

DIN 19631**DIN**

ICS 13.060.50

**Elution von Bauprodukten –
Perkulationsverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von
Injektionsmitteln**

Leaching of construction products –
Percolation method for the examination of the leaching behaviour of materials injected into
the soil

Lixiviation des produits de construction –
Essai de percolation pour l'investigation de comportement à la lixiviation des matériaux
injectés au sol

Gesamtumfang 28 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Grundlage des Verfahrens	7
5 Reagenzien	7
6 Geräte	7
7 Vorbereitung der Säule	8
7.1 Allgemeines	8
7.2 Sandfüllung	8
7.3 Spülen der mit Sand gefüllten Säule	8
8 Probenvorbereitung	9
9 Durchführung	9
9.1 Überführen des zu untersuchenden Injektionsmittels in die Säule	9
9.1.1 Allgemeines	9
9.1.2 Injektion	9
9.1.3 Einbau	9
9.2 Perkolation und Probenahme	10
9.3 Probenkonservierung und -lagerung für chemische Analysen	10
9.4 Analyse	10
9.5 Vorbereitung der Eluate für ökotoxikologische Tests und den Abbautest	11
9.5.1 Allgemein	11
9.5.2 Vereinigung der Eluatfraktionen zu einer Mischfraktion	12
9.5.3 Vorbereitung der Mischfraktionen für ökotoxikologische Tests	12
9.6 Blindprobe	12
10 Ausbau der Prüfkörper	12
10.1 Allgemeines	12
10.2 Oberflächenbestimmung	12
11 Prüfbericht	13
12 Präzision	14
Anhang A (informativ) Verfahrenskennndaten	15
Anhang B (informativ) Zusammensetzung des Elutionsmittels (Trinkwasser) für den Säulenversuch	16
Anhang C (informativ) Sand für die Säulenfüllung	17
Anhang D (informativ) Schematische Darstellung des Säulenversuchs mit den dazugehörigen Geräten und Versuchskomponenten	18
D.1 Aufbau der Säule	18
D.2 Anschluss der Wasserzufuhr	19
D.3 Einbau des Injektionspackers	19

D.4	Sandfüllung.....	19
D.5	Schließen der Säule	19
D.6	Aufbau der Windkesselanlage.....	19
D.7	Funktionsweise der Windkesselanlage.....	20
Anhang E (informativ) Orientierung zur Planung der Versuchsdurchführung		21
Anhang F (informativ) Beispiel eines Probenahmeplans.....		22
Anhang G (normativ) Bestimmung der Farbe, des Geruchs und der Neigung zur Schaumbildung		23
G.1	Allgemeines	23
G.2	Bestimmung der Farbe (Visuelles Verfahren).....	23
G.2.1	Allgemeines	23
G.2.2	Durchführung	23
G.2.3	Angabe der Ergebnisse.....	23
G.3	Bestimmung des Geruchs (Vereinfachtes Verfahren - qualitativ).....	23
G.3.1	Allgemeines	23
G.3.2	Durchführung	23
G.3.3	Angabe der Ergebnisse.....	23
G.4	Bestimmung der Neigung zur Schaumbildung (Qualitativ).....	24
G.4.1	Durchführung	24
G.4.2	Angabe der Ergebnisse.....	24
Anhang H (informativ) Ökotoxikologische Tests und Abbautest		25
Anhang I (informativ) Vereinigung der Mischfraktionen.....		27
I.1	Maximalphase.....	27
I.2	Abklingphase	27
Literaturhinweise.....		28

Vorwort

Dieses Dokument wurde im Unterausschuss NA 119-01-02-05 UA „Elutionsverfahren“ des NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

Dieses Dokument entstand auf Grundlage einer Arbeitsanweisung (Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung nach Schössner) des Hygieneinstituts Gelsenkirchen zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Einleitung

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Freisetzungsverhaltens während der Aushärtung von Injektionsmitteln, die in Kontakt mit Boden und Grundwasser aushärten. Diese Bauprodukte enthalten organische und anorganische Stoffe, die u. a. durch Auswaschung in Boden und Grundwasser emittieren können.

Grundsätzlich eignet sich das in diesem Dokument beschriebene Verfahren dazu, Injektionsmittel-Probekörper herzustellen und aus der Perkolation bzw. Umströmung dieser Körper während der Aushärtung der Injektionsmittel Eluate zu gewinnen.

Die Eluate werden so aufbereitet, dass darin anorganische und organische Stoffe bestimmt und ihre Wirkung auf biologische Systeme (ökotoxikologische Tests) untersucht werden können. Durch den zeitlichen Ablauf der Eluatfraktionengewinnung wird das kurz- und langfristige Elutionsverhalten erfasst.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Erzeugung von Injektionsmittel-Probekörpern und zur Elution der mobilisierbaren, anorganischen und organischen Stoffe aus diesen Injektionsmitteln während ihrer Aushärtung fest. Das Verfahren ist anwendbar auf Injektionsmittel, die in Kontakt mit Boden und Grundwasser aushärten, z. B. Baugrubenabdichtungen, Produkte zur Lockergesteinsverfestigung, Schleierinjektionsmittel oder Kanalsanierungsmittel.

Es ist erforderlich, die Arbeiten nach dieser Norm durch Fachleute bzw. Facheinrichtungen durchführen zu lassen.

ANMERKUNG Verfahrenskenndaten siehe Anhang A.

Leichtflüchtige Stoffe können mit diesem Verfahren nicht ermittelt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Injektionsmittel

Bauprodukt, das aus einer oder aus mehreren Komponenten besteht, welches nach der Injektion bzw. dem Einbau im Boden aushärtet und somit den Boden abdichtet oder verfestigt

3.2

Laborprobe

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

3.3

inverser Säulenversuch

Verfahren, bei dem das Elutionsmittel entgegen der Schwerkraft durch die Säule gepumpt wird

3.4

Elution

Freisetzung von anorganischen und/oder organischen Stoffen aus einem Produkt durch ein Elutionsmittel

[QUELLE: DIN EN 16687:2015-09, 4.2.5, modifiziert — Vorzugsbenennung „Auslaugung“ wird nicht verwendet; „festes Produkt“ zu „Produkt“ geändert; Anmerkung 1 zum Begriff wurde nicht übernommen]

3.5

Eluat

wässrige Lösung, die durch eine im Labor durchgeführte Elution gewonnen wird

3.6**Reaktionszeit**

Dauer des Aushärtvorgangs

3.7**Gelzeit**

gemessener Zeitabstand zwischen dem Mischen des Injektionsmittels und dem Ende der Fließfähigkeit

3.8**Mischfraktion**

Zusammenführen mehrerer Einzelfraktionen zu einer Probe (z. B. Mischfraktion Maximalphase)

3.9**Teilprobe**

repräsentative Teilmenge, die der Probe entnommen wurde

3.10**Abklingphase**

Phase der abklingenden Freisetzung, bei der sich die Messwerte aller bzw. des überwiegenden Teils der Parameter wieder dem Niveau des Elutionsmittels annähern

4 Grundlage des Verfahrens

Das Verfahren liefert wässrige Eluate, die physikalisch, chemisch und biologisch nach bestehenden Standardverfahren analysiert werden können.

Das zu untersuchende Injektionsmittel wird unter festgelegten Bedingungen in eine sandgefüllte Säule eingebracht und mit dem Elutionsmittel für mehrere Tage im Aufwärtsstrom eluiert.

5 Reagenzien

5.1 Elutionsmittel, Trinkwasser nach Trinkwasserverordnung mit einer Temperatur von $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ (siehe Anhang B).

5.2 Spülflüssigkeiten, zur Reinigung der Glasflaschen, der Säule und der Leitungen.

5.2.1 Salpetersäure (zur Analyse), $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.2.2 Organische Lösemittel, z. B. Aceton (zur Analyse).

5.3 Quarzsand, enggestufter Quarzsand mit hoher chemischer Reinheit ($\text{SiO}_2 > 99 \%$).

ANMERKUNG Die mittleren Korngrößen können je nach untersuchtem Bauprodukt variieren (siehe Anhang C).

6 Geräte**6.1 Allgemeines**

Insgesamt muss sichergestellt sein, dass durch die verwendeten Geräte weder Blindwerte erzeugt werden, noch Verluste durch Sorption auftreten.

6.2 Säule aus geeignetem Material (Acrylglas oder Edelstahl), mit einer Höhe von $(50 \pm 1) \text{ cm}$ und einem Durchmesser von $(30 \pm 1) \text{ cm}$ sowie einer Öffnung mit Verstärkung für den Injektionspacker (etwa 20 mm Durchmesser) und mit Gewinde in einer Höhe von etwa $(25 \pm 1) \text{ cm}$ über dem Säulenboden sowie ggf. einer gegenüberliegenden weiteren Öffnung und einem Verschluss aus geeignetem Material,

passend zu dem o. g. Gewinde der Säule. Die Säule wird mit einem Deckel mit Dichtungsring verschlossen und besitzt mittig eine Öffnung, über die das Eluat ausströmen kann. Anhang D enthält eine schematische Darstellung der Säule und des Versuchsaufbaus.

6.3 Geotextil, mit einer Dicke von etwa 2,5 mm bis 5 mm zum Schutz des Ein- und Ablaufs vor Verstopfung durch Sand.

6.4 Injektionspacker, mit einer Mindestlänge von 170 mm und freiem Durchgang von mindestens 6 mm (siehe Anhang D).

6.5 Vorratsbehälter, als Wasserspeicher mit geeignetem Fassungsvermögen (z. B. 60 l) für die Wasserförderung der Schlauchpumpe.

6.6 Wasserbad, zur Thermostatisierung des geförderten Wassers auf $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

6.7 Pumpe, mit einer Förderleistung von mindestens 4 l/h (z. B. Peristaltikpumpe) und weiteres Zubehör (Pumpenschläuche, Verbindungsschläuche, Schlauchverbinder).

6.8 Geräte für die Injektion, handelsübliche Injektionspumpen, die auch in der Praxis für das betreffende Produkt eingesetzt werden oder vergleichbare Injektionsgeräte (z. B. Windkesselanlage (siehe Anhang D)).

6.9 Messbecher, zur Bestimmung des Volumens der aufgefangenen Fraktionen mit Nennvolumina von 2 l.

6.10 Sammelflaschen aus Glas, mit geeignetem Verschluss und Volumen, abgestimmt auf die zu bestimmenden Parameter, nach DIN EN ISO 5667-3.

6.11 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 g.

6.12 Kunststoffrohr, mit einem Außendurchmesser von 110 mm.

7 Vorbereitung der Säule

7.1 Allgemeines

Der Aufbau der Säule ist in Anhang D erläutert. Beispiele für geeignete Sande sind in Anhang C gegeben.

7.2 Sandfüllung

Das Elutionsmittel ist von unten in die Säule bis etwa einem Drittel der Säulenhöhe zu pumpen. Ein Geotextil (6.3) ist auf den Boden der Säule zu legen. Der Sand ist nach und nach einzufüllen. Bei der Befüllung ist die luftfreie Verdichtung der Sandfüllung durch Schlagenergie auf die äußere Säulenwand zu unterstützen (z. B. Schlagen mit einem Gummihammer). Die Säule ist so weit zu füllen, dass das Geotextil (6.3) und der Deckel dicht auf der Sandfüllung aufliegen. Danach ist der Deckel auf der Säule zu fixieren. Es ist darauf zu achten, dass kein Raum mehr zwischen Säulenfüllung und Deckel besteht.

ANMERKUNG Die Gesamtmenge an Sand (trocken) beträgt etwa 50 kg.

7.3 Spülen der mit Sand gefüllten Säule

Vor dem Einbringen des zu untersuchenden Materials muss die Sandfüllung der Säule für mindestens 20 h mit Elutionsmittel gespült werden. Hierzu wird mit der Pumpe (6.7) mit einer Förderleistung von $(4 \pm 0,2)$ l/h Elutionsmittel aus dem Vorratsbehälter (6.5) von unten nach oben durch die Säule gepumpt. Das während des Spülvorgangs oben aus der Säule austretende Eluat wird verworfen.

Nach dem mindestens 20 h Spülen ist unmittelbar vor Beginn der Prüfung 1 l Eluat als Blindprobe aufzufangen.

8 Probenvorbereitung

Das zu untersuchende Volumen beträgt $(1\,000 \pm 50)$ ml des zu bewertenden Injektionsmittels. Die Masse je 1 l variiert je nach Produkt und ist zu bestimmen. Das Produkt ist nach Herstellerangaben anzumischen. Dabei ist die Gelzeit des Produktes zu beachten.

Bei expandierenden Systemen, z. B. einigen Polyurethansystemen, ist das Volumen des zu untersuchenden Materials auf 400 ml zu reduzieren (siehe Anhang E).

9 Durchführung

9.1 Überführen des zu untersuchenden Injektionsmittels in die Säule

9.1.1 Allgemeines

Die Art der Einbringung des Produktes in die Säule hängt von der Verarbeitbarkeit des Injektionsmittels ab (siehe Anhang E). Wenn das Produkt unter Laborbedingungen injizierbar ist, ist die Methode nach 9.1.2 anzuwenden. Hochviskose Produkte, wie z. B. Spachtelmassen, sind nach 9.1.3 in die Säule einzubauen. Die Art der Einbringung des Injektionsmittels in die Säule ist im Prüfbericht zu dokumentieren (siehe Abschnitt 11).

Die Komponenten des Injektionsmittels sind nach Herstellerangaben vorzubereiten.

9.1.2 Injektion

Bei einem schnell reagierenden Mehrkomponenten-System erfolgt die Injektion mit geeigneten Injektionsgeräten.

Bei Mehrkomponenten-Systemen, die langsam reagieren, werden die Komponenten vorgemischt. Die anschließende Injektion kann dann mit einer Injektionspumpe (z. B. 1-Komponenten-Pumpe) durchgeführt werden.

Eine Alternative zur Injektion von Polyacrylaten stellt die Verwendung der Windkesselanlage (WKA) dar. Hier werden die einzelnen Komponenten vorgemischt, in der WKA vereinigt und unmittelbar danach mit Druck injiziert (siehe Anhang D).

Die Injektion der Produkte erfolgt in die wassergesättigte Säule ohne zuvor aus der Säule Wasser abzulassen. Das durch die Injektion heraustretende Wasser ist zu verwerfen.

Die Elution wird 10 min nach Erreichen der im Labor bestimmten Gelzeit mit einer Fließrate von $(4 \pm 0,2)$ l/h gestartet.

ANMERKUNG Zur Erleichterung der Injektion kann bei sehr schnell reagierenden Mehrkomponenten-Systemen die Gelzeit durch Kühlung der Einzelkomponenten auf 4 °C bis 8 °C verlängert werden. Dies ist im Prüfbericht zu vermerken.

9.1.3 Einbau

Das in der Säule befindliche Elutionsmittel ist bis zur Höhe der Öffnung für den Injektionspacker (6.4) abzulassen.

ANMERKUNG 1 Üblicherweise sind dies 3 l bei einem mittleren Korndurchmesser von 0,16 mm und 3,5 l bei einem mittleren Korndurchmesser von 0,58 mm.