

DIN EN 14997

ICS 13.030.01

Ersatz für
DIN CEN/TS 14997:2007-02

**Charakterisierung von Abfällen –
Untersuchung des Elutionsverhaltens –
Einfluss des pH-Wertes auf die Elution bei kontinuierlicher
pH-Wert-Kontrolle;
Deutsche Fassung EN 14997:2015**

Characterization of waste –
Leaching behaviour test –
Influence of pH on leaching with continuous pH control;
German version EN 14997:2015

Caractérisation des déchets –
Essais de comportement à la lixiviation –
Influence du pH sur la lixiviation avec contrôle continu du pH;
Version allemande EN 14997:2015

Gesamtumfang 50 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 14997:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ 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“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen, wobei die EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählnummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5725-2:1994	siehe DIN ISO 5725-2:2002-12

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 14997:2007-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Verfahrenskennndaten wurden in Abschnitt 12 aufgenommen;
- b) Anhang E „Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision“ wurde neu hinzugefügt;
- c) redaktionelle Anpassung.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 14997: 2007-02

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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)*

Deutsche Fassung

Charakterisierung von Abfällen - Untersuchung des Elutionsverhaltens - Einfluss des pH-Wertes auf die Elution bei kontinuierlicher pH-Wert-Kontrolle

Characterization of waste - Leaching behaviour test -
Influence of pH on leaching with continuous pH control

Caractérisation des déchets - Essais de comportement à la
lixiviation - Influence du pH sur la lixiviation avec contrôle
continu du pH

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 26. Dezember 2014 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, 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
Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Symbole und Abkürzungen	8
5 Kurzbeschreibung	9
6 Reagenzien	9
7 Geräte.....	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Laborausstattung.....	10
8 Probenvorbereitung.....	11
8.1 Laborprobe	11
8.2 Vorbereitung der Analysenprobe.....	11
8.3 Bestimmung des Trockenrückstandes	11
8.4 Vorbereitung der Messprobe	12
9 Prüfverfahren	12
9.1 Kontaktzeit.....	12
9.2 pH-Wert-Bereich.....	12
9.3 Elutionsprüfung	13
9.3.1 Allgemeines	13
9.3.2 Herstellung des Elutionsmittels	13
9.3.3 Elutionsverfahren	15
9.4 Natürlicher pH-Wert	16
10 Behandlung, Lagerung und Analyse von Eluat.....	17
11 Blindversuche	17
12 Verfahrenskennndaten	18
13 Prüfbericht.....	19
Anhang A (informativ) Beispiel für ein Datenblatt	20
Anhang B (informativ) Durchführung und Anwendung der Prüfung: Einfluss des pH-Wertes auf das Elutionsverhalten	21
B.1 Erläuterung der beiden Vorgehensweisen bei der Durchführung der Prüfung: Einfluss des pH-Wertes auf das Elutionsverhalten.....	21
B.2 Auswertung	23
B.3 Anwendungsbereich der Prüfung und dessen Grenzen	23
B.3.1 Bemerkungen zur Anwendung von Ergebnissen der Prüfung der pH-Abhängigkeit für die Bewertung der Auswirkungen von Alterung	23
B.3.2 Beispiele für die Anwendung von Prüfergebnissen und Betrachtungen zum Anwendungsbereich	24
B.4 Beispiel: Bestimmung der Empfindlichkeit der Elution gegenüber dem pH-Wert im umweltrelevanten pH-Bereich	25

Anhang C (informativ) Bestimmung des Verbrauchs an Säure/Base im Vorversuch	27
C.1 Allgemeines	27
C.2 Titrationsverfahren zur Bestimmung der ANC und BNC	27
C.2.1 Reagenzien und Laborausstattung	27
C.2.2 Messprobe.....	27
C.2.3 Durchführung.....	27
C.2.4 Auswertung.....	29
C.3 Willkürliche Teilung des maximalen Verbrauchs an Säure/ Base für die extremen pH-Werte.....	29
C.3.1 Allgemeines	29
C.3.2 Reagenzien und Laborausstattung	29
C.3.3 Messprobe.....	29
C.3.4 Durchführung.....	30
C.3.5 Auswertung.....	31
Anhang D (informativ) Beispiele für Säure- und Base-Neutralisationskapazitäten von Abfällen, Böden, Sedimenten und Baustoffen	32
D.1 Beispiele für Säure- und Base-Neutralisationskapazitäten	32
D.2 Verwendung der Daten der Säure- und Base-Neutralisationskapazitäten	34
Anhang E (informativ) Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision	35
E.1 Materialien, die im Ringversuch verwendet wurden.....	35
E.2 Ergebnisse des Ringversuchs	35
Literaturhinweise	47

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14997:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ 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 2015, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2015 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 14997:2006.

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

Die folgenden wesentlichen technischen Änderungen wurden in dieser neuen Textversion vorgenommen:

- der Status des Dokuments wurde von einem CEN/TS in eine Europäische Norm geändert;
- Verfahrenskenndaten wurden aufgenommen (siehe Annex E).

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, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

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

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung des Einflusses des pH-Wertes auf die Eluierbarkeit von anorganischen Bestandteilen in Abfällen fest.

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 die Art des Materials 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 Aktivitäten 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 Bestandteilen, die aus Abfallmaterialien eluiert werden können, entwickelt worden. Die Freisetzung von löslichen Bestandteilen 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 Wiederverwertungsszenarium) 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 Managementszenarium, 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 Übereinstimmungsuntersuchung 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.

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

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

- 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): Untersuchungen zur grundlegenden Charakterisierung.

Nach EN 12920 beinhaltet die Beurteilung der Freisetzung von Bestandteilen aus Abfall in einem bestimmten Szenarium die Durchführung von verschiedenen Prüfungen. Die in dieser Europäischen Norm beschriebene Prüfung wird bei kontinuierlicher pH-Wert-Kontrolle durchgeführt. Zum schnelleren Erreichen des Gleichgewichtszustandes wird eine Zerkleinerung durchgeführt.

Diese Prüfung unterscheidet sich von „Einfluss des pH-Wertes unter vorheriger Säure/Base-Zugabe“ (siehe EN 14429), bei der der pH-Wert durch vorherige Zugabe von Säure oder Base kontrolliert wird, um den gewünschten pH-Werte zu erreichen. Die Prüfung zielt auf ein annäherndes Gleichgewicht am Ende des Verfahrens ab.

ANMERKUNG In Anhang B werden spezifische Anwendungen sowohl der Prüfung der pH-Abhängigkeit bei vorheriger Zugabe von Säure/Base als auch der Prüfung der pH-Abhängigkeit bei kontinuierlicher pH-Kontrolle näher beschrieben.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren für die Bestimmung des Einflusses des pH-Wertes auf die Eluierbarkeit von anorganischen Bestandteilen aus Abfall fest. Die Annäherung an das Gleichgewicht, wie es in dieser Europäischen Norm definiert ist, wird durch kontinuierliche Einstellung des pH-Wertes durch Zugabe von Säure oder Base hergestellt, um die gewünschten endgültigen pH-Werte zu erreichen. Dieses Prüfverfahren führt zu Eluaten, die anschließend physikalisch und chemisch charakterisiert werden.

Diese Europäische Norm ist eine parameterspezifische Prüfung, wie in EN 12920 festgelegt. Die Anwendung nur dieses Prüfverfahrens ist für die Bestimmung des genauen Elutionsverhaltens eines Abfalls unter festgelegten Bedingungen nicht ausreichend.

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 14346:2006, *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 Laboratoriumsprobe*

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}

nach einem Trocknungsvorgang bei einer Temperatur von 105 °C zurückbleibender Massenanteil einer Probe

[QUELLE: EN 14346:2006]

3.2

Eluat

Lösung, die durch einen Elutionsversuch erhalten wird

3.3

Gleichgewicht

Zustand, der erreicht ist, wenn die Abweichung des pH-Wertes während eines Kontrollzeitraumes in den letzten 4 h der Prüfung weniger als 2 % des Gesamtverbrauchs an Säure oder Base beträgt

3.4

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, Schneiden, Zerkleinern, Sägen, Entkernen 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 oder an ein einzelnes Labor 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.

3.5

Elutionsmittel

Flüssigkeit, die beim Elutionsverfahren mit der Messprobe in Kontakt kommt

3.6

Flüssigkeit/Feststoff-Verhältnis

L/S

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

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

3.7

Suspension

Gemisch aus Elutionsmittel und Messprobe

3.8

Messprobe

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

[QUELLE: IUPAC, 1990]

3.9

Analysenprobe

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

[QUELLE: IUPAC, 1990]

4 Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole und Abkürzungen.

ANC Säure-Neutralisationskapazität (en: acid neutralization capacity)

BNC Base-Neutralisationskapazität (en: base neutralization capacity)

TM Trockenmasse (en: dry matter (DM))

DOC gelöster organischer Kohlenstoff (en: dissolved organic carbon)

L/S Flüssigkeit/Feststoff-Verhältnis (en: liquid to solid ratio)

M_d Trockenmasse der Messprobe

m_d Masse nach dem Trocknen

M_w	Masse der nicht getrockneten Messprobe
m_r	Masse vor dem Trocknen
t_0	Zeit am Anfang der Elutionsprüfung
$V_{A/B}$	im Elutionsmittel verwendetes Volumen an Säure oder Base
V_{demin}	Volumen des im Elutionsmittel verwendeten demineralisierten Wassers
V_L	Volumen des zugesetzten Elutionsmittels
w_{dr}	Trockenrückstand der Probe

5 Kurzbeschreibung

Diese Europäische Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Einflusses des pH-Wertes auf die Eluierbarkeit von anorganischen Bestandteilen aus einem Abfall.

Einzelne Messproben werden bei einem konstanten L/S -Verhältnis mit Elutionsmitteln eluiert, wobei der pH-Wert anhand vorgegebener pH-Werte eingestellt und kontrolliert wird (pH statisches Titrationsverfahren). Mindestens acht endgültige pH-Werte sind erforderlich, die mindestens den Bereich von pH 2 bis pH 12 (einschließlich beider Werte, d. h. der niedrigste Wert ist ≤ 2 und der höchste Wert ist ≥ 12) einschließen. Die Menge an Säure oder Base, die für die Abdeckung des pH-Bereiches 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 Gleichgewicht hinsichtlich der meisten Bestandteile in den meisten zu charakterisierenden Abfällen angenähert hat. Die Annäherung an das Gleichgewicht, wie es in dieser Norm definiert ist, wird am Ende des Elutionsschritts verifiziert.

Die Ergebnisse werden für jeden endgültigen pH-Wert in mg/l der Bestandteile angegeben. Für jeden endgültigen pH-Wert wird auch die Menge an hinzugefügter Säure in mol H^+ /kg TM und die Menge an hinzugefügter Base in mol OH^- /kg TM angegeben (für die graphische Darstellung wird mol OH^- /kg TM als $-mol H^+$ /kg TM angegeben).

ANMERKUNG Andere Angaben der Ergebnisse sind möglich (einschließlich eluierter Bestandteile in Milligramm je Kilogramm Trockenmasse). Da diese Prüfung auf die Annäherung an ein Gleichgewicht abzielt, d. h. durch die Löslichkeit bestimmt wird, können die Ergebnisse allein nicht zur quantitativen Bestimmung des löslichen Massenanteils verwendet werden.

Die ANC oder BNC des Abfalls wird ebenfalls bestimmt. Die ANC oder BNC ist definiert als die benötigte Menge an Säure oder Base ($\pm mol H^+$ /kg Trockenmasse), um einen anwenderspezifischen End-pH-Wert zu erreichen. Sie wird graphisch [6] oder numerisch aus einer Kurve abgeleitet, die jeden erhaltenen End-pH-Wert als eine Funktion der Menge an zugefügter Säure oder Base darstellt.

Der durch die Prüfung umfasste pH-Wert-Bereich darf auf einen pH-Wert-Bereich eingeschränkt werden, der für ein bestimmtes Material und die zu berücksichtigende Fragestellung (siehe 9.2) relevant ist.

6 Reagenzien

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

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

6.2 Salpetersäure, $c(HNO_3) = 0,1$ mol/l bis 5 mol/l.

6.3 Natriumhydroxid, $c(NaOH) = 0,1$ mol/l bis 5 mol/l.

Natriumhydroxid ist aufgrund der möglichen Aufnahme von CO_2 instabil. Es ist daher empfehlenswert, eine frische Lösung anzusetzen.

7 Geräte

7.1 Allgemeines

Vor Verwendung sind Materialien und Geräte nach 7.2.3, 7.2.4, 7.2.7, 7.2.8 und 7.2.10 auf Funktionstüchtigkeit und Abwesenheit von störenden Elementen, die das Ergebnis beeinflussen können, zu untersuchen.

Die in 7.2.1, 7.2.6, 7.2.7, 7.2.11 und 7.2.12 festgelegten Geräte sind zu kalibrieren.

7.2 Laborausstattung

Übliche Laborausstattung, insbesondere Folgendes:

7.2.1 Analysenwaage, Fehlergrenze höchstens 0,1 g.

7.2.2 Flaschen oder Gefäße mit Verschluss.

Flaschen oder Gefäße aus Polypropylen (PP), Polyethylen (PE) oder PTFE (250 ml für Messproben mit einer Trockenmasse von 15 g, 500 ml für Messproben mit einer Trockenmasse von 30 g und 1 l für Messproben mit einer Trockenmasse von 60 g) sind zu verwenden. In den Flaschen oder dem Verschluss der Gefäße müssen eine Öffnung für die pH-Elektroden und für die Zugabe von Säure und/oder Base sowie eine kleine Gasaustrittsöffnung vorhanden sein. Die Flaschen müssen möglichst dicht sein, um eine Aufnahme von CO₂ zu vermeiden.

Bei hohen pH-Werten wird empfohlen, die Prüfung unter Stickstoff durchzuführen, um eine CO₂-Aufnahme zu vermeiden.

7.2.3 Zerkleinerungsvorrichtung, z. B. Backenbrecher.

ANMERKUNG Die Zerkleinerung ist vorgeschrieben, um ein unnötiges Aufmahlen auf sehr kleine Korngrößen, wie es in einer Hammermühle, Kugelmühle oder ähnlichen Einrichtung geschehen kann, zu vermeiden.

7.2.4 Rührwerk

Die Teile, die mit Probe und Eluat in Berührung kommen, müssen aus Werkstoffen hergestellt sein, die das Ergebnis nicht beeinflussen, wie Glas, PTFE.

7.2.5 Membranfilter, mit einer Porengröße von 0,45 µm.

Membranfilter für die Filtriervorrichtung, hergestellt aus inertem Material, für Abfälle geeignet. Die Filter müssen vorher zur Entfernung von DOC mit demineralisiertem Wasser oder in ähnlicher Weise gewaschen werden.

7.2.6 pH-Wert-Messgerät, mit einer Fehlergrenze von höchstens $\pm 0,05$ pH-Wert-Einheiten.

7.2.7 Probenteiler, zur Teilung der Laborproben für eine Mindestgröße der Messprobe von 15 g, bezogen auf die Trockenmasse.

7.2.8 Siebvorrichtung, mit einem Sieb mit einer Nenn-Sieböffnungsweite von 1 mm.

Durch das Zerkleinern und Sieben kann die Probe in einem Ausmaß verunreinigt werden, das sich auf die eluierten Mengen einiger zu untersuchender Bestandteile auswirken kann, z. B. Co und W aus der Wolframcarbid-Zerkleinerungseinrichtung oder Cr, Ni, Mo und V aus der Einrichtung aus nichtrostendem Stahl.

7.2.9 Einrichtung für die kontinuierliche pH-Wert-Kontrolle mit einer Genauigkeit von 0,2 pH-Einheiten während der Säure/Base-Zugabe.

ANMERKUNG Die pH-Wert-Kontrolle einer Suspension wird durch kontinuierliche Zugabe von Säure/Base erreicht, indem der pH-Wert der Lösung gemessen wird. Bei Abweichungen vom Ziel-pH-Wert ist eine Zudosierung von Säure oder Base erforderlich.

7.2.10 Einrichtung zur Vakuum- oder Druckfiltration.

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

7.2.12 Gerät zur Messung des Redoxpotentials (optional).

8 Probenvorbereitung

8.1 Laborprobe

Die Laborprobe muss eine Masse umfassen, die mindestens 1 kg Trockenmasse entspricht. Falls weniger Material verfügbar ist, ist eine Begründung im Prüfbericht anzugeben.

Die Probenahme ist nach EN 14899 oder einer Norm auf der Grundlage von EN 14899 durchzuführen, um eine repräsentative Laborprobe zu erhalten.

8.2 Vorbereitung der Analysenprobe

Die Prüfungen sind an Materialien durchzuführen, deren Korngröße zu 95 % kleiner als 1 mm ist. Zur Sicherstellung, dass die Analysenprobe zu 95 % (Masse) eine Körnung enthält, deren Durchmesser kleiner als 1 mm ist, ist sie mit der Siebvorrichtung zu sieben, um das Überkorn abzutrennen. Falls der Massenanteil an Überkorn mehr als 5 % beträgt, muss der gesamte Überkornanteil zerkleinert werden. Nicht zerkleinerbares Material (z. B. Metallteile wie Muttern, Schrauben, Schrott) muss von der Überkornfraktion getrennt und gewogen werden, und die Art des nicht zerkleinerbaren Materials ist aufzuzeichnen. Zerkleinertes und nicht zerkleinertes Material ist zur Bildung der Analysenprobe zu mischen.

Feuchtes Material, das nicht gesiebt werden kann, muss vor dem Sieben und/oder Zerkleinern getrocknet werden. Die Trocknungstemperatur darf nicht mehr als 40 °C betragen.

Größenreduzierung, Trocknung, falls notwendig, und Teilprobenahme sind nach den Festlegungen in EN 15002 durchzuführen.

Das zerkleinerte Material kann sich während der Lagerung durch Alterung der frischen Oberflächen verändern. Deshalb sollte das Material so schnell wie möglich nach dem Zerkleinern geprüft werden.

Es wird empfohlen, dass Materialien mit einem hohen natürlichen pH-Wert unter Stickstoff zerkleinert werden, um den Kontakt mit Luft zu vermeiden, der zur Carbonatisierung führt.

8.3 Bestimmung des Trockenrückstandes

Die gesamte Analysenprobe, die den Korngrößenkriterien nach 8.2 entspricht, darf nicht weiter getrocknet werden. Der Trockenrückstand, w_{dr} , der Analysenprobe ist an einer separaten Messprobe zu bestimmen.

Der Trockenrückstand der Probe ist nach EN 14346 bei einer Temperatur von $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$ zu bestimmen. Der Trockenrückstand als Massenanteil in Prozent wird wie folgt berechnet:

$$w_{dr} = 100 \times \frac{m_d}{m_r} \quad (1)$$

Dabei ist

- w_{dr} der Trockenrückstand der Probe, in Prozent (%);
- m_d die Masse nach dem Trocknen, in Gramm (g);
- m_r die Masse vor dem Trocknen, in Gramm (g).

8.4 Vorbereitung der Messprobe

Mit einem Probenteiler oder durch Kegelbildung und Vierteln sind mindestens 8 Messproben nach EN 15002 herzustellen. In Abhängigkeit von der Heterogenität der Probe und dem für die Analyse erforderlichen Volumen an Eluat muss der Umfang der Messprobe $M_d = 15 \text{ g}$, 30 g oder 60 g betragen (mit einer Grenzabweichung von $\pm 10 \%$).

Die Masse der für die Prüfung zu verwendenden nicht getrockneten Messprobe, M_w , in Gramm wird nach Formel (2) berechnet:

$$M_w = \frac{M_d}{w_{dr}} \times 100 \quad (2)$$

Dabei ist

M_w die Masse der nicht getrockneten Messprobe, in Gramm (g);

M_d die Trockenmasse der Messprobe, in Gramm (g);

w_{dr} der Trockenrückstand des Abfalls, in Prozent (%).

9 Prüfverfahren

9.1 Kontaktzeit

Das Elutionsverfahren umfasst zwei festgelegte Stufen:

- Zeitintervall A (Dauer der Einstellung des Gleichgewichts) von t_0 bis $t_0 + 44 \text{ h}$, Dauer der Einstellung des Gleichgewichts bei kontinuierlich kontrolliertem pH-Wert;
- Zeitintervall B (Dauer der Verifizierung) von $t_0 + 44 \text{ h}$ bis $t_0 + 48 \text{ h}$ für die Verifizierung des Gleichgewichtszustandes bei kontinuierlich kontrolliertem pH-Wert.

Nach jedem dieser Zeitintervalle ist die Menge an hinzugefügter Säure oder Base aufzuzeichnen.

Nach jedem dieser Zeitintervalle ist der pH-Wert in der Flüssigkeit zu messen.

Die Gesamtkontaktdauer (A + B) beträgt 48 h.

9.2 pH-Wert-Bereich

Die Prüfung muss den Bereich von pH 2 bis pH 12 umfassen (einschließlich beider Werte, d. h. der niedrigste Wert ist ≤ 2 und der höchste Wert ist ≥ 12), wobei einschließlich des natürlichen pH-Wertes (ohne Zugabe von Säure oder Base) bei mindestens 8 pH-Werten geprüft wird. Der größte Unterschied zwischen zwei aufeinander folgenden pH-Werten darf nicht mehr als 1,5 pH-Einheiten betragen.

Der durch die Prüfung umfasste pH-Wert-Bereich darf 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 auch von den spezifischen Eigenschaften des Abfallmaterials, 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 nach Bedarf innerhalb eines bestimmten pH-Wert-Bereiches verringert oder erhöht werden. Die bei geringem pH-Wert (pH = 2) gemessene Freisetzung ist für die Abschätzung der potenziellen Verfügbarkeit für die Elution anwendbar, welche ein maßgebendes Merkmal für die geochemische Modellierung ist.

9.3 Elutionsprüfung

9.3.1 Allgemeines

Die folgende Verfahrensweise gilt für alle ausgewählten und zu prüfenden pH-Werte. Die Prüfung bei dem natürlichen pH-Wert ist in 9.4 beschrieben.

9.3.2 Herstellung des Elutionsmittels

Der für das Erreichen des maßgebenden pH-Wertes erforderliche Verbrauch an Säure oder Base ist abzuschätzen. Symbol A (mol H⁺/kg Trockenmasse) wird für den zuvor abgeschätzten Säureverbrauch und Symbol B (mol OH⁻/kg Trockenmasse) wird für den zuvor abgeschätzten Basenverbrauch verwendet. Anhand dessen ist die erforderliche Säure- oder Basenstärke zu bestimmen.

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

Das Flüssigkeitsvolumen (V) besteht aus dem Wassergehalt der Probe und der Menge an Elutionsmittel (V_L). Das Flüssigkeitsvolumen (V) zum Erreichen eines L/S von $(10 \pm 0,2)$ l/kg für den gegebenen Umfang einer Messprobe M_d (siehe 8.4), einschließlich des Volumens an Säure oder Base, wird nach Formel (3) berechnet.

$$V = 10 \times M_d \quad (3)$$

Dabei ist

V das Gesamtvolumen an Flüssigkeit bei der Prüfung, in Milliliter (ml);

M_d die Trockenmasse der Messprobe, in Gramm (g) (siehe 8.4).

ANMERKUNG 1 In Bezug auf das L/S -Verhältnis entspricht V in dieser Formel „L“ und M_d entspricht „S“.

Die Menge des Elutionsmittels (V_L), die der tatsächlichen Menge der Messprobe zuzugeben ist, muss berechnet und der Wassergehalt der Messprobe nach Formel (4) kompensiert werden:

$$V_L = V - \left(\frac{100}{w_{dr}} - 1 \right) \times M_d \quad (4)$$

Dabei ist

V_L das Volumen des zugegebenen Elutionsmittels, in Milliliter (ml);

V das Gesamtvolumen an Flüssigkeit bei der Prüfung, in Milliliter (ml);

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

w_{dr} der Trockenrückstand des Abfalls als prozentualer Anteil an der Gesamtmasse (%) (siehe 8.3).

Das Volumen an hinzugefügter Säure oder Base darf nicht mehr betragen als ein Volumen, das einem M_d 1 ($V_{L/S\ 1}$) entspricht. Dieses Volumen wird nach Formel (5) berechnet:

$$V_{L/S\ 1} = 1 \times M_d \quad (5)$$

Dabei ist

$V_{L/S\ 1}$ das Flüssigkeitsvolumen, das bei der Prüfung einem L/S -Verhältnis von 1 entspricht, in Milliliter (ml);

M_d die Trockenmasse der Messprobe, in Gramm (g) (siehe 8.4).