

DIN EN 14405

ICS 13.030.10

Ersatz für
DIN CEN/TS 14405:2004-09

**Charakterisierung von Abfällen –
Untersuchung des Elutionsverhaltens –
Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom (unter festgelegten Bedingungen);
Deutsche Fassung EN 14405:2017**

Characterization of waste –
Leaching behaviour test –
Up-flow percolation test (under specified conditions);
German version EN 14405:2017

Caractérisation des déchets –
Essais de comportement à la lixiviation –
Essai de percolation à écoulement ascendant (dans des conditions spécifiées);
Version allemande EN 14405:2017

Gesamtumfang 47 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 14405:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Unterausschuss NA 119-01-02-05 UA „Elutionsverfahren“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung (Koordinierung ISO/TC 190; ISO/TC 275, CEN/TC 292, CEN/TC 308, CEN/TC 345, CEN/TC 444, CEN/SABE/ENV)“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Auf der Grundlage einer Vielzahl von Robustheitsuntersuchungen im Auftrag des CEN/TC 351 „Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe aus Bauprodukten“ und des UBA/BMUB sowie vergleichender Untersuchungen mit verschiedenen Säulenperkulationsverfahren (u. a. [1-3]) wurde vom deutschen Spiegelgremium nachgewiesen, dass es aufgrund mangelnder Harmonisierung der Versuchsbedingungen im Vergleich mit dem Verfahren für Bauprodukte CEN/TS 16637-3, *Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Teil 3: Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom* und der praxistauglicheren DIN 19528, *Elution von Feststoffen — Perkulationsverfahren zur gemeinsamen Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen* zu Abweichungen bei den Messergebnissen kommen kann. Insbesondere die Probenvorbereitung führt zu Veränderungen der Probe, die dann nicht mehr dem Zustand der vorgesehenen Verwendung entspricht.

Es wird auch darauf hingewiesen, dass mit den vorgelegten Validierungsdaten zu EN 14405 typische, oftmals grobkörnige Abfallmaterialien nicht ausreichend abgedeckt sind und organische Schadstoffe nicht berücksichtigt wurden.

- [1] HJELMAR, O., HYKS, J., WAHLSTRÖM, M., LAINE-YLIJOKI, J., VAN ZOMEREN, A., COMANS, R., KALBE, U., SCHOKNECHT, U., KRÜGER, O., GRATHWOHL, P., WENDEL, T., ABDELGHAFOUR, M., MEHU, J., SCHIOPU, N. und LUPSEA, M. (2013): Robustness validation of TS-2 and TS-3 developed by CEN/TC 351/WG 1 to assess release from products to soil, surface water and groundwater, Final report <https://www.nen.nl/web/file?uuid=e56cca92-7959-4885-bc3b-d803f5692e7a&owner=37da2561-2ebf-4eef-87d6-f5a4c1760a25>
- [2] HJELMAR, O., HYKS, J., OBERENDER, A., KALBE, U., BANDOW, N., VAN ZOMEREN, A. und DIJKSTRA, J.J. (2014): Additional Robustness Testing on TS-3 (CEN/TC 351/WG1), <https://www.nen.nl/Standardization/Join-us/Technical-committees-and-new-subjects/TC-ConstructionBuilding/CENTC-351-EN.htm>
- [3] BLEHER, D., DEHOUST, G., ALWAST, H., THÖRNER, T., STUCKENHOLZ, F., GRASS, V., SUSSET, B., EWEN, C., ALBRICH, H. (2016): Planspiel Mantelverordnung (Aspekte der Kreislaufwirtschaft und des Bodenschutzes) Planspiel mit dem Ziel einer Gesetzesfolgenabschätzung zu den Auswirkungen der Mantelverordnung. Entwurf. Umweltforschungsplan des Bundesministeriums für Umwelt, Naturschutz, Bau und Reaktorsicherheit; Forschungskennzahl 3715333900. 126 S.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-2:1994 siehe DIN ISO 5725-2:2002-12

ISO 11464:2006 siehe DIN 19747:2009-07

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 14405:2004-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das Vorgängerdokument CEN/TS 14405 wurde überarbeitet und in die Europäische Norm EN 14405 überführt;
- b) Verfahrenskennndaten wurden in Abschnitt 10 aufgenommen;
- c) Anhang D „Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision“ wurde neu aufgenommen;
- d) redaktionelle Anpassung.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 14405: 2004-09

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 19747:2009-07, *Untersuchung von Feststoffen — Probenvorbehandlung, -vorbereitung und -aufarbeitung für chemische, biologische und physikalische Untersuchungen*

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Charakterisierung von Abfällen —
Untersuchung des Elutionsverhaltens —
Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom
(unter festgelegten Bedingungen)

Characterization of waste —
Leaching behaviour test —
Up-flow percolation test (under specified conditions)

Caractérisation des déchets —
Essais de comportement à la lixiviation —
Essai de percolation à écoulement ascendant
(dans des conditions spécifiées)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 3. Februar 2017 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	9
5 Reagenzien	9
6 Geräte	10
6.1 Allgemeines	10
6.2 Laborgeräte	10
7 Probenvorbehandlung	11
7.1 Allgemeines	11
7.2 Probenvorbereitung	12
7.3 Messprobe	13
7.4 Bestimmung des Trockenrückstands	13
8 Verfahren	13
8.1 Temperatur	13
8.2 Vorbereitung	13
8.3 Packen der Säule	14
8.4 Beginn der Prüfung	15
8.5 Sammeln von zusätzlichen Eluatfraktionen	17
8.6 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse	19
8.7 Blindprobe	19
9 Berechnungen	20
10 Verfahrenskennndaten	20
11 Prüfbericht	21
11.1 Allgemeines	21
11.2 Allgemeine Angaben	21
11.3 Bedingungen der Elutionsprüfung	22
11.4 Analysenbericht	22
11.5 Ergebnisse der Elutionsprüfung	22
Anhang A (informativ) Darstellung der Säule und der dazugehörigen Geräte	23
Anhang B (informativ) Vorschläge für das Packen der Säule, Wassersättigung und Herstellung und Überprüfung von Gleichgewichtsbedingungen	24
B.1 Allgemeines	24
B.2 Füllen und Packen der Säule	24
B.3 Wassersättigung	24
B.4 Herstellung des Gleichgewichts und Überprüfung der Gleichgewichtsbedingungen	25
Anhang C (informativ) Hintergrund für die bei der Entwicklung dieser Perkulationsprüfung getroffenen Entscheidungen	28
C.1 Einleitung	28

C.2	Korngröße/Korngrößenverteilung.....	29
C.3	Säulenmaße	29
C.4	Fließmodus (aufwärts/abwärts)	29
C.5	Fließgeschwindigkeit des Elutionsmittels.....	30
C.6	L/S-Verhältnis und gesammelte Eluatfraktionen/Prüfungsdauer.....	30
C.7	Art des Elutionsmittels.....	31
C.8	Temperatur	31
C.9	Nutzbringende Verwendung der Prüfergebnisse.....	31
Anhang D (informativ) Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision.....		33
D.1	Materialien, die im Ringversuch verwendet wurden.....	33
D.2	Ergebnisse des Ringversuchs.....	33
Literaturhinweise.....		42

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 14405:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2017, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2017 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 14405:2004.

Es wurden folgende technische Änderungen in diese neue Ausgabe dieses Textes eingearbeitet:

- die Art des Dokuments wurde geändert von einer Technischen Spezifikation (CEN/TS) zu einer Europäischen Norm;
- auf der Grundlage von CEN ISO/TS 21268-3 und CEN/TS 16637-3 wurde die Option der Analyse nichtflüchtiger organischer Stoffe zugefügt;
- Leistungsdaten für anorganische Stoffe wurden zugefügt (siehe Anhang D).

Dieses Dokument wurde unter einem Normungsauftrag erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

Diese Europäische Norm wurde vorrangig mit dem Ziel entwickelt, die Forderungen nach einem Verfahren zur grundlegenden Charakterisierung innerhalb der EU- und EFTA-Staaten zu unterstützen.

Diese Europäische Norm wurde auf der Grundlage von:

- NEN 7343:1995;
- NT ENVIR 002:1995

erarbeitet.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Diese Europäische Norm legt eine Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Bestimmung des Elutionsverhaltens anorganischer und nichtflüchtiger organischer Stoffe aus körnigen Abfallmaterialien unter standardisierten Perkulationsbedingungen fest.

ANMERKUNG Validierungsdaten für nichtflüchtige organische Stoffe sind momentan nicht verfügbar, werden jedoch zur Überarbeitung eingefügt, sobald verfügbar.

Für die vollständige Charakterisierung des Elutionsverhaltens von Abfall unter festgelegten Bedingungen ist die Anwendung anderer Untersuchungsverfahren erforderlich (siehe EN 12920).

Jeder, der Analysen von Abfällen und Schlämmen durchführt, sollte, abgesehen von den zu bestimmenden Parametern, über typische Risiken dieser Art von Material unterrichtet sein. Proben von Abfällen und Schlämmen können gefährliche (z. B. toxische, reaktionsfähige, entflammbare, infektiöse) Stoffe enthalten, die verantwortlich für eine biologische und/oder chemische Reaktion sein können.

Diese Proben sollten folglich mit besonderer Sorgfalt behandelt werden. Gase, die durch mikrobiologische oder chemische Vorgänge entstehen können, sind möglicherweise entflammbar und setzen verschlossene Flaschen unter Druck. Berstende Flaschen können möglicherweise gefährliche geschoßähnliche Splitter, Staub und/oder Aerosol zur Folge haben. Nationale Regelungen werden in Hinsicht auf die mit diesem Verfahren verbundenen Gefahren befolgt.

In den verschiedenen europäischen Ländern sind Verfahren für die Charakterisierung und Bewertung von Stoffen, die aus Abfallmaterialien eluiert werden können, entwickelt worden. Die Freisetzung von löslichen Stoffen nach Kontakt mit Wasser wird als ein Hauptmechanismus der Freisetzung betrachtet, der zu einer potentiellen Gefährdung für die Umwelt bei der Entsorgung von Abfallmaterialien (Deponierungs- oder Wiederverwertungsszenario) führt. Ziel dieser Prüfungen ist es, die Elutionseigenschaften von Abfallmaterialien zu bestimmen. Die Komplexität des Elutionsprozesses macht Vereinfachungen erforderlich. Von den für das Elutionsverhalten relevanten Gesichtspunkten können nicht alle in einer Norm berücksichtigt werden. Die Verfahren zur Charakterisierung des Verhaltens von Abfallmaterialien können hauptsächlich durch die Verwendung unterschiedlicher Untersuchungen in Bezug auf das Ziel in drei Stufen eingeteilt werden. Die folgende Untersuchungs-Rangordnung ist aus der Richtlinie über Abfalldeponien¹⁾ und der Entscheidung im Anhang II dieser Richtlinie²⁾ über die Entsorgung von Abfall entnommen.

- a) Die grundlegende Charakterisierung stellt eine gründliche Bestimmung des Abfalls durch die Sammlung aller notwendigen Angaben dar, die für das sichere kurz- und langfristige Management des Abfalls notwendig sind. Die grundlegende Charakterisierung kann für die Übereinstimmungsuntersuchung und für die Optionen der Vereinfachung der Übereinstimmungsuntersuchung Angaben über den Abfall (Art und Herkunft, Zusammensetzung, Beschaffenheit, Elution usw.), Angaben für das Verständnis des Verhaltens des Abfalls im betrachteten Managementszenario, den Vergleich der Abfalleigenschaften mit den Grenzwerten und den Nachweis der Schlüsselvariablen (kritische Parameter wie Flüssigkeit/Feststoff-Verhältnisse (L/S), Zusammensetzung des Elutionsmittels, Faktoren, die die Eluierbarkeit steuern, wie pH-Wert, Redoxpotential, Komplexbildungsvermögen und physikalische Parameter) enthalten. Die Charakterisierung kann sowohl Verhältnisse zwischen den Untersuchungsergebnissen der grundlegenden Charakterisierung und den Ergebnissen der vereinfachten Untersuchungsverfahren als auch Angaben über eine geeignete Häufigkeit der Übereinstimmungsunter-

1) Richtlinie 1999/31/EG des Rates vom 26. April 1999 über Abfalldeponien.

2) Entscheidung des Rates 2003/33/EG vom 19. Dezember 2002.

suchung bereitstellen. Zusätzlich zum Elutionsverhalten sollte die Zusammensetzung des Abfalls bekannt sein oder durch Untersuchungen bestimmt werden. Die für die grundlegende Charakterisierung angewendeten Untersuchungen sollten immer die Untersuchungen einschließen, die für die Übereinstimmungsuntersuchung anzuwenden sind.

- b) Die Übereinstimmungsuntersuchung wird angewendet, um zu zeigen, dass die Probe von heute der Grundgesamtheit der vorher durch die grundlegende Charakterisierung untersuchten Proben entspricht und aufgrund dessen wird sie zur Erzielung der Übereinstimmung mit Überwachungsgrenzwerten angewendet. Die Übereinstimmungsuntersuchung sollte deshalb immer Teil des Planes der grundlegenden Charakterisierung sein. Die Übereinstimmungsuntersuchung konzentriert sich auf Schlüsselvariable und das Elutionsverhalten, die bei den Untersuchungen zur grundlegenden Charakterisierung gefunden wurden. Teile der Untersuchungen zur grundlegenden Charakterisierung können auch für die Zwecke der Übereinstimmung angewendet werden.
- c) Untersuchungen auf der Deponie werden als Schnellprüfung verwendet, um zu bestätigen, dass der Abfall mit dem identisch ist, der bei der Übereinstimmungsuntersuchung untersucht worden ist. Untersuchungen auf der Deponie sind nicht zwangsläufig Elutionsuntersuchungen.

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren gehört zur Kategorie a).

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm gilt für die Bestimmung des Elutionsverhaltens anorganischer und nichtflüchtiger organischer Stoffe aus körnigem Abfall (ohne oder mit Zerkleinerung (siehe 7.2)). Der Abfallkörper wird einer Perkolation mit Wasser ausgesetzt in Abhängigkeit des Flüssigkeit/Feststoff-Verhältnisses unter festgelegten Perkulationsbedingungen. Der Abfall wird unter hydraulisch dynamischen Bedingungen eluiert. Bei dem Verfahren handelt es sich um eine Elutionsprüfung mit einmaligem Durchlaufen der Säule. Die Prüfergebnisse ermöglichen die Unterscheidung zwischen verschiedenen Freisetzungsmustern, wie z. B. Auswaschung und Freisetzung unter Einfluss einer Wechselwirkung mit der Matrix, wenn eine Annäherung an das lokale Gleichgewicht zwischen Abfall und Elutionsmittel erfolgt. Dieses Prüfverfahren erzeugt Eluate, die anschließend durch physikalische, chemische und ökotoxikologische Methoden entsprechend existierender Standardmethoden charakterisiert werden können.

ANMERKUNG 1 Die erwähnten festgelegten Perkulationsbedingungen sind willkürlich und bilden nicht notwendigerweise ein spezifisches Szenarium nach.

ANMERKUNG 2 Abfälle, die eine gesättigte hydraulische Leitfähigkeit zwischen 10^{-7} m/s und 10^{-8} m/s aufweisen, können dieser Prüfung unterzogen werden, es kann sich jedoch als schwierig erweisen, die festgelegte Fließgeschwindigkeit aufrechtzuerhalten. Wenn ein Abfall eine gesättigte hydraulische Leitfähigkeit unter 10^{-8} m/s aufweist, wird die Prüfung vorzugsweise nicht durchgeführt. (Siehe C.5 zur Definition der hydraulischen Leitfähigkeit.)

ANMERKUNG 3 Dieses Verfahren ist im Allgemeinen nicht geeignet für biologisch abbaubare Materialien und Materialien, die bei Reaktion mit dem Elutionsmittel beispielsweise zu einer übermäßigen Gasemission oder Wärmeabgabe führen.

ANMERKUNG 4 Dieses Verfahren kann bei allen Materialien angewendet werden, die sich in der Säule verfestigen, wenn sich die endgültige hydraulische Leitfähigkeit innerhalb der festgelegten Grenzen bewegt (siehe Anmerkung 2).

ANMERKUNG 5 Es ist nicht immer möglich, die Prüfbedingungen für anorganische und nichtflüchtige organische Stoffe zu optimieren, außerdem können optimale Prüfbedingungen zwischen verschiedenen Gruppen nichtflüchtiger organischer Stoffe variieren. Prüfanforderungen für nichtflüchtige organische Stoffe sind im Allgemeinen strenger als die für anorganische Bestandteile. Prüfbedingungen, die für die Messung der Freisetzung nichtflüchtiger organischer Stoffe geeignet sind, werden im Allgemeinen auch für anorganische Stoffe anwendbar sein.

ANMERKUNG 6 Für ökotoxikologische Prüfungen werden Eluate benötigt, die die Freisetzung von sowohl anorganischen als auch nichtflüchtigen organischen Stoffen abbilden. In dieser Norm sollen ökotoxikologische Prüfungen auch genotoxikologische Prüfungen beinhalten.

ANMERKUNG 7 Validierungsdaten für nichtflüchtige organische Stoffe sind momentan nicht verfügbar, werden jedoch zur Überarbeitung eingefügt, sobald verfügbar.

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).

EN 14346, *Charakterisierung von Abfällen — Berechnung der Trockenmasse durch Bestimmung des Trockenrückstandes oder des Wassergehaltes*

EN 14899, *Charakterisierung von Abfällen — Probenahme von Abfällen — Rahmen für die Erstellung und Anwendung eines Probenahmeplans*

EN 15002, *Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe*

EN 16192, *Charakterisierung von Abfällen — Analyse von Eluaten*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1 Trockenrückstand

w_{dr}

verbleibender Massenanteil einer Probe nach einem Trocknungsvorgang bei 105 °C

[QUELLE: EN 14346:2006]

3.2 Eluat

Lösung, die durch eine Elutionsprüfung gewonnen wird

3.3 Gleichgewichtszustand

Zustand, der erreicht wird, wenn die pH-Wert-Abweichung innerhalb eines Kontrollzeitraums unter einem festgelegten Wert liegt

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe 8.4.

3.4 körniger Abfall

fester Abfall, der weder monolithisch noch flüssig, gas- oder schlammförmig ist

3.5 Laborprobe

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

[QUELLE: IUPAC, 1990]

Anmerkung 1 zum Begriff: Wird die Laborprobe durch Teilen, Mischen, Mahlen oder durch Kombination dieser Möglichkeiten weiter aufbereitet (reduziert), entsteht im Ergebnis die Prüfprobe. Wenn keine Aufbereitung der Laborprobe notwendig ist, entspricht die Laborprobe der Prüfprobe. Zur Durchführung der Prüfung oder Analyse wird eine Messprobe von der Prüfprobe entnommen. Die Laborprobe ist vom Standpunkt der Probensammlung die endgültige Probe, vom Gesichtspunkt des Labors ist sie jedoch die Ausgangsprobe.

Anmerkung 2 zum Begriff: Mehrere Laborproben können aufbereitet und an unterschiedliche Labors für verschiedene Zwecke gegeben werden. Wenn sie zu demselben Labor geschickt werden, wird diese Gruppe im Allgemeinen als eine einzelne Laborprobe betrachtet und als eine Probe dokumentiert.

3.6 Elutionsmittel

Flüssigkeit, die beim Elutionsverfahren mit der Messprobe in Kontakt kommt

3.7

Flüssigkeit/Feststoff-Verhältnis

L/S

Verhältnis zwischen der Menge an Flüssigkeit (*L*, en: liquid) und Feststoff (*S*, en: solid) bei der Prüfung

Anmerkung 1 zum Begriff: *L/S* wird in l/kg Trockensubstanz angegeben.

3.8

Probe

Teilmenge, die repräsentativ für eine bestimmte größere Menge ist

3.9

Messprobe

zur Analyse entnommene(s) Menge oder Volumen der Analysenprobe, üblicherweise von bekanntem Gewicht oder Volumen

[QUELLE: IUPAC, 1990]

3.10

Analysenprobe

aus der Laborprobe entnommene Probe, aus der die Messproben zur Prüfung oder Analyse entnommen werden

[QUELLE: IUPAC, 1990]

4 Kurzbeschreibung

Diese Norm beschreibt ein Verfahren für die Bestimmung der Freisetzung von Stoffen aus zerkleinertem oder unzerkleinertem Abfall, der in eine Säule gepackt ist und von einem Elutionsmittel durchströmt wird. Es wird ein kontinuierlicher vertikaler Aufwärtsstrom verwendet, damit die Säule mit Wasser gesättigt ist. Die Prüfbedingungen, einschließlich der Fließgeschwindigkeit des Elutionsmittels, ermöglichen es, aus den Ergebnissen zu schließen, welche Komponenten schnell ausgewaschen werden und welche unter Einfluss der Wechselwirkung mit der Matrix freigesetzt werden.

Die Messprobe des zu prüfenden Abfalls wird auf genormte Weise in der Säule gepackt. Das Elutionsmittel durchströmt die Säule von unten nach oben mit einer festgelegten Fließgeschwindigkeit und bis zu einem festgelegten *L/S*-Verhältnis. Das Eluat wird in verschiedenen getrennten Fraktionen gesammelt, die physikalisch und chemisch nach bestehenden Standardverfahren charakterisiert werden. Bei der Prüfung wird der Gleichgewichtszustand am Abfluss der Säule nach einer Einstellungszeit durch Messung der pH-Wert-Abweichung verifiziert.

Das in dieser Norm beschriebene Verfahren basiert auf den strengeren Prüfanforderungen zur Bestimmung der Freisetzung nichtflüchtiger organischer Stoffe und/oder zur anschließenden ökotoxikologischen Prüfung. Ist nur die Freisetzung anorganischer Stoffe zu messen, dürfen für einige Schritte des Verfahrens weniger strenge Anforderungen angewendet werden.

Die Prüfergebnisse werden in Abhängigkeit des *L/S*-Verhältnisses ausgedrückt in Miligramm je Liter des Eluats und in Milligramm kumulativ freigesetzte Stoffe je Kilogramm Abfall (Trockensubstanz).

5 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien in anerkannter Analysenreinheit zu verwenden, sofern nicht abweichend festgelegt.

5.1 Destilliertes Wasser, demineralisiertes Wasser, deionisiertes Wasser oder Wasser gleicher Reinheit ($5 < \text{pH} < 7,5$) mit einer Leitfähigkeit von $< 0,1 \text{ mS/m}$ entsprechend Qualität 2 nach EN ISO 3696.

Wird die Freisetzung biologisch abbaubarer organischer Verbindungen untersucht, könnte das Elutionsmittel mit einem Konservierungsmittel stabilisiert werden, um biologischen Abbau zu verhindern, z. B. Natriumazid (NaN_3) mit einer Konzentration von 0,1 %.

Für ökotoxikologische Prüfungen sollten keine Konservierungsmittel verwendet werden. Zugabe von Konservierungsmitteln kann auch die Freisetzung anorganischer Stoffe beeinflussen.

5.2 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$.

5.3 Organisches Lösungsmittel, Aceton, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, zur Analyse.

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Die in 6.2.2, 6.2.3 und 6.2.7 beschriebenen Materialien und Geräte müssen vor Gebrauch auf ihre Funktionstüchtigkeit und das Fehlen von Störfaktoren, die das Prüfergebnis beeinflussen könnten, überprüft werden (siehe 8.7).

Die in 6.2.10 bis 6.2.13 festgelegten Geräte sind zu kalibrieren.

6.2 Laborgeräte

Übliche Laborausrüstung, insbesondere Folgendes:

6.2.1 Säule, aus Glas oder Kunststoff (z. B. PMMA, PTFE) mit einem Innendurchmesser von 5 cm bis 10 cm und einer Füllhöhe von ungefähr $30 \text{ cm} \pm 5 \text{ cm}$, mit Filtern (siehe 6.2.6) in der unteren und oberen Kappe. In der unteren und oberen Kappe der Säule (gefertigt z. B. aus Polychlortrifluorethylen (PCTFE)) ist eine Filterplatte eingesetzt oder eine dünne Schicht eines feinkörnigen, nicht reaktionsfähigen Materials eingebracht (z. B. feiner Quarzsand mit Partikelgrößen im Bereich 0,1 mm bis 2,5 mm und SiO_2 -Gehalt von mindestens 98 Massenanteile in Prozent), um den ordnungsgemäßen Wasserdurchfluss über die gesamte Breite der Säule sicherzustellen und das Vorfilter zu stützen.

Filterplatten, Quarzsand (SiO_2 -Gehalt von mindestens 98 Massenanteile in Prozent) oder Glasperlen können ausgewaschen werden, dürfen aber beim Erhitzen, um etwaige adsorbierte organische Verunreinigungen zu entfernen, nicht in Rotglut versetzt werden. Sie müssen außerdem niedrige Gehalte von Stoffen (d. h. Determinanten) aufweisen, die zu erhöhten Niveaus in Blindwertmessungen führen könnten.

ANMERKUNG 1 Anhang A enthält eine Abbildung der Säule und der dazugehörigen Geräte.

ANMERKUNG 2 Glas hoher Qualität wird gewöhnlich als geeignet für sowohl metallische als auch organische Verunreinigungen angesehen, insbesondere, da der gewöhnlich bei Bodenprüfungen abgedeckte pH-Bereich nicht die Bedingungen ($\text{pH} > 10$ und $\text{pH} < 3$) erreicht, bei denen Glas selbst angegriffen wird. Für ökotoxikologische Prüfungen werden sowohl Eluate mit metallischen, als auch organischen Verunreinigungen benötigt, was die Notwendigkeit hervorhebt, kombinierte Eluate zu erzeugen.

ANMERKUNG 3 Falls nur organische Stoffe analysiert werden, können Säulen und Verbindungen aus nichtrostendem Stahl eingesetzt werden.

6.2.2 Brecher, Backenbrecher oder Schneideinrichtung.

6.2.3 Siebgeräte, mit Sieben von 4 mm und 10 mm nominaler Siebweite.

6.2.4 Flaschen aus Glas oder Kunststoff, z. B. Polyethylen hoher Dichte (HDPE), Polypropylen (PP), Polytetrafluorethylen (PTFE), Polyethylenterephthalat (PET).

Es sind Flaschen mit einem geeigneten Volumen und einem Schraubverschluss für die Sammlung des Eluats und die Konservierung der Eluatproben (gespült nach EN ISO 5667-3) zu verwenden.

6.2.5 Membranfilter, für die In-line-Filtration oder Off-line-Filtration der Eluate, mit einer Porengröße von 0,45 µm.

Membranfilter für die Vakuum- oder Druckfiltrationsvorrichtung, hergestellt aus inertem Material, das für die Abfälle geeignet ist. Die Filter müssen vorher mit demineralisiertem Wasser gespült oder in ähnlicher Weise zur Entfernung von DOC (en: dissolved organic carbon) gereinigt werden. Filter dürfen nicht für Eluate verwendet werden, die auf organische Substanzen untersucht werden sollen.

6.2.6 Vorfilter für die Säule, mit einer Porengröße von 1,5 µm bis 8 µm.

ANMERKUNG Wenn das Eluat für biologische Prüfungen oder andere spezifische Situationen verwendet werden soll, in denen feine Teilchen von großer Wichtigkeit sind, werden vorzugsweise Vorfilter mit größeren Poren verwendet.

6.2.7 Volumetrische Pumpe, einstellbar (peristaltisch oder äquivalent). Bei kleinen Säulen mit einer linearen Geschwindigkeit von 15 cm/Tag muss die Kapazität zwischen 10 ml/h und 20 ml/h, bei breiten Säulen mit der gleichen linearen Geschwindigkeit zwischen 40 ml/h und 60 ml/h einstellbar sein.

6.2.8 Leitungsmaterial, inert und an die zu analysierenden Stoffe angepasst (siehe EN ISO 5667-3). Falls nur organische Stoffe untersucht werden sollen, können im Kontakt mit dem Eluat Leitungen aus nichtrostendem Stahl oder Glas verwendet werden. Falls nur anorganische Stoffe untersucht werden sollen, können PE, PP, PTFE, ETFE, FEP oder ähnliche Leitungsmaterialien verwendet werden.

6.2.9 Zentrifuge

- 1) Betrieben von 20 000 *g* bis 30 000 *g* unter Verwendung von Röhrchen aus fluoriertem Ethylen-Propylen (FEP) oder Leitungen aus einem alternativen Material, das inert in Bezug auf die zu untersuchenden Stoffe und für das Hochgeschwindigkeitszentrifugation geeignet ist.
- 2) Falls keine Hochgeschwindigkeitszentrifuge zur Verfügung steht, darf alternativ eine von 2 000 *g* bis 2 500 *g* betriebene Zentrifuge benutzt werden, unter Verwendung von Flaschen eines geeigneten Materials und in Kombination mit erhöhter Zentrifugationsdauer. Kühlung zur Erhaltung der gewünschten Temperatur muss erfolgen.

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

6.2.11 Gerät zur Messung der elektrischen Leitfähigkeit, mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 mS/m.

6.2.12 pH-Messgerät, mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,05 pH-Einheiten.

6.2.13 Gerät zur Messung des Redoxpotentials (optional).

7 Probenvorbehandlung

7.1 Allgemeines

Die Probenahme muss nach EN 14899 oder einer aus EN 14899 abgeleiteten Norm erfolgen, um eine repräsentative Probe zu erhalten. Die Probenvorbehandlung muss aus der Probenvorbereitung, der Entnahme einer Messprobe und der Bestimmung des Trockenrückstands der Analysenprobe bestehen.

ANMERKUNG Wenn das Elutionsverhalten von Abfall, einschließlich der Alterungseffekte, bestimmt werden soll, wird die Messprobe für das Material vorzugsweise, wie für den Anwendungsfall vorgesehen, repräsentativ sein, was ebenfalls für die Alterungsbedingungen gilt.