

DIN EN 17516



ICS 91.100.01

**Abfall –
Charakterisierung von granularen Feststoffen mit Verwertungspotential
als Ersatzbaustoff –
Übereinstimmungsuntersuchung des Elutionsverhaltens –
Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom;
Deutsche Fassung EN 17516:2023**

Waste –
Characterization of granular solids with potential for use as construction material –
Compliance leaching test –
Up-flow percolation test;
German version EN 17516:2023

Déchets –
Caractérisation des solides granulaires présentant un intérêt potentiel comme matériaux de
construction –
Essai de conformité par lixiviation –
Essai de percolation à écoulement ascendant;
Version allemande EN 17516:2023

Gesamtumfang 72 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)
DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 17516:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

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

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.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Abfall —
Charakterisierung von granularen Feststoffen mit
Verwertungspotential als Ersatzbaustoff —
Übereinstimmungsuntersuchung des Elutionsverhaltens —
Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom

Waste —
Characterization of granular solids with potential
for use as construction material —
Compliance leaching test —
Up-flow percolation test

Déchets —
Caractérisation des solides granulaires présentant un
intérêt potentiel comme matériaux de construction —
Essai de conformité par lixiviation —
Essai 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	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Symbole und Abkürzungen	11
4.1 Symbole	11
4.2 Abkürzungen	12
5 Kurzbeschreibung	12
5.1 Allgemeine Grundsätze	12
5.2 Anzahl der Eluate	13
6 Reagenzien	14
6.1 Allgemeines	14
6.2 Elutionsmittel	14
6.3 Spüllösungen	14
7 Geräte	14
8 Probenvorbereitung	16
8.1 Allgemeines	16
8.2 Herstellung der Prüfungsprobe	16
8.2.1 Grundsätze	16
8.2.2 Anwendungsregeln	17
8.3 Messprobe	18
8.4 Trocknung	18
8.5 Probenteilung	18
8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen	18
8.7 Korngrößenreduzierung	18
9 Prüfverfahren	18
9.1 Temperatur	18
9.2 Bestimmung des Trockenrückstands	19
9.3 Vorbehandlung der Säule	19
9.4 Packen der Säule	19
9.4.1 Allgemeines	19
9.4.2 Gleichgewichtseinstellung	19
9.4.3 Berechnung der Durchflussrate	20
9.5 Sammlung der Eluate	20
9.6 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse	22
9.7 Blindwertbestimmung	23
10 Auswertung der Messergebnisse	23
10.1 Angabe der Ergebnisse als Konzentrationen	23
10.2 Angabe der Ergebnisse als massenbezogene Freisetzung	23
11 Dokumentation und Prüfbericht	24
12 Leistungsfähigkeit der Prüfung	26
Anhang A (informativ) A-Abweichungen	27
Anhang B (informativ) Beispiele für die Probenvorbereitung	28
B.1 Allgemeines	28
B.2 Beispiel 1	28
B.3 Beispiel 2	28
B.3.1 Korngrößenverteilung des Produkts	28
B.3.2 Beispiel 2: Gewählter Siebdurchmesser 22,4 mm	29
Anhang C (informativ) Bild der Säule und der dazugehörigen Geräte	31
Anhang D (informativ) Verfahren zum Packen und Sättigen der Säule	32

D.1	Allgemeines	32
D.2	Füllen und Packen der Säule	32
D.3	Vorgehensweise beim Packen	32
D.4	Wassersättigung	33
D.4.1	Allgemeines	33
D.4.2	Verfahren 1: Wassersättigung der Säule mithilfe der Pumpe	33
D.4.3	Verfahren 2: Wassersättigung der Säule durch Ausnutzung des anfänglichen hydrostatischen Drucks	33
Anhang E (informativ)	Beurteilung von Freisetzungsmechanismen	35
E.1	Überblick über die Freisetzungsmechanismen	35
E.2	Überblick über die Freisetzungsmechanismen	36
E.2.1	Generell niedrige Konzentrationen	36
E.2.2	Auswirkung des pH-Werts auf die Freisetzung	36
E.2.3	(Scheinbare) pH-abhängige Freisetzung	37
E.2.4	Keine pH-abhängige Freisetzung	39
E.2.5	Nicht identifizierter Freisetzungsmechanismus	41
E.3	Überblick über die Freisetzungsmechanismen	41
E.3.1	Freisetzung	41
E.3.2	Extrapolation und Interpolation der Freisetzung auf andere L/S -Verhältnisse	41
E.4	Beispiele	42
E.4.1	Allgemeines	42
E.4.2	BEISPIEL 1: pH-abhängige löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	42
E.4.3	BEISPIEL 2: Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	45
E.4.4	BEISPIEL 3: Auswaschung	48
E.4.5	BEISPIEL 4: Scheinbare Verarmung	51
Anhang F (informativ)	Zusammenfassung der kumulativen Ergebnisse für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	55
F.1	Leistungsdaten EN 16637-3 für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	55
F.2	Anorganische Stoffe	57
F.2.1	Allgemeines	57
F.2.2	Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	59
F.2.3	Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	60
F.2.4	Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	61
F.3	Organische Stoffe	63
F.3.1	Asphalt-Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	63
Literaturhinweise		67

Bilder

Bild C.1	— Beispiel für eine Säule mit dazugehörigen Geräten	31
Bild D.1	— Sättigung einer typischen Säule durch Ausnutzung des anfänglichen hydrostatischen Drucks	34
Bild E.1	— Grundmuster der Freisetzung bei der Perkulationsprüfung	35
Bild E.2	— pH-abhängige löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	45
Bild E.3	— Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	48
Bild E.4	— Auswaschung	51
Bild E.5	— Scheinbare Verarmung	54
Bild F.1	— Vergleich der Verteilung der relativen Vergleichstandardabweichungen für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	58
Bild F.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}	17
Tabelle 2 — Tabelle für das Sammeln von Eluatfraktionen	21
Tabelle B.1 — Als 0/8 — UF9 — LFN — OC85 — GE eingestuftes Produkt	28
Tabelle B.2 — Als 0/31,5 — UF7 — LFN — OC75 — GC eingestuftes Produkt	29
Tabelle F.1 — Typische Werte der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung der Freisetzung anorganischer Stoffe in Abhängigkeit vom Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis bei einer Perkulationsprüfung (für mehr Details siehe Tabelle F.4 bis Tabelle F.15)	55
Tabelle F.2 — Typische Werte der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung der Freisetzung organischer Stoffe in Abhängigkeit vom Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis bei einer Perkulationsprüfung (für mehr Details siehe Tabelle F.16 bis Tabelle F.21)	56
Tabelle F.3 — Gesamtleistungsdaten als Ergebnisse der Validierung der Freisetzung von anorganischen und organischen Stoffen in Abhängigkeit von der Zeit in einer Perkulationsauslaugprüfung an Bauprodukten	57
Tabelle F.4 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$, in mg/kg, As-Pb	59
Tabelle F.5 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$, in mg/kg, S-Zn	59
Tabelle F.6 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$, in mg/kg, As-Pb	59
Tabelle F.7 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$, in mg/kg, S-Zn	60
Tabelle F.8 — Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$, in mg/kg, As-Pb . . .	60
Tabelle F.9 — Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$, in mg/kg, S-Zn . . .	60
Tabelle F.10 — Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$, in mg/kg, As-Pb . .	61
Tabelle F.11 — Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$, in mg/kg, S-Zn . .	61
Tabelle F.12 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$, in mg/kg, As-Pb	61
Tabelle F.13 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$, in mg/kg, S-Zn	62
Tabelle F.14 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$, in mg/kg, As-Pb	62
Tabelle F.15 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$, in mg/kg, Pb-Sr	62
Tabelle F.16 — Asphalt-Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	63
Tabelle F.17 — Asphalt-Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	63
Tabelle F.18 — Asphalt-Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	64
Tabelle F.19 — Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	65
Tabelle F.20 — Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	65
Tabelle F.21 — Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$, in mg/kg	66

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17516:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ 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 wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission CEN erteilt hat. Der Ständige Ausschuss der EFTA-Staaten genehmigt anschließend diese Aufträge für die Mitgliedsstaaten.

Dieses Dokument legt eine Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Bestimmung der Einhaltung des Auslaugzustandes körniger Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte unter standardisierten Perkulationsbedingungen fest. Diese Prüfung entspricht der horizontalen Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom bei Bauprodukten (EN 16637-3), die wiederum auf der Grundlage der Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Charakterisierung von Abfällen (CEN/TS 14405:2004) erarbeitet wurde. Die Änderungen wurden auf der Grundlage intensiver Arbeiten zur Validierung der Robustheit von EN 16637-3 [4] [22] vorgenommen. Mit dieser Perkulationsprüfung wird ein Verfahren bereitgestellt, welches eine Doppelprüfung von Gesteinskörnungen aus Abfall, die als Bauprodukte in Frage kommen könnten, zu vermeiden.

ANMERKUNG Die Abfallgesetzgebung schreibt im Allgemeinen die Verwendung von EN 14405 vor, um das Auslaugverhalten anorganischer und nichtflüchtiger organischer Stoffe aus körnigem Abfall zu beschreiben, während die Bauproduktgesetzgebung im Allgemeinen die Verwendung von EN 16637-3 vorschreibt, um das Auslaugen anorganischer und nichtflüchtiger organischer Stoffe aus Bauprodukten zu beschreiben, einschließlich Abfallmaterialien mit einem Potenzial zu Bauprodukten.

Hintergrundinformationen über die Charakterisierung des Auslaugverhaltens von Bauprodukten können den von CEN/TC 351 bereitgestellten Technischen Berichten (d. h. CEN/TR 16098) 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 Verwirklichung einer Kreislaufwirtschaft hat eine hohe Priorität auf der Agenda der Europäischen Kommission. Um den Erfordernissen einer Kreislaufwirtschaft zu genügen, sollten körnige Abfallmaterialien so weit wie möglich als Bauprodukte verwendet werden, wodurch die Deponierungsmenge auf ein Minimum reduziert wird und natürliche Ressourcen geschont werden.

Die Freisetzung gefährlicher Stoffe bei Kontakt mit Wasser führt bei der beabsichtigten Nutzung von Abfallmaterialien als Bauprodukte zu einer potentiellen Gefährdung der Umwelt. Zielsetzung dieses Dokuments, gemeinsam mit EN 14405 oder der Normenreihe EN 12457, ist die genaue Bestimmung des Auslaugverhaltens körniger Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte und dadurch eine mögliche Beurteilung der Freisetzung regulierter gefährlicher Stoffe in den Boden, in Grund- und Oberflächenwasser unter den vorgesehenen Verwendungsbedingungen im Hinblick auf die CE-Kennzeichnung von Bauprodukten aus Abfall.

Dieses Dokument beschreibt eine Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom für körnige Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte. Es ist ausgearbeitet worden, um Doppelprüfungen zu vermeiden, d. h. um die Einhaltung der Rechtsvorschriften für Abfälle und Bauprodukte mit nur einer Prüfung zu beurteilen. Diese Prüfung zielt auf körnige Abfallmaterialien ab, für die bereits Kenntnisse über das langfristige Auslaugverhalten in abfallwirtschaftlichen Szenarien, d. h. aus der grundlegenden Charakterisierungsprüfung nach EN 14405, vorliegen. Die in Abschnitt 5 bis Abschnitt 12 (Kurzbeschreibung, Reagenzien, Geräte, Probenvorbereitung, Prüfverfahren, Auswertung der Messergebnisse, Dokumentation und Prüfbericht sowie Leistungsfähigkeit der Prüfung) angegebenen Verfahren stimmen mit denen der entsprechenden Abschnitte von EN 16637-3 (Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom) überein, nur dass der Begriff „Bauprodukt“ in für diese Norm relevante Begriffe wie „körnige Abfallmaterialien mit Potenzial zur Wiederverwendung als Bauprodukte“ oder ähnlich geändert wurde.

In den verschiedenen europäischen Ländern sind zur Charakterisierung und Beurteilung gefährlicher Stoffe, die aus Feststoffmatrices (z. B. Bauprodukte, kontaminierte Böden, feste Abfallmaterialien) eluiert werden können, Prüfverfahren entwickelt worden. Ziel dieser Prüfungen ist es, das Auslaugverhalten dieser Stoffe zu bestimmen. Die Komplexität des Auslaugungsprozesses macht Vereinfachungen erforderlich. Nicht alle relevanten Gesichtspunkte des Auslaugverhaltens können in einer einzigen Norm behandelt werden. Die Prüfhierarchie für Abfall ist z. B. in EN 14405 beschrieben, während ein Leitfaden für den entsprechenden Auslaugungstest zum Bestimmen des Auslaugens bzw. der Elution gefährlicher Stoffe aus Bauprodukten in EN 16637-1 angegeben ist.

Das in diesem Dokument beschriebene Prüfverfahren bildet eine Konformitätsprüfung, die dazu dient, die Einhaltung der vorgeschriebenen Grenzwerte nachzuweisen. Für eine grundlegende Charakterisierung von körnigen Abfallmaterialien werden Säulen-Perkulationsprüfungen nach EN 14405 durchgeführt. Säulenversuche nach EN 16637-3 werden für die grundlegende Charakterisierung von Bauprodukten angewendet.

Die grundlegende Charakterisierung stellt eine umfassende Bestimmung des Abfalls durch Zusammenstellen aller Angaben dar, die für ein sicheres kurz- und langfristiges Management des Abfalls notwendig sind. Die grundlegende Charakterisierung darf allgemeine Angaben über den Abfall (d. h. Art und Herkunft, Zusammensetzung, Beschaffenheit, Auslaugbarkeit usw.), Angaben für das Verständnis des Verhaltens des Abfalls im betrachteten Abfallmanagementszenario, den Vergleich der Abfalleigenschaften mit den Grenzwerten und den Nachweis der Schlüsselvariablen (kritische Parameter wie Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisse (L/S), Zusammensetzung des Elutionsmittels, Faktoren, die die Auslaugbarkeit bzw. Eluierbarkeit beeinflussen, wie pH-Wert, Redoxpotential, Komplexbildungsvermögen und physikalische Parameter) für Übereinstimmungsprüfungen und Optionen zur Vereinfachung von Übereinstimmungsprüfungen liefern. Die Übereinstimmungsprüfung dient dazu, nachzuweisen, dass die heutige Probe in die Grundgesamtheit der zuvor durch die grundlegende Charakterisierung untersuchten Proben passt und wird dadurch zur Einhaltung der gesetzlichen Grenzwerte verwendet. Die Übereinstimmungsprüfung sollte daher immer Teil des Programms für die grundlegende Charakterisierung sein. Die Übereinstimmungsprüfung konzentriert sich auf die Schlüsselvariablen und das Auslaugverhalten, die bei den Tests zur grundlegenden Charakterisierung ermittelt wurden. Teile der grundlegenden Charakterisierungstests können auch für die Einhaltung von Grenzwerten verwendet werden.

Der informative Anhang A (A-Abweichung) ist integraler Bestandteil dieses Dokuments.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt eine Perkulationsprüfung (PT, en: percolation test) im Aufwärtsstrom fest, die geeignet ist, das Auslaugverhalten in Übereinstimmungsprüfung von anorganischen und nichtflüchtigen organischen Stoffen aus körnigen Feststoffen mit Verwertungspotential als Ersatzbaustoff zu bestimmen. Die Prüfung eignet sich nicht für Stoffe, die unter Umgebungsbedingungen flüchtig sind. Die körnigen Feststoffe werden unter festgelegten Bedingungen und in Abhängigkeit vom Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis einer Perkulation mit Wasser ausgesetzt. Bei dem Verfahren handelt es sich um eine Auslaugprüfung bei einmaligem Durchfluss einer Säule.

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

Diese Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom wird unter festgelegten Prüfbedingungen für körnige Feststoffe mit Verwertungspotential als Ersatzbaustoff durchgeführt und liefert nicht zwingend Ergebnisse, die die spezifischen Bedingungen der bestimmungsgemäßen Verwendung nachbilden. Bei diesem Prüfverfahren werden Eluate erzeugt, die anschließend durch physikalische, chemische und ökotoxikologische Verfahren in Übereinstimmung mit gängigen Standardverfahren charakterisiert werden können. Die Ergebnisse der Eluatanalyse werden in Abhängigkeit vom Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis dargestellt. Die Prüfergebnisse ermöglichen es, verschiedene Auslaugverhalten zu unterscheiden.

ANMERKUNG 2 Es ist nicht immer möglich, die Prüfbedingungen gleichzeitig für anorganische und organische Stoffe anzupassen. Außerdem können sich die Prüfbedingungen für unterschiedliche Gruppen von organischen Stoffen unterscheiden. Die Prüfbedingungen für organische Stoffe sind im Allgemeinen strenger als die für anorganische Stoffe. Die Prüfbedingungen sind im Allgemeinen so beschrieben, dass sie für die Prüfung organischer Stoffe gelten und in Abhängigkeit davon, wie die Prüfungen angelegt sind, auch auf anorganische Stoffe anwendbar sind.

ANMERKUNG 3 Für Ökotoxizitätsprüfungen werden Eluate benötigt, die die Freisetzung sowohl von anorganischen als auch von organischen Stoffen abbilden. In diesem Dokument sind ökotoxikologische Prüfungen so zu verstehen, dass sie genotoxikologische Prüfungen mit einschließen.

ANMERKUNG 4 Körnige Abfallmaterialien mit einem niedrigen Durchlässigkeitsbeiwert für Grundwasser, die einen nachteiligen Druckaufbau verursachen können, sollen dieser Prüfung nicht unterzogen werden.

ANMERKUNG 5 Dieses Verfahren ist im Allgemeinen nicht geeignet für Feststoffe, die leicht biologisch abbaubar sind, für Feststoffe, die mit dem Elutionsmittel so reagieren, dass beispielsweise eine übermäßige Gasemission oder Wärmeabgabe erfolgt, für undurchlässige, hydraulisch gebundene Feststoffe oder für Feststoffe, die in Kontakt mit Wasser quellen.

Der Anwendungsbereich erstreckt sich nicht auf körnige Abfallmaterialien ohne Verwertungspotential.

ANMERKUNG 6 Körnige Abfallmaterialien ohne Verwertungspotential können Materialien sein, bei denen während eines potentiellen Wiederverwendungsszenarios eine Gaserzeugung oder ein biologischer Abbau auftritt.

Diese Prüfung ist auf jene Arten von körnigem Abfallmaterial anwendbar, deren grundsätzliches langfristiges Auslaugverhalten aus früheren Untersuchungen bekannt ist.

In diesem Dokument werden die gleichen Prüfbedingungen wie für EN 16637-3 (CEN/TC 351/WG 1) angewandt, um eine vollständige Vergleichbarkeit der Prüfung von Bauprodukten und aus Abfällen gewonnenen Bauprodukten zu ermöglichen und Doppelprüfungen zu vermeiden. Die Prüfergebnisse nach EN 16637-3 sind im Zusammenhang mit der Prüfung körniger Feststoffe mit Verwertungspotential als Ersatzbaustoff ebenfalls zulässig.

ANMERKUNG 7 Wenn eine Auslaugprüfung nach EN 16637-3 durchgeführt wurde, braucht eine zusätzliche Prüfung nach EN 17516 nicht durchgeführt zu werden.

ANMERKUNG 8 Die relativen Standardabweichungen für anorganische und organische Stoffe sind relativ hoch, was auf die niedrigen Konzentrationen in den Eluaten zurückzuführen ist (siehe Anhang F).

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).

CEN/TR 15310 (alle Teile), *Charakterisierung von Abfall — Probenahme*

EN 933-1, *Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen — Teil 1: Bestimmung der Korngrößenverteilung — Siebverfahren*

EN 14405, *Charakterisierung von Abfällen — Untersuchung des Elutionsverhaltens — Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom (unter festgelegten Bedingungen)*

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

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 16637-3, *Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Teil 3: Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom*

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.

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

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

3.1

Eluat

Lösung, die durch eine Auslaugprüfung erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.8, modifiziert – Anmerkung 1 zum Eintrag gestrichen]

3.2

körnige Abfallmaterialien

körniger Abfall

Abfall, bestehend aus Feststoffpartikeln mit einer Partikelgröße, die kleiner als eine spezifizierte Größe oder Korngröße ist

3.3

Laborprobe

dem Labor zugesandte(n) 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 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

Auslaugmittel

Flüssigkeit, die bei der Auslaugprüfung mit der Prüfmenge in 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

Elutionsverhalten

Freisetzung und zeitliche Veränderung der Freisetzung aus einem körnigen Abfallmaterial in Kontakt mit einem Elutionsmittel in Abhängigkeit von den wesentlichen, freisetzungskontrollierenden Faktoren

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

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.11, modifiziert, um auf körnigen Abfall zu referenzieren]

3.6

Verhältnis von Flüssigkeit zu Feststoff

L/S , en: liquid to solid-ratio

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

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

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.15, modifiziert, um auf körnigen Abfall zu referenzieren]

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 der Säule lokales Gleichgewicht besteht, können die Konzentrationen an verschiedenen Punkten der Säule unterschiedlich sein.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.16]

3.8

Perkolationsprüfung

PT, en: percolation test

Säulenprüfung

Verfahren zur Auslaugprüfung, bei dem körniges Abfallmaterial in eine Säule gefüllt und kontinuierlich von einem Elutionsmittel durchflossen wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.5, modifiziert, um auf körnigen Abfall zu referenzieren]

3.9

Freisetzung

Emission

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Freisetzung in den Boden, in das Oberflächen- oder Grundwasser wird als massenbezogene Freisetzung (z. B. mg/kg) ausgedrückt.

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

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.17, modifiziert, um auf körnigen Abfall und massenbezogene Freisetzung zu referenzieren]

3.10

Freisetzungsmechanismus

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei körnigen Abfallmaterialien sind die hauptsächlichen Freisetzungsmechanismen das Auswaschen und die Löslichkeit. Die Diffusion und zusätzliche Faktoren wie der pH-Wert oder der gelöste organische Kohlenstoffgehalt (DOC) beeinflussen ebenfalls den Freisetzungsmechanismus.

Anmerkung 2 zum Begriff: Aus den Ergebnissen der Freisetzungsprüfungen (Tank-Auslaugprüfung, Perkolationsprüfung) kann der Freisetzungsmechanismus jedes Stoffes bestimmt werden. Die Bestimmung des Freisetzungsmechanismus ist maßgebend für die Modellierung des Quellterms und dient somit der Bestimmung der Effekte auf Boden und Wasser über einen gewissen Zeitraum hinweg.

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.19, modifiziert – So bearbeitet, dass es sich auf körnigen Abfall bezieht und die Anmerkungen so, dass sie sich nur auf die 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 (3.12) beschrieben sein.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Begriff „Probe“ wird oft mit einem Präfix versehen (z. B. Laborprobe, Untersuchungsprobe), um den Probentyp 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, Konservierung und Transport der Proben, die der Population entnommen werden

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.1.6, modifiziert – „sofern notwendig“ gestrichen]

3.13

Messprobe

Prüfmenge

aus der Prüfungsprobe zur Prüfung/Analyse entnommene Menge, üblicherweise von bekannter Masse oder bekanntem Volumen

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

3.14

Prüfungsprobe

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

LOQ, en: limit of quantification

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

[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 Übliche Größen sind 31,5 mm, 45 mm oder 63 mm.
d_i	Innendurchmesser der Säule, in mm;
d_p	Dichte der Feststoffe, in kg/m^3 ;
E_i	freigesetzte Menge eines Stoffs, bezogen auf die Menge der zu analysierenden Probe in der Eluatfraktion i , in mg/kg Trockenmasse;
h	Höhe oder Schichtdicke des Bauwerks, in m;
k_c	Konstante, die die Geschwindigkeit der Freisetzung eines bestimmten Stoffs repräsentiert;
k_e	Anzahl der in der Prüfung gesammelten Eluate;
m_d	Trockenmasse der Messprobe, in g;
m_r	Masse der ungetrockneten Messprobe, in g;
m_w	Masse der (feuchten) Messprobe in der Säule, in g;
S_{cs}	Siebdurchmesser für die Vorbereitung (Zerkleinerung) von Prüfungsproben, um den Anteil an Überkorn der Probe zu verringern, damit diese für den Innendurchmesser der Säule passend ist, in mm;
t	Prüfdauer, in Tagen;

U_n	gemessene kumulative Freisetzung eines Stoffs bei einem kumulativen L/S -Verhältnis n , einschließlich der Fraktionen $i = 1$ bis n , in mg/kg Trockenmasse;
V_i	Volumen der Eluatfraktion i , in l;
V_L	lineare Geschwindigkeit des Elutionsmittels durch die leere Säule, in mm je Tag;
w_{dr}	Trockenrückstand des körnigen Abfallmaterials, in %;
Φ	Durchflussrate des Elutionsmittels, in ml je Stunde.

4.2 Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Abkürzungen.

DL	Nachweisgrenze (en: detection limit)
DOC	gelöster organischer Kohlenstoff (en: dissolved organic carbon)
EL	elektrische Leitfähigkeit
EOTA	Europäische Organisation für Technische Zulassungen (en: European Organisation for Technical Assessment)
ETA	Europäische Technische Bewertung (en: European Technical Assessment)
ETFE	Ethylen-Tetrafluorethylen
FEP	Fluorethylenpropylen
GLHC	Prüfverfahren für körnige Bauprodukte mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit (en: test method for granular products with low hydraulic conductivity)
HDPE	Polyethylen hoher Dichte (en: high-density polyethylene)
hEN	harmonisierte Europäische Norm (en: harmonized European Standard)
PAK	polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoff
PCTFE	Polychlortrifluorethylen
PT	Perkulationsprüfung (en: percolation test)
PTFE	Polytetrafluorethylen
RDS	regulierte gefährliche Stoffe (en: regulated dangerous substances)
TPH	Gesamtgehalt an Erdölkohlenwasserstoffen (en: total petroleum hydrocarbons)
WPK	Werkseigene Produktionskontrolle

5 Kurzbeschreibung

5.1 Allgemeine Grundsätze

Ausgangspunkt der in diesem Dokument beschriebenen Perkulationsprüfung ist die repräsentative Laborprobe. Die Methodik für die Gewinnung einer repräsentativen Laborprobe entspricht den in der Normenreihe EN 17087 und EN 15002 beschriebenen Verfahren unter Berücksichtigung der in EN 16637-1 enthaltenen Leitlinien.

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren, um die Freisetzung von Stoffen aus körnigen Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte, mit oder ohne Zerkleinerung auf eine maximale Korngröße, gepackt in eine Säule, die von einem Elutionsmittel durchströmt wird, zu bestimmen. Zur Annäherung an ein (lokales) Gleichgewicht wird zu Beginn der Prüfung eine Gleichgewichtseinstellung (Voräquilibration) durchgeführt. Die Größe der Säule hängt von der Menge des Eluats ab, die für die anschließende Analyse und Prüfung benötigt wird, und von der Größe der größten Partikel in der Messprobe. Es wird ein kontinuierlicher vertikaler Aufwärtsstrom verwendet, damit die Säule wassergesättigt ist. Die Prüfbedingungen, einschließlich der Durchflussrate des Elutionsmittels, ermöglichen es, aus den Ergebnissen Rückschlüsse zu ziehen, welche Stoffe

rasch ausgewaschen werden und welche unter dem Einfluss der Wechselwirkung mit der Matrix freigesetzt werden. Bei dem Verfahren handelt es sich um eine Auslaugprüfung bei einmaligem Durchfluss einer Säule. Es wird davon ausgegangen, dass sich (für anorganische Stoffe) während der Prüfung näherungsweise ein lokales Gleichgewicht zwischen dem körnigen Abfallmaterial und dem Elutionsmittel einstellt.

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

Das Eluat wird in Fraktionen gesammelt, die physikalisch und chemisch sowie gegebenenfalls ökotoxikologisch entsprechend vorhandener Normen charakterisiert werden. Die Ergebnisse der Prüfung werden in Abhängigkeit vom L/S -Verhältnis angegeben in mg der Stoffe, die kumulativ je kg körnigem Abfallmaterial freigesetzt werden, oder in mg des bestimmten Stoffs je Liter Eluat.

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren basiert auf den strengeren Prüfanforderungen an die Bestimmung der Freisetzung organischer Stoffe und/oder die anschließende ökotoxikologische Prüfung. Ist nur die Freisetzung anorganischer Stoffe zu messen, werden für einige Schritte des Verfahrens die Anforderungen an die technische Ausrüstung (z. B. an die Säule und das Leitungsmaterial, die Zentrifugation) in den maßgebenden Abschnitten festgelegt.

Das in diesem Dokument beschriebene Prüfverfahren stellt eine Übereinstimmungsprüfung dar, mit der die Einhaltung der gesetzlichen Grenzwerte überprüft wird. Die Säulenversickerungstests nach EN 14405 müssen für die grundlegende Charakterisierung von körnigen Abfallmaterialien angewendet werden. Die Säulenversickerungstests nach EN 16637-3 müssen für die grundlegende Charakterisierung von Bauprodukten angewendet werden.

5.2 Anzahl der Eluate

Zum Vergleich erfordert die Perkulationsprüfung die Analyse von sieben Eluaten zur Bestimmung der Freisetzung gefährlicher Stoffe bei einem L/S -Verhältnis von bis zu 10. Diese Ergebnisse werden für die Charakterisierung der körnigen Abfallmaterialien benötigt und ermöglichen die Bestimmung des Freisetzungsmechanismus nach Anhang E.

Für bestimmte Szenarien, die nicht der Charakterisierung dienen, kann es von Vorteil sein, Eluate zu kombinieren oder andere Prüfschemata anzuwenden, die auf dem in diesem Dokument beschriebenen Prüfverfahren beruhen. Beispiele für solche Szenarien sind:

- a) *Freisetzung bei einem bestimmten L/S -Verhältnis.* Wenn es ausreicht, die kumulative Freisetzung bei einem vorgegebenen L/S -Verhältnis, z. B. $L/S = 2$, zu kennen, kann die Prüfung nach der Sammlung der fünften Eluatfraktion beendet werden.
- b) *Werkseigene Produktionskontrolle.* Bei der WPK wird geprüft, ob das Produkt mit den zuvor festgelegten Charakteristiken übereinstimmt (Typprüfung). Es dürfen auch andere Prüfverfahren verwendet werden:
 - Bei der Prüfung nach der Norm reicht es aus, die Freisetzung für das angegebene L/S -Verhältnis zu prüfen und aufeinanderfolgende Eluate im Verhältnis zu den Volumina, z. B. L/S (0 bis 2) l/kg Trockenmasse oder L/S (0 bis 10) l/kg Trockenmasse, zu sammeln und zu kombinieren;
 - Nach einem alternativen (indirekten) Prüfverfahren darf die Freisetzung bei z. B. L/S (0 bis 0,5) l/kg Trockenmasse oder L/S (0 bis 1) l/kg Trockenmasse extrapoliert werden, um die Freisetzung nach L/S (0 bis 10) l/kg Trockenmasse oder einem anderen geeigneten L/S -Verhältnis vorherzusagen. Es dürfen auch andere Auslaugprüfungen verwendet werden.

Solange das angepasste Prüfschema auf dem Prüfschema dieses Dokuments beruht und die Prüfung nach diesem Dokument durchgeführt wird, ist die kumulative Freisetzung bei einem bestimmten L/S -Verhältnis gleich der kumulativen Freisetzung auf der Grundlage der Referenzprüfleistung. Die in Anhang E dieses Dokuments angegebenen Freisetzungsmechanismen können nicht bestimmt werden, wenn weniger als sieben Eluate analysiert werden.

6 Reagenzien

6.1 Allgemeines

Sofern nicht anders angegeben, werden ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit verwendet.

6.2 Elutionsmittel

Als Elutionsmittel werden demineralisiertes Wasser oder deionisiertes Wasser oder Wasser von gleichwertiger Reinheit mit einer Leitfähigkeit von mindestens $< 0,5 \text{ mS/m}$ verwendet.

Wenn die Freisetzung biologisch abbaubarer organischer Verbindungen untersucht wird, darf das Eluat möglicherweise mit einem Konservierungsmittel stabilisiert werden, um einen biologischen Abbau zu verhindern.

Bei ökotoxikologischen Prüfungen sind keine Konservierungsmittel zulässig.

6.3 Spüllösungen

Als Spüllösung werden Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, und ein organisches Lösemittel (z. B. Aceton) verwendet. Es wird sichergestellt, dass die Qualität 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

Säule aus Kunststoff oder Glas für anorganische Stoffe bzw. aus Glas oder nichtrostendem Stahl für organische Stoffe, mit einem Innendurchmesser d_i größer als 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 dienen eine Filterplatte, Glasperlen oder eine dünne Schicht aus Quarzsand mit Korngrößen im Bereich von 1,0 mm bis 2,5 mm dazu, einen ordnungsgemäßen Wasserdurchfluss über der gesamten Querabmessung der Säule sicherzustellen.

Filterplatten, Quarzsand (SiO_2 -Gehalt von mindestens 98 % Massenanteil) oder Glasperlen können gewaschen werden, dürfen aber beim Erhitzen, um etwaige adsorbierte organische Kontaminanten zu entfernen, nicht in Rotglut versetzt werden. Außerdem muss ihr Gehalt an Stoffen (d. h. Analyten), die zu erhöhten Verfahrensblindwerten führen könnten, niedrig sein.

ANMERKUNG 1 In einigen Fällen ist es zweckmäßig, zumindest im unteren Abschnitt ein Vorfilter anzubringen, um zu verhindern, dass das Material die Säule durch den Wassereinlasskanal verlässt.

Anhang C enthält eine bildliche Darstellung der Säule und der dazugehörigen Geräte.

Hochwertiges Glas wird in der Regel sowohl bei metallischen als auch bei organischen Kontaminanten als geeignet angesehen, insbesondere da der pH-Bereich, der üblicherweise bei Prüfungen von körnigen Abfallmaterialien abgedeckt wird, nicht dazu führt, dass das Glas selbst angegriffen wird. Für ökotoxikologische Prüfungen werden Eluate mit sowohl metallischen als auch organischen Kontaminanten benötigt, was die Notwendigkeit der Erzeugung integrierter Eluate unterstreicht.

ANMERKUNG 2 Üblicherweise ist Borosilicatglas geeignet, es sei denn, es soll Bor analysiert werden. Natriumglas kann den pH-Wert des Eluats verändern.

Falls organische Stoffe zu analysieren sind, muss sichergestellt werden, dass das Material keinen signifikanten störenden Einfluss auf die zu messenden Stoffe hat.

7.3 Packvorrichtung, Rammvorrichtung mit einem Gewicht von 125 g bei einer Säule mit einem Durchmesser von 50 mm und bis 500 g bei einer Säule mit einem Durchmesser ≥ 100 mm. Zwischengewichte sind anhand der Oberfläche linear zu interpolieren.

ANMERKUNG Es wird davon ausgegangen, dass der begrenzte Kontakt der Rammvorrichtung die Prüfergebnisse nicht beeinflusst.

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

Membranen müssen aus einem inerten Werkstoff bestehen und dürfen keine zu analysierenden Verbindungen absorbieren oder adsorbieren. Bei Eluaten, die auf organische Stoffe untersucht werden sollen, dürfen keine Filter verwendet werden.

7.5 Volumetrische Pumpe, mit einer einstellbaren Förderleistung, die geeignet ist, die in 9.4.3 angegebene Durchflussrate zu ermöglichen.

7.6 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von höchstens $0,1\ \text{g}$.

7.7 pH-Messgerät, mit einer Fehlergrenze von höchstens $0,05\ \text{pH-Einheiten}$.

7.8 Gerät zur Messung der elektrischen Leitfähigkeit, mit einer Fehlergrenze von höchstens $0,1\ \text{mS/m}$.

7.9 Schlauch- bzw. Rohrleitungsmaterial, inert und für die zu untersuchenden Stoffe geeignet. Falls nur organische Stoffe analysiert werden sollen, können in Kontakt mit dem Eluat Leitungen aus nichtrostendem Stahl oder Glas und FEP verwendet werden. Falls nur anorganische Stoffe analysiert werden, können Leitungen aus PE, PP, PTFE, ETFE, FEP oder ähnlichen Werkstoffen verwendet werden.

ANMERKUNG Beispiele für geeignete Leitungsmaterialien sind in EN ISO 5667-3 aufgeführt.

7.10 Eluatflaschen

Zur Sammlung des Eluats und Konservierung der Eluatproben werden hochwertige Glasflaschen mit einem geeigneten Volumen und einer Schraubkappe mit PTFE-, ETFE- oder PTFE-Einlage (nach EN ISO 5667-3) verwendet. Wenn nur anorganische Kontaminanten zu analysieren sind, können für die Flaschen alternative Werkstoffe, z. B. PE oder PP, gewählt werden.

ANMERKUNG Üblicherweise ist Borosilicatglas geeignet, es sei denn, es soll Bor analysiert werden. Natriumglas kann den pH-Wert des Eluats verändern.

7.11 Geräte für die Zerkleinerung

Backenbrecher oder Schneideeinrichtung. Die Zerkleinerungseinrichtung muss gründlich gereinigt werden, um eine Verschleppung von Verunreinigungen durch die vorherige Verwendung zu vermeiden.

ANMERKUNG Durch die Zerkleinerung kann die Probe in einem Ausmaß verunreinigt werden, das die Auslaugung einiger bedenklicher Bestandteile beeinträchtigt, z. B. Kobalt und Wolfram aus Wolframkarbid-Geräten oder Chrom, Nickel und Molybdän aus Geräten aus nichtrostendem Stahl.

7.12 Geräte für die Siebung (Trockensiebung), zum Beispiel Siebe mit einer Siebnennweite von $4\ \text{mm}$, $11,2\ \text{mm}$ und $22,4\ \text{mm}$.

7.13 Geräte für die Probenteilung

Zur Gewinnung von Teilproben aus der Laborprobe, z. B. Riffelteiler oder Teilungskreuz zum Kegeln und Vierteln (optional).

7.14 Redoxpotential-Messgerät (optional).

7.15 Trübungsmessgerät, wie in ISO 7027-1 [28] festgelegt.

7.16 Zentrifuge

Es wird eine Zentrifuge verwendet, die bei 20 000 *g* bis 30 000 *g* unter Verwendung von Zentrifugenröhrchen aus FEP oder Röhrchen aus einem alternativen Werkstoff, der hinsichtlich anorganischen wie organischen Stoffen inert und für eine Hochgeschwindigkeitszentrifugation geeignet ist, betrieben wird.

Wenn keine Hochgeschwindigkeitszentrifuge (Ultrazentrifuge) zur Verfügung steht, darf alternativ in Kombination mit einer verlängerten Zentrifugationsdauer 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 ein Kühlen erfolgen.

7.17 Filtration

Vakuumfiltrationsvorrichtung, 30 kPa bis 70 kPa, oder Druckfiltrationsvorrichtung ($\leq 0,5$ MPa).

8 Probenvorbereitung

8.1 Allgemeines

Die Probenvorbereitung muss die Herstellung der Prüfungsprobe aus der Laborprobe, die Herstellung einer Messprobe und die Bestimmung des Trockenrückstands der Prüfungsprobe einschließen.

Um eine repräsentative Laborprobe zu erhalten, muss die Probenahme nach den in der Normenreihe CEN/TR 15310 und EN 15002 beschriebenen Verfahren unter Berücksichtigung der in EN 16637-1 angegebenen Leitlinien erfolgen.

ANMERKUNG Wie bei einem Akkreditierungsverfahren üblich, berichtet das Prüflabor nur dann über die Probenahme, wenn es diese selbst durchführt, um die Laborprobe herzustellen.

8.2 Herstellung der Prüfungsprobe

8.2.1 Grundsätze

Es muss eine Laborprobe erhalten werden, deren Mindestmenge von der maximalen Korngröße des körnigen Abfallmaterials, vom gewählten Säulendurchmesser und von der Anzahl der durchzuführenden Prüfungen abhängt. Die Laborprobe muss verschlossen gelagert und unter solchen Bedingungen aufbewahrt werden, dass jegliche Veränderung der Probe vermieden wird.

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

Ein Zerkleinern des körnigen Abfallmaterials darf nicht weiter als unbedingt nötig erfolgen, um die Auswirkungen auf die Abfalleigenschaften gering zu halten; d. h. ein Zerkleinern ist nur bei einem Überkornanteil größer als S_{cs} (siehe Tabelle 1) oder zum Auffüllen fehlender Feinanteile unter 4 mm erforderlich.

Mindestens 45 % Massenanteil der Prüfungsprobe müssen eine Korngröße < 4 mm aufweisen. Wenn die Korngrößenverteilung der Laborprobe bereits 100 % Massenanteil Partikel $< S_{cs}$ (siehe Tabelle 1) enthält und mindestens 45 % Massenanteil der Partikel < 4 mm sind, ist kein weiteres Zerkleinern oder Sieben zulässig.

Die Wahl der Säulenquerabmessung hängt von der maximalen Korngröße der zu prüfenden Feststoffe (S_{CS}) ab.

ANMERKUNG Die Wahl der Säulenquerabmessung kann außerdem von der im Labor zur Verfügung stehenden technischen Ausrüstung, von der Masse der Laborprobe oder von der Eluatmenge, die für die chemische Analyse oder die ökotoxikologische Prüfung benötigt wird, abhängen.

Während der Probenvorbereitung darf kein Anteil der Laborprobe verworfen werden.

8.2.2 Anwendungsregeln

Um die in 8.2.1 angegebenen Grundsätze zu erfüllen, muss beim Vorbereiten der Prüfungsprobe wie folgt schrittweise vorgegangen werden:

- Wenn die Laborprobe bereits 100 % Massenanteil an Partikeln $< S_{CS}$ (siehe Tabelle 1) enthält und mindestens 45 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm sind, ist kein weiteres Zerkleinern oder Sieben zulässig (ein Beispiel dafür ist in Anhang B gegeben).
- Wenn die Laborprobe einen Überkornanteil größer als S_{CS} enthält, wird dieser Anteil behutsam zerkleinert, um eine Prüfungsprobe zu erhalten, bei der alle Partikel $\leq S_{CS}$ sind (Ergebnis: Prüfungsprobe mit einer maximalen Korngröße, die sich für die gewählte Säulengröße eignet).
- Die Brecherbacken sollten so eingestellt werden, dass große Anteile von Partikeln < 4 mm vermieden werden.
- Wenn Anzahl und Größe der Messproben dies erlauben, darf das weitere Verfahren an einer repräsentativen Teilprobe durchgeführt werden (siehe EN 932-1, EN 15002 und EN 16179).
- Durch Sieben mit einem 4-mm-Sieb wird geprüft, ob die Prüfungsprobe einen Anteil an Partikeln < 4 mm enthält, der 45 % Massenanteil übersteigt. Wenn diese Voraussetzung erfüllt ist, ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden.
- Wenn die Prüfungsprobe nach Schritt d) nicht mindestens 45 % Massenanteil enthält, der das 4-mm-Sieb passiert, so wird ein ausreichender und repräsentativer Anteil von $4/S_{CS}$ mm (ein Beispiel dafür ist in Anhang B gegeben) behutsam so weit zerkleinert, dass nach dem Zerkleinern die vollständig vorbereitete (wieder vereinigte) Korngrößenverteilung zwischen 45 % Massenanteil und 55 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm enthält. Wenn diese Voraussetzung erfüllt ist, ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden.

Tabelle 1 — Säulengröße und entsprechender Siebdurchmesser S_{CS}

Innendurchmesser der Säule d mm	Siebdurchmesser für die Vorbereitung (Zerkleinerung) von Prüfungsproben, um den Anteil des Überkorns der Probe zu verringern, damit das Produkt für den Innendurchmesser der Säule passend ist S_{CS} mm
50 bis 100	16
70 bis 100	22,4
$d \geq 100$ und $d \geq 3D_{\max}$	$D_{\max}^a$
^a Wenn die Probe mindestens 45 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm enthält, ist kein Zerkleinern zulässig. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, wird S_{CS} auf 22,4 mm festgesetzt.	

Die Korngrößenverteilung des körnigen Abfallmaterials sollte, falls verfügbar, im Prüfbericht angegeben werden. Für die Prüfungsprobe müssen die maximale Korngröße und der prozentuale Anteil der Partikel < 4 mm angegeben werden.

8.3 Messprobe

Von der Prüfungsprobe müssen mindestens drei Messproben genommen werden (eine für die Bestimmung des Trockenrückstands und eine für die Perkulationsprüfung an sich). Von den Messproben müssen in Übereinstimmung mit 8.5 Teilproben genommen werden.

Eine Messprobe muss in Reserve gehalten werden, um im Bedarfsfall eine Wiederholung zu ermöglichen.

ANMERKUNG Häufig wird die doppelte oder dreifache Durchführung einer Prüfung als gute Praxis angesehen (was zusätzliche Messproben erfordern würde), insbesondere wenn eine inhärente Heterogenität des Prüfmaterials zu erwarten ist.

Die Menge der Messprobe für die Säule ist vom Durchmesser der Säule, von der Füllhöhe, der Dichte des körnigen Abfallmaterials und dem Hohlraumanteil der Füllung abhängig.

8.4 Trocknung

Wenn die Probe aufgrund ihres Feuchtegehalts nicht gesiebt oder zerkleinert werden kann, darf sie getrocknet werden, allerdings nicht weiter, als für die Herstellung der Prüfungsprobe notwendig ist. Gefriertrocknen oder Trocknen bei Raumtemperatur ist einem Trocknen im Trockenschrank vorzuziehen. Die Trocknungstemperatur darf 40 °C nicht überschreiten.

ANMERKUNG Trocknen könnte die Eigenschaften der Probe verändern (z. B. Oxidation und/oder Carbonatisierung). Durch Trocknen in inerter Atmosphäre könnte eine Veränderung der Probeneigenschaften vermieden werden. Leitlinien für das Trocknen von Proben sind in EN 15002 und EN 16179 [8] enthalten.

8.5 Probenteilung

Um die Probe zu teilen und Teilproben herzustellen, muss ein Probenteiler (7.13) verwendet werden oder es muss ein Kegeln und Vierteln erfolgen.

ANMERKUNG Leitlinien für die Herstellung von Teilproben bzw. Probenteilung sind in EN 15002, EN 16179 [8] und EN 932-1 [9] enthalten.

8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen

Das Sieben von Proben in mehrere Korngrößen-Fraktionen muss durch ausschließliches Trockensieben, und zwar nach EN 933-1, erfolgen.

8.7 Korngrößenreduzierung

Wenn Überkorn zu zerkleinern ist, muss der gesamte Überkornanteil mit einer Zerkleinerungseinrichtung (7.11) so weit zerkleinert werden, dass die Körner kleiner sind als die für die Messprobe erforderliche maximale Korngröße (S_{cs}). Das Zerkleinern darf nicht weiter als für die Probenvorbereitung erforderlich erfolgen. Erwärmung, Staubverlust und Verunreinigungen durch die technische Ausrüstung 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 werden, und Gewicht und Art dieses Materials müssen aufgezeichnet werden.

ANMERKUNG Kunststoff- oder bitumenhaltige Proben könnten nach einer Tieftemperaturbehandlung zerkleinert werden. Leitlinien für die Verringerung der Korngröße sind in EN 15002 und EN 16179 [8] enthalten.

9 Prüfverfahren

9.1 Temperatur

Die Perkulationsprüfung muss bei einer Temperatur zwischen 19 °C und 25 °C durchgeführt werden.