

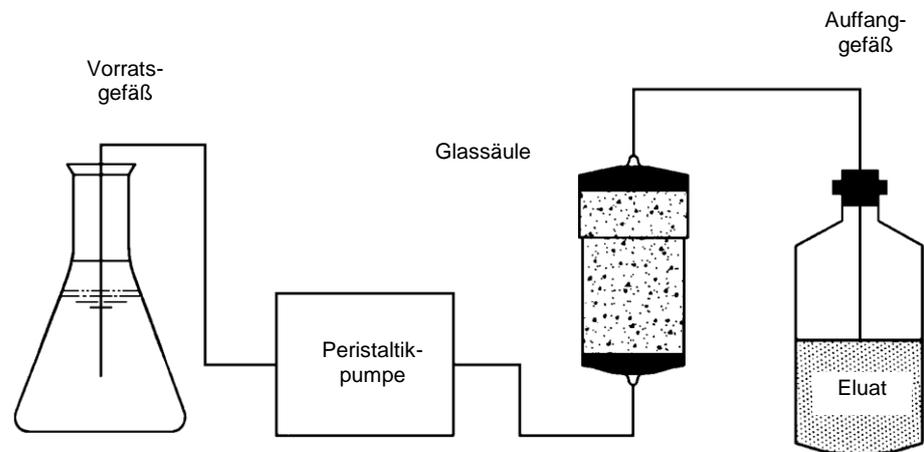
## Säulenversuch nach DIN 19528

### Anwendungsbereich

Die DIN 19528 beschreibt ein Perkolationsverfahren im Aufwärtsstrom zur Bestimmung des Elutionsverhaltens von **anorganischen** und **organischen Stoffen** aus Feststoffen bei einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg. Das Verfahren ist nicht geeignet für leichtflüchtige Stoffe (z.B. LCKW, BTEX) oder biologisch sehr leicht abbaubare Stoffe (hierzu können MKW aus den Mineralölprodukten Diesel/Heizöl zählen).

### Verfahrens-Kurzbeschreibung

Versuchsaufbau:



Durchführung: Zur Perkolation wird eine Glassäule mit einem Innendurchmesser von 5 bis 10 cm verwendet. Die Säulenhöhe muss mindestens das 4-fache des Innendurchmessers der Säule aufweisen.

Zum Packen ist die Säule 180° zu drehen, so dass diese auf dem Kopf steht:

- Einbringen von Quarzwolle vor die Ablaufleitungsöffnung und Einfüllen einer Quarzsand-Filterdecke ( $2,0 \pm 0,5$  cm)
- Lageweises Einfüllen des zu untersuchenden Feststoffes (jeweils ca. 5 cm). Jede Lage wird leicht verdichtet und geglättet.
- Einfüllen einer weiteren Quarzsand-Filterdecke bis zur Kante der Säule, sodass in der Säule kein Totvolumen verbleibt.
- Verschließen der Säule, diese 180° drehen, Zu- und Ablaufleitungen montieren.

Der zu untersuchende Feststoff in der Säule ist von unten nach oben mit deionisiertem Wasser zu sättigen.

Nach Aufsättigung wird die eigentliche Perkolation durchgeführt. Das gesamte Eluat ist bis zum Wasser/Feststoff-Verhältnis  $2 \pm 0,05$  l/kg in einer Sammelflasche aufzufangen.

Für die Bestimmung *organischer* Stoffe ist das Säuleneluat i. d. R. ohne weitere Separations- und Filtrationsschritte zu analysieren. Trübe Eluate (> 100 FNU) sind zu zentrifugieren bis FNU < 100.

Für die Bestimmung *anorganischer* Stoffe ist das Säuleneluat über ein 0,45-µm-Membranfilter zu filtrieren. Zur Erleichterung der Filtration sollte bei trüben Eluaten vorher bei mindestens 2000 g zentrifugiert werden bis FNU < 100 erreicht ist.

- Probenvorbereitung: Zerkleinerung, wenn Korngröße über 32 mm. Schwer perkolierbare Feststoffe (z.B. bindige Feststoffe) vor dem Säuleneinbau/Perkolation mit einem Anteil von 80% Quarzsand vermischen. Bindigen Feststoff ggfs. zuvor lufttrocknen und auf eine Korngröße < 2 mm zerkleinern.
- Elutionsmittel, -dauer: Deionisiertes Wasser (max. Leitfähigkeit 0,5 mS/m), Aufsättigungszeit 2 h, Kontaktzeit während der Perkolation 5 h
- pH-Wert: unkontrolliert
- Filtration/Zentrifugation: *Organische Stoffe:* Analyse des Säuleneluats i. d. R. ohne weitere Separations- und Filtrationsschritte. Trübe Eluate (> 100 FNU) sind bei mindestens 2000 g bis FNU < 100 zu zentrifugieren.  
*Anorganische Stoffe:* Säuleneluat wird über einen 0,45-µm-Membranfilter filtriert
- Feststoff-Flüssigkeitsverhältnis: 1 : 2
- Mechanische Beanspruchung: Nein

## Hinweise

Das Perkolationsverfahren wird in der Entwurfsfassung der novellierten BBodSchV (Stand 2011) genannt. Ein Ringversuch mit PAK- und schwermetallbelastetem Boden und Bauschutt sowie schwermetallbelasteter Hausmüllverbrennungasche und Stahlwerksschlacke wurde 2007/2008 durchgeführt.

Für die Elution nichtflüchtiger organischer Stoffe wie PAK ist neben dem hier beschriebenen Perkolationsverfahren das Schüttelverfahren möglich (E DIN 19527). Mit Stand 2011 liegen für das Säulenverfahren deutlich mehr Erfahrungen vor als für das Schüttelverfahren. Die Ergebnisse der Ringversuche zu E DIN 19527 und DIN 19528 deuten an, dass die Reproduzierbarkeit beider Verfahren ähnlich ist.

Für Mineralölkohlenwasserstoffe (MKW) sind beide DIN-Verfahren derzeit nicht empfehlenswert. Alternativ ist die Auswertung der Mineralöl-Gaschromatogramme unter Berücksichtigung der MKW-Gesamtgehalte sinnvoll.

## Literatur

DIN 19528 (2009): Elution von Feststoffen - Perkolationsverfahren zur gemeinsamen Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen

U. Kalbe, W. Berger, O. Krüger: Aspekte der Versuchsplanung von Säulenversuchen – Möglichkeiten der Optimierung und Fallbeispiele, Vortrag beim 2. Anwendertreffen Elutionsverfahren, Berlin 9.11.2010

HLUG: Handbuch Altlasten Band 3 Teil 5, Auswertung von Mineralöl-Gaschromatogrammen, 2005