

**DIN EN ISO 21268-4**

ICS 13.080.05

**Entwurf**

Einsprüche bis 2018-04-16  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN SPEC 1131  
(DIN ISO/TS 21268-4):2010-02

**Bodenbeschaffenheit –  
Elutionsverfahren für die anschließende chemische und ökotoxikologische  
Untersuchung von Boden und von Bodenmaterialien –  
Teil 4: Einfluss des pH-Wertes unter vorheriger Säure/Base-Zugabe  
(ISO/DIS 21268-4:2018);  
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21268-4:2018**

Soil quality –

Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials –

Part 4: Influence of pH on leaching with initial acid/base addition (ISO/DIS 21268-4:2018);  
German and English version prEN ISO 21268-4:2018

Qualité du sol –

Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques ultérieurs des sols et matériaux du sol –

Partie 4: Essai de dépendance au pH avec ajout initial d'acide/base (ISO/DIS 21268-4:2018);  
Version allemande et anglaise prEN ISO 21268-4:2018

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-02-16 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und  
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs  
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [naw@din.de](mailto:naw@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten  
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 77 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

## **Nationales Vorwort**

Dieses Dokument (prEN ISO 21268-4:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Unterausschuss NA 119-01-02-05 UA „Elutionsverfahren“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

|                |                         |
|----------------|-------------------------|
| ISO 3696       | siehe DIN ISO 3696      |
| ISO 5667-3     | siehe DIN EN ISO 5667-3 |
| ISO 7027       | siehe DIN EN ISO 7027   |
| ISO 10381-1    | siehe DIN ISO 10381-1   |
| ISO 10381-2    | siehe DIN ISO 10381-2   |
| ISO 10381-3    | siehe DIN ISO 10381-3   |
| ISO 10381-4    | siehe DIN ISO 10381-4   |
| ISO 10381-5    | siehe DIN ISO 10381-5   |
| ISO 10381-6    | siehe DIN ISO 10381-6   |
| ISO 10523      | siehe DIN 38404-5       |
| ISO 11047      | siehe DIN ISO 11047     |
| ISO 11465      | siehe DIN ISO 11465     |
| ISO 15176:2002 | siehe DIN 19731         |
| ISO 15799      | siehe DIN ISO 15799     |

## **Änderungen**

Gegenüber DIN SPEC 1131 (DIN ISO/TS 21268-4):2010-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 15 „Verfahrensdaten“ technisch überarbeitet;
- b) Anhang D „Wiederholbarkeits- und Reproduzierbarkeitsdaten“ hinzugefügt.

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN 19731, *Bodenbeschaffenheit — Verwertung von Bodenmaterial*

DIN 38404-5, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C) — Teil 5: Bestimmung des pH-Wertes (C 5)*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

DIN EN ISO 7027, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Trübung*

DIN EN ISO 10523, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung des pH-Werts*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 10381-1, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahme-programmen*

DIN ISO 10381-2, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Anleitung für Probenahmeverfahren*

DIN ISO 10381-3, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Sicherheit*

DIN ISO 10381-4, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 4: Anleitung für das Vorgehen bei der Untersuchung von natürlichen, naturnahen und Kulturstandorten*

DIN ISO 10381-5, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 5: Anleitung für die Vorgehensweise bei der Untersuchung von Bodenkontaminationen auf urbanen und industriellen Standorten*

DIN ISO 10381-6, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 6: Anleitung zur Entnahme, Behandlung und Lagerung von Boden unter aeroben Bedingungen für die Beurteilung mikrobiologischer Prozesse sowie der Biomasse und der Diversität unter Laboratoriumsbedingungen*

DIN ISO 11047, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt — Flammen- und elektrothermisches atomabsorptions-spektrometrisches Verfahren*

DIN ISO 11277, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Partikelgrößenverteilung in Mineralböden — Verfahren mittels Siebung und Sedimentation*

DIN ISO 11465, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse — Gravimetrisches Verfahren*

DIN ISO 15799, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung zur ökotoxikologischen Charakterisierung von Böden und Bodenmaterialien*

— Leerseite —

**Bodenbeschaffenheit — Elutionsverfahren für die anschließende chemische und ökotoxikologische Untersuchung von Boden und von Bodenmaterialien — Teil 4: Einfluss des pH-Wertes unter vorheriger Säure/Base-Zugabe (ISO/DIS 21268-4:2018)**

*Qualité du sol — Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques ultérieurs des sols et matériaux du sol — Partie 4 : Essai de dépendance au pH avec ajout initial d'acide/base (ISO/DIS 21268-4:2018)*

*Soil quality — Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials — Part 4: Influence of pH on leaching with initial acid/base addition (ISO/DIS 21268-4:2018)*

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm  
Dokument-Untertyp:  
Dokumentstufe: parallele Umfrage  
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9d

## Inhalt

|                                                                                                                                                                                                                  | Seite |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                                                                                                                                                       | 4     |
| Vorwort .....                                                                                                                                                                                                    | 5     |
| Einleitung .....                                                                                                                                                                                                 | 6     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                                                                                                                        | 7     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                                                                                                                                   | 7     |
| 3 Begriffe .....                                                                                                                                                                                                 | 8     |
| 4 Symbole und Abkürzungen .....                                                                                                                                                                                  | 9     |
| 5 Kurzbeschreibung .....                                                                                                                                                                                         | 10    |
| 6 Prüfeinrichtung .....                                                                                                                                                                                          | 11    |
| 7 Reagenzien .....                                                                                                                                                                                               | 12    |
| 8 Probenvorbehandlung .....                                                                                                                                                                                      | 13    |
| 8.1 Probenmenge .....                                                                                                                                                                                            | 13    |
| 8.2 Teilchengrößenreduktion .....                                                                                                                                                                                | 13    |
| 8.3 Bestimmung des Trockenmassegehalts und des Wassergehalts .....                                                                                                                                               | 13    |
| 8.4 Vorbereitung der Messprobe .....                                                                                                                                                                             | 14    |
| 9 Verfahren .....                                                                                                                                                                                                | 14    |
| 9.1 Kontaktzeit .....                                                                                                                                                                                            | 14    |
| 9.2 pH-Wert-Bereich .....                                                                                                                                                                                        | 15    |
| 9.3 Auslaugungsprüfung .....                                                                                                                                                                                     | 15    |
| 9.3.1 Allgemeines .....                                                                                                                                                                                          | 15    |
| 9.3.2 Herstellung des Auslaugungsmittels .....                                                                                                                                                                   | 15    |
| 9.3.3 Auslaugungsverfahren .....                                                                                                                                                                                 | 17    |
| 9.4 Natürlicher pH-Wert .....                                                                                                                                                                                    | 19    |
| 10 Behandlung, Lagerung und Analyse von Eluatzen .....                                                                                                                                                           | 19    |
| 11 Analytische Bestimmung .....                                                                                                                                                                                  | 19    |
| 12 Blindversuch .....                                                                                                                                                                                            | 19    |
| 13 Berechnung .....                                                                                                                                                                                              | 20    |
| 14 Prüfbericht .....                                                                                                                                                                                             | 20    |
| 15 Leistungskenngrößen .....                                                                                                                                                                                     | 21    |
| Anhang A (informativ) Beispiel für ein spezifisches Flüssigkeits-Feststoff-Trennverfahren für<br>Bodenproben .....                                                                                               | 22    |
| A.1 Einleitung .....                                                                                                                                                                                             | 22    |
| A.2 Prüfeinrichtung .....                                                                                                                                                                                        | 22    |
| A.3 Verfahren .....                                                                                                                                                                                              | 22    |
| Anhang B (informativ) Vorgehensweise und Nutzung der Prüfung: Einfluss des pH-Werts auf<br>das Auslaugungsverhalten .....                                                                                        | 24    |
| B.1 Vergleich der Vorgehensweise bei der Durchführung der Prüfung mit der<br>Vorgehensweise bei der Prüfung mit kontinuierlicher pH-Wert-Kontrolle — Einfluss des<br>pH-Werts auf das Auslaugungsverhalten ..... | 24    |
| B.2 Angabe der Ergebnisse .....                                                                                                                                                                                  | 24    |
| B.3 Anwendungsbereich der Prüfung und dessen Grenzen .....                                                                                                                                                       | 26    |

|                                                                              |                                                                                                                         |    |
|------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| B.4                                                                          | Beispiel: Bestimmung der Empfindlichkeit der Auslaugung gegenüber dem pH-Wert im umweltrelevanten pH-Wert-Bereich ..... | 27 |
| Anhang C (informativ) Vorläufige Bestimmung des Säure-/Base-Verbrauchs ..... |                                                                                                                         | 28 |
| C.1                                                                          | Allgemeines .....                                                                                                       | 28 |
| C.2                                                                          | Titrimationsverfahren zur Bestimmung des ANC und BNC .....                                                              | 28 |
| C.2.1                                                                        | Reagenzien.....                                                                                                         | 28 |
| C.2.2                                                                        | Prüfeinrichtung.....                                                                                                    | 28 |
| C.2.3                                                                        | Messprobe .....                                                                                                         | 28 |
| C.2.4                                                                        | Verfahren .....                                                                                                         | 28 |
| C.2.5                                                                        | Angabe der Ergebnisse.....                                                                                              | 30 |
| C.3                                                                          | Willkürliche Teilung des maximalen Verbrauchs an Säure/Base für die extremen pH-Werte .....                             | 30 |
| C.3.1                                                                        | Allgemeines .....                                                                                                       | 30 |
| C.3.2                                                                        | Reagenzien.....                                                                                                         | 30 |
| C.3.3                                                                        | Prüfeinrichtung.....                                                                                                    | 30 |
| C.3.4                                                                        | Messprobe.....                                                                                                          | 30 |
| C.3.5                                                                        | Verfahren .....                                                                                                         | 31 |
| C.3.6                                                                        | Angabe der Ergebnisse.....                                                                                              | 32 |
| Anhang D (informativ) Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten..... |                                                                                                                         | 33 |
| D.1                                                                          | In einer Ringversuchsstudie verwendete Bodenprobe.....                                                                  | 33 |
| D.2                                                                          | Ergebnisse des laborübergreifenden Vergleichs.....                                                                      | 33 |
| Literaturhinweise.....                                                       |                                                                                                                         | 38 |

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21268-4:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird ISO/TS 21268-4:2007 ersetzen.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 21268-4:2018 wurde von CEN als prEN ISO 21268-4:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: [www.iso.org/iso/foreword.html](http://www.iso.org/iso/foreword.html).

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190, *Soil quality*, Unterkomitee SC 7, *Soil and site assessment* erarbeitet.

Diese erste Ausgabe von ISO 21268-4 ersetzt ISO/TS 21268-4:2007, die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Abschnitt 15 Leistungskenngrößen wurde technisch überarbeitet;
- Anhang D „Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten“ wurde hinzugefügt.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 21268 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

## Einleitung

In verschiedenen Ländern sind Prüfungen für die Charakterisierung und Bewertung von Bestandteilen, die aus Materialien freigesetzt werden können, entwickelt worden. Die Freisetzung von löslichen Bestandteilen nach Kontakt mit Wasser wird als ein Hauptmechanismus der Freisetzung betrachtet, der zu einer potenziellen Gefährdung für die Umwelt bei der Verwendung und Beseitigung von Materialien führt. Ziel dieser Prüfungen ist es, die Auslaugungseigenschaften von Materialien zu bestimmen. Die Komplexität des Auslaugungsprozesses macht Vereinfachungen erforderlich.

Von den für das Auslaugungsverhalten relevanten Gesichtspunkten können nicht alle in einer Norm berücksichtigt werden.

Prüfverfahren zur Charakterisierung des Verhaltens von Materialien können in der Regel in drei Kategorien unterteilt werden (siehe Literaturhinweise [1], [2] und [4]). Der Zusammenhang zwischen diesen Prüfverfahren ist nachstehend zusammengefasst.

- a) Prüfungen zur „grundlegenden Charakterisierung“ werden durchgeführt, um Angaben über das kurzfristige und langfristige Auslaugungsverhalten und zu den charakteristischen Eigenschaften von Materialien zu erhalten. Diese festgelegten Prüfungen berücksichtigen Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisse (L/S), Zusammensetzung des Auslaugungsmittels, Faktoren, die die Auslaugbarkeit bestimmen, wie z. B. pH-Wert, Redoxpotenzial, Komplexbildungsvermögen, Rolle des gelösten organischen Kohlenstoffs (en: dissolved organic carbon, DOC), Alterung des Materials und physikalische Parameter.
- b) „Übereinstimmungsuntersuchungen“ werden durchgeführt, um festzustellen, ob das Material einem spezifischen Verhalten oder spezifischen Bezugswerten entspricht. Diese Prüfverfahren konzentrieren sich auf die Schlüsselvariablen und das Auslaugungsverhalten, die zuvor in den Prüfungen zur grundlegenden Charakterisierung festgestellt wurden.
- c) „Verifizierungsprüfungen vor Ort“ werden als schnelle Überprüfung angewendet, um zu bestätigen, dass das Material mit dem identisch ist, das der (den) Übereinstimmungsuntersuchung(en) unterzogen wurde. Bei Verifizierungsprüfungen vor Ort handelt es sich nicht notwendigerweise um Auslaugungsprüfungen.

Das in diesem Verfahren festgelegte Prüfverfahren gehört zur Kategorie a) „Grundlegende Charakterisierungsprüfungen“.

ANMERKUNG Bis jetzt wurden die in diesem Teil von ISO/TS 21268 beschriebenen Prüfverfahren nicht validiert.

## 1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO/TS 21268 legt ein Prüfverfahren fest, um Angaben über das kurzfristige und langfristige Auslaugungsverhalten und zu den charakteristischen Eigenschaften von Materialien zu erhalten.

Er wird angewendet, um den Einfluss des pH-Werts auf die Auslaugbarkeit anorganischer und organischer Bestandteile aus Böden und Bodenmaterialien sowie die ökotoxikologischen Auswirkungen von Eluaten auf Mikroorganismen, Fauna und Flora zu untersuchen. Die Prüfung ist nicht geeignet für Bestandteile, die unter Umgebungsbedingungen flüchtig sind. Der Gleichgewichtszustand, wie er in diesem Teil von ISO/TS 21268 definiert ist, wird durch Zugabe von vorher bestimmten Mengen an Säure oder Base hergestellt, um die gewünschten endgültigen pH-Werte zu erreichen.

Durch das in diesem Teil von ISO/TS 21268 festgelegte Prüfverfahren werden Eluate hergestellt, die anschließend physikalisch, chemisch und ökotoxikologisch nach Standardverfahren charakterisiert werden.

Für die Durchführung ökotoxikologischer Untersuchungen liegt der betreffende pH-Wert-Bereich (siehe 9.2) üblicherweise zwischen 5 und 9.

ANMERKUNG 1 Zu den flüchtigen organischen Bestandteilen gehören niedermolekulare Komponenten in Mischungen wie z. B. Mineralöl.

ANMERKUNG 2 Es ist nicht immer möglich, die Prüfbedingungen gleichzeitig für anorganische und organische Bestandteile zu optimieren, und die optimalen Prüfbedingungen können sich auch für unterschiedliche Gruppen von organischen Bestandteilen unterscheiden. Die Prüfanforderungen für organische Bestandteile sind im Allgemeinen strenger als für anorganische Bestandteile. Die Prüfbedingungen, die für die Messung der Freisetzung von organischen Bestandteilen geeignet sind, sind im Allgemeinen auch auf anorganische Bestandteile anwendbar.

ANMERKUNG 3 Für ökotoxikologische Untersuchungen sind Eluate erforderlich, die die Freisetzung sowohl von anorganischen als auch von organischen Schadstoffen widerspiegeln. Im vorliegenden Dokument umfasst die ökotoxikologische Untersuchung auch die genotoxikologische Untersuchung.

Dieses Prüfverfahren ist allein nicht ausreichend, um das gesamte Auslaugungsverhalten eines Bodens zu bestimmen. Für diese erweiterte Zielsetzung sind weitere Auslaugungsprüfungen erforderlich. Dieser Teil von ISO/TS 21268 befasst sich nicht mit gesundheitlichen und sicherheitstechnischen Belangen. Er dient nur der Bestimmung der in Abschnitt 5 dargestellten Auslaugungseigenschaften.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 5667-3, *Water Quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples*

ISO 7027, *Water quality — Determination of turbidity*

ISO 10381-1, *Soil quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*

ISO 10381-2, *Soil quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques*

ISO 10381-3, *Soil quality — Sampling — Part 3: Guidance on safety*

ISO 10381-4, *Soil quality — Sampling — Part 4: Guidance on the procedure for investigation of natural, near-natural and cultivated sites*

ISO 10381-5, *Soil quality — Sampling — Part 5: Guidance on the procedure for the investigation of urban and industrial sites with regard to soil contamination*

ISO 10523, *Water quality — Determination of pH*

ISO 11465, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

### 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

**3.1 Auslaugungsprüfung**  
Prüfung, bei der ein Boden oder Bodenmaterial unter genau festgelegten Bedingungen in Kontakt mit einem Auslaugungsmittel gebracht wird und einige Bestandteile des Materials extrahiert werden

**3.2 Auslaugungsmittel**  
Flüssigkeit, die in einer Auslaugungsprüfung verwendet wird

**3.3 Eluat**  
Lösung, die durch eine Auslaugungsprüfung im Laboratorium erhalten wird

**3.4 einstufiges Schüttelverfahren**  
Auslaugungsprüfung, bei der eine vorgegebene Menge eines Materials in einem Schritt mit einer vorgegebenen Menge eines Auslaugungsmittels ausgelaugt wird

**3.5 Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis L/S**  
Verhältnis zwischen der Menge an Flüssigkeit (L) und an Feststoffen (S) bei der Prüfung

Anmerkung 1 zum Begriff: L/S wird in Litern je Kilogramm (l/kg) Trockenmasse angegeben.

**3.6 Trockenmassegehalt**  
 $w_{dm}$   
in Prozent angegebenes Verhältnis zwischen der nach ISO 11465 bestimmten Masse des Trockenrückstands und der entsprechenden Rohmasse

**3.7 Wassergehalt**  
 $w_{H_2O}$   
in Prozent angegebenes Verhältnis zwischen der im Material im Anlieferungszustand enthaltenen Wassermasse und dem entsprechenden Trockenrückstand des Materials

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Grundlage zur Berechnung des Wassergehalts ist die Masse des Trockenrückstands in diesem Teil von ISO/TS 21268, wie in ISO 11465 (zur Bestimmung des Wassergehalts von Boden) festgelegt.

### 3.8

#### **Laboratoriumsprobe**

Probe oder Teilprobe(n), die dem Labor zugesandt oder von diesem erhalten wird

[QUELLE: IUPAC:1997]

### 3.9

#### **Untersuchungsprobe**

aus der Laboratoriumsprobe hergestellte Probe, aus der die Messproben zur Prüfung oder Analyse entnommen werden

[QUELLE: IUPAC:1997]

### 3.10

#### **Messprobe**

zur Analyse entnommene(s) Menge oder Volumen der Untersuchungsprobe, üblicherweise von bekannter Masse oder bekanntem Volumen

[QUELLE: IUPAC:1997]

### 3.11

#### **Bodenmaterial**

#### **bodenähnliches Material**

Bodenaushub, Baggergut, künstlich hergestellte Böden, sanierte Böden und Auffüllungsböden

[QUELLE: ISO 15176:2002, 3.1.4]

## 4 Symbole und Abkürzungen

ANC Säureneutralisationskapazität (en: acid neutralization capacity)

BNC Baseneutralisationskapazität (en: base neutralization capacity)

$C_B$  ist die Konzentration der Base (mol/l) (siehe 7.4)

DOC gelöster organischer Kohlenstoff (en: dissolved organic carbon)

L/S Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis (en: liquid to solid ratio)

$m_D$  ist die Masse der getrockneten Probe (kg)

$m_W$  ist die Masse der ungetrockneten Probe (kg)

$n_B$  ist der Verbrauch an Base bei einem bestimmten pH-Wert (mol/kg OH<sup>+</sup>-Trockenmasse)

$t_0$  Zeit zum Beginn der Auslaugungsprüfung

$V_A, V_B$  Volumen der in dem Auslaugungsmittel verwendeten Säure/Base

$V_d$  im Auslaugungsmittel verwendetes Volumen an vollentsalztem Wasser

$V_L$  Volumen des hergestellten Auslaugungsmittels

$w_{dm}$  Trockenmassegehalt des Bodens

$w_{H_2O}$  Wassergehalt

## 5 Kurzbeschreibung

Mehrere einzelne Messproben (bis zu acht) werden bei einem konstanten L/S-Verhältnis ( $L/S = 10 \text{ l/kg}$ ) mit Auslaugungsmitteln ausgelaugt, die verschiedene vorher gewählte Mengen an Säure oder Base und eine geringe Konzentration ( $0,001 \text{ mol/l}$ ) Calciumchlorid enthalten, um am Ende der Extraktionszeit stationäre pH-Werte zu erreichen (siehe 8.4). Jedes Auslaugungsmittel wird zu Beginn der Prüfung in drei Schritten hinzugefügt. Mindestens acht endgültige pH-Werte sind für die vollständige Prüfung erforderlich, die den Bereich von pH 4 bis pH 12 (einschließlich beider Werte, d. h., der niedrigste Wert ist 4 und der höchste Wert ist 12) einschließen. Die Menge an Säure oder Base, die für die Abdeckung des pH-Wert-Bereichs notwendig ist, kann aus den Ergebnissen einer Vortitration, aus verfügbaren experimentellen Daten über das zu prüfende Material oder aus einer willkürlichen Teilung des im Vorversuch bestimmten maximalen Verbrauchs an Säure oder Base abgeleitet werden. Die Prüfungen werden bei einer bestimmten Kontaktdauer durchgeführt, wobei angenommen werden kann, dass sich an deren Ende ein Gleichgewichtszustand hinsichtlich der meisten Bestandteile in den meisten zu charakterisierenden Bodenmaterialien eingestellt hat. Der Gleichgewichtszustand, wie er in diesem Teil von ISO/TS 21268 definiert ist, wird am Ende der Extraktionszeit verifiziert.

Die Ergebnisse werden für jeden endgültigen pH-Wert in Milligramm je Liter ( $\text{mg/l}$ ) der Bestandteile angegeben. Für jeden endgültigen pH-Wert wird auch die Menge an zugefügter Säure in  $\text{mol/kg H}^+$  bezogen auf Trockenmasse und die Menge zugefügter Base als negativer Wert für  $\text{mol/kg H}^+$  bezogen auf Trockenmasse angegeben.

ANMERKUNG 1 Diese Prüfung kann auch unter Anwendung einer kontinuierlichen pH-Wert-Kontrolle durchgeführt werden. Die Ergebnisse sind im Allgemeinen widerspruchsfrei (siehe Anhang B).

ANMERKUNG 2 Andere Angaben der Ergebnisse sind möglich (einschließlich  $\text{mg/kg}$  Trockenmasse).

Aus der Menge an Säure bzw. Base, die zum Erreichen des gegebenen endgültigen pH-Werts verwendet wurde, kann auch die Säure- bzw. Baseneutralisationskapazität (ANC, BNC) des Bodens oder Bodenmaterials bestimmt werden.

ANMERKUNG 3 Der durch die Prüfung umfasste pH-Wert-Bereich kann auf einen pH-Wert-Bereich eingeschränkt werden, der auf ein bestimmtes Material und die zu berücksichtigende Fragestellung (siehe 9.2) zutrifft.

ANMERKUNG 4 Das Auslaugungsmittel enthält  $0,001 \text{ mol/l CaCl}_2$ , um die durch eine zu geringe Ionenstärke des Auslaugungsmittels bedingte Mobilisierung von DOC auf ein Mindestmaß zu verringern. Bei einer Konzentration von  $0,001 \text{ mol/l CaCl}_2$  wird die Komplexbildung von Metallen mit Chlorid als vernachlässigbar angesehen.

Die Bestandteile des (der) Eluats (Eluate) werden mithilfe von Verfahren gemessen, die den für die Wasseranalyse entwickelten Verfahren so angepasst wurden, dass sie die Kriterien für Eluatanalysen erfüllen. Das Eluat darf auch einer anschließenden ökotoxikologischen oder genotoxikologischen Untersuchung unterzogen werden.

Nach Beendigung der Prüfung werden die Auslaugungsbedingungen (wie pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, DOC und wahlweise Trübung und Redoxpotenzial, die vom Material bestimmt werden) aufgezeichnet.

ANMERKUNG 5 Diese Parameter steuern oft das Auslaugungsverhalten von Bodenmaterialien und sind daher bei der Kontrolle der Auslaugungsprüfung von Bedeutung.

## 6 Prüfeinrichtung

**6.1 Borosilikatglas** von hoher Reinheit nach ISO 5667-3, mit einem Nennvolumen von 1 l, mit Deckeln aus inertem Material, zum Beispiel PTFE (Polytetrafluorethylen). Spülen ist obligatorisch.

ANMERKUNG 1 Wenn nur anorganische Parameter analysiert werden, können alternative Materialien wie z. B. Flaschen aus HDPE/PP verwendet werden; eine Ausnahme stellen nicht konservierte Proben für die Quecksilberanalyse dar.

ANMERKUNG 2 Wenn eine Analyse auf Bor notwendig ist, dürfen beliebige Kunststoffflaschen verwendet werden, z. B. aus PTFE (Polytetrafluorethylen).

Das Nennvolumen von 1 l in Verbindung mit der Masse  $m_D$  von 60 g wird zur Minimierung des Dampfraums gewählt. Bei  $m_D = 15$  g und 30 g müssen Flaschenvolumina von 250 ml und 500 ml verwendet werden. Bei Materialien mit geringer Dichte sind zur Sicherstellung eines minimalen Dampfraums gegebenenfalls Abweichungen von dieser Anforderung erforderlich. Diese Abweichung sollte im Prüfbericht angegeben werden.

Glas von hoher Qualität wird sowohl für anorganische als auch für organische Schadstoffe als geeignet angesehen, besonders weil der pH-Wert-Bereich bei Bodenuntersuchungen üblicherweise nicht die Bedingungen ( $\text{pH} > 12$  und  $\text{pH} < 4$ ) einschließt, bei denen Glas selbst angegriffen wird. Für die ökotoxikologische Untersuchung werden sowohl Eluate von anorganischen als auch von organischen Schadstoffen benötigt, was die Notwendigkeit der Herstellung integrierter Eluate unterstreicht.

**6.2 Überkopfschüttler** ( $5 \text{ min}^{-1}$  bis  $10 \text{ min}^{-1}$ ) **oder ein Walzentisch** mit einer Drehzahl von etwa  $10 \text{ min}^{-1}$ .

Es können andere Schüttelgeräte verwendet werden, vorausgesetzt, sie liefern nachweislich gleichwertige Ergebnisse. Diese Schüttelgeräte sind festgelegt, weil ein übermäßiger Abrieb, der zu einer signifikanten Teilchengrößenreduktion führt, vermieden werden sollte.

**6.3 Filtrationsvorrichtung**, entweder ein Vakuumfiltrationsgerät (zwischen 2,5 kPa und 4,0 kPa) oder ein Hochdruckfiltrationsgerät ( $< 0,5 \text{ MPa}$ ). Reinigen ist obligatorisch.

**6.4 Vorgespülte 0,45- $\mu\text{m}$ -Membranfilter** zur Filtration (z. B. gespült mit  $0,1 \text{ mol/l HNO}_3$ , wie in 7.2 festgelegt, und Wasser wie in 7.1 festgelegt).

Die Filter müssen Glasfaserfilter ohne organischen Klebstoff oder regenerierte Cellulose sein (S&S<sup>1</sup>, RC 55<sup>1</sup>) oder vergleichbare Qualität). Das Filtermaterial muss mit der zu prüfenden Extraktionsmittellösung verträglich sein.

ANMERKUNG Wenn nur anorganische Schadstoffe zu analysieren sind, können alternative Filtermaterialien ausgewählt werden, z. B. Celluloseacetat, PTFE.

**6.5 Siebvorrichtung**, mit Sieben von 2 mm Nenn-Maschenweite.

ANMERKUNG Durch das Sieben kann eine Kontamination der Probe in einem Ausmaß erfolgen, das die Auslaugung einiger interessierender Bestandteile beeinflusst; z. B. Chrom, Nickel und Molybdän aus Zerkleinerungsvorrichtungen aus nichtrostendem Stahl oder Weichmacher aus Kunststoffsieben.

---

1) S&S und RC 55 sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils von ISO/TS 21268 und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO.

**6.6 Zentrifuge**, die bei 20 000 *g* bis 30 000 *g* betrieben wird, unter Verwendung von Zentrifugenröhrchen aus FEP (fluoriertem Ethylen-Propylen) oder von Röhrchen aus einem anderen Material, das sowohl in Bezug auf anorganische als auch organische Verbindungen inert und geeignet für Hochgeschwindigkeits-zentrifugation ist.

Wenn keine Hochgeschwindigkeitszentrifuge (Ultrazentrifuge) zur Verfügung steht, darf alternativ in Kombination mit einer verlängerten Zentrifugierdauer eine Zentrifuge eingesetzt werden, die bei 2 000 *g* bis 2 500 *g* betrieben wird und bei der Glasflaschen verwendet werden. Um die gewünschte Temperatur aufrechtzuerhalten, muss gekühlt werden.

**6.7 Glasflaschen** mit Schraubverschluss und Einlage aus PTFE (Polytetrafluorethylen) für die Zentrifugierung.

**6.8 Gerät zur Messung der elektrischen Leitfähigkeit.**

**6.9 pH-Wert-Messgerät** nach ISO 10523.

**6.10 Gerät zur Messung des Redoxpotenzials** (optional).

**6.11 Waage** mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 g.

**6.12 Probenteiler** zur Gewinnung von Teilproben aus der Laboratoriumsprobe (wahlfrei).

**6.13 Gerät zur Trübungsmessung** wie in ISO 7027 festgelegt.

**6.14 Zerkleinerungsvorrichtung:** ein Backenbrecher.

**ANMERKUNG** Durch die Teilchengrößenreduktion kann eine Kontamination der Probe in einem Ausmaß erfolgen, das die Auslaugung einiger interessierender Bestandteile beeinflusst, z. B. Chrom, Nickel und Molybdän aus Zerkleinerungsvorrichtungen aus nichtrostendem Stahl.

## 7 Reagenzien

Die verwendeten Reagenzien müssen analysenrein sein.

**7.1 Auslaugungsmittel, vollentsalztes Wasser, deionisiertes Wasser oder Wasser von entsprechender Reinheit** ( $5 < \text{pH} < 7,5$ ), mit einer Leitfähigkeit  $< 0,5 \text{ mS/m}$  in Übereinstimmung mit Grad 3 nach ISO 3696, aufgestockt auf 0,001 mol/l  $\text{CaCl}_2$ .

Wenn organische Schadstoffe betrachtet werden, sollte ein Blindversuch einbezogen werden, um nachzuweisen, dass im Auslaugungsmittel keine Hintergrundkontamination vorliegt.

**7.2 Spüllösungen: Salpetersäure 0,1 mol/l (analysenrein) und/oder organische Lösungsmittel (Aceton).**

**7.3 Salpetersäure (analysenrein)**, 0,1 mol/l bis 5 mol/l.

**7.4 Natriumhydroxid, NaOH**, 0,1 mol/l bis 5 mol/l.

## 8 Probenvorbehandlung

### 8.1 Probenmenge

Eine repräsentative Laboratoriumsprobe von mindestens 1 kg (Trockenmasse) Material wird entnommen. Zur Teilung der Probe wird ein Probenteiler (6.12) verwendet oder die Teilung wird durch Kegelbildung und Vierteln vorgenommen.

Um repräsentative Laboratoriumsproben zu erhalten, sollte die Probenahme nach dem Leitfaden für die Erstellung eines Probenahmeplans für Bodenmaterialien, wie in ISO 10381-1 bis ISO 10381-5 festgelegt, erfolgen.

Wenn es für die ökotoxikologische Untersuchung notwendig ist, können größere Eluatvolumina hergestellt werden, sofern die Verhältnisse in Bezug auf L/S eingehalten werden. Durch die Anforderungen an das Volumen bedingte Abweichungen müssen im Prüfbericht angegeben werden.

Der Umfang der Laboratoriumsprobe hängt von der Korngrößenverteilung des zu analysierenden Bodens ab (siehe Probenahmenorm). Der vorgeschriebene Probenumfang ist im Allgemeinen angemessen. In speziellen Fällen kann ein kleinerer Probenumfang zulässig sein (zum Beispiel, wenn aus bestimmten Gründen weniger Material zur Verfügung steht), vorausgesetzt, die Prüfung kann nach den Festlegungen in 8.2 durchgeführt werden. Sämtliche Abweichungen müssen im Prüfbericht angegeben werden.

### 8.2 Teilchengrößenreduktion

Die Prüfungen sind vorzugsweise an Material im Anlieferungszustand durchzuführen. Die herzustellende Messprobe muss jedoch bei mindestens 95 % (Massenanteil) des Materials eine Korngröße < 4 mm aufweisen. Falls erforderlich, muss die Laboratoriumsprobe gesiebt werden (6.5). Überkorn natürlicher Herkunft (z. B. Steine, Kieselsteine, Zweige) in der Probe ist abzutrennen und zu verwerfen. Die Masse und Art des Überkorns müssen aufgezeichnet werden. Wenn das Überkorn nicht natürlicher Herkunft ist und 5 % (Massenanteil) überschreitet, ist der gesamte Überkornanteil mit einer geeigneten Zerkleinerungsvorrichtung zu zerkleinern. Auf keinen Fall darf das Material fein gemahlen werden. Ungeachtet jeglicher erforderlicher Größenreduktion sind die einzelnen Fraktionen, mit Ausnahme des nicht zerkleinerbaren Materials, zu mischen, um die Untersuchungsprobe zu erhalten. Nur wenn die Laboratoriumsprobe aufgrund ihres Wassergehalts nicht zerkleinert oder gesiebt werden kann, darf die Laboratoriumsprobe getrocknet werden. Die Trocknungstemperatur darf 25 °C nicht überschreiten.

ANMERKUNG Wenn in nationalen Bestimmungen andere Korngrößen festgelegt sind, können diese angewendet werden.

Sieben und Trocknen bei 25 °C können dennoch zu einem Verlust von einigen flüchtigen Bestandteilen (anorganischen und organischen) führen. In diesem Fall werden Teilchengrößenreduktion und Trocknen am besten vermieden, weil sie die Auslaugungseigenschaften verändern können.

### 8.3 Bestimmung des Trockenmassegehalts und des Wassergehalts

Die gesamte Untersuchungsprobe, die das Korngrößenkriterium nach 8.2 erfüllt, darf nicht weiter getrocknet werden. Der Wassergehalt der Untersuchungsprobe ist an einer Teilprobe bei  $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$  zu bestimmen. Das ist bei der Einstellung des L/S-Verhältnisses zu berücksichtigen. Die Trockenmasse der Probe ist bei  $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ , nach ISO 11465 zu bestimmen und der Trockenmassegehalt nach Gleichung (1) zu berechnen:

$$w_{\text{dm}} = 100 \cdot m_{\text{D}}/m_{\text{W}} \quad (1)$$

Dabei ist

- $w_{\text{dm}}$  der Trockenmassegehalt, in Prozent (%);
- $m_{\text{D}}$  die Masse der getrockneten Probe, in Kilogramm (kg);
- $m_{\text{W}}$  die Masse der ungetrockneten Probe, in Kilogramm (kg).

Der Wassergehalt ( $w_{\text{H}_2\text{O}}$  in Prozent) wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = 100 \cdot (m_{\text{W}} - m_{\text{D}}) / m_{\text{D}} \quad (2)$$

Wenn in der Bodenprobe flüchtige oder nicht stabile Verbindungen vorliegen, kann dieses gravimetrische Verfahren nicht für eine genaue Bestimmung des Wassergehalts angewendet werden (siehe ISO 11465).

Wenn die Bodenprobe vor der Prüfung luftgetrocknet wird, muss auch der Trockenmassegehalt der luftgetrockneten Probe  $w_{\text{dm,AD}}$  bestimmt werden.

## 8.4 Vorbereitung der Messprobe

Mit einem Probenteiler oder durch Kegelbildung und Vierteln sind mindestens acht Messproben herzustellen. In Abhängigkeit von der Heterogenität der Probe und dem für die Analyse erforderlichen Volumen an Eluat muss der Umfang der Messprobe  $m_{\text{D}} = 15 \text{ g}$ ,  $30 \text{ g}$  oder  $60 \text{ g}$  betragen (mit einer Fehlergrenze von  $\pm 1 \text{ g}$ ).

Die Masse der für die Prüfung zu verwendenden nicht getrockneten Messprobe,  $m_{\text{W}}$ , ist nach Gleichung (3) zu berechnen:

$$m_{\text{W}} = \frac{m_{\text{D}}}{w_{\text{dm}}} \cdot 100 \quad (3)$$

Dabei ist

- $m_{\text{D}}$  die Trockenmasse der Messprobe (g);
- $m_{\text{W}}$  die ungetrocknete Masse der Messprobe (g);
- $w_{\text{dm}}$  der Trockenmassegehalt des Bodens (%).

## 9 Verfahren

### 9.1 Kontaktzeit

Das Auslaugungsverfahren umfasst drei festgelegte Stufen:

- Zeitintervall A (Zugabe von Säure/Base) von  $t_0$  bis  $(t_0 + 4 \text{ h})$  für die Zugabe von Säure/Base in drei Schritten;
- Zeitintervall B (Dauer der Einstellung des Gleichgewichts) von  $(t_0 + 4 \text{ h})$  bis  $(t_0 + 44 \text{ h})$ , Dauer der Einstellung des Gleichgewichts;
- Zeitintervall C (Dauer der Verifizierung) von  $(t_0 + 44 \text{ h})$  bis  $(t_0 + 48 \text{ h})$  für die Verifizierung des Gleichgewichtszustands.

Nach jedem dieser Zeitintervalle wird der pH-Wert in der Flüssigkeit gemessen. Die Gesamtkontaktdauer (A + B + C) beträgt 48 h.

## 9.2 pH-Wert-Bereich

Die vollständige Prüfung muss den Bereich von pH 4 bis pH 12 umfassen (einschließlich beider Werte, d. h., der niedrigste Wert ist 4 und der höchste Wert ist 12), wobei einschließlich des natürlichen pH-Werts (ohne Zugabe von Säure oder Base) bei mindestens acht pH-Werten geprüft wird. Der größte Unterschied zwischen zwei aufeinander folgenden pH-Werten darf nicht mehr als 1,5 pH-Wert-Einheiten betragen.

Um sicherzustellen, dass die geeigneten pH-Werte in einem Versuchsdurchgang erhalten werden können, können zusätzliche Flaschen vorbereitet werden, von denen nur die Flaschen mit den gewünschten endgültigen pH-Werten für die Analyse belassen werden.

Der durch die Prüfung umfasste pH-Wert-Bereich kann auf einen pH-Wert-Bereich eingegrenzt werden, der zutreffend für ein bestimmtes Material und die zu berücksichtigende Fragestellung ist. Der zu umfassende pH-Wert-Bereich kann von den spezifischen Eigenschaften des Bodenmaterials, der zur Verfügung stehenden Information über dieses Material und den Fragen, die bei der Durchführung der Prüfung zu beantworten sind, abhängen. Die zu berücksichtigende Anzahl von pH-Werten kann entsprechend verringert werden, zum Beispiel für die Durchführung ökotoxikologischer Untersuchungen; der betreffende pH-Wert-Bereich liegt üblicherweise zwischen pH 5 und 9.

## 9.3 Auslaugungsprüfung

### 9.3.1 Allgemeines

Die folgende Verfahrensweise gilt für alle ausgewählten und zu prüfenden pH-Werte.

### 9.3.2 Herstellung des Auslaugungsmittels

Der Verbrauch an Säure oder Base zum Erreichen der entsprechenden pH-Werte als A (mol/kg H<sup>+</sup> bezogen auf Trockenmasse) oder B (mol/kg OH<sup>-</sup> bezogen auf Trockenmasse) und das Gesamtvolumen des Auslaugungsmittels werden bestimmt.

ANMERKUNG Der Verbrauch an Säure oder Base für die betreffenden pH-Werte kann auch aus der zur Verfügung stehenden Information, aus den Vorversuchen nach Anhang B oder aus den Angaben in Anhang C abgeleitet werden.

Das Flüssigkeitsvolumen  $V$  zum Erreichen eines L/S =  $10 \pm 0,2$  (l/kg) für die tatsächliche Menge einer Messprobe  $m_D$  (siehe 8.4), einschließlich des Volumens an Säure oder Base, wird nach Gleichung (4) berechnet:

$$V = 10 \cdot m_D \quad (4)$$

Dabei ist

- $V$  das Gesamtvolumen an hinzugefügter Extraktionsmittellösung, in Milliliter (ml);
- $m_D$  die Trockenmasse der Messprobe, in Gramm (g) (siehe 8.4);
- 10 der Faktor, in Liter je Kilogramm (l/kg).

ANMERKUNG In Bezug auf das L/S-Verhältnis entspricht  $V$  in dieser Gleichung „L“ und  $m_D$  entspricht „S“.

Die Menge des Auslaugungsmittels, die der tatsächlichen Menge der Messprobe zuzugeben ist, muss nach Gleichung (5) berechnet und dabei der Wassergehalt der Messprobe kompensiert werden:

$$V_L = V - \left( \frac{100}{w_{dm}} - 1 \right) \cdot m_D \quad (5)$$

Dabei ist

$V$  das Gesamtvolumen an hinzugefügter Extraktionsmittellösung, in Milliliter (ml);

$m_D$  die Trockenmasse der Messprobe, in Gramm (g) (siehe 8.4);

$w_{dm}$  die Trockenmasse des Bodens, in Prozent (%) (siehe 8.3);

$V_L$  das Volumen des hergestellten Auslaugungsmittels, in Milliliter (ml).

Das Auslaugungsmittel ist aus vollentsalztem Wasser (siehe 7.1) und Säure oder Base (siehe 7.2 oder 7.4) entsprechend dem Verbrauch an Säure/Base für den betreffenden pH-Wert herzustellen.

Das sauer eingestellte Auslaugungsmittel ist nach Gleichung (6) und Gleichung (7) herzustellen:

$$V_L = V_d + V_A \quad (6)$$

$$V_A = \frac{n_A \cdot m_D}{C_A} \quad (7)$$

Dabei ist

$V_L$  das Volumen des hergestellten Auslaugungsmittels, in Milliliter (ml);

$V_d$  das Volumen des verwendeten vollentsalzten Wassers in Milliliter (ml);

$V_A$  das benötigte Volumen an Säure, in Milliliter (ml);

$n_A$  der Verbrauch an Säure für einen bestimmten pH-Wert, in mol/kg  $H^+$  bezogen auf Trockenmasse;

$m_D$  die Trockenmasse der Messprobe, in Gramm (g) (siehe 8.4);

$C_A$  die Säurekonzentration, in Mol je Liter (mol/l) (siehe 7.2).

Das basisch eingestellte Auslaugungsmittel wird nach den Gleichungen (8) und (9) hergestellt:

$$V_L = V_d + V_B \quad (8)$$

$$V_B = \frac{n_B \cdot m_D}{C_B} \quad (9)$$

Dabei ist

$V_L$  das Volumen des hergestellten Auslaugungsmittels, in Milliliter (ml);

$V_d$  das Volumen des verwendeten vollentsalzten Wassers in Milliliter (ml);

$V_B$  das benötigte Volumen an Base, in Milliliter (ml);

$n_B$  ist der Verbrauch an Base bei einem bestimmten pH-Wert, in mol/kg  $OH^-$ -Trockenmasse;

$m_D$  die Trockenmasse der Messprobe, in Gramm (g) (siehe 8.4);

$C_B$  die Basenkonzentration, in Mol je Liter (mol/l) (siehe 7.4).

Das Volumen  $V_L$  wird in drei gleiche Teile  $V_L/3$  aufgeteilt.

### 9.3.3 Auslaugungsverfahren

Die Prüfung wird bei einer Temperatur von  $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$  durchgeführt.

In Abhängigkeit vom Umfang der Messprobe ist die geeignete Flaschengröße auszuwählen. Bei  $m_D = 15\text{ g}$ ,  $30\text{ g}$  und  $60\text{ g}$  entspricht das einer Flaschengröße von  $250\text{ ml}$ ,  $500\text{ ml}$  und  $1\,000\text{ ml}$ .

Die Flasche ist vor dem Gebrauch zu reinigen, indem sie mit  $1\text{ mol/l}$  Salpetersäure (siehe 7.3) gefüllt, für mindestens  $24\text{ h}$  stehen gelassen und anschließend mit vollentsalztem Wasser (siehe 7.1) ausgespült wird.

In die ausgespülte Flasche ist eine der Messproben zu geben.

Das Volumen an Auslaugungsmittel  $V_L/3$  wird zu drei verschiedenen Zeitpunkten hinzugefügt:

- a) erste Fraktion bei  $t_0$ ;
- b) zweite Fraktion bei  $t_0 + 30\text{ min}$ ;
- c) dritte Fraktion bei  $t_0 + 2\text{ h}$ .

Nach jeder Zugabe von Auslaugungsmittel ist die Flasche zu verschließen und die Suspension zu rühren (siehe 7.2). Vor der Zugabe der Fraktionen 2 und 3 ist der pH-Wert zu messen und aufzuzeichnen, und, falls zu diesem Zeitpunkt Abweichungen vom erwarteten pH-Wert beobachtet werden, sind zusätzliche Flaschen mit modifizierter Säure/Base-Zugabe vorzubereiten.

Bei der Verwendung von sauren Auslaugungsmitteln sollte die Bildung von Kohlendioxid berücksichtigt werden. Das kann zu einem Druckaufbau führen. Wenn dieser erwartet oder beobachtet wird, kann der Druck durch mehrmaliges Öffnen der Flasche während der Prüfung abgebaut werden. Hauptsächlich erfolgt die Gasentwicklung jedoch im ersten Zeitintervall der Säurezugabe.

Nach der letzten Zugabe des Auslaugungsmittels wird weiter gerührt bis  $t = t_0 + 48\text{ h}$ .

ANMERKUNG 1 Bei hohen pH-Werten ( $\text{pH} > 9$ ) kann die  $\text{CO}_2$ -Aufnahme den Auslaugungsprozess beeinflussen. Dieser Effekt kann durch Minimierung der Kontaktdauer mit Luft bei der Handhabung verringert werden.

Der pH-Wert wird bei  $t_0 + 4\text{ h}$ ,  $t_0 + 44\text{ h}$ ,  $t_0 + 48\text{ h}$  gemessen und aufgezeichnet. Zur Messung des pH-Werts wird das Rühren unterbrochen und es wird  $5\text{ min}$  gewartet, bis sich die Mischung gesetzt hat. Der pH-Wert wird durch Eintauchen der sauberen Elektrode in den Überstand gemessen.

ANMERKUNG 2 Der pH-Wert bei  $t_0 + 4\text{ h}$  wird zur Prüfung verwendet, ob die durch Zugabe von Säure oder Base erfolgte pH-Wert-Korrektur ausreichend ist.

Da der pH-Wert direkt in der Suspension gemessen wird, ist die Elektrode vor und zwischen den Anwendungen gründlich zu spülen und vorsichtig zu trocknen, um die Suspension nicht zu verunreinigen.

Der vor der Filtration bei  $t_0 + 48\text{ h}$  gemessene pH-Wert ist der Wert, der der Analyse des Eluats zugeordnet wird.

ANMERKUNG 3 Der pH-Wert wird bei  $t_0 + 48\text{ h}$  direkt in der Flasche gemessen, weil die Filtration den pH-Wert des Eluats ändern kann.

Die Abweichung des pH-Werts zwischen  $t_0 + 4\text{ h}$  und  $t_0 + 44\text{ h}$  wird im Prüfbericht angegeben.

Die Abweichung zwischen den pH-Werten bei  $t_0 + 44$  h und bei  $t_0 + 48$  h darf nicht mehr als 0,3 pH-Wert-Einheiten betragen, was die Grenze für die Annäherung an einen Gleichgewichtszustand darstellt. Falls diese Anforderung nicht erfüllt wird, ist im Prüfbericht darauf besonders hinzuweisen.

Falls zu viele experimentelle Punkte abweichen (mehr als drei von acht), ist daraus zu folgern, dass diese Prüfung auf das gegebene Material nicht anwendbar ist.

Wenn der Gleichgewichtszustand bei einer bestimmten Anwendung unbedingt erforderlich ist, in der Prüfung jedoch nicht erreicht wird, ist es möglich, die Prüfung für alle acht experimentellen Punkte (ausgewählte pH-Werte) auf eine Dauer von höchstens 7 d zu erweitern, um eine Verbindung der Ergebnisse von 48 h mit denen einer längerer Auslaugungsdauer zu vermeiden. In diesem Fall kann die Abweichung der pH-Werte auf 0,3 pH-Wert-Einheiten in den letzten 24 h (Maximum zwischen dem sechsten und siebenten Tag) begrenzt werden. Der (die) experimentelle(n) Punkt(e), der (die) nicht diesen neuen Bedingungen entspricht (entsprechen), wird (werden) nicht ausgewertet, und dieser Fakt wird im Prüfbericht erwähnt werden. Diese besondere Verfahrensweise ist nicht Teil dieses Dokuments.

Die suspendierten Feststoffe sind für  $(15 \pm 5)$  min absetzen zu lassen.

Der Überstand ist in Zentrifugenröhrchen (6.7) zu überführen.

Es gibt zwei Möglichkeiten der Flüssigkeits-Feststoff-Trennung.

- 1) Zentrifugieren des Eluats für 30 min bei 20 000 *g* bis 30 000 *g* unter Anwendung einer Ultrazentrifuge (6.6).
- 2) Zentrifugieren des Eluats für 5 h bei 2 000 *g* bis 2 500 *g* in Glasflaschen unter Anwendung einer niedrigtourigen Zentrifuge (6.6).

Zur Aufrechterhaltung einer Temperatur von  $(20 \pm 5)$  °C muss gekühlt werden (siehe 6.6).

ANMERKUNG 4 Auf der Grundlage des Stokes'schen Gesetzes kann erwartet werden, dass die Ergebnisse beider Zentrifugationsverfahren vergleichbar sind.

Um eine erneute Suspension zu vermeiden, ist vorsichtiges Brechen erforderlich. Die Dauer der Verzögerung darf 20 min nicht überschreiten.

Nach dem Zentrifugieren muss das Eluat unmittelbar in einen geeigneten Behälter zur Messung des pH-Werts, Redoxpotenzials (siehe auch vorstehender Absatz beginnend mit „Wenn der Gleichgewichtszustand“) überführt und für die anschließenden chemischen Analysen und/oder ökotoxikologischen Untersuchungen aufbewahrt werden.

Wenn nur anorganische Bestandteile gemessen werden, kann das Eluat unter Anwendung geeigneter Membranfilter (6.4) und einer Vakuum- oder Druckfiltrationsvorrichtung (6.3) filtriert werden. Wenn die Filtration nicht entsprechend den Festlegungen in weniger als 1 h mit einer Durchflussrate der Flüssigkeit von mindestens 30 ml/cm<sup>2</sup>/h durchgeführt werden kann, muss ein für den betreffenden Fall spezifisches Flüssigkeits-Feststoff-Trennverfahren angewendet werden. Einzelheiten sind im Prüfbericht anzugeben. Dieses spezifische Verfahren darf nicht die Verwendung von Zusätzen einschließen.

Bei anorganischen Bestandteilen ist es oft wünschenswert, vor der Filtration das Eluat bei 2 000 *g* bis 3 000 *g* für 20 min unter Anwendung von Glasflaschen mit Schraubkappe und Einlage aus Polytetrafluorethylen (oder, wenn möglich, der direkten Anwendung der Auslaugungsflasche) vorzuzentrifugieren.

ANMERKUNG 5 Ein derartiges spezifisches Flüssigkeits-Feststoff-Trennverfahren kann Absetzen, Vorfiltration mit einem groben Filter, Zentrifugation, Filtration über Membranfilter mit großer Porenweite, Hochdruckfiltration, Filtration bei zunehmendem Druck nach einer ersten drucklosen Periode usw. einschließen.

Das Eluatvolumen  $V_E$  wird bestimmt.

Die elektrische Leitfähigkeit (in Millisiemens je Meter, mS/m), die Temperatur, DOC und der pH-Wert des Eluats werden unverzüglich gemessen. Die Messung von Trübung und Redoxpotenzial  $E_h$  in Millivolt (mV) wird dringend empfohlen.

Die Analyse von DOC im Eluat ist notwendig, da diese Eigenschaft sowohl für die Freisetzung anorganischer Stoffe als auch organischer Stoffe von Bedeutung ist. Unmittelbar in Anschluss daran wird mit der in Abschnitt 10 festgelegten Behandlung des Eluats fortgefahren.

Ein Beispiel für ein spezifisches Flüssigkeits-Feststoff-Trennverfahren für Bodenproben ist in Anhang A angeführt.

#### 9.4 Natürlicher pH-Wert

Bei der Bestimmung des hinzuzufügenden Volumens an vollentsalztem Wasser ist 9.3 für eine Messprobe ohne Zugabe von Säure oder Base zu wiederholen. Der pH-Wert wird wie in 9.3 nach 4 h, 44 h und 48 h gemessen.

Eine sehr geringe Leitfähigkeit des Eluats bei natürlichem pH-Wert kann die Bildung von Kolloiden verstärken, was die Filter zusetzen und die analysierten Konzentrationen erhöhen kann. Das kann auf ein Mindestmaß verringert werden, indem  $\text{CaCl}_2$  in einer Konzentration von 0,001 mol/l zum Auslaugungsmittel gegeben wird.

### 10 Behandlung, Lagerung und Analyse von Eluaten

Das Eluat wird für die unterschiedlichen chemischen Analysen in eine geeignete Anzahl von Teilproben geteilt. Die Eluat-Teilproben werden in Abhängigkeit von den zu analysierenden Elementen konserviert und nach den Anforderungen von ISO 5667-3 gelagert.

Die Konzentrationen der interessierenden Bestandteile werden nach den Verfahren für die Analyse von Eluaten (z. B. ISO 11047) bestimmt.

Wenn die Eluate in Biotests verwendet werden, müssen sie möglichst schnell aufbereitet werden, die Lagerung darf jedoch 7 Tage bei 4 °C nicht überschreiten.

### 11 Analytische Bestimmung

Da der Analysenschritt nicht im Anwendungsbereich dieses Teils von ISO/TS 21268 enthalten ist, muss das in der Internationalen Norm, die einer derartigen Analyse gewidmet ist, festgelegte Analysenverfahren aufgenommen werden, einschließlich des Datums der Analyse, der Lagerungsbedingungen bis zur Durchführung der Analyse, der Bestimmungsgrenze des angewendeten Analysenverfahrens, der Anschrift des Labors und Name(n) des (der) Durchführenden.

### 12 Blindversuch

Der Einfluss von Auslaugungsmittel, Einrichtungen und Membranfiltern auf die Ergebnisse muss durch regelmäßige Blindversuche bestimmt werden, um zu überprüfen, wie gut das gesamte Verfahren durchgeführt wird.

Es werden verschiedene Blindversuche durchgeführt, indem die in 9.3 und Abschnitt 10 festgelegten Verfahrensweisen ausgeführt werden, ohne Zugabe von Feststoffen und mit Zugabe von:

- a) jeweils der Maximalmenge an Säure und Base zu der in der Prüfung verwendeten Menge des Auslaugungsmittels;
- b) Säure, um pH 4 zu erhalten;
- c) Base, um pH 12 zu erhalten.

Die Eluate der Blindversuche müssen die Mindestanforderung erfüllen, dass die Konzentration jedes zu berücksichtigenden Elements geringer ist als 10 % der Konzentration im Eluat. Falls die Konzentration des Elements unterhalb der Nachweisgrenze für das angewendete Analyseverfahren liegt, sind die Anforderungen an den Blindversuch eingehalten, wenn der Blindversuch unterhalb derselben Nachweisgrenze liegt. Falls diese Anforderung nicht erfüllt wird, ist es erforderlich, die Verunreinigung zu verringern.

Die neuesten Ergebnisse von Blindversuchen müssen zur Verfügung stehen.

Die Ergebnisse der Bestimmung im Blindversuch dürfen nicht von den Prüfergebnissen abgezogen werden.

### 13 Berechnung

Aus der Analyse des (der) in der Auslaugungsprüfung erhaltenen Eluats (Eluate) ergeben sich die Konzentrationen der Bestandteile im (in den) Eluat(en), angegeben in Milligramm je Liter (mg/l). Die Endergebnisse werden als Menge des ausgelaugten Bestandteils bezogen auf die Gesamtmasse der Probe, in Milligramm je Kilogramm (mg/kg) Trockenmasse, angegeben.

Die Menge eines aus dem Material ausgelaugten Bestandteils wird, bezogen auf die Trockenmasse des Ausgangsstoffs, nach Gleichung (10) berechnet:

$$w(X) = \rho_1(X) \cdot [(V_L/m_D) + (w_{H_2O}/100)] \quad (10)$$

Dabei ist

$w(X)$  die Freisetzung eines Bestandteils X bei  $L/S = 10$ , in Milligramm je Kilogramm (mg/kg Trockenmasse);

$\rho_1(X)$  die Analytkonzentration, in Milligramm je Liter (mg/l);

$V_L$  das verwendete Volumen des Auslaugungsmittels (l);

$w_{H_2O}$  der Wassergehalt, berechnet nach Gleichung (2);

$m_D$  die Masse der getrockneten Messprobe, in Kilogramm (kg).

### 14 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss auf diesen Teil von ISO/TS 21268 verweisen und die folgenden Einzelheiten einschließen:

- a) alle für die vollständige Identifizierung der Probe notwendigen Angaben;
- b) die Prüfergebnisse;
- c) sämtliche Einzelheiten, die wahlfrei sind, bzw. alle Abweichungen von den Festlegungen in diesem Teil von ISO/TS 21268, und alle Auswirkungen, die möglicherweise die Ergebnisse beeinflusst haben.