

DIN EN 15863

ICS 13.030.10

Ersatz für
DIN CEN/TS 15863
(DIN SPEC 91239):2012-11

**Charakterisierung von Abfällen –
Untersuchung des Elutionsverhaltens für die grundlegende
Charakterisierung –
Dynamisches Elutionsverfahren für monolithische Abfälle mit
periodischer Erneuerung des Elutionsmittels unter festgelegten
Prüfbedingungen;
Deutsche Fassung EN 15863:2015**

Characterization of waste –

Leaching behaviour test for basic characterization –

Dynamic monolithic leaching test with periodic leachant renewal, under fixed conditions;
German version EN 15863:2015

Caractérisation des déchets –

Essais de comportement à la lixiviation pour la caractérisation de base –

Essai de lixiviation dynamique des monolithes avec renouvellement périodique du lixiviant,
dans des conditions d'essai fixes;

Version allemande EN 15863:2015

Gesamtumfang 61 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15863:2015) 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 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

In der englischen Referenzfassung sind in Tabelle B.2 falsche Formeln angegeben. Diese Fehler wurden korrigiert.

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 15863 (DIN SPEC 91239):2012-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Verfahrenskennndaten wurden in Abschnitt 11 aufgenommen;
- b) Anhang D „Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision“ wurde neu hinzugefügt;
- c) redaktionelle Anpassung.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 15863 (DIN SPEC 91239): 2012-11

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 für die grundlegende
Charakterisierung —
Dynamisches Elutionsverfahren für monolithische Abfälle mit
periodischer Erneuerung des Elutionsmittels unter festgelegten
Prüfbedingungen

Characterization of waste —
Leaching behaviour test for basic characterization —
Dynamic monolithic leaching test with periodic leachant
renewal, under fixed conditions

Caractérisation des déchets —
Essais de comportement à la lixiviation pour la
caractérisation de base —
Essai de lixiviation dynamique des monolithes avec
renouvellement périodique du lixiviant, dans des conditions
d'essai fixes

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 7. Februar 2015 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	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	10
5 Reagenzien	10
6 Geräte.....	11
6.1 Allgemeines	11
6.2 Laborausstattung.....	11
7 Probenvorbereitung.....	12
7.1 Allgemeines	12
7.2 Vorbereitung der Prüfmenge	12
7.3 Bestimmung der geometrischen Oberfläche	12
8 Durchführung	13
8.1 Untersuchungsbedingungen	13
8.2 Schritt 1 des Elutionsverfahrens.....	13
8.3 Schritte 2 bis 8 des Elutionsverfahrens	13
8.4 Massenverlust des monolithischen Abfalls während der Untersuchung.....	14
8.5 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse	15
8.6 Blindprobe	15
9 Berechnungen.....	15
9.1 Angabe der Ergebnisse	15
9.1.1 Allgemeines	15
9.1.2 Angabe der Ergebnisse hinsichtlich der flächenbezogenen Freisetzung	16
9.1.3 Angabe der Ergebnisse als Konzentration	17
9.1.4 Berechnung des Freisetzungsmechanismus	17
10 Verfahrenskenndaten	17
11 Dokumentation und Prüfbericht.....	18
11.1 Allgemeines	18
11.2 Allgemeine Angaben	18
11.3 Bedingungen des Elutionsversuchs.....	18
11.4 Analysenbericht.....	19
11.5 Ergebnisse des Elutionsversuchs	19
Anhang A (informativ) Identifizierung der Freisetzungsmechanismen und Anwendung der Untersuchungsergebnisse	20
A.1 Einleitung.....	20
A.2 Beispiele für Faktoren, die die Elution aus monolithischem Abfall beeinflussen	20
A.3 Vorhersage der Langzeit-Freisetzung	22
Anhang B (informativ) Bewertung von Freisetzungsmechanismen (sofern gefordert).....	24
B.1 Übersicht über die Freisetzungsmechanismen	24
B.2 Verfahren zur Identifizierung des Freisetzungsmechanismen	26
B.3 Nahe bei der Quantifizierungsgrenze liegende Konzentrationen	27

B.3.1	Niedrige Gesamtkonzentrationen	27
B.3.2	Abwaschen der Oberfläche, gefolgt von niedrigen Konzentrationen.....	27
B.4	Diffusionsgesteuerte Freisetzung eines Stoffs	28
B.4.1	Identifizierung der diffusionsgesteuerten Freisetzung	28
B.4.2	Abwaschen der Oberfläche vor einer diffusionsgesteuerten Freisetzung.....	29
B.4.3	Diffusionsgesteuerte Freisetzung gefolgt von Erschöpfung.....	29
B.4.4	Abwaschen der Oberfläche vor einer diffusionsgesteuerten Freisetzung, gefolgt von Erschöpfung	29
B.5	Lösungsgesteuerte Freisetzung eines Stoffs	30
B.6	Sonstige Freisetzungsmechanismen	30
B.6.1	Unbekannter Freisetzungsmechanismus	30
B.6.2	Abwaschen der Oberfläche eines Stoffs.....	31
B.6.3	Erschöpfung eines Stoffs	31
B.6.4	Abwaschen der Oberfläche und Erschöpfung	32
B.7	Berechnung der Freisetzung.....	32
B.7.1	Flächenbezogene Freisetzung	32
B.7.2	Abwaschen der Oberfläche	32
B.7.3	Freisetzung im Falle von Auflösung.....	33
B.7.4	Extrapolation der kumulativen flächenbezogenen Freisetzung größerer Zeitwerte	33
B.8	Beispiele	34
Anhang C (informativ)	Beispiele für Daten über das <i>L/A</i> -Verhältnis	50
Anhang D (informativ)	Prozessablaufplan für EN 15863	51
Anhang E (informativ)	Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision	53
E.1	Materialien, die im Ringversuch verwendet wurden.....	53
E.2	Ergebnisse des Ringversuchs	53
Literaturhinweise		58

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15863:2015) 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 Oktober 2015, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 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 15863:2012.

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

Dieses Dokument wurde auf der Grundlage von NEN 7345:1995 erarbeitet.

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 hauptsächlich zur Unterstützung der Anforderungen an die Prüfung des Elutionsverhaltens in den Mitgliedsländern von EU und EFTA entwickelt.

Dieses Dokument legt ein dynamisches Elutionsverfahren für monolithische Abfallmaterialien fest, um die Schlüsselparameter für die Betrachtung des Elutionsverhaltens von monolithischen Abfallmaterialien zu bestimmen.

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 sollten in Hinsicht auf die mit diesem Verfahren verbundenen Gefahren befolgt werden.

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 Lagerung 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, Eluierbarkeit 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 Charakterisierungs- bzw. 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 umfasst die Beurteilung der Freisetzung der Bestandteile aus Abfallmaterialien in einem bestimmten Szenarium die Durchführung von verschiedenen Untersuchungen. Dieses Dokument beschreibt eine der parametrischen Untersuchungen, die für diese Zwecke, besonders bei monolithischen Abfällen, angewendet werden kann.

Das Untersuchungsverfahren ermöglicht die Bestimmung der Freisetzung der Bestandteile aus monolithischen Abfallmaterialien unter dynamischen Bedingungen als Zeitfunktion. Diese Freisetzung wird aus den Konzentrationen der Bestandteile berechnet, die in der Lösung (Eluat) gemessen wurde, die in einer festgelegten Anzahl von gesonderten Anteilen gesammelt wurden. Ansonsten sind die folgenden Untersuchungsbedingungen festgelegt: Art des Elutionsmittels, Temperatur, Flüssig/Feststoff-Verhältnis (L/S) und die Dauer der Untersuchung.

Die Ergebnisse dieser Untersuchung zusammen mit denen von anderen Untersuchungen (z. B. EN 14429) und die Anwendung von mehr oder weniger anspruchsvollen Modellen ermöglichen die Identifizierung der Hauptmechanismen der Freisetzung, diese können z. B. als Diffusion, Auflösung der Bestandteile, anfängliches Abwaschen der Oberfläche und Auflösung der Matrix angesehen werden (siehe Anhang A). Diese eigentlichen Eigenschaften können zur Vorhersage der Freisetzung der Bestandteile in einem gegebenen Zeitrahmen angewendet werden, um das Elutionsverhalten von monolithischen Abfallmaterialien in praktischen Situationen oder Szenarien zu beurteilen, wie in EN 12920 festgelegt. Bei der Beurteilung der Elution unter Gleichgewichtsbedingungen (Bedingungen mit einem geringen L/A -Verhältnis, Porenwasser und/oder lange Kontaktzeiten) sind andere Werkzeuge verfügbar, z. B. die pH-Wert abhängige Untersuchung nach EN 14429, die Perkulationsprüfung bei granulierten Materialien nach CEN/TS 14405 (mit einem L/S -Verhältnis von 0,1 l/kg bis 0,5 l/kg) und das Schüttelverfahren bei körnigen Abfällen nach EN 12457-1 bis EN 12457-4.

ANMERKUNG Bei Bedingungen mit einem geringen L/A -Verhältnis kann die Beschaffenheit des Porenwassers in monolithischen Prüfkörpern herangezogen werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm ist für die Bestimmung des Elutionsverhaltens von monolithischen Abfällen unter dynamischen Bedingungen anwendbar. Die Untersuchung wird unter den in diesem Dokument festgelegten experimentellen Bedingungen durchgeführt. Diese Untersuchung zielt auf die Bestimmung der Freisetzung von anorganischen Bestandteilen aus monolithischem Abfall in Abhängigkeit von der Zeit ab, zu der der Stoff in Kontakt mit einer wässrigen Lösung (Elutionsmittel) gebracht wurde.

Dieses dynamische Elutionsverfahren für monolithische Abfälle (DMLT, en: Dynamic Monolithic Leaching Test) ist eine parameterspezifische Prüfung, wie in EN 12920 festgelegt, und dient deshalb nicht der Simulation tatsächlicher Situationen. Die Anwendung dieses Untersuchungsverfahrens ist allein nicht ausreichend für die Bestimmung des ausführlichen Elutionsverhaltens von monolithischen Abfällen unter festgelegten Bedingungen.

Im Rahmen der EN 12920 und in Kombination mit zusätzlichen chemischen Angaben werden die Untersuchungsergebnisse zur Identifizierung der Elutionsmechanismen und ihres Stellenwertes angewendet. Die intrinsischen Eigenschaften können zur Vorhersage der Freisetzung von Bestandteilen in einem festgelegten Zeitrahmen angewendet werden, um das Elutionsverhalten von monolithischen Abfallmaterialien zu bewerten, die unterschiedlichen Situationen oder Szenarien (einschließlich Szenarien der Deponierung und der Wiederverwertung) ausgesetzt wurden.

Das Untersuchungsverfahren ist bei regelmäßig geformten Prüfmengen von monolithischen Abfällen mit Mindestmaßen von 40 mm in alle Richtungen anwendbar, bei denen vorausgesetzt wird, dass sie ihre Unversehrtheit über einen für die Beobachtung des Szenariums relevanten Zeitraum behalten. Das Untersuchungsverfahren ist für Prüfmengen geeignet, bei denen die geometrische Oberfläche mit einfachen geometrischen Gleichungen bestimmt werden kann. Das Untersuchungsverfahren ist für weniger durchlässige monolithische Stoffe geeignet.

Innerhalb der Bereiche der Vergleichpräzision werden die nach EN 15863 ermittelten Ergebnisse der Elutionsprüfungen voraussichtlich denen entsprechen, die nach CEN/TS 16637-2 (DMLT für Bauprodukte) bestimmt wurden, da die wesentlichen Prüfbedingungen in beiden Normen aneinander angeglichen sind. Wie die nach EN 15863 ermittelten Ergebnisse zeigen (siehe Anhang E), sind sie nachweislich auch vergleichbar mit dem Verfahren US EPA 1315 (SW846). Diese Beobachtungen implizieren, dass ein nach der vorliegenden Europäischen Norm geprüfter monolithischer Abfall nicht ein zweites Mal geprüft werden muss, wenn das Material sich für die günstige Verwendung in der Bauausführung als geeignet erweist, vorausgesetzt, dass dieser Abfall keiner Behandlung oder anderen Veränderungen unterzogen wurde, die dessen Elutionsverhalten modifizieren.

ANMERKUNG 1 Wenn die Prüfmenge durch Schneiden oder Kernbohren hergestellt wurde, um die Anforderung einer regelmäßigen Form zu erfüllen, dann werden neue Oberflächen freigelegt, was zu einer Änderung/zu Änderungen der Elutionseigenschaften führen kann. Wenn die Prüfmenge durch Formpressen hergestellt wird, wird die Oberfläche von der Art des Pressens und den Lagerungsbedingungen abhängen. Bei beabsichtigter Bewertung des Verhaltens des Stoffkerns muss der Prüfkörper ohne jeden Kontakt mit Luft aufbewahrt werden, um eine Carbonatisierung zu vermeiden.

ANMERKUNG 2 Bei monolithischen Abfallmaterialien mit einer gesättigten hydraulischen Leitfähigkeit von mehr als 10^{-8} m/s wird Wasser wahrscheinlich durch den Monolithen durchsickern anstatt um ihn herumzufließen. Wird in solchen Fällen die Freisetzung der geometrischen Oberfläche in Bezug gesetzt, kann dies zu Fehlinterpretationen führen. Eine Perkulationsprüfung ist dann besser geeignet (z. B. CEN/TS 14405).

Dieses Verfahren darf nicht bei Materialien angewendet werden, die mit dem Elutionsmittel reagieren, was z. B. zu einer übermäßigen Gasemission oder einer übermäßigen Wärmefreisetzung führt.

Dieses Dokument wurde entwickelt, um vor allem die Freisetzung anorganischer Bestandteile aus Abfällen zu bestimmen. Es berücksichtigt nicht die spezifischen Eigenschaften der organischen Bestandteile und auch nicht die Folgen mikrobiologischer Prozesse in organisch abbaubaren Abfällen.

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 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

Eluat

Lösung, die durch einen Elutionsversuch erhalten wird

3.2

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, 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 Prüfmenge von der Prüfprobe entnommen. Die Laborprobe ist vom Standpunkt der Probenahme die endgültige Probe, vom Gesichtspunkt des Labors ist sie jedoch die Ausgangsprobe.

Anmerkung 2 zum Begriff: Mehrere Laborproben können aufbereitet und an unterschiedliche Labore 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 einzelne Probe dokumentiert.

3.3

Elutionsmittel

Flüssigkeit, die beim Elutionsverfahren in Kontakt mit der Prüfmenge gebracht wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Für die Anwendung dieses Dokumentes ist das Elutionsmittel Wasser, wie in 5.1 festgelegt.

3.4

Elutionsverhalten von Abfall

Freisetzung und deren zeitliche Veränderung von Bestandteilen aus dem Abfall bei Kontakt mit einem Elutionsmittel unter den in dem Szenarium festgelegten Bedingungen, besonders innerhalb des festgelegten Zeitrahmens

[QUELLE: EN 12920:2006+A1:2008, modifiziert, da der Begriff „Auslaugung“ in „Elution“ geändert wurde]

3.5

Erneuerung des Elutionsmittels

Auswahl von Zeitabständen, nach denen das Elutionsmittel erneuert wird

3.6

Flüssigkeit/Oberfläche-Verhältnis

L/A

Verhältnis der Flüssigkeitsmenge (*L*), die zur jeweiligen Zeit während des Versuchs in Kontakt mit dem Monolith ist und der Oberfläche der Prüfmenge (*A*)

Anmerkung 1 zum Begriff: *L/A* wird in $\text{ml}\cdot\text{cm}^{-2}$ angegeben.

3.7

monolithischer Abfall

Abfall mit bestimmten Mindestmaßen sowie mit physikalischen und mechanischen Eigenschaften, die seine Integrität über einen bestimmten Zeitraum im betrachteten Szenarium sicherstellen

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein monolithisch stabilisierter oder verfestigter Abfall ist ein Abfall, der durch die Verwendung eines oder mehrerer Bindemittel stabilisiert wird, um einen einheitlichen Körper mit festgelegten Maßen zu bilden, der seine Integrität in der Deponie über einen festgelegten Zeitraum beibehält.

3.8

Freisetzung

Emission von Bestandteilen aus Abfall, die, wie in dem betrachteten Szenarium festgelegt, die äußere Oberfläche eines Abfallkörpers durchdringen

[QUELLE: EN 12920:2006+A1:2008]

3.9

Freisetzungsmechanismus

physikalisch-chemische Prozesse, die die Freisetzung von Bestandteilen aus einem Festkörper in eine Lösung (Elution) steuern

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei monolithischen Materialien sind Diffusion, Auflösung der Bestandteile, anfängliches Abwaschen der Oberfläche und Auflösung der Matrix Beispiele für diese Prozesse.

3.10

Probe

Anteil eines Materials, der aus einer größeren Menge dieses Materials ausgewählt wurde

3.11

Prüfmenge

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

[QUELLE: IUPAC: 1990]

3.12

Prüfmenge des monolithischen Abfalls mit gleichmäßiger Form

Prüfmenge des monolithischen Abfalls, bei der die Oberfläche der Prüfmenge auf der Grundlage von einfachen geometrischen Gleichungen berechnet werden kann

3.13

Prüfprobe

Untersuchungsprobe

aus der Laborprobe hergestellte Probe, aus der die Prüfmengen zur Prüfung oder Analyse entnommen werden

[QUELLE: IUPAC: 1990]

3.14

Abfallmonolith

in sperrigen Formen mit festgelegten Mindestmaßen gelieferter Abfall, der seine Form auf der Deponie über einen festgelegten Zeitraum beibehält

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein unter üblichem Abfall abgelagerter Abfallmonolith, wird im Allgemeinen nicht untersucht werden müssen, da sein Beitrag zur Elution auf der Deponie nur gering ist.

4 Kurzbeschreibung

Diese Europäische Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Freisetzung von Bestandteilen aus einem monolithischen Abfallmaterial mit einem Elutionsmittel, das in Kontakt mit seiner Oberfläche ist, in Abhängigkeit von der Zeit.

Die Prüfmenge des monolithischen Abfalls wird in einen Reaktor/Elutionsbehälter gegeben und vollständig in ein Elutionsmittel eingetaucht. Das Elutionsmittel wird bis zu einem vorgegebenen Volumen des Flüssigkeit/Oberfläche-Verhältnisses (L/A -Verhältnis) bei einer festgelegten Temperatur zugegeben und nach vorher festgelegten Zeitabschnitten erneuert.

Die folgenden Untersuchungsbedingungen sind festgelegt:

- die Art des Elutionsmittels;
- die Temperatur;
- das L/A -Verhältnis ($\text{ml}\cdot\text{cm}^{-2}$);
- die Gesamtdauer der Untersuchung;
- die Anzahl der Eluate, die in festgelegten Zeitabständen zu sammeln sind.

Die Eluate werden in einer bestimmten Anzahl von einzelnen Anteilen gesammelt. Der Plan zur Eluat-sammlung wird so aufgestellt, dass die Freisetzungsmechanismen aus den Analyseergebnissen abgeleitet werden können.

Die Eluatfraktionen werden filtriert und physikalisch und chemisch entsprechend vorhandener Normen bestimmt (z. B. EN 16192).

Die Untersuchungsergebnisse werden in Abhängigkeit von der Zeit sowohl in mg der je Liter Eluat gelösten Bestandteile als auch in mg der Bestandteile, die kumulativ je m^2 der geometrischen Oberfläche des dem Elutionsmittel ausgesetzten Abfallmaterials freigesetzt werden, angegeben.

Die Untersuchungsbedingungen (L/A -Verhältnis, Plan zur Erneuerung des Elutionsmittels) wurden so gestaltet, dass die Identifizierung der Elutionsmechanismen und ihrer jeweiligen Bedeutung möglich ist. Die wichtigsten Elutionsmechanismen, die unterschieden und identifiziert werden können, sind:

- Diffusion (durch die Poren und/oder aus der Oberfläche zu der Menge des Elutionsmittels);
- anfängliches Abwaschen der Oberfläche;
- weitere Prozesse (z. B. Steuerung der Löslichkeit, Veränderungen in der Speziation, Erschöpfung).

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 von vergleichbarer Reinheit ($5 < \text{pH-Wert} < 7,5$) mit einer Leitfähigkeit $< 0,1 \text{ mS/m}$ entsprechend der Qualität 2 nach EN ISO 3696.

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

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Die in 6.2.1 bis 6.2.12 angegebenen Materialien und Geräte sind vor der Anwendung auf Funktionstüchtigkeit und auf Abwesenheit von störenden Elementen, die das Ergebnis beeinflussen können, zu untersuchen (siehe 8.6).

Die in 6.2.3, 6.2.7, 6.2.8 und 6.2.12 festgelegten Geräte sind zu kalibrieren.

6.2 Laborausstattung

Übliche Laborausstattung und insbesondere Folgendes:

6.2.1 Elutionsbehälter oder -tröge von unterschiedlicher Größe, aus Glas oder Kunststoff (z. B. Polymethylmethacrylat (PMMA), Polytetrafluorethylen (PTFE), Polyethylen (PE), Polypropylen (PP), Polyvinylchlorid (PVC)), die verschlossen und/oder abgedichtet werden können, um längerfristigen Kontakt mit der Luft zu vermeiden und, falls erforderlich, ein Vakuum zu ermöglichen.

Der Behälter oder Trog ist vor der Verwendung zu reinigen, indem er mit Salpetersäure (5.2) gefüllt und mindestens 24 h stehengelassen und anschließend mit Wasser (5.1) ausgespült wird.

Der Behälter oder Trog darf Anschlüsse haben, die es ermöglichen, zu Beginn des Elutionsverfahrens ein Vakuum zu erzeugen.

ANMERKUNG 1 Der Luftkontakt ist begrenzt zu halten, um bei der Elution von alkalischen Materialien die Aufnahme von CO₂ aus der Luft zu vermeiden.

Der Mindestabstand zwischen Prüfmenge und den Wänden des Behälters oder Troges muss rund um die Prüfmenge 2 cm betragen. In Anhang C sind Beispiele angegeben.

Um den direkten Kontakt auch der Unterseite des Prüfkörpers mit dem Wasser zu ermöglichen, müssen Haltevorrichtungen aus inertem Material verwendet werden. Die Haltevorrichtungen dürfen die Oberflächen der dem Elutionsmittel ausgesetzten Probe nicht signifikant beeinflussen.

ANMERKUNG 2 Die Prüfkörper können im Trog auch, z. B. durch Anbringen an dem Deckel, eingesetzt werden.

6.2.2 Schneidevorrichtung mit Diamantsägeblatt und/oder Vorrichtung zum Kernbohren (trockenes Verfahren).

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

6.2.4 Vorrichtung für die Messung der Maße der Probe, mit einer Fehlergrenze von höchstens 1 mm.

6.2.5 Filtrationsvorrichtung, entweder ein Vakuumfiltrationsgerät (zwischen 30 kPa und 70 kPa) (300 mbar bis 700 mbar) oder ein Hochdruckfiltrationsgerät (< 0,5 MPa) (5 bar). Es ist verpflichtend zu spülen.

6.2.6 Glas- oder Kunststoffflaschen, z. B. Polyethylen hoher Dichte (HDPE), Polypropylen (PP), Polytetrafluorethylen (PTFE), Polyethylenterephthalat (PET).

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

ANMERKUNG Für anorganische Bestandteile werden vorzugsweise Flaschen aus Polyethylen hoher Dichte/Polypropylen (HDPE/PP) verwendet, außer bei Proben, die auf Quecksilber untersucht werden.

6.2.7 Leitfähigkeitsmessgerät, mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 mS/m.

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

6.2.9 Thermometer.

6.2.10 Membranfilter, zur Filtration der Eluate mit einer Porengröße von 0,45 µm.

6.2.11 Messzylinder, zur Volumenbestimmung mit einer Fehlergrenze von 1 %.

6.2.12 Redox-Potential-Messgerät, (optional).

7 Probenvorbereitung

7.1 Allgemeines

Für die Durchführung des dynamischen Elutionsverfahrens für monolithische Abfälle (DMLT) ist eine Prüfmenge erforderlich, die aus mindestens einem monolithischen Prüfkörper oder Prüfstück besteht und deren Struktur, Homogenität und Zusammensetzung repräsentativ für das zu untersuchende Abfallmaterial sein muss. Der (die) Prüfkörper oder das (die) Prüfstück(e) muss (müssen) ein Mindestmaß in alle Richtungen von 40 mm aufweisen.

ANMERKUNG Um die Repräsentativität der Prüfmenge zu erhöhen, kann es nützlich sein, mehr als einen Prüfkörper oder ein Prüfstück zusammen zu untersuchen. In diesem Fall entspricht die Oberfläche der Prüfmenge der gesamten Oberfläche der einzelnen Prüfkörper oder Prüfstücke.

Die Mindestmaße sind wichtig, um sicherzustellen, dass auch bei leicht eluierbaren Bestandteilen keine Erschöpfung während der Untersuchung auftritt. Mindestmaße von 40 mm sind in fast allen Fällen ausreichend. Im Fall von hohen Freisetzungsraten ist es jedoch empfehlenswert, anschließend zu begründen, dass keine Erschöpfung aufgetreten ist (siehe Anhang A).

Die Laborprobe besteht aus einem oder mehreren Prüfkörpern oder -stücken.

Das Alter der Abfallmaterialien/Prüfkörper ist ein wesentlicher Faktor, der Einfluss auf die Elutionseigenschaften haben kann. Im Fall, dass das Abfallmaterial aus einem Stabilisierungsprozess (im Labor oder in der Praxisanwendung) hervorgeht, sollte das Abfallmaterial ausreichend lange ausgehärtet sein, um große Abweichungen bei der Elution infolge der anhaltenden Änderungen in der Porenstruktur und bei der Entwicklung der die Freisetzung kontrollierenden Mineralphasen zu vermeiden. Das Datum der Herstellung und/oder die Aushärungszeit der Laborprobe (zumindest, wenn sie im Labor hergestellt wurde) sollten im Untersuchungsbericht dokumentiert werden.

7.2 Vorbereitung der Prüfmenge

Unter Anwendung von EN 15002 wird aus der Laborprobe eine Prüfmenge entnommen.

ANMERKUNG Wenn die Prüfmenge durch Schneiden oder Kernbohren vorbereitet wird, um die Anforderung der regelmäßigen Form zu erfüllen, werden neue Oberflächen freigelegt, was gegenüber den gealterten Oberflächen zu (einer) Veränderung(en) der Elutionseigenschaften führen kann.

Um Veränderungen infolge der Atmosphärenexposition (Trocknung, Carbonatisierung usw.) zu vermindern, ist die Prüfmenge nach EN 15002 aufzubewahren.

7.3 Bestimmung der geometrischen Oberfläche

Kurz vor Beginn des Elutionsversuchs sind Staub und lose Teilchen von der Prüfmenge durch vorsichtiges Abblasen mit Druckluft (mit ausreichender Qualität, um eine Verunreinigung mit Öl zu vermeiden) zu entfernen.

Die geometrische Form der Prüfmenge ist durch Messung der Länge, Breite, Höhe und/oder des Durchmessers der Prüfmenge mit einer Messunsicherheit von ± 1 mm zu bestimmen.

Basierend auf den üblichen Berechnungsregeln für die definierte geometrische Form ist die gesamte geometrische Oberfläche A (in cm²) zu berechnen.

8 Durchführung

8.1 Untersuchungsbedingungen

Der dynamische Elutionsversuch für monolithische Abfälle erfolgt bei einer Temperatur zwischen 19 °C und 25 °C.

Ein Beispiel für den Aufbau ist in Anhang C dargestellt.

ANMERKUNG Eine konstante Temperatur während der Untersuchung kann entweder durch die Regelung der Temperatur des Labors oder durch Regelung der Temperatur des Elutionsmittels und durch Wärmeisolierung des Elutionsbehälters (6.2.1) erreicht werden. Diese Eigenschaft ist Gegenstand für die Validierung der Robustheit.

8.2 Schritt 1 des Elutionsverfahrens

Das Volumen des Elutionsmittels V_1 ist zu berechnen:

$$V_1 = (8 \pm 2) \times A \quad (1)$$

Dabei ist

V_1 das Volumen des Elutionsmittels, in ml;

A die Oberfläche der Prüfmenge, in cm².

Die Prüfmenge ist mit der Haltevorrichtung in den Elutionsbehälter (6.2.1) zu setzen, um zu verhindern, dass die Prüfmenge mit der Innenseite des Behälters in Berührung kommt. Falls die Prüfmenge aus mehr als einem Prüfkörper oder Prüfstück besteht, muss die Haltevorrichtung so angewendet werden, dass mindestens 2 cm Raum zwischen den Prüfkörpern oder Prüfstücken ist.

Der Behälter ist mit dem berechneten Volumen des Elutionsmittels (V_1) (5.1) zu füllen, so dass sich die Oberseite der Prüfmenge mindestens 2 cm unter Wasser befindet. Der Elutionsbehälter ist zu verschließen. Die Zeit t_0 ist zu dokumentieren.

Bei bestimmten Szenarien in der Praxis kann es nützlich sein, andere Elutionsmittel (beispielsweise Grundwasser, Meerwasser, CO₂-gesättigtes Wasser usw.) und eine andere Temperatur zu verwenden. Das würde eine Abweichung von der Norm bedeuten und muss dokumentiert werden.

Nach der Zugabe des Elutionsmittels ist der Elutionsprozess des ersten Schrittes bis zu $6 \text{ h} \pm 15 \text{ min}$ durchzuführen.

Am Ende des ersten Schritts ist das Eluat aus dem Elutionsbehälter zu entnehmen, ohne dabei eventuelle von der Prüfmenge abgefallene Teilchen des Abfallmaterials zu entfernen. Die Zeit t_1 ist zu dokumentieren. Umgehend ist mit dem 2. Schritt (8.3) fortzufahren.

Der pH-Wert und die Leitfähigkeit sind sofort zu messen. Die Eluatfraktion ist offline über ein 0,45-µm-Membranfilter (6.2.10) zu filtrieren und das Eluat ist weiter für die Analysen (siehe 8.5) vorzubereiten.

8.3 Schritte 2 bis 8 des Elutionsverfahrens

Der Elutionsbehälter ist wieder mit dem berechneten Volumen des Elutionsmittels (V_1) zu füllen, so dass sich die Oberseite der Prüfmenge mindestens 2 cm unter Wasser befindet und der Abstand zwischen der Prüfmenge und der Behälterwand mindestens 2 cm beträgt. Der Elutionsbehälter ist zu verschließen.

Bei jedem Schritt ist der Elutionsprozess bis zur in Tabelle 1 genannten Dauer durchzuführen.

ANMERKUNG 1 Die Häufigkeit der Flüssigkeitserneuerung wird so gestaltet und durchgeführt, dass die Konzentration in der Lösung die Freisetzungsrates aus dem Prüfkörper nicht signifikant beeinflusst.

Am Ende des ersten Schritts ist das Eluat aus dem Elutionsbehälter zu entnehmen, ohne dabei eventuelle von der Prüfmenge abgefallene Teilchen des Abfallmaterials zu entfernen. Die Zeit t_i , i ist dabei die Nummer des jeweiligen Schrittes, ist zu dokumentieren. Umgehend ist mit dem nächsten Schritt dem oben beschriebenen Verfahren folgend fortzufahren.

Der pH-Wert und die Leitfähigkeit sind sofort zu messen. Die Eluatfraktion ist offline über ein 0,45-µm-Membranfilter (6.2.10) zu filtrieren und das Eluat ist weiter für die Analysen (siehe 8.5) vorzubereiten.

Tabelle 1 — Zeitabstände zur Sammlung der Eluate

Schritt/Anteil	Dauer der Zeitabstände ^a	Dauer seit dem Beginn der Untersuchung (t_0)
1	6 h ± 15 min	6 h ± 15 min
2	18 h ± 45 min	1 d ± 45 min
3	1 d und 6 h ± 1 h	2 d und 6 h ± 2 h
4	1 d und 18 h ± 2 h	4 d ± 4 h
5	5 d ± 6 h	9 d ± 10 h
6	7 d ± 8 h	16 d ± 18 h
7	20 d ± 24 h	36 d ± 42 h
8	28 d ± 24 h	64 d
^a Die Zeitabstände in dieser Tabelle ermöglicht den Beginn der Untersuchung an drei Tagen je Woche: Montag, Dienstag, Mittwoch. Falls die Untersuchung an einem dieser Tage beginnt, fällt die Sammlung der Eluate auf normale Arbeitstage.		

ANMERKUNG 2 Die Häufigkeit der Erneuerung des Elutionsmittels ist so ausgelegt und wird so durchgeführt, dass die Konzentration in der Lösung die Freisetzungsrates aus der Prüfmenge nicht signifikant beeinflusst, weil die Konzentration in der Lösung weit unter der Sättigungskonzentration liegt.

ANMERKUNG 3 Ist die vollständige Untersuchungsdauer nicht erforderlich (z. B. bei der werkseigenen Produktionskontrolle), kann eine Untersuchung, die weniger als 8 Schritten umfasst, als „indirekte Untersuchung“ wie in der Einleitung erläutert durchgeführt werden.

8.4 Massenverlust des monolithischen Abfalls während der Untersuchung

Falls der (die) Prüfkörper während der Untersuchung auseinander fällt (fallen), ist die Untersuchung zu beenden und das Versagen, dem Kontakt mit dem Wasser für eine längerfristige Zeitspanne standzuhalten, ist zu dokumentieren.

Wenn es erforderlich ist, den Massenverlust des Prüfkörpers zu überprüfen (beispielsweise um den monolithischen Charakter des Abfalls zu bewerten) ist nach Schritt 8 des Elutionsverfahrens die Prüfmenge aus dem Elutionsbehälter zu entfernen. Alle festen Teile und Partikel, die während der gesamten Untersuchungsdauer von der Prüfmenge abgefallen sind, werden entnommen. Diese festen Teile und Teilchen sind nach EN 14346 bei $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ zu trocknen und das getrocknete Material (m_d) ist zu wägen.

ANMERKUNG Wenn der Massenverlust einen bestimmten Wert überschreitet (festgelegt in Regeln oder anderweitig), verfügt der monolithische Abfall nach dem in diesem Dokument festgelegten Verfahren über keine ausreichende Integrität zur Bestimmung des Elutionsverhaltens des Stoffes in monolithischer Gestalt.

8.5 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse

Von jeder Eluatfraktion ist gleich nach dem Sammeln der pH-Wert (6.2.8) und die Leitfähigkeit (6.2.7) nach EN 16192 (und optional das Redoxpotential E_h , in mV) zu messen. Wenn die Leitfähigkeit einer Eluatfraktion 7 500 mS/m überschreitet, ist das Volumen (oder die Dichte) des Eluats zu messen und das Eluat zu verdünnen bis die Leitfähigkeit 7 500 mS/m unterschreitet. Es ist sicherzustellen, dass der Verdünnungsfaktor nicht größer als 10 ist.

Für die verschiedenen chemischen Analysen sind die Eluate nach gründlichem Schütteln in eine geeignete Anzahl Teilproben zu teilen. Die Teilproben des Eluats sind abhängig von den zu analysierenden Elementen nach EN ISO 5667-3 zu konservieren. Die Eluate (Teilproben) sind nach EN ISO 5667-3 in verschlossenen Flaschen aufzubewahren.

Die Konzentrationen der zu untersuchenden Bestandteile sind mit den Verfahren für Eluatanalysen (z. B. EN 16192) zu bestimmen. Ferner ist die Gesamtkonzentration des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC) nach EN 16192 zu bestimmen.

ANMERKUNG Der DOC (gelöster organischer Kohlenstoff) kann von Bedeutung sein, wenn ein organische Substanzen enthaltendes Abfallmaterial stabilisiert wird. DOC wird durch einen hohen pH-Wert mobilisiert und ist in der Lage, Metalle und organische Verunreinigungen weit über ihre Löslichkeitseinschränkung hinaus unter den verbreiteten alkalischen Bedingungen zu mobilisieren.

8.6 Blindprobe

Um eine Verunreinigung durch Geräte und Reagenzien weitestgehend nachzuweisen, muss regelmäßig eine Blindprobe durchgeführt werden. Der Elutionsbehälter (6.2.1) ist vollständig mit dem Elutionsmittel (5.1) zu füllen und das Elutionsmittel für (24 ± 1) h in dem Behälter zu belassen. Dann ist es der anschließenden Filtration, Lagerung, Konservierung und den Analysenschritten, wie in dem Verfahren für die normalen Eluate beschrieben, zu unterziehen. Der Elutionsbehälter ist wieder mit dem Elutionsmittel (5.1) zu füllen und das Elutionsmittel für weitere (24 ± 1) h in dem Behälter zu belassen. Diese zweite Blindprobe ist ebenfalls der üblichen Filtration zu unterziehen und die Leitfähigkeit ist zu messen.

Es ist sicherzustellen, dass die Eluate dieser Blindprobe die folgenden Mindestanforderungen erfüllen:

- in dem ersten Eluat der Blindprobe muss die Konzentration von jedem berücksichtigten Element weniger als 10 % der mittleren Konzentration in den ersten drei Eluatfraktionen des Elutionsverfahrens betragen oder unterhalb der Nachweisgrenze liegen;
- die Leitfähigkeit des Eluats der zweiten Blindprobe muss kleiner sein als 0,2 mS/m.

Falls diese Anforderungen nicht erfüllt werden, sind die erforderlichen Schritte einzuleiten, um die Verunreinigung zu reduzieren.

Die Häufigkeit der Blindprobe richtet sich nach der Anzahl der Prüfungen, die ein Labor durchführt, und ist im Qualitätskontrollsystem des Labors sicherzustellen.

9 Berechnungen

9.1 Angabe der Ergebnisse

9.1.1 Allgemeines

Die Ergebnisse des Elutionsversuchs müssen als kumulative Menge der freigesetzten Bestandteile im Verhältnis zur geometrischen Oberfläche der Prüfmenge (Einheit $\text{mg} \cdot \text{m}^{-2}$) angegeben werden, siehe 9.1.2. Es ist auch möglich, die Ergebnisse als Konzentration der freigesetzten Bestandteile (Einheit $\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$) bei jedem Schritt und/oder, falls erfolgt, bei jeder unmittelbaren Probenahme (siehe 9.1.3) anzugeben.

ANMERKUNG 1 Falls die Ergebnisse in $\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$ angegeben werden, sind die Endergebnisse nur für die geprüfte Prüfkörpergröße und -form gültig und können nicht mit den Ergebnissen von Prüfkörpern mit anderer Größe und Form verglichen werden.

ANMERKUNG 2 Wenn Angaben aus Untersuchungen, die auf dem Gleichgewicht beruhen, für das gleiche Material verfügbar sind (z. B. Daten eines pH-Wert-abhängigen Elutionsversuchs), können diese Angaben verwendet werden, um zu ermitteln, ob Einschränkungen in der Löslichkeit eine Rolle spielen (siehe Anhang A).

ANMERKUNG 3 Die graphische Aufzeichnung der Charakterisierung und der Daten der Übereinstimmungsuntersuchung ist zur Begründung sowohl von Anpassungen der zu analysierenden Substanzen als auch von Veränderungen in der Prüfhäufigkeit hilfreich.

9.1.2 Angabe der Ergebnisse hinsichtlich der flächenbezogenen Freisetzung

Die Endergebnisse der Elutionsversuche werden als die kumulative Menge der freigesetzten Bestandteile im Verhältnis zur geometrischen Oberfläche der Prüfmenge (Einheit $\text{mg}\cdot\text{m}^{-2}$) angegeben.

Der Massenverlust ist wie folgt zu berechnen:

$$M_l = \frac{m_d}{A} \quad (2)$$

Dabei ist

M_l der Massenverlust während der Untersuchung, in $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}$;

m_d die Masse der getrockneten Partikel, die von der Prüfmenge abgefallen sind, in g;

A die geometrische Oberfläche der Prüfmenge, in m^2 .

Die gemessene Freisetzung jedes Bestandteils je Schritt ist zu berechnen:

$$r_i = \frac{10 \times c_i \times V_1}{A} \quad (3)$$

Dabei ist

r_i die gemessene Freisetzung eines Bestandteils bei Schritt i , in $\text{mg}\cdot\text{m}^{-2}$;

c_i die gemessene Konzentration dieses Bestandteils im Eluat bei Schritt i , in $\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$;

V_1 das Volumen des Elutionsmittels, in ml;

A die geometrische Oberfläche der Prüfmenge, in cm^2 .

Bei Analysenergebnissen unterhalb der Bestimmungsgrenze müssen bei den betroffenen Bestandteilen sowohl die untere Grenze als auch die obere Grenze der Freisetzung berechnet werden. Bei der unteren Grenze ist mit $c_i = 0$ und bei der oberen Grenze mit $c_i = \text{Bestimmungsgrenze}$ zu rechnen.

Für alle Bestandteile ist die Menge, die freigesetzt wurde, kumulativ bis zu einem bestimmten Schritt des Elutionsprozesses zu berechnen:

$$R_n = \sum_{i=1}^n r_i \text{ für } n = 1 \text{ bis } 8 \quad (4)$$

Dabei ist

R_n die kumulative Freisetzung eines Bestandteils über eine Zeitspanne, ablaufend von Schritt 1 bis Schritt n (einschließlich), in $\text{mg}\cdot\text{m}^{-2}$;

r_i die gemessene Freisetzung eines Bestandteils beim Schritt i , in $\text{mg}\cdot\text{m}^{-2}$.

Falls die unteren und oberen Grenzwerte für die Freisetzung eines bestimmten Bestandteils berechnet wurden, müssen auch die kumulativen unteren und oberen Grenzwerte der Freisetzung berechnet werden. Der untere Grenzwert wird, falls zutreffend, durch Akkumulation der unteren Grenzwerte für r_1 ermittelt und der obere Grenzwert wird, falls zutreffend, durch Akkumulation der oberen Grenzwerte für r_1 ermittelt.

Die berechnete kumulative Freisetzung der verschiedenen Bestandteile in Bezug auf die Zeit, ist in Übereinstimmung mit dem Ende der verschiedenen Schritte aufzutragen. Diese graphische Darstellung muss auf einer doppelt logarithmischen Skala dokumentiert werden (siehe Bild B.3, Typ Y4). Im Fall von Übereinstimmungsuntersuchungen ist die graphische Darstellung nicht immer erforderlich.

ANMERKUNG 1 Eine geeignete Vorgehensweise ist, die Untersuchungsdaten als ein Arbeitsheft mit vorher festgelegter graphischer Gestaltung elektronisch zu speichern.

ANMERKUNG 2 Hinsichtlich der Identifizierung der Einflussfaktoren der Freisetzung und der Elutionsmechanismen siehe Anhang A.

9.1.3 Angabe der Ergebnisse als Konzentration

Die Analysen der im Elutionsversuch erhaltenen Eluate liefern die Konzentrationen der Bestandteile der Eluate der einzelnen Zeitschritte in $\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$.

Sofern das Freisetzungsverhalten festgestellt werden muss (siehe Anhang A), sind die gemessenen Konzentrationen der freigesetzten Bestandteile, der pH-Wert und die Leitfähigkeit in Abhängigkeit von der Zeit aufzutragen.

9.1.4 Berechnung des Freisetzungsmechanismus

Wenn der Freisetzungsmechanismus zu ermitteln ist, muss die Berechnung wie in Anhang B angegeben durchgeführt und im Bericht angegeben werden.

10 Verfahrenskenndaten

Die Verfahrenskenndaten für das Verfahren, bestimmt durch einen parallelen Ringversuch für das vergleichbare Verfahren US EPA 1315 und diese Europäische Norm (EN 15863), sind in Anhang E aufgeführt. Tabelle 2 gibt die Ergebnisse für typische Wertebereiche für die Wiederholgrenze und die Vergleichsgrenze an. Der typische Wert ist der aus Tabelle E.2 genommene gerundete Median.

Tabelle 2 — Typische Werte und beobachtete Bereiche der Wiederhol- und Vergleichsgrenzen

Ergebnisse der Validierung der Freisetzung von Bestandteilen als Funktion der Zeit aus einem monolithischen Prüfkörper aus stabilisiertem Abfall, angegeben in mg/m^2	Typischer Wert %	Beobachteter Bereich %
Wiederholgrenze, r	6	4 bis 15
Vergleichsgrenze, R	23	12 bis 35
Die Vergleichsgrenze liefert die Bestimmung der Unterschiede (positiv und negativ), die zwischen einem einzelnen Prüfergebnis eines Labors mit seiner eigenen Laborausstattung und einem Prüfergebnis eines anderen Labors mit dessen eigener Laborausstattung vorkommen (mit einem 95 % Konfidenzintervall). Beide Prüfergebnisse wurden unter den folgenden Bedingungen erhalten: Die Prüfungen wurden in Übereinstimmung mit den Anforderungen der vorliegenden Norm durchgeführt und die zwei Laborproben wurden von derselben ursprünglichen Feldprobe unter identischen Verfahren vorbereitet. Die Wiederholgrenze bezieht sich auf Messungen, die durch das gleiche Labor unter identischen Bedingungen durchgeführt wurden. Die Vergleichsgrenze und Wiederholgrenze beziehen nicht die Probenahme ein, aber beinhalten alle Behandlungen der Laborprobe einschließlich ihrer Vorbereitung aus der ursprünglichen Feldprobe.		