

	DIN EN 16637-3	
ICS 91.100.01	Ersatz für DIN CEN/TS 16637-3 (DIN SPEC 18046-3):2016-12 Bauprodukte – Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen – Teil 3: Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom; Deutsche Fassung EN 16637-3:2023 Construction products – Assessment of release of dangerous substances – Part 3: Horizontal up-flow percolation test; German version EN 16637-3:2023 Produits de construction – Évaluation du relargage de substances dangereuses – Partie 3: Essai horizontal de percolation à l’écoulement ascendant; Version allemande EN 16637-3:2023	
		Gesamtumfang 77 Seiten
DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)		

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16637-3:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Gemeinschaftsarbeitsausschuss NA 005-53-01 GA „Gemeinschaftsarbeitsausschuss NABau/NAW, Boden und Grundwasser (SpA zu CEN/TC 351/WG 1 und CEN/TC 351/WG 1/AHG)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 7027-1 siehe DIN EN ISO 7027-1

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 16637-3 (DIN SPEC 18046-3):2016-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Überführung der Technischen Spezifikation in eine Europäische Norm;
- b) Hinzufügung der Validierungsdaten aus dem Ringversuch zur Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit (siehe Abschnitt 12 und Anhang E);
- c) Ergänzung von Anforderungen an die Anzahl an Eluaten (siehe 5.2);
- d) Abgleich der Prüfbedingungen mit den in EN 17516 festgelegten Prüfbedingungen;
- e) Aktualisierung normativer Verweisungen und informativer Querverweisungen;
- f) redaktionelle Überarbeitung der Norm.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 16637-3 (DIN SPEC 18046-3): 2016-12

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 7027-1, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Trübung — Teil 1: Quantitative Verfahren*

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Bauprodukte —
Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen —
Teil 3: Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom

Construction products —
Assessment of release of dangerous substances —
Part 3: Horizontal up-flow percolation test

Produits de construction —
Évaluation du relargage de substances dangereuses —
Partie 3: Essai horizontal de percolation à écoulement
ascendant

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. Juli 2023 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	9
4 Symbole und Abkürzungen	12
4.1 Symbole	12
4.2 Abkürzungen	13
5 Kurzbeschreibung	13
5.1 Allgemeine Grundsätze	13
5.2 Anzahl der Eluate	14
6 Elutionsmittel	15
6.1 Allgemeines	15
6.2 Auslaugmittel	15
6.3 Spüllösungen	15
7 Geräte	15
8 Probenvorbereitung	17
8.1 Allgemeines	17
8.2 Herstellung der Prüfprobe	17
8.2.1 Kurzbeschreibungen	17
8.2.2 Anwendungsregeln	18
8.3 Prüfmenge	19
8.4 Trocknung	19
8.5 Probenteilung	19
8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen	19
8.7 Zerkleinerung der Partikel	19
9 Prüfverfahren	20
9.1 Temperatur	20
9.2 Bestimmung des Trockenrückstands	20
9.3 Vorbehandlung der Säule	20
9.4 Packen der Säule	20
9.4.1 Allgemeines	20
9.4.2 Gleichgewichtseinstellung	21
9.4.3 Berechnung der Durchflussrate	21
9.5 Sammlung der Eluate	21
9.6 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse	24
9.7 Blindversuch	24
10 Beurteilung der Messergebnisse	24
10.1 Ausdruck der Ergebnisse in Konzentrationen	24
10.2 Angabe der Ergebnisse als massebezogene Freisetzung	25
11 Dokumentation und Prüfbericht	25
12 Prüfleistung	27
13 Indirekte Verfahren	27
13.1 Definition	27
13.2 Festlegungen	27
13.3 Beispiele für indirekte Verfahren	28
Anhang A (informativ) Beispiele für die Probenvorbereitung	29
A.1 Allgemeines	29
A.2 Beispiel 1	29
A.3 Beispiel 2	29
A.3.1 Korngrößenverteilung	29

A.3.2	Beispiel 2: Gewählter Siebdurchmesser von 22,4 mm	30
A.3.3	Beispiel 2: Gewählter Siebdurchmesser von 16 mm	30
Anhang B (informativ)	Bild der Säule und der angeschlossenen Vorrichtungen	32
Anhang C (informativ)	Verfahren für die Verdichtung und Sättigung der Prüfmenge der Säule	33
C.1	Allgemeines	33
C.2	Füllen und Packen der Säule	33
C.3	Verfahren zur Verdichtung	33
C.4	Wassersättigung	34
C.4.1	Allgemeines	34
C.4.2	Verfahren 1: Sättigung der Prüfmenge in der Säule mithilfe der Pumpe	34
C.4.3	Verfahren 2: Sättigung der Prüfmenge in der Säule mithilfe des anfänglichen hydrostatischen Drucks	34
Anhang D (informativ)	Beurteilung von Freisetzungsmechanismen	36
D.1	Überblick über die Freisetzungsmechanismen	36
D.2	Überblick über die Freisetzungsmechanismen	37
D.2.1	Allgemein niedrige Konzentrationen	37
D.2.2	Auswirkung des pH-Werts auf die Freisetzung	37
D.2.3	(Augenscheinliche) pH-wertabhängige Freisetzung	38
D.2.4	Keine pH-wertabhängige Freisetzung	39
D.2.5	Nicht identifizierter Freisetzungsvorgang	41
D.3	Überblick über die Freisetzungsmechanismen	42
D.3.1	Freisetzung	42
D.3.2	Extrapolation und Interpolation der Freisetzung auf andere L/S -Verhältnisse	42
D.4	Beispiele	43
D.4.1	Allgemeines	43
D.4.2	BEISPIEL 1: pH-Wert-abhängige, löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	43
D.4.3	BEISPIEL 2: löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	46
D.4.4	BEISPIEL 3: Auswaschung	48
D.4.5	BEISPIEL 4: scheinbare Verarmung	51
Anhang E (informativ)	Zusammenfassung der kumulativen Ergebnisse für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	55
E.1	Leistungsdaten EN 16637-3 für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	55
E.2	Anorganische Stoffe	57
E.2.1	Allgemeines	57
E.2.2	Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	59
E.2.3	Recycelter Beton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	61
E.2.4	Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	63
E.3	Organische Stoffe	66
E.3.1	Asphaltzuschlag — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	66
E.3.2	Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	69
Literaturhinweise		72

Bilder

Bild B.1	— Beispiel einer Säule und der angeschlossenen Geräte	32
Bild C.1	— Typische Säulenordnung für die Sättigung durch anfänglichen hydrostatischen Druck	35
Bild D.1	— Perkolationsprüfung für grundlegendes Freisetzungsmuster	36
Bild D.2	— pH-Wert-abhängige, löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	45
Bild D.3	— Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	48
Bild D.4	— Auswaschung	51
Bild D.5	— Scheinbare Verarmung	54
Bild E.1	— Vergleich der Verteilung der relativen Vergleichstandardabweichungen für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	58

Bild E.2 — Vergleich der Verteilung der relativen Wiederholstandardabweichungen für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	58
---	-----------

Tabellen

Tabelle 1 — Säulengröße und entsprechender Siebdurchmesser S_{cs}	18
Tabelle 2 — Tabelle für die Sammlung der Eluatfraktionen	23
Tabelle A.1 — Korngrößenverteilung 0/8 — UF9 — LFN — OC85 — GE	29
Tabelle A.2 — Korngrößenverteilung 0/31,5 — UF7 — LFN — OC75 — GC	30
Tabelle E.1 — Typische Werte der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung der Freisetzung von anorganischen Stoffen als eine Funktion des Flüssigkeits-Feststoffverhältnisses in einer Perkulationsprüfung (zu weiteren Einzelheiten siehe Tabelle E.4 bis Tabelle E.15)	55
Tabelle E.2 — Typische Werte der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung der Freisetzung von organischen Stoffen als eine Funktion des Flüssigkeits-Feststoffverhältnisses in einer Perkulationsprüfung (zu weiteren Einzelheiten siehe Tabelle E.16 bis Tabelle E.21)	56
Tabelle E.3 — Gesamtleistungsdaten als Ergebnis der Validierung der Freisetzung anorganischer und organischer Stoffe als eine Funktion der Dauer in einer Perkulations-Auslaugprüfung an Bauprodukten	57
Tabelle E.4 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, As-Pb	59
Tabelle E.5 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, S-Zn	59
Tabelle E.6 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, As-Pb	60
Tabelle E.7 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, S-Zn	60
Tabelle E.8 — Recyclerter Beton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, As-Pb	61
Tabelle E.9 — Recyclerter Beton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, S-Zn	61
Tabelle E.10 — Recyclerter Beton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, As-Pb	62
Tabelle E.11 — Recyclerter Beton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, S-Zn	62
Tabelle E.12 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, As-Pb	63
Tabelle E.13 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, S-Zn	63
Tabelle E.14 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, As-Pb	64
Tabelle E.15 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, Pb-Sr	64
Tabelle E.16 — Asphaltzuschlag — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	66
Tabelle E.17 — Asphaltzuschlag — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	67
Tabelle E.18 — Asphaltzuschlag — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	68
Tabelle E.19 — Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	69
Tabelle E.20 — Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	70
Tabelle E.21 — Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	71

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 16637-3:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2024, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2024 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 16637-3:2016.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Übertragung der Technischen Spezifikation in eine Europäische Norm;
- Hinzufügung von Validierungsdaten laborübergreifender Validierungen der Wiederholpräzision und Vergleichpräzision (siehe Abschnitt 12 und Anhang E);
- Hinzufügung von Anforderungen an die Anzahl an Eluatn (siehe 5.2);
- Abgleich der Prüfbedingungen mit den in EN 17516 festgelegten Prüfbedingungen;
- Aktualisierung normativer Verweisungen und informativer Querverweisungen.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrags erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben. Der Ständige Ausschuss der EFTA-Staaten genehmigt anschließend diese Aufträge für die Mitgliedsstaaten.

Dieses Dokument wurde auf der Grundlage von CEN/TS 14405 [1] erstellt.

Dieses Dokument legt eine Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Feststellung des Auslaugverhaltens körniger Bauprodukte unter standardisierten Perkulationsbedingungen fest.

EN 16637, *Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen*, besteht aus folgenden Teilen:

- *Teil 1: Leitfaden für die Festlegung von Auslaugprüfungen und zusätzlichen Prüfschritten;*
- *Teil 2: Horizontale dynamische Oberflächenauslaugprüfung;*
- *Teil 3: Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom.*

EN 16637-1 behandelt die Bestimmung und Verwendung von Prüfverfahren für das Auslaugen von Bauprodukten unter Berücksichtigung spezifischer Situationen. EN 16637-2 legt eine dynamische Oberflächenauslaugprüfung zur Bestimmung der oberflächenabhängigen Freisetzung von Stoffen aus monolithischen, platten- oder bahnenartigen Bauprodukten oder körnigen Bauprodukten mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit unter standardisierten Bedingungen fest.

Hintergrundinformationen zur Charakterisierung des Auslaugverhaltens von Bauprodukten können den Technischen Berichten der CEN/TC 351 (d. h. CEN/TR 16098 [2], CEN/TR 16496 [3]) entnommen werden.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, 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

Die Europäischen Normen EN 16637-1, EN 16637-2 und EN 16637-3 werden entwickelt, um im Rahmen des Mandats M/366 die Freisetzung regulierter gefährlicher Stoffe (RDS; en: regulated dangerous substances) aus Bauprodukten in Boden, Oberflächen- und Grundwasser zu bewerten. Mit den unter Normungsauftrag M/366 entwickelten horizontalen Prüfverfahren soll die Übereinstimmung mit notifizierten Vorschriften gezeigt werden. Die Prüfungen betrachten die Freisetzung von Stoffen aus Bauprodukten, insbesondere solche, die in notifizierten Vorschriften in einem oder mehreren EU-Mitgliedsstaat(en) geregelt sind.

EN 16637-1 legt fest, wie die Technischen Produktkomitees des CEN und die EOTA-Fachleute die geeignete Auslaugprüfung zur Bestimmung der Freisetzung von RDS aus Bauprodukten in den Boden, das Oberflächenwasser und das Grundwasser bestimmen sollten. Außerdem vermittelt EN 16637-1 den Technischen Produktkomitees von CEN Hintergrundinformationen zu den folgenden Aspekten:

- a) Beschreibung der für die vorgesehene Verwendung des Bauprodukts (z. B. oberirdisches beregnetes ausgesetztes Bauprodukt, geschützt vor direktem Eindringen von Wasser, im Oberflächen- oder Grundwasser) im Zusammenhang mit der Freisetzung von RDS in den Boden, Oberflächenwasser und das Grundwasser;
- b) Identifizierung der Hauptfreisetzungsmechanismen und der geeigneten Auslaugprüfung für ein gegebenes Bauprodukt.

EN 16637-2 legt eine horizontale Prüfung zur Bestimmung der oberflächenabhängigen Freisetzung von Stoffen aus monolithischen, platten- oder bahnenartigen Bauprodukten (Trogtest) fest.

EN 16637-3 legt ein horizontales Prüfverfahren zur Bewertung der Freisetzung aus körnigen Bauprodukten fest.

Die Prüfverfahren können für beide Schritte in der Hierarchie [Typprüfung (en: type testing (TT)) und werks-eigene Produktionskontrolle, WPK] verwendet werden und stellen die Referenzprüfung für die in EN 16637-1 festgelegten Verwendungszwecke und Bedingungen, die dar. In dieser Prüfhierarchie können unter Umständen auch „indirekte Prüfungen“ verwendet werden, allerdings sind diese nicht angegeben.

Die Freisetzung von Stoffen bei Kontakt mit Wasser führt bei der vorgesehenen Verwendung von Bauprodukten zu einem möglichen Risiko für die Umwelt. Der Sinn dieser Prüfungen ist, das Auslaugverhalten von Bauprodukten zu bestimmen, um Bewertungen der Freisetzung von RDS aus diesen Produkten in den Boden, das Oberflächenwasser und das Grundwasser unter den bestimmungsgemäßen Verwendungsbedingungen für die CE-Kennzeichnung und die -Bewertung und Verifizierung der Leistungskonstanz zu ermöglichen.

Dieses Dokument beinhaltet keine Abschätzung der Auswirkungen. Da die in diesem Dokument beschriebenen Prüfverfahren jedoch im Zusammenhang mit Abschätzungen der Auswirkungen und auf Abschätzungen der Auswirkungen basierenden Regelungen zum Einsatz kommen können, enthält EN 16637-1:2023, Anhang A (informativ) Hinweise zu dieser Thematik.

Zusätzlich zu den vorhandenen Validierungsergebnissen von 2011 hat CEN/TC 351 mit einem umfassenden Forschungsprogramm zur Robustheitsvalidierung bestehender Tank-Auslaug- und Perkolationsprüfungen begonnen. Das Programm wurde von einem Konsortium europäischen Fachleuten an 20 Bauprodukten durchgeführt, um die Unterschiede zwischen den Prüfprotokollen der verschiedenen CEN-Mitgliedstaaten zu vereinheitlichen und den Einfluss der Prüfbedingungen auf das Prüfergebnis festzustellen (z. B. Temperatur, Durchflussrate, Zeitplan zur Erneuerung des Elutionsmittels). Die Ergebnisse ([4], [22]) des Forschungsprogramms haben die aus früheren Arbeiten bekannte Robustheit der horizontalen Prüfungen bestätigt. Die Schlussfolgerungen aus dem Programm wurden in die technischen Spezifikationen für die Prüfungen integriert. Die Leistung der Auslaugprüfungen hinsichtlich der Wiederholpräzision und Vergleichspräzision wurde aus einem zweiten Validierungsschritt abgeleitet und entsprechende Daten ([5], [6]) sind in EN 16637-2 und in diesem Dokument enthalten.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gibt eine Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom an, die geeignet ist, um das Auslaugverhalten von anorganischen und nicht flüchtigen organischen Stoffen aus körnigen Bauprodukten zu bestimmen. Die Prüfung eignet sich nicht für Stoffe, die unter Umgebungsbedingungen flüchtig sind. Die Bauprodukte werden unter bestimmten Perkulationsbedingungen einer Perkulation mit Wasser als Funktion des Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisses ausgesetzt. Bei diesem Verfahren handelt es sich um eine Durchfluss-Säulen-Auslaugprüfung.

ANMERKUNG 1 Flüchtige organische Stoffe umfassen auch niedermolekulare Stoffe in Mischungen wie z. B. Mineralöl.

Diese Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom wird unter festgelegten Prüfbedingungen für Bauprodukte durchgeführt. Sie liefert nicht zwingend Ergebnisse, die die spezifischen bestimmungsgemäßen Verwendungsbedingungen nachbilden. Bei diesem Prüfverfahren werden Eluate erzeugt, die anschließend anhand von physikalischen, chemischen und ökotoxikologischen Verfahren nach vorhandenen Standardverfahren charakterisiert werden können. Die Ergebnisse der Eluatanalyse werden als Funktion des Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisses dargestellt. Die Prüfungsergebnisse ermöglichen die Unterscheidung zwischen verschiedenen Auslaugverhalten.

ANMERKUNG 2 Es ist nicht immer möglich, die Prüfbedingungen für anorganische und organische Stoffe gleichzeitig anzupassen. Die Prüfbedingungen können auch zwischen verschiedenen Gruppen organischer Stoffe voneinander abweichen. Die Prüfbedingungen für organische Stoffe sind im Allgemeinen strenger angelegt als die für anorganische Stoffe. Die Prüfbedingungen werden üblicherweise so beschrieben, dass sie sowohl für organische Stoffe als auch – je nach Prüfvorrichtung – für anorganische Stoffe verwendet werden können.

ANMERKUNG 3 Bei einer Ökotoxizitätsprüfung werden Eluate benötigt, die die Freisetzung sowohl von anorganischen Stoffen als auch von organischen Stoffen repräsentieren. Für die Anwendung dieses Dokuments schließen ökotoxikologische Prüfungen auch genotoxikologische Prüfungen mit ein.

ANMERKUNG 4 Für Bauprodukte mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit, die zu einem nachteiligen Druckaufbau führen können, ist diese Prüfung nicht vorgesehen.

ANMERKUNG 5 Dieses Verfahren gilt im Allgemeinen nicht für Produkte, die biologisch leicht abbaubar sind oder mit dem Auslaugmittel reagieren, beispielsweise durch übermäßige Gasemission oder starke Wärmeabgabe, die Bildung von undurchlässigen, hydraulisch gebundenen Produkten oder von Produkten, die bei Kontakt mit Wasser aufquellen.

In diesem Dokument werden dieselben Prüfbedingungen wie in EN 17516 (CEN/TC 444/WG 1) angewandt, um die vollständige Vergleichbarkeit der Prüfungen von Bauprodukten und aus Abfällen gewonnenen Bauprodukten zu gewährleisten und doppelte Prüfungen zu vermeiden. Die Prüfergebnisse nach EN 17516 sind im Zusammenhang mit Bauproduktprüfungen ebenfalls anwendbar.

ANMERKUNG 6 Falls eine Auslaugprüfung nach EN 17516 durchgeführt wurde, muss keine zusätzliche Prüfung nach EN 16637-3 erfolgen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 933-1, *Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 1: Bestimmung der Korngrößenverteilung — Siebverfahren*

EN 15934, *Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall — Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts*

EN 16637-1, Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Teil 1: Leitfaden für die Festlegung von Auslaugprüfungen und zusätzlichen Prüfschritten

EN 16687:2023 Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Terminologie

EN 17195, Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Analyse von anorganischen Stoffen in Eluaten

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 Begriffe nach EN 16687:2023 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Eluat

Lösung, die durch eine Auslaugprüfung erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.8, modifiziert — Anmerkung 1 zum Begriff gestrichen]

3.2

körniges Produkt

Produkt, das aus Feststoffpartikeln besteht, die kleiner als eine festgelegte Korngröße oder Korngrößenverteilung sind

Anmerkung 1 zum Begriff: Körnige Produkte werden üblicherweise durch eine Perkulationsprüfung geprüft.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.1.2.1]

3.3

Laborprobe

dem Labor zugesandte oder von diesem erhaltene(n) Probe oder Teilprobe(n)

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn die Laborprobe durch Teilen, Schneiden, Sägen, Kernbohren, Mischen, Trocknen, Mahlen, Aushärten oder durch Kombination dieser Arbeitsschritte weiter vorbereitet wird, ist das Ergebnis die Untersuchungsprobe. Wenn keine Vorbereitung der Laborprobe erforderlich ist, entspricht die Laborprobe der Untersuchungsprobe. Der Untersuchungsprobe wird für die Durchführung der Prüfung/Analyse oder zur Vorbereitung eines Prüfstücks eine Prüfmenge entnommen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Laborprobe ist die letzte Probe aus Sicht der Probenahme, jedoch die Ausgangsprobe aus Sicht des Labors.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.1]

3.4

Elutionsmittel

Flüssigkeit, die bei der Auslaugprüfung mit der Prüfmenge Kontakt gebracht wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Üblicherweise wird demineralisiertes Wasser als Auslaugmittel bei Laborprüfungen verwendet.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.7]

3.5

Auslaugverhalten

Freisetzung und zeitliche Veränderung der Freisetzung aus einem festen Produkt in Kontakt mit einem Elutionsmittel als Funktion der wesentlichen freisetzungskontrollierenden Faktoren

Anmerkung 1 zum Begriff: Solche Faktoren sind Diffusion, pH-Wert, L/S -Verhältnis oder Zeit.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.10]

3.6

Verhältnis von Flüssigkeit zu Feststoff

L/S , en: liquid to solid ratio

Verhältnis zwischen dem Gesamtvolumen der Flüssigkeit (L), die zwischen dem festen Produkt durchfließt, und dem festen Produkt (S), mit dem die Säule gefüllt ist

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

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.14]

3.7

lokales Gleichgewicht

LE, en: local equilibrium

Zustand, in dem an jeder Stelle in der Säule ein chemisches Gleichgewicht zwischen einem gelösten Stoff und dem gleichen Stoff in dem festen Produkt besteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Selbst wenn an allen Punkten entlang der Säule ein lokales Gleichgewicht besteht, können die Konzentrationen an verschiedenen Punkten der Säule unterschiedlich sein.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.15]

3.8

Perkolationsprüfung

PT, en: percolation test

Säulenprüfung

Verfahren zur Auslaugprüfung, um die Freisetzung von Stoffen aus einem körnigen Bauprodukt zu bestimmen, das in eine Säule gefüllt und kontinuierlich von einem Elutionsmittel durchflossen wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.5]

3.9

Freisetzung Emission

Freisetzung von chemischen Stoffen (z. B. nicht-flüchtige organische Verbindungen, Schwermetalle, Salze) aus einem Bauprodukt in den Boden, das Oberflächen- oder Grundwasser oder in das Elutionsmittel einer Prüfvorrichtung

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Freisetzung in den Boden, das Oberflächen- oder Grundwasser kann als flächenbezogene (Tank-Auslaugprüfung, z. B. mg/m²) oder als massenbezogene Freisetzung (Perkulationsprüfung, z. B. mg/kg) ausgedrückt werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Benennungen „Emission“ und „Freisetzung“ haben grundsätzlich die gleiche Bedeutung. Die Benennung „Emission“ wird jedoch traditionell für die Abgabe chemischer Stoffe oder Strahlung in die Luft und die Benennung „Freisetzung“ für die Abgabe chemischer Stoffe in Boden oder Wasser verwendet.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.16]

3.10

Freisetzungsmechanismus

physikalisch-chemische Prozesse, welche die Freisetzung von Stoffen aus einem festen Bauprodukt in ein Elutionsmittel steuern

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei körnigen Produkten sind die hauptsächlichen Freisetzungsmechanismen das Auswaschen und die Löslichkeit. Diffusion und zusätzliche Faktoren wie der pH-Wert oder der DOC beeinflussen ebenfalls den Freisetzungsmechanismus.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Freisetzungsmechanismus jeden Stoffes kann aus den Ergebnissen der Freisetzungsprüfung (Tank-Auslaugprüfung, Perkulationsprüfung) bestimmt werden. Die Bestimmung des Freisetzungsvorgangs ist maßgebend für die Modellierung des Quellausdrucks und dient somit der Bestimmung der Auswirkungen auf Boden und Wasser über einen gewissen Zeitraum hinweg.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.18, modifiziert — Anmerkungen so geändert, dass sie sich nur auf Perkolation beziehen]

3.11

Probe

Teilmenge eines Materials, die aus einer größeren Materialmenge ausgewählt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Art und Weise der Auswahl der Probe sollte in einem Probenahmeplan beschrieben sein.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Benennung „Probe“ wird oft mit einem Präfix versehen (z. B. „Laborprobe“, „Untersuchungsprobe“), um den Probenotyp und/oder den bestimmten Schritt bei der Probenahme anzugeben, auf den sich das erhaltene Material bezieht.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.1.5]

3.12

Probenahmeplan

vorab festgelegte Vorgehensweise für Auswahl, Entnahme, Vor-Ort-Vorbehandlung — falls erforderlich, Konservierung und Transport der Proben, die der Grundgesamtheit entnommen werden

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.1.6]

3.13

Prüfmenge

Untersuchungsmenge

aus der Untersuchungsprobe zur Prüfung/Analyse entnommenen Menge, üblicherweise von bekannter Masse oder bekanntem Volumen

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.3, modifiziert — Beispiele gestrichen]

3.14

Untersuchungsprobe

Analysenprobe

Probe, die aus der Laborprobe hergestellt wird und aus der Prüfmengen für die Prüfung oder Analyse entnommen werden

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.2]

3.15

Bestimmungsgrenze

BG

niedrigster Wert eines Analyten (Bestimmungsgröße), der mit akzeptabler Richtigkeit und Präzision, üblicherweise bestimmt als das Dreifache Nachweisgrenze der Methode, bestimmt werden kann

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.1.14]

4 Symbole und Abkürzungen

4.1 Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole:

c_i	Konzentration des betreffenden Stoffs in der Eluatfraktion i , in $\mu\text{g/l}$;
D_{max}	Siebdurchmesser, in mm; ANMERKUNG Geläufige Größen sind 31,5 mm, 45 mm oder 63 mm.
d_i	Innendurchmesser der Säule, in mm;
d_p	Dichte des Bauprodukts, ausgedrückt in Kilogramm je Kubikmeter (kg/m^3);
E_i	freigesetzte Menge eines Stoffs je Menge der analysierten Probe, angegeben als Eluatfraktion i , in mg/kg Trockenmasse;
h	Höhe oder Schichtdicke innerhalb des Bauwerks, in m;
k_c	Konstante, die die Freisetzungsgeschwindigkeit eines bestimmten Stoffs wiedergibt;
k_e	Anzahl der in der Prüfung gesammelten Eluate;
m_d	Trockenmasse des Prüfteils, in g;
m_r	Masse des ungetrockneten Prüfteils, in g;
m_W	Masse des (feuchten) Prüfteils in der Säule, in g;
S_{cs}	Siebdurchmesser für die Herstellung der Prüfprobe (Zerstoßen), zur Verringerung der Menge an übergroßem Material, das in den Innendurchmesser der Säule eingepasst werden muss, in mm;
t	Zeit für die Durchführung der Prüfung, in Tagen;
U_n	gemessene kumulative Freisetzung eines Stoffs für das kumulative L/S -Verhältnis n , einschließlich der Fraktion $i = 1$ bis n , in mg/kg Trockenmasse;
V_i	Volumen der Eluatfraktion i , in l;
V_L	lineare Geschwindigkeit des Auslaugmittels durch die leere Säule, in mm je Tag;

w_{dr}	Trockenrückstände des Bauprodukts, in %;
ϕ	Durchflussrate des Elutionsmittels, in ml je Stunde.

4.2 Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokumentes gelten die folgenden Abkürzungen:

DL	Nachweisgrenze (en: detection limit)
DOC	gelöster organischer Kohlenstoff (en: dissolved organic carbon)
EC	elektrische Leitfähigkeit (en: electrical conductivity)
EOTA	Europäische Organisation für Technische Bewertung (en: European Organisation for Technical Assessment)
ETA	Europäische Technische Bewertung (en: European Technical Assessment)
ETFE	Ethylen-Tetrafluoroethylen
FEP	Perfluorethylenpropylen (en: fluorinated ethylene propylene)
WPK	werkseigene Produktionskontrolle
GLHC	Prüfverfahren für körnige Bauprodukte mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit (en: test method for granular construction products with low hydraulic conductivity)
HDPE	hochdichtes Polyethylen (en: high-density polyethylene)
hEN	harmonisierte Europäische Norm (en: harmonized European Standard)
PAH	polyzyklischer aromatischer Kohlenwasserstoff (en: polycyclic aromatic hydrocarbon)
PCTFE	Polychlortrifluorethylen (en: polychlorotrifluoroethylene)
PT	Perkolationsprüfung (en: percolation test)
PTFE	Polytetrafluorethylen (en: polytetrafluoroethylene)
RDS	regulierte gefährliche Stoffe (en: regulated dangerous substances)
TPH	Gesamtgehalt an Mineralölkohlenwasserstoffen (en: total petroleum hydrocarbons)
TT	Typprüfung (en: type testing)

5 Kurzbeschreibung

5.1 Allgemeine Grundsätze

Bei der in diesem Dokument beschriebenen Perkolationsprüfung wird zunächst eine repräsentative Laborprobe ausgewählt. Das Probenahmeverfahren für die repräsentative Laborprobe ist Bestandteil der betreffenden Produktnorm.

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Freisetzung von Stoffen aus einem Bauprodukt, mit oder ohne Verringerung der Partikelgröße auf einen Maximalwert, bei dem das Material in einer Säule verdichtet von einem Auslaugmittel perkoliert wird. Zur Annäherung an ein (lokales) Gleichgewicht wird zu Beginn der Prüfung eine Gleichgewichtseinstellung durchgeführt. Die Größe der Säule hängt von der Menge des Eluats ab, das für die anschließenden Analysen und Prüfungen benötigt wird, sowie von der Größe der größten Partikel im Prüfanteil. Dabei wird ein beständiger vertikaler Aufwärtsstrom verwendet, damit die Säule wassergesättigt ist. Die Prüfbedingungen, einschließlich der Durchflussrate des Auslaugmittels, ermöglichen einen Rückschluss aus den Ergebnissen, welche Stoffe schnell ausgelaugt werden und welche Stoffe unter dem Einfluss der Interaktion mit der Matrix freigesetzt werden. Bei diesem Verfahren handelt es sich um eine

Durchfluss-Säulen-Auslaugprüfung. Es wird angenommen, dass die Bedingungen bei der Prüfung (von anorganischen Stoffen) in etwa einem lokalen Gleichgewicht zwischen Bauprodukt und Elutionsmittel entsprechen.

ANMERKUNG Die bei einem lokalen Gleichgewicht (LE, en: local equilibrium) erhaltenen Ergebnisse können hochgerechnet und für die Modellierung der tatsächlichen Bedingungen für verschiedenartige Szenarien verwendet werden.

Das Eluat wird in Fraktionen gesammelt, die physikalisch, chemisch und unter Umständen ökotoxikologisch entsprechend vorhandener Normen charakterisiert werden. Die Ergebnisse der Prüfung werden als Funktion des L/S -Verhältnisses in Milligramm des kumulativ freigesetzten Stoffs je Kilogramm des Produkts oder in Milligramm des bestimmten Stoffs je Liter des Eluats angegeben.

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren basiert auf den strengeren Prüfanforderungen für die Bestimmung der Freisetzung organischer Stoffe und/oder für die anschließende ökotoxikologische Prüfung. Falls nur die Freisetzung anorganischer Stoffe gemessen werden soll, werden in den jeweiligen Abschnitten bei einigen Verfahrensschritten Anforderungen an die Geräte (z. B. an das Material der Säule und der Schläuche, Zentrifugation) gestellt.

5.2 Anzahl der Eluate

Unter Bezugnahme erfordert die Perkulationsprüfung zur Bestimmung der Freisetzung gefährlicher Stoffe für ein L/S -Verhältnis von bis zu 10 die Analyse von sieben Eluaten. Diese Ergebnisse sind für die Charakterisierung des Bauprodukts erforderlich und ermöglichen die Bestimmung der Freisetzungsmechanismen nach Anhang D.

Für spezifische Szenarien, außer der Charakterisierung, kann es nützlich sein, Eluate zu kombinieren oder andere, auf dem in diesem Dokument basierende Prüfschemata zu verwenden. Beispiele für solche Szenarien:

- a) *Freisetzung bei einem bestimmten L/S -Verhältnis.* Es genügt, die kumulative Freisetzung bei einem vorbestimmten L/S -Verhältnis, zum Beispiel $L/S = 2$, zu kennen. Die Prüfung kann nach Entnahme der fünften Eluatfraktion gestoppt werden.
- b) *Langzeituntersuchung.* Falls Szenarienbeschreibungen viel höhere Werte des L/S -Verhältnisses erfordern als $L/S = 10$ (z. B. als ungebundene Abflüsse fungierende Bauprodukte), können zusätzliche Fraktionen gesammelt werden, bis der relevante Bereich des L/S -Verhältnisses abgedeckt ist. Zudem kann für bestimmte Überwachungsszenarien oder Forschungsaufgaben eine engere Probenahmefrequenz in einem bestimmten L/S -Verhältnissbereich angewendet werden.
- c) *Werkseigene Produktionskontrolle.* Bei einer WPK wird geprüft, ob das Produkt die zuvor festgelegten Eigenschaften aufweist (Typprüfung). Es dürfen verschiedene Prüfverfahren verwendet werden:
 - Bei Prüfungen in Übereinstimmung mit der Norm genügt es, die Freisetzung für das spezifizierte L/S -Verhältnis zu prüfen und aufeinanderfolgende Eluate bis zum gewünschten Volumen bzw. L/S -Verhältnis zu sammeln, z. B. $L/S (0-2)$ l/kg Trockenmasse oder $L/S (0-10)$ l/kg Trockenmasse.
 - Nach einem alternativen Prüfverfahren (indirektes Prüfverfahren) kann die Freisetzung bei zum Beispiel $L/S (0-0,5)$ l/kg Trockenmasse oder $L/S (0-1)$ l/kg Trockenmasse extrapoliert werden, um die Freisetzung nach $L/S (0-10)$ l/kg Trockenmasse oder einem anderen passenden L/S -Verhältnis vorherzusagen. Es können auch andere Auslaugprüfungen verwendet werden. Weitere Anleitungen zur Anwendung indirekter Prüfverfahren sind in Kapitel 13 angegeben.

Solange das angepasste Prüfschema auf einem Schema aus diesem Dokument basiert und die Prüfung in Übereinstimmung mit diesem Dokument ausgeführt wird, entspricht die Leistungsfähigkeit der Ermittlung der kumulativen Freisetzung bei einem bestimmten L/S -Verhältnis der Leistungsfähigkeit der Referenzprüfung. Die in Anhang D dieses Dokuments festgelegten Freisetzungsmechanismen können nicht bestimmt werden, falls weniger als sieben Eluate analysiert werden.

6 Elutionsmittel

6.1 Allgemeines

Sofern nicht anders angegeben, sind ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysereinheit zu verwenden.

6.2 Auslaugmittel

Demineralisiertes oder deionisiertes Wasser bzw. Wasser gleichen Reinheitsgrads mit einer Leitfähigkeit von $< 0,5 \text{ mS/m}$ oder besser verwenden.

Wenn die Freisetzung biologisch abbaubarer organischer Verbindungen untersucht wird, könnte das Eluat unter Umständen mit einem Konservierungsmittel stabilisiert werden, um den Bioabbau zu verhindern.

Bei ökotoxikologischen Prüfungen sind keine Konservierungsmittel erlaubt.

6.3 Spüllösungen

Als Spüllösung Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ und ein organisches Lösemittel (z. B. Aceton) verwenden. Sicherstellen, dass die Güteklasse der Salpetersäure für die Analyse von Spurenelementen geeignet ist.

7 Geräte

7.1 Allgemeines

Die in 7.2 bis 7.17 angegebenen Materialien und Geräte werden vor Gebrauch auf ihre Funktionstüchtigkeit und die Abwesenheit von Störsubstanzen, die das Ergebnis der Prüfung beeinflussen können, überprüft.

Die in 7.6, 7.7, 7.8, 7.14 und 7.15 angegebenen Geräte müssen kalibriert werden.

7.2 Säule

Aus Kunststoff oder Glas hergestellte Säule für anorganische Stoffe bzw. aus Glas oder Edelstahl hergestellte Säule für organische Stoffe mit einem Innendurchmesser d_i von über 50 mm und einer Länge, die für eine Füllhöhe von $300 \text{ mm} \pm 50 \text{ mm}$ ausreichend ist. Im oberen und unteren Bereich der Säule befindet sich eine Filterplatte, eine Lage Glasperlen oder eine dünne Schicht Quarzsand mit einer Partikelgröße von 1,0 mm bis 2,5 mm, mit der sichergestellt werden soll, dass der Wasserdurchfluss über die gesamte Breite der Säule gleichmäßig verteilt ist.

Filterplatten, Quarzsand (massebezogener SiO_2 -Gehalt von mindestens 98 %) bzw. Glasperlen können gewaschen werden. Bei Erhitzen zur Entfernung adsorbierter organischer Verunreinigungen dürfen sie allerdings nicht auf Glühhitze gebracht werden. Sie dürfen außerdem nur geringe Mengen an Stoffen aufweisen (d. h. Determinanten), die zu erhöhten Verfahrensblindwerten führen könnten.

ANMERKUNG 1 In einigen Fällen ist es sinnvoll, einen Vorfilter zumindest im unteren Teil anzubringen, um zu verhindern, dass Material über den Wassereingangskanal aus der Säule entweicht.

Eine Zeichnung einer Säule und der zugehörigen Geräte ist im Anhang B dargestellt.

Glas von hoher Qualität wird normalerweise sowohl bei metallischen als auch bei organischen Schadstoffen als geeignet angesehen, insbesondere deshalb, weil der pH-Wert, der normalerweise in der Produktprüfung abgedeckt wird, nicht in die Bereiche gelangt, in denen Glas angegriffen wird. Bei ökotoxikologischen Prüfungen werden Eluate sowohl mit metallischen als auch mit organischen Schadstoffen benötigt. Aus diesem Grund ist die Herstellung integrierter Eluate notwendig.

ANMERKUNG 2 Üblicherweise ist Borosilicatglas geeignet, sofern kein Bor analysiert werden muss. Natronglas kann den pH-Wert des Eluats verändern.

Bei zu analysierenden organischen Stoffen muss sichergestellt werden, dass das Material keinen signifikanten störenden Einfluss auf den zu messenden Stoff hat.

7.3 Gerät für die Verdichtung: Ramme mit einem Gewicht von 125 g für Säulen mit einem Durchmesser von 50 mm und mit bis zu 500 g für Säulen mit einem Durchmesser von ≥ 100 mm. Dazwischenliegende Gewichte werden entsprechend der Oberfläche linear interpoliert.

ANMERKUNG Es wird davon ausgegangen, dass die Prüfergebnisse durch den begrenzten Kontakt der Ramme nicht beeinflusst werden.

7.4 Membran für die externe Filtration der zu analysierenden Eluate für anorganische Stoffe, mit einer Porengröße von $0,45\ \mu\text{m}$ (z. B. aus PTFE).

Membranen müssen aus inertem Material sein und dürfen die zu analysierenden Verbindungen nicht absorbieren oder adsorbieren. Bei Eluaten, die auf organische Stoffe geprüft werden sollen, dürfen keine Filter verwendet werden.

7.5 Volumetrische Pumpe mit einstellbarer Leistung, die eine Durchflussrate nach 9.4.3 ermöglichen soll.

7.6 Analysewaage mit einer Fehlergrenze von mindestens 0,1 g.

7.7 pH-Messgerät mit einer Fehlergrenze von mindestens 0,05 pH-Einheiten.

7.8 Leitfähigkeitsmessgerät mit einer Fehlergrenze von mindestens 0,1 mS/m.

7.9 Schläuche aus Inertmaterial, das an die zu analysierenden Stoffe angepasst ist. Sofern organische Stoffe analysiert werden sollen, können Rohrleitungen aus Edelstahl oder Glas und FEP für den Kontakt mit dem Eluat verwendet werden. Bei der Analyse ausschließlich anorganischer Stoffe können Rohr- oder Schlauchleitungen aus PE, PP, PTFE, ETFE, FEP oder einem ähnlichen Material verwendet werden.

ANMERKUNG Beispiele für angemessene Schläuche sind in EN ISO 5667-3 aufgeführt.

7.10 Eluatflaschen

Zum Sammeln von Eluat und zur Konservierung von Eluatproben qualitative hochwertige Glasflaschen mit angemessenem Volumen und einem Schraubverschluss mit PTFE-, ETFE- oder PTFE-Einsatz (in Übereinstimmung mit EN ISO 5667-3) verwenden. Wenn ausschließlich anorganische Verunreinigungen analysiert werden sollen, können auch Flaschen aus anderen Materialien verwendet werden, beispielsweise aus PE oder PP.

ANMERKUNG Üblicherweise ist Borosilicatglas geeignet, sofern kein Bor analysiert werden muss. Natronglas kann den pH-Wert des Eluats verändern.

7.11 Gerät für die Zerkleinerung

Backenbrecher oder Schneidmühle. Der Brecher muss sorgfältig gereinigt werden, um eine Kreuzkontamination aus der vorherigen Nutzung zu vermeiden.

ANMERKUNG Aufgrund der Zerkleinerung kann eine Kontamination der Probe in einem Ausmaß erfolgen, das die Auslaugung einiger interessierender Bestandteile, z. B. Kobalt und Wolfram aus Wolframkarbid oder Chrom, Nickel und Molybdän aus nichtrostendem Stahl, beeinflusst.

7.12 Siebvorrichtung (Trockensiebung), z. B. mit Sieben mit einer Nenndurchlassgröße von 4 mm, 11,2 mm und 22,4 mm.

7.13 Gerät für die Probenteilung

Für die Teilung von Laborproben, z. B. Riffelteiler oder Teilkreuz für Kegelbildung und Viertelteilung (optional).

7.14 Gerät zur Messung des Redoxpotenzials (optional)

7.15 Gerät zur Trübungsmessung wie in ISO 7027-1 [29] festgelegt.

7.16 Zentrifuge

Zentrifuge, die bei 20 000 *g* bis 30 000 *g* betrieben wird, unter Verwendung von Zentrifugenröhrchen aus FEP oder von Röhrchen aus einem anderen Material, das sowohl in Bezug auf anorganische als auch organische Substanzen inert und geeignet für Hochgeschwindigkeitszentrifugation ist, verwenden.

Wenn keine Hochgeschwindigkeitszentrifuge (Ultrazentrifuge) zur Verfügung steht, darf alternativ in Kombination mit einer verlängerten Zentrifugierdauer eine Zentrifuge eingesetzt werden, die bei 2 000 *g* bis 2 500 *g* betrieben wird und bei der Glasflaschen verwendet werden. Zur Aufrechterhaltung der gewünschten Temperatur muss eine Kühlung verwendet werden. Zur Aufrechterhaltung der gewünschten Temperatur muss eine Kühlung angewendet werden.

7.17 Filtration

Vakuumfiltrationsapparat mit 30 kPa bis 70 kPa oder Druckfiltrationsapparat ($\leq 0,5$ MPa).

8 Probenvorbereitung

8.1 Allgemeines

Zur Probenherstellung muss zunächst die Untersuchungsprobe aus der Laborprobe hergestellt werden. Anschließend wird der Prüfmenge erstellt und der Trockenrückstand der Untersuchungsprobe bestimmt.

Die Probenahme muss nach den Verfahren der betreffenden Produktnorm und den Anleitungen in EN 16637-1 erfolgen, um eine repräsentative Laborprobe zu erhalten.

ANMERKUNG Wie bei einem Akkreditierungsverfahren üblich, berichtet das Prüflabor nur dann über die Probenahme, wenn es die Probenahme zur Herstellung der Laborprobe selbst durchführt.

8.2 Herstellung der Prüfprobe

8.2.1 Kurzbeschreibungen

Es muss eine Laborprobe zur Verfügung gestellt werden, deren Mindestmenge von der maximalen Partikelgröße des körnigen Produkts, vom gewählten Säulendurchmesser und von der Anzahl der durchzuführenden Prüfungen abhängt. Die Laborprobe muss in geschlossenen Verpackungen und unter Bedingungen gelagert werden, die eine Veränderung des Bauprodukts verhindern.

Das Labor wählt die geeignete Säule (7.2) aus und bestimmt den Siebdurchmesser S_{cs} für die Untersuchungsprobe (siehe Tabelle 1).

Die Zerkleinerung des Produkts darf höchstens soweit erfolgen wie absolut notwendig, um die Auswirkungen auf die Produkteigenschaften möglichst gering zu halten. Das heißt, eine Zerkleinerung ist nur dann erforderlich, wenn das Größtkorn über S_{cs} (siehe Tabelle 1) liegt oder um fehlende Feinanteile unter 4 mm aufzufüllen.

Bei körnigen Bauprodukten müssen mindestens 45 % Massenanteil der Untersuchungsprobe eine Partikelgröße von < 4 mm aufweisen. Wenn die Laborprobe bereits 100 % Massenanteil von Partikeln $< S_{cs}$ (siehe Tabelle 1) aufweist und mindestens 45 % Massenanteil der Partikel < 4 mm sind, darf keine weitere Zerkleinerung oder Siebung mehr durchgeführt werden.

Die Auswahl des Säulendurchmessers hängt von der maximalen Partikelgröße des zu prüfenden Produkts (S_{CS}) ab.

ANMERKUNG Die Auswahl des Säulendurchmessers kann auch von den im Labor verfügbaren Geräten, der Masse der Laborprobe oder der Menge des für die chemische Analyse oder die ökotoxikologische Prüfung erforderlichen Eluats abhängen.

Kein Anteil der Laborprobe darf während der Probenherstellung verworfen werden.

8.2.2 Anwendungsregeln

Das folgende schrittweise Verfahren zur Herstellung der Untersuchungsprobe muss angewendet werden, um die in 8.2.1 angegebenen Prinzipien zu erfüllen:

- a) Wenn die Laborprobe bereits eine Körnigkeit von 100 % Massenanteil der Partikel $< S_{CS}$ (siehe Tabelle 1) aufweist und mindestens 45 % Massenanteil der Partikel < 4 mm sind, darf keine weitere Zerkleinerung oder Siebung mehr durchgeführt werden (siehe Beispiel in Anhang A).
- b) Enthält die Laborprobe ein Größtkorn größer als S_{CS} , wird diese Fraktion vorsichtig zerkleinert, um eine Untersuchungsprobe zu erhalten, bei der alle Partikel $\leq S_{CS}$ sind. (Als Ergebnis wird eine Untersuchungsprobe mit einer maximalen Partikelgröße erhalten, die zur gewählten Säulengröße passt.)
- c) Backenbrecher sollten so eingestellt werden, dass möglichst wenige Partikel von < 4 mm entstehen.
- d) Je nach Anzahl und Umfang der Prüfmengen darf das weitere Verfahren anhand einer repräsentativen Teilmenge der Probe durchgeführt werden (siehe EN 932-1).
- e) Mithilfe eines 4-mm-Siebs wird nun überprüft, ob die Untersuchungsprobe mehr als 45 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm enthält. Wenn diese Bedingung erfüllt ist, kann die Untersuchungsprobe in Prüfmengen für die Perkulationsprüfung unterteilt werden.
- f) Falls die Untersuchungsprobe nach Schritt d) noch nicht die Menge von mindestens 45 % Massenanteil enthält, die durch ein 4-mm-Sieb passt, wird ein ausreichender und repräsentativer Anteil von $4/S_{CS}$ mm (siehe Beispiel in Anhang A) behutsam soweit zerkleinert, dass nach dem Zerkleinern die vollständig hergestellte (wieder vereinigte) Körnung eine Menge von Partikeln < 4 mm enthält, die zwischen 45 % Massenanteil und 55 % Massenanteil liegt. Wenn diese Bedingung erfüllt ist, kann die Untersuchungsprobe in Prüfmengen für die Perkulationsprüfung unterteilt werden.

Tabelle 1 — Säulengröße und entsprechender Siebdurchmesser S_{CS}

Innendurchmesser der Säule d mm	Siebdurchmesser für die Herstellung der Untersuchungsprobe (Zerkleinerung), zur Verringerung der Menge an Überkorn, dem Innendurchmesser der Säule entsprechend S_{CS} mm
50 – 100	16
70 – 100	22,4
$d \geq 100$ und $d \geq 3D_{max}$	D_{max}^a
^a Enthält die Probe mindestens 45 % Massenanteil von Partikeln < 4 mm, darf keine Zerkleinerung mehr durchgeführt werden. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, muss S_{CS} auf 22,4 mm gesetzt werden.	

Die Korngrößenverteilung des körnigen Originalprodukts sollte dokumentiert werden, sofern diese Angabe vorhanden ist. Im Hinblick auf die Untersuchungsprobe müssen die maximale Partikelgröße und der Anteil der Partikel $< 4 \text{ mm}$ angegeben werden.

8.3 Prüfmenge

Von der Untersuchungsprobe sind mindestens zwei Prüfmengen zu entnehmen (eine für die Bestimmung des Trockenrückstands, die andere für die Perkulationsprüfung selbst). Die Prüfmengen sind entsprechend 8.5 abzuteilen.

Eine Prüfmenge muss zurückgehalten werden, um die Prüfung bei einem Fehler wiederholen zu können.

ANMERKUNG Häufig wird die doppelte oder dreifache Durchführung einer Prüfung als gute Praxis angesehen (dies würde weitere Prüfmengen erfordern), insbesondere wenn eine inhärente Heterogenität des Prüfmateri als erwartet wird.

Die Menge der Prüfmenge für die Säule ist vom Durchmesser der Säule, der Verdichtungshöhe, der Dichte des körnigen Produkts und der Porosität der Füllung abhängig.

8.4 Trocknung

Falls die Probe wegen ihres Feuchtigkeitsgehalts nicht gesiebt oder zerkleinert werden kann, so darf sie getrocknet werden, allerdings nicht mehr als für die Herstellung der Prüfprobe erforderlich ist. Gefriertrocknung oder Trocknung bei Raumtemperatur wird der Ofentrocknung vorgezogen. Die Trocknungstemperatur darf 40 °C nicht übersteigen.

ANMERKUNG Durch die Trocknung könnten die Eigenschaften der Probe verändert werden (z. B. Oxidation bzw. Karbonatisierung). Die Trocknung in einer inerten Atmosphäre könnte die Veränderung der Probeneigenschaften verhindern. Anleitungen zur Trocknung von Proben können EN 15002 [7] und EN 16179 [8] entnommen werden.

8.5 Probenteilung

Zur Aufteilung der Probe in mehrere Probenanteile müssen Probenteiler (7.13), konische Teiler oder Teilkreuze verwendet werden.

ANMERKUNG Anleitungen zur Probenteilung können EN 15002 [7], EN 16179 [8] und EN 932-1 [9] entnommen werden.

8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen

Die Siebung von Proben in Partikelfraktionen darf ausschließlich durch Trockensiebung nach EN 933-1 erfolgen.

8.7 Zerkleinerung der Partikel

Falls übergroße Partikel zerkleinert werden müssen, muss die gesamte übergroße Fraktion mit einem entsprechenden Gerät (7.11) auf eine Körnung unterhalb der für den Prüfanteil erforderlichen maximalen Partikelgröße (S_{cs}) zerkleinert werden. Die Zerkleinerung darf nur soweit erfolgen, wie es für die Probenherstellung erforderlich ist. Erhitzen, der Verlust von Staub oder eine Verunreinigung durch das Gerät müssen so gering wie möglich gehalten werden. Auf keinen Fall darf das Material fein zermahlen werden. Material, das nicht zerkleinert werden kann (z. B. Metallpartikel), muss ausgesondert und gewogen werden, und die Eigenschaften des Materials müssen dokumentiert werden.

ANMERKUNG Kunststoffe oder Bitumenprodukte könnten nach einer Tieftemperaturbehandlung zerkleinert werden. Anleitungen zur Verringerung der Partikelgröße können EN 15002 [7] und EN 16179 [8] entnommen werden.

9 Prüfverfahren

9.1 Temperatur

Die Perkolationsprüfung ist bei einer Temperatur zwischen 19 °C und 25 °C durchzuführen.

ANMERKUNG 1 Während der Prüfung kann eine konstante Temperatur dadurch erreicht werden, dass entweder die Temperatur im Labor oder die Temperatur des Elutionsmittels geregelt und die Säule sowie die zugehörigen Geräte isoliert werden.

Bei Produkten, die Stoffe freisetzen, die empfindlich gegenüber Photodegradation sind, müssen die Säule und die Sammelbehälter vor direkter Lichteinwirkung geschützt werden, z. B. durch Umwicklung mit Aluminiumfolie.

Wenn erforderlich, muss/müssen der/die Behälter zur Sammlung der Eluate kühl (z. B. bei 4 °C) gelagert werden, um die Zersetzung der Stoffe in den Eluaten zu begrenzen. Wird die Prüfung unter diesen modifizierten Bedingungen durchgeführt, so muss die Abweichung im Prüfbericht angegeben werden.

ANMERKUNG 2 Zu Informationen dazu, ob ein Stoff photosensitiv und empfindlich gegenüber Degradation ist, siehe ISO 5667-3.

9.2 Bestimmung des Trockenrückstands

Der Trockenrückstand der Untersuchungsprobe muss bekannt sein und bei der Berechnung des L/S-Verhältnisses berücksichtigt werden.

Die Trockenrückstände (w_{dr}) werden bei $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ nach EN 15934 anhand eines separaten Prüfanteils bestimmt. Der Trockenrückstand ist nach Gleichung (1) zu berechnen.

$$w_{\text{dr}} = m_{\text{d}} \times \frac{100}{m_{\text{r}}} \% \quad (1)$$

Dabei ist

w_{dr} der Trockenrückstand des Bauprodukts, in %;

m_{d} die Trockenmasse der Messprobe, in g;

m_{r} die Masse des ungetrockneten Prüfanteils, in g.

9.3 Vorbehandlung der Säule

Die Säule inklusive der oberen und unteren Kappen sowie Filter (7.2) und Flaschen (7.10) sind mit verdünnter Salpetersäure (6.3) und/oder entsprechend mit einem organischen Lösungsmittel und Wasser (6.2) zu spülen. Bei organischen Stoffen sollte Aceton verwendet werden. Die trockene Säule ist einschließlich der oberen und unteren Filterplatten oder Sandschichten mit einer Messunsicherheit von 1 g zu wägen. Alternativ kann eine Hitzebehandlung (z. B. bei einer Temperatur zwischen 450 °C und 500 °C) durchgeführt werden, um temperaturresistente Geräte von adsorbierten organischen Verunreinigungen zu befreien. Quarzsand und Filterschichten dürfen nicht bis auf Glühhitze erhitzt werden.

9.4 Packen der Säule

9.4.1 Allgemeines

Die Säule ist so einheitlich und gleichmäßig wie möglich zu befüllen und das Material ist zu verdichten; dabei sind Entmischungen unterschiedlich großer Partikel zu vermeiden. Dies wird am besten dadurch erreicht, dass körnige Produkte in mehreren Stufen in der Säule verdichtet werden. Anhang C enthält Packverfahren.