

**DIN EN 16637-2**

ICS 91.100.01

**Entwurf**

Einsprüche bis 2021-04-05  
 Vorgesehen als Ersatz für  
 DIN CEN/TS 16637-2  
 (DIN SPEC 18046-2):2014-11

**Bauprodukte –  
 Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen –  
 Teil 2: Horizontale dynamische Oberflächenauslaugprüfung;  
 Deutsche und Englische Fassung prEN 16637-2:2021**

Construction products –  
 Assessment of release of dangerous substances –  
 Part 2: Horizontal dynamic surface leaching test;  
 German and English version prEN 16637-2:2021

Produits de construction –  
 Evaluation de l'émission de substances dangereuses –  
 Partie 2: Essais horizontaux et dynamiques de la lixivation des surfaces;  
 Version allemande et anglaise prEN 16637-2:2021

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-02-05 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nabau@din.de](mailto:nabau@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 155 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

## **Nationales Vorwort**

Dieses Dokument (prEN 16637-2:2021) 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).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

## **Änderungen**

Gegenüber DIN CEN/TS 16637-2 (DIN SPEC 18046-2):2014-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Überführung der Technischen Spezifikation in eine Europäische Norm (siehe Abschnitt 12 und Anhang E);
- b) Ergänzung von Anforderungen bezüglich der Anzahl der Eluate (siehe 5.2);
- c) Ergänzung von Anforderungen zur Bestimmung der geometrischen Oberfläche von Probestücken, die dünner als 40 mm sind (siehe 8.3.3);
- d) Ergänzung von Informationen zur Bestimmung der geometrischen Oberfläche von ungleichförmigen Probestücken (siehe Anhang F);
- e) Aktualisierung der normativen und informativen Querverweise;
- f) redaktionelle Überarbeitung der Norm.

|                  |                                                                                                                                                                |
|------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <i>Titel de:</i> | Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen —<br>Teil 2: Horizontale dynamische Oberflächenauslaugprüfung                                 |
| <i>Titel en:</i> | Construction products — Assessment of release of dangerous substances —<br>Part 2: Horizontal dynamic surface leaching test                                    |
| <i>Titel fr:</i> | Produits de construction — Evaluation de l'émission de substances<br>dangereuses — Partie 2: Essais horizontaux et dynamiques de la lixivation<br>des surfaces |

## Inhalt

|                                                                                                                                   | Seite |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                                                                        | 4     |
| Einleitung .....                                                                                                                  | 5     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                                         | 7     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                                                    | 8     |
| 3 Begriffe .....                                                                                                                  | 8     |
| 4 Symbole und Abkürzungen .....                                                                                                   | 13    |
| 4.1 Symbole .....                                                                                                                 | 13    |
| 4.2 Abkürzungen .....                                                                                                             | 13    |
| 5 Kurzbeschreibung .....                                                                                                          | 14    |
| 5.1 Allgemeines Prinzip .....                                                                                                     | 14    |
| 5.2 Anzahl der Eluate .....                                                                                                       | 15    |
| 6 Reagenzien .....                                                                                                                | 16    |
| 6.1 Allgemeines .....                                                                                                             | 16    |
| 6.2 Auslaugungsmittel .....                                                                                                       | 16    |
| 6.3 Spüllösungen .....                                                                                                            | 16    |
| 7 Geräte .....                                                                                                                    | 16    |
| 8 Probenvorbereitung .....                                                                                                        | 18    |
| 8.1 Festlegungen zur Laborprobe .....                                                                                             | 18    |
| 8.2 Festlegungen zur Untersuchungsprobe und Prüfmenge .....                                                                       | 18    |
| 8.3 Bestimmung der geometrischen Oberfläche .....                                                                                 | 19    |
| 8.3.1 Allgemeines .....                                                                                                           | 19    |
| 8.3.2 Regelmäßige Probestücke .....                                                                                               | 19    |
| 8.3.3 Probestücke, die dünner als 40 mm sind, wie etwa bahnenartige Produkte mit einer<br>regelmäßigen geometrischen Fläche ..... | 20    |
| 8.3.4 Probestücke mit teilweise unregelmäßigen Seitenflächen .....                                                                | 20    |
| 8.3.5 Unregelmäßige Probestücke ohne regelmäßige Seiten .....                                                                     | 21    |
| 9 Durchführung .....                                                                                                              | 21    |
| 9.1 Prüfbedingungen .....                                                                                                         | 21    |
| 9.2 Schritt 1 des Auslaugverfahrens .....                                                                                         | 21    |
| 9.3 Schritte 2 bis 8 des Auslaugverfahrens .....                                                                                  | 23    |
| 9.4 Messung des Masseverlustes .....                                                                                              | 24    |
| 9.5 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse und Analyseschritte .....                                                     | 24    |
| 9.6 Blindprobe .....                                                                                                              | 25    |
| 10 Beurteilung der Messergebnisse .....                                                                                           | 25    |
| 10.1 Ausdruck der Ergebnisse in Konzentrationen .....                                                                             | 25    |
| 10.2 Angabe der Ergebnisse als flächenbezogene Freisetzung .....                                                                  | 25    |
| 10.3 Berechnung des Freisetzungsmechanismus .....                                                                                 | 27    |
| 10.4 Berechnung des Masseverlustes .....                                                                                          | 27    |
| 11 Dokumentation und Prüfbericht .....                                                                                            | 27    |
| 12 Durchführung der Prüfung .....                                                                                                 | 29    |
| 13 Indirekte Verfahren .....                                                                                                      | 29    |

|                                                                                                                      |                                                                          |           |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>13.1</b>                                                                                                          | <b>Definition.....</b>                                                   | <b>29</b> |
| <b>13.2</b>                                                                                                          | <b>Festlegungen .....</b>                                                | <b>29</b> |
| <b>13.3</b>                                                                                                          | <b>Beispiele für „indirekte“ Verfahren.....</b>                          | <b>30</b> |
| <b>Anhang A (informativ) Verfahren für körnige Bauprodukte mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit (GLHC).....</b> |                                                                          | <b>31</b> |
| <b>A.1</b>                                                                                                           | <b>Anwendungsbereich.....</b>                                            | <b>31</b> |
| <b>A.2</b>                                                                                                           | <b>Begriffe und Abkürzungen .....</b>                                    | <b>31</b> |
| <b>A.3</b>                                                                                                           | <b>Kurzbeschreibung.....</b>                                             | <b>31</b> |
| <b>A.4</b>                                                                                                           | <b>Geräte.....</b>                                                       | <b>31</b> |
| <b>A.5</b>                                                                                                           | <b>Probenahme .....</b>                                                  | <b>33</b> |
| <b>A.6</b>                                                                                                           | <b>Durchführung .....</b>                                                | <b>34</b> |
| <b>A.7</b>                                                                                                           | <b>Datenbehandlung und Bericht .....</b>                                 | <b>37</b> |
| <b>Anhang B (informativ) Bewertung von Freisetzungsmechanismen (sofern gefordert) .....</b>                          |                                                                          | <b>38</b> |
| <b>B.1</b>                                                                                                           | <b>Übersicht über die Freisetzungsmechanismen.....</b>                   | <b>38</b> |
| <b>B.2</b>                                                                                                           | <b>Verfahren zur Identifizierung des Freisetzungsmechanismus .....</b>   | <b>39</b> |
| <b>B.3</b>                                                                                                           | <b>Nahe bei der Quantifizierungsgrenze liegende Konzentrationen.....</b> | <b>40</b> |
| <b>B.4</b>                                                                                                           | <b>Diffusionsgesteuerte Freisetzung eines Stoffs.....</b>                | <b>42</b> |
| <b>B.5</b>                                                                                                           | <b>Lösungsgesteuerte Freisetzung eines Stoffs.....</b>                   | <b>44</b> |
| <b>B.6</b>                                                                                                           | <b>Sonstige Freisetzungsmechanismen .....</b>                            | <b>45</b> |
| <b>B.7</b>                                                                                                           | <b>Berechnung der Freisetzung.....</b>                                   | <b>47</b> |
| <b>B.8</b>                                                                                                           | <b>Beispiele .....</b>                                                   | <b>49</b> |
| <b>B.9</b>                                                                                                           | <b>Auswertung verkürzter DSL-Prüfungen für die WPK .....</b>             | <b>64</b> |
| <b>Anhang C (informativ) Beispiele für die Prüfanordnung zur (DSL) Prüfung von Bauprodukten.....</b>                 |                                                                          | <b>67</b> |
| <b>Anhang D (informativ) Beispiele für Daten über das L/A-Verhältnis .....</b>                                       |                                                                          | <b>68</b> |
| <b>Anhang E (informativ) Zusammenfassung der kumulativen Ergebnisse prEN 16637-2 (64 Tage).....</b>                  |                                                                          | <b>69</b> |
| <b>E.1</b>                                                                                                           | <b>Wiederholpräzisions- und Vergleichspräzisionsgrenzen .....</b>        | <b>69</b> |
| <b>E.2</b>                                                                                                           | <b>Anorganische Stoffe .....</b>                                         | <b>70</b> |
| <b>E.3</b>                                                                                                           | <b>Organische Stoffe.....</b>                                            | <b>74</b> |
| <b>Anhang F (informativ) Unsicherheit bei der Messung von Oberflächen mit dem Aluminiumfolienverfahren.....</b>      |                                                                          | <b>76</b> |
| <b>Literaturhinweise.....</b>                                                                                        |                                                                          | <b>78</b> |

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16637-2:2021) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte – Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird CEN/TS 16637-2:2014 ersetzen.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Überführung einer technischen Spezifikation in eine Europäische Norm (siehe Abschnitt 12 und Anhang E);
- Hinzufügung von Anforderungen an die Anzahl an Eluaten (siehe 5.2);
- Hinzufügung von Anforderungen an die Bestimmung der geometrischen Oberfläche für Probestücke, die dünner als 40 mm sind (siehe 8.3.3);
- Hinzufügung von Informationen über die Bestimmung der geometrischen Oberfläche unregelmäßiger Probestücke (siehe Anhang F);
- Aktualisierung der normativen und informativen Querverweisungen.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Mandats erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben.

Dieses Dokument wurde auf der Grundlage von CEN/TS 15863 [2] erarbeitet, die auf NEN 7375 [3] beruht.

Dieses Dokument legt eine dynamische Oberflächenauslaugprüfung fest, welche der Bestimmung der oberflächenabhängigen Freisetzung von Stoffen aus einem monolithischen, platten- oder bahnenartigen Bauprodukt oder körnigen Bauprodukten mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit unter standardisierten Bedingungen dient.

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

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

prEN 16637-1 behandelt die Bestimmung und Verwendung von Prüfverfahren für das Auslaugen von Bauprodukten unter Berücksichtigung spezifischer Situationen. prEN 16637-3 legt eine Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Bestimmung des Auslaugverhaltens körniger Bauprodukte unter genormten Perkulationsbedingungen fest.

Hintergrundinformationen zur Charakterisierung des Auslaugverhaltens von Bauprodukten können den Technischen Berichten der CEN/TC 351 (d. h. CEN/TR 16098 [4] und CEN/TR 16496 [5]) entnommen werden.

## Einleitung

Die Europäischen Normen prEN 16637-1, prEN 16637-2 und prEN 16637-3 wurden entwickelt, um die Freisetzung regulierter gefährlicher Stoffe [en: regulated dangerous substances (RDS)] aus Bauprodukten in den Boden, Oberflächenwasser und Grundwasser im Rahmen des Mandats M/366 zu bewerten. Mit den unter Mandat M/366 entwickelten horizontalen Prüfverfahren soll die Übereinstimmung mit notifizierten Vorschriften gezeigt werden. Die Prüfungen decken die Freisetzung von Stoffen aus Bauprodukten ab, insbesondere derjenigen Stoffe, die in notifizierten Vorschriften in einem oder mehreren EU-Mitgliedstaat(en) geregelt sind.

prEN 16637-1 beschreibt, wie die Technischen Produktkomitees des CEN und die EOTA-Fachleute die geeignete Auslaugprüfung für die Bestimmung der Freisetzung von RDS aus Bauprodukten in den Boden, das Oberflächenwasser und das Grundwasser bestimmen sollten. prEN 16637-1 liefert den Technischen Produktkomitees des CEN Hintergrundinformationen zu den folgenden Aspekten:

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

prEN 16637-2 legt eine horizontale Prüfung zur Bewertung der oberflächenabhängigen Freisetzung aus monolithischen, platten- oder bahnenartigen Bauprodukten fest (Tankprüfung).

prEN 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 werkseigene Produktionskontrolle (en: factory production control (FPC))] verwendet werden und sind die Referenzprüfungen für die bestimmungsgemäßen Gebrauche und Bedingungen nach prEN 16637-1. 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 es, 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 Bewertung und Verifizierung der Leistungskonstanz zu ermöglichen.

Dieses Dokument behandelt keine Bewertung der Auswirkung. Da die in dem Dokument beschriebenen Prüfverfahren im Kontext mit der Abschätzung von Auswirkungen verwendet werden dürfen und die Vorschrift auf Abschätzungen von Auswirkungen basiert, enthält prEN 16637-1:—<sup>1</sup> eine Anleitung zu diesem Thema in Anhang A (informativ).

Zusätzlich zu vorhandenen Validierungsergebnissen von 2011 hat CEN/TC 351 mit einem umfangreichen Forschungsprogramm zur Robustheitsvalidierung der bestehenden Tank-Auslaug- und -Perkulationsprüfungen begonnen. Diese wurde von einem Konsortium aus 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 [6] 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 umgesetzt. Die Durchführung von Auslaugprüfungen hinsichtlich der Wiederholpräzision und Vergleichspräzision wurde aus einem zweiten Validierungsschritt abgeleitet und entsprechende Daten [7] [8] sind in diesem Dokument und in prEN 16637-3:—<sup>2</sup> enthalten.

## 1 Anwendungsbereich

(1) Dieses Dokument legt eine dynamische Oberflächenauslaugprüfung (DSL<sup>T</sup>) fest, welche der Bestimmung der Freisetzung von anorganischen und/oder nichtflüchtigen organischen Stoffen je Flächeneinheit aus einem monolithischen, platten- oder bahnenartigen Produkt in Abhängigkeit von der Zeit dient, wenn diese Bauprodukte mit einer wässrigen Lösung (Auslaugmittel) in Berührung kommen. Das Prüfverfahren ist für Stoffe, die unter Umgebungsbedingungen flüchtig sind, nicht geeignet.

(2) Diese Prüfung ist eine parameterspezifische Prüfung, die auf die Identifizierung und Festlegung von parameterspezifischen Eigenschaften, die unter festgelegten Bedingungen geprüft werden, gerichtet ist. Sie hat nicht zum Ziel, reale Situationen nachzubilden. Die Anwendung der Ergebnisse auf spezifische Bedingungen der vorgesehenen Verwendung kann mittels Modellierung erfolgen (nicht in diesem Dokument enthalten).

(3) Das Prüfverfahren gilt für mehr oder weniger regelmäßig geformte Prüfmengen, die aus monolithischen Probestücken mit Mindestabmessungen von 40 mm in allen Richtungen bestehen [Volumen > 64 000 mm<sup>3</sup> (64 cm<sup>3</sup>)]. Es gilt ebenso für platten- oder bahnenartige Produkte mit dem Auslaugmittel ausgesetzten Oberflächen von mindestens 10 000 mm<sup>2</sup> (100 cm<sup>2</sup>). Produkte, die zur Ableitung von Wasser entwickelt wurden (z. B. Traufenfaster, Porenasphalt), sowie monolithische körnige Produkte nach prEN 16637-1:—<sup>1</sup>, Tabelle 1, sind ebenfalls mit diesem Prüfverfahren zu prüfen. Bei allen zu prüfenden Produkten wird davon ausgegangen, dass sie über einen für die betrachtete vorgesehene Verwendung maßgeblichen Zeitrahmen unversehrt bleiben.

(4) Die Modifikation für körnige Bauprodukte mit geringer Durchlässigkeit (Anhang A) gilt für körnige Partikel mit einem so geringen Wasserleitvermögen zwischen den Körnern, dass die Perkolation in Perkulationsprüfungen und in der Praxis nahezu unmöglich ist.

(5) Metalle, metallische Beschichtungen und organische Beschichtungen auf Metallen sind vom Anwendungsbereich dieses Dokuments ausgenommen, da die Grundsätze dieser Prüfung (Diffusion) von diesen Produkten nicht befolgt werden. Ein Leitfaden über die Notwendigkeit der Prüfung dieser Produkte steht zur Diskussion.

(6) Bei einigen Beschichtungen (z. B. einige Putze mit organischen Bindemitteln nach EN 15824 [9]), die zeitweilig mit Wasser in Berührung kommen, könnten physikalische und chemische Eigenschaften zu dauerhaftem Kontakt mit Wasser geändert werden. Für diese Produkte ist dieses Dokument nicht geeignet.

(7) Eine Anleitung zur Anwendbarkeit des Prüfverfahrens für ein bestimmtes Produkt ist in prEN 16637-1 enthalten.

**ANMERKUNG 1** Dieses Prüfverfahren ist nur dann anwendbar, wenn das Produkt chemisch beständig ist und die Matrix sich nicht auflöst. Bei Bauprodukten, die bei ihrer Verwendung möglicherweise mit Wasser in Berührung kommen, ist das üblicherweise nicht der Fall, da solche Bauprodukte als maßbeständig gelten. Wenn ein Produkt bei seiner vorgesehenen Verwendung im beträchtlichen Maße abnutzt, kann die Prüfung keine angemessenen Informationen liefern. Wenn das Produkt eine erhebliche Menge wasserlöslicher Verbindungen enthält, z. B. Gips oder Anhydrit, ist eine (teilweise) Auflösung der Matrix möglich, was zu einer maßlichen Unbeständigkeit des Probestücks führt. In diesem Fall kann die Prüfnorm ebenfalls nicht angewendet werden.

**ANMERKUNG 2** Flüchtige organische Stoffe schließen die in Gemischen wie z. B. Mineralöl enthaltenen Stoffe mit geringem Molekulargewicht ein.

**ANMERKUNG 3** Es ist nicht immer möglich, die Prüfbedingungen für anorganische und organische Stoffe gleichzeitig zu optimieren. Optimale Prüfbedingungen können darüber hinaus je nach organischer Stoffgruppe variieren. Die Prüfanforderungen an organische Stoffe sind im Allgemeinen strenger als bei anorganischen Stoffen. Die für die Messung der Freisetzung organischer Stoffe geeigneten Prüfbedingungen sind grundsätzlich auch für anorganische Stoffe anwendbar.

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

prEN 16637-1:—<sup>1</sup>, *Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Teil 1: Leitfaden für die Festlegung von Auslaugprüfungen und zusätzlichen Prüfschritten*

EN 17087, *Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe zur Prüfung der Freisetzung und zur Gehaltsanalyse*

CEN/TS 17195, *Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Analyse von anorganischen Stoffen in Eluaten*

EN ISO 3696:1995, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

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:

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

### 3.1

#### **Eluat**

Lösung, die durch eine Auslaugprüfung erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.2.7]

### 3.2

#### **Laborprobe**

Probe oder Teilprobe(n), die dem Laboratorium zugesendet wird (werden) oder bei diesem eingeht (eingehen)

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

---

<sup>1</sup> In Vorbereitung. Stufe zum Zeitpunkt der Veröffentlichung: prEN 16637-1:2021.

Untersuchungsprobe. Eine Prüfmenge wird zur Durchführung der Prüfung oder zur Analyse aus der Versuchsprobe entnommen.

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

[QUELLE: IUPAC 1990 [11], 2.5.5]

### 3.3

#### **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 16687:2015 [10], 4.2.6]

### 3.4

#### **Auslaugverhalten**

Elutionsverhalten

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 16687:2015 [10], 4.2.9]

### 3.5

#### **Freisetzungsmechanismus**

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei monolithischen Produkten sind die hauptsächlichen Freisetzungsmechanismen die Diffusion von Stoffen, die Löslichkeit von Stoffen, das anfängliche Abwaschen von der Oberfläche und/oder die Auflösung der Matrix. Zusätzliche Faktoren wie der pH-Wert oder der DOC beeinflussen ebenfalls den Freisetzungsmechanismus.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Freisetzungsmechanismus jedes Stoffes kann aus den Ergebnissen der Freisetzungsprüfungen (Tank-Auslaugprüfung, Perkulationsprüfung) 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 16687:2015 [10], 4.2.17]

### 3.6

#### **Verhältnis von Flüssigkeit zu Oberfläche**

$L/A$

Verhältnis zwischen dem Volumen der Flüssigkeit ( $L$ ) und der exponierten Oberfläche ( $A$ ) der Prüfmenge, mit der sie in einem bestimmten Abschnitt der Prüfung in Kontakt ist

Anmerkung 1 zum Begriff:  $L/A$  wird ausgedrückt in  $l/m^2$ .

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.2.12]

### 3.7

#### **monolithisches Produkt**

Produkt, das über bestimmte Mindestabmessungen sowie über physikalische und mechanische Eigenschaften verfügt, die seine Unversehrtheit über einen bestimmten Zeitraum unter den bestimmungsgemäßen Verwendungsbedingungen sicherstellen

Anmerkung 1 zum Begriff: Monolithische Produkte werden üblicherweise durch eine dynamische Oberflächenauslaugprüfung geprüft.

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 2.2.4]

### 3.8

#### **plattenartiges Produkt**

Produkt, das als halbsteife oder steife Platte über bestimmte Mindestabmessungen sowie physikalische und mechanische Eigenschaften verfügt, die seine Unversehrtheit über einen bestimmten Zeitraum unter den bestimmungsgemäßen Verwendungsbedingungen sicherstellen

Anmerkung 1 zum Begriff: Plattenartige Produkte werden üblicherweise durch eine dynamische Oberflächenauslaugprüfung geprüft.

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 2.2.5]

### 3.9

#### **Freisetzung**

Emission

<Auslaugung> Freisetzung von chemischen Stoffen (z. B. nichtflüchtige 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, in das Oberflächen- oder Grundwasser kann als flächenbezogene Freisetzung (Tank-Auslaugprüfung, z. B.  $\text{mg}/\text{m}^2$ ) oder als massenbezogene Freisetzung (Perkulationsprüfung, z. B.  $\text{mg}/\text{kg}$ ) ausgedrückt werden.

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 Stoffe in Boden oder Wasser verwendet.

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.2.15]

### 3.10

#### **Freisetzungsrates**

produktspezifische Rate, welche die Masse eines Stoffs angibt, der von einem Produkt in einem bestimmten Zeitintervall bei einer Auslaugprüfung im Labor freigesetzt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Freisetzungsrates wird ausgedrückt in  $(\text{mg}/\text{m}^2)/\text{d}$  (Tank-Auslaugprüfung) oder in  $(\text{mg}/\text{kg})/\text{d}$  (Perkulationsprüfung). Die flächenbezogene Freisetzungsrates wird auch als „Flux“ bezeichnet.

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.2.18]

### 3.11

#### **Zeitplan zur Erneuerung des Elutionsmittels**

Auswahl der Zeitintervalle, nach welchen das Elutionsmittel erneuert wird

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.2.10]

### 3.12

#### **Probe**

Teil eines Materials aus einer größeren Menge dieses Materials

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

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Begriff „Probe“ wird oft mit einer Vorsilbe 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: IUPAC 1990 [11], 2.1.1]

### 3.13

#### **bahnenartiges Produkt**

Produkt, das als biegsame oder halbbiegsame Folie über bestimmte Mindestabmessungen sowie über physikalische und mechanische Eigenschaften verfügt, die seine Unversehrtheit über einen bestimmten Zeitraum unter den bestimmungsgemäßen Verwendungsbedingungen sicherstellen

Anmerkung 1 zum Begriff: Bahnenartige Produkte werden üblicherweise durch eine dynamische Oberflächenauslaugprüfung geprüft.

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 2.2.6]

### 3.14

#### **Probestück**

einzelnes monolithisches, platten- oder bahnenartiges Stück als Teil der Prüfmenge

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 3.2.5]

### 3.15

#### **Prüfmenge**

Untersuchungsmenge

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Prüfmenge kann aus mehr als einem Teil bestehen.

[QUELLE: IUPAC 1990 [11], 2.5.7]

### 3.16

#### **Untersuchungsprobe**

Analyseprobe

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

[QUELLE: IUPAC 1990 [11], 2.5.6]

### 3.17

#### **exponierte Oberfläche**

A

<Auslaugung> Teil der Gesamtoberfläche der Prüfmenge, die dem Elutionsmittel ausgesetzt ist

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.2.11]

### 3.18

#### **verdichtetes körniges Produkt**

körniges Produkt, das aufgrund sehr kleiner Poren zwischen den Partikeln nur eine geringe Durchlässigkeit besitzt

Anmerkung 1 zum Begriff: Verdichtete körnige Produkte werden üblicherweise durch ein Prüfverfahren für körnige Bauprodukte mit geringer hydraulischer Leitfähigkeit geprüft, da die Perkulationsprüfung aufgrund der geringen Durchlässigkeit des Produkts hier nicht anwendbar ist.

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 2.2.2]

### 3.19

#### **monolithisches körniges Produkt**

körniges Produkt mit spezifischen Anforderungen an die Verteilung der Korngröße, das in einer dynamischen Oberflächenauslaugprüfung (DSLIT) geprüft wird

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 2.2.3]

### 3.20

#### **Prüfverfahren für körnige Bauprodukte mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit**

**GLHC**, en: test method for granular construction products with low hydraulic conductivity

Verfahren zur Auslaugprüfung, bei dem eine festgelegte Oberfläche eines körnigen Bauproduktes mit geringer Durchlässigkeit einem Elutionsmittel ausgesetzt wird, das in aufeinanderfolgenden Zeitintervallen erneuert wird

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.2.3]

### 3.21

#### **dynamische Oberflächenauslaugprüfung**

**DSLIT**, en: dynamic surface leaching test

Verfahren zur Auslaugprüfung, bei dem ein monolithisches, bahnen- oder plattenartiges Produkt in ein Elutionsmittel getaucht wird, das in aufeinanderfolgenden Zeitintervallen erneuert wird

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.2.2]

### 3.22

#### **Bestimmungsgrenze**

**BG**

niedrigster Wert eines Analyten (Bestimmungsgröße), der mit akzeptabler Richtigkeit und Präzision bestimmt werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Die BG ist die niedrigste Konzentration eines Analyten, die innerhalb der Sicherheitsgrenzen nach Wiederholmessungen quantifiziert werden kann. Als „Faustregel“ wird üblicherweise das Dreifache der Nachweisgrenze des Analyseverfahrens verwendet.

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.1.14]

### 3.23

#### **Nachweisgrenze der Methode**

**MDL**

niedrigste Konzentration eines Analyten, die mit einem konkreten analytischen Verfahren einschließlich Probenzubereitung mit einer definierten statistischen Wahrscheinlichkeit nachgewiesen werden kann

[QUELLE: EN 16687:2015 [10], 4.1.12]

## 4 Symbole und Abkürzungen

### 4.1 Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments wurden die folgenden Symbole verwendet:

|       |                                                                                                                               |
|-------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $A$   | geometrische Fläche der Prüfmenge, beanspruchte Oberfläche des Probestücks/der Probestücke in $m^2$ ;                         |
| $c_i$ | Konzentration des Stoffs im Eluat $i$ , in $\mu g/l$ ;                                                                        |
| $L$   | Volumen der Flüssigkeit in Kontakt mit der Prüfmenge, in $l$ ;                                                                |
| $m_a$ | Masseverlust, in $g/m^2$ ;                                                                                                    |
| $m_s$ | Masse des Feststoffs, der während der Prüfung abgefallen ist, in $g$ ;                                                        |
| $R_n$ | kumulative flächenbezogene Freisetzung des Stoffs über den Zeitraum $n$ einschließlich Anteil $i = 1$ bis $n$ , in $mg/m^2$ ; |
| $r_i$ | flächenbezogene Freisetzung des Stoffs in Anteil $i$ , in $mg/m^2$ ;                                                          |
| $P$   | Probestück;                                                                                                                   |
| $V_p$ | Volumen der Prüfmenge, in $l$ ;                                                                                               |
| $V_l$ | Volumen des Auslaugmittels, in $l$ .                                                                                          |

### 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)                                                                             |
| DSL T | dynamische Oberflächenauslaugprüfung (en: dynamic surface leaching test)                                                                    |
| GLHC  | Verfahren für körnige Bauprodukte mit niedriger Leitfähigkeit (en: test for granular construction products with low hydraulic conductivity) |
| FEP   | Perfluorethylenpropylen (en: fluorinated ethylene Propylene)                                                                                |
| WPK   | werkseigene Produktionskontrolle                                                                                                            |
| HDPE  | hochdichtes Polyethylen (en: high-density polyethylene)                                                                                     |
| BG    | Bestimmungsgrenze (en: limit of quantification)                                                                                             |
| MDL   | Nachweisgrenze des Verfahrens (en: method detection limit)                                                                                  |
| PAH   | polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (en: polycyclic aromatic hydrocarbons)                                                         |
| PCB   | polychloriertes Biphenyl (en: polychlorinated biphenyl)                                                                                     |
| PE    | Polyethylen (en: polyethylene)                                                                                                              |
| PET   | Polyethylenterephthalat (en: polyethylene terephthalate)                                                                                    |
| PMMA  | Polymethylmethacrylat (en: polymethyl methacrylate)                                                                                         |
| PP    | Polypropylen (en: polypropylene)                                                                                                            |

|      |                                                                                 |
|------|---------------------------------------------------------------------------------|
| PTFE | Polytetrafluorethylen (en: polytetrafluorethylene)                              |
| RDS  | regulierte gefährliche Stoffe (en: regulated dangerous substances)              |
| TPH  | Gesamtgehalt an Mineralölkohlenwasserstoffen (en: total petroleum hydrocarbons) |

## 5 Kurzbeschreibung

### 5.1 Allgemeines Prinzip

(1) Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Freisetzung von Stoffen aus einem monolithischen, platten- oder bahnenartigen Produkt mit einem Auslaugmittel, das in Kontakt mit der Oberfläche des Produkts ist, in Abhängigkeit von der Zeit.

(2) Die Prüfmenge des Produkts wird in einen Reaktor/Auslaugungsbehälter gegeben und die freiliegende (auszulaugende) Oberfläche wird vollständig in ein Auslaugmittel eingetaucht. Das Auslaugmittel wird bis zu einem entsprechend Flüssigkeit/Oberfläche-Verhältnis ( $L/A$ -Verhältnis) vorgegebenen Volumen bei einer festgelegten Temperatur in den Auslaugbehälter eingeleitet und in festgelegten zeitlichen Abständen erneuert.

(3) Es sind folgende Prüfbedingungen festgelegt:

- a) die Art des Auslaugmittels (das Normauslaugmittel ist pH-neutrales demineralisiertes Wasser wie in 6.2 festgelegt);
- b) die Temperatur (siehe 9.1);
- c) das  $L/A$ -Verhältnis ( $l/m^2$ ) (siehe 9.2);
- d) die Gesamtdauer der Prüfung (siehe 9.3);
- e) die Anzahl der Eluate, die zu den festgelegten Zeitabschnitten zu sammeln sind (siehe 9.3).

(4) Dieses Prüfverfahren erzeugt Eluate, die nachfolgend mittels physikalischer, chemischer und ökotoxikologischer Verfahren in Übereinstimmung mit vorhandenen Normverfahren charakterisiert werden müssen. Besondere Vorkehrungen sind möglicherweise hinsichtlich der Wahl der Gerätausstattung und der Stoffe, des Umgangs mit Eluaten und der Verhinderung von biologischem Abbau erforderlich, wenn die Auslaugung von nichtflüchtigen organischen Stoffen von Interesse ist.

(5) Für Produkte, deren Durchlässigkeit zu gering ist, um eine übliche Perkolationsprüfung nach prEN 16637-3:—<sup>2</sup> (z. B. lehmartige oder pastöse Produkte) durchzuführen, ist in Anhang A ein modifiziertes „Verfahren für körnige Bauprodukte mit geringer Durchlässigkeit (GLHC)“ angegeben. Dieses Verfahren unterscheidet sich von dem DSLT-Verfahren hinsichtlich der Prüfausrüstung und der Probenvorbereitung, um die Beanspruchung einer eindeutig festgelegten Oberfläche sicherzustellen. Alle sonstigen Bedingungen (z. B. Flüssigkeit-Oberfläche-Verhältnis, Erneuerungszeiten des Auslaugmittels, Auslaugmittel und Umgang mit Daten) entsprechen denen, die beim regulären DSLT zur Anwendung kommen.

(6) Die Eluatanteile werden physikalisch und chemisch entsprechend vorhandener Normen charakterisiert.

(7) Ein Verlust an Feststoff aus dem Probestück während des Versuchs deutet auf eine eingeschränkte Langzeit-Beständigkeit hin.

(8) Die Prüfergebnisse werden in Abhängigkeit von der Zeit sowohl in mg der Stoffe, die kumulativ je  $m^2$  der geometrischen Oberfläche des dem Auslaugmittel ausgesetzten Produkts freigesetzt werden, als auch in mg der Stoffe, die je Liter des Eluats freigesetzt werden, jeweils nach 64 Tagen, angegeben.

ANMERKUNG Die Ergebnisse können zusätzlich als Fluss (mg der je m<sup>2</sup> je Sekunde freigesetzten Stoffe) für jeden Eluatanteil in Abhängigkeit von der Zeit angegeben und im Bericht erfasst werden.

(9) Die Prüfbedingungen (*L/A*-Verhältnis, Schema zur Erneuerung des Auslaugmittels) wurden so gestaltet, dass die Identifizierung der Auslaugungsmechanismen und ihrer jeweiligen Bedeutung möglich ist. Die wichtigsten Auslaugungsmechanismen, die unterschieden und identifiziert werden können, sind:

- a) Diffusion (durch die Poren und/oder aus der Oberfläche zu der Menge des Auslaugungsmittels);
- b) anfängliches Abwaschen der Oberfläche;
- c) sonstige Prozesse (z. B. Löslichkeitskontrolle, Änderungen der Spezifikation, Verarmung).

## 5.2 Anzahl der Eluate

(1) Die dynamische Oberflächenauslaugprüfung erfordert durch Verweisung eine Analyse von acht Eluaten zur Bestimmung der Freisetzung gefährlicher Stoffe für einen Zeitraum von bis zu 64 Tagen. Diese Ergebnisse werden für die Charakterisierung des Bauprodukts benötigt und ermöglichen die Bestimmung des Freisetzungsmechanismus nach Anhang B.

(2) Für spezifische andere Szenarien als die Charakterisierung kann es vorteilhaft sein, Eluate zu kombinieren oder die gesamte Prüfdauer zu begrenzen, solange die Dauer jedes einzelnen Schritts eingehalten wird. Beispiele für solche Szenarien sind:

- a) *Freisetzung über einen bestimmten Zeitraum.* Wenn es genügt, die kumulative Freisetzung über einen vorgegebenen Zeitraum wie etwa 36 Tage zu kennen, kann die Prüfung nach der Sammlung bis zum (in diesem Fall) siebten Eluat beendet werden.
- b) *Langzeitüberwachung.* Sofern die Szenariobeschreibungen Zeiträume von mehr als 64 Tagen fordern (z. B. Bauprodukte, die als Ablassleitungen dienen), können zusätzliche Anteile über einen längeren Zeitraum gesammelt werden. Zusätzliche Zeitschritte sollten auf der Diffusion basieren und nicht zu lang sein, um einen Beharrungszustand zu verhindern.
- c) *Werkseigene Produktionskontrolle oder Analyse.* Im Fall der werkseigenen Produktionskontrolle oder zu Analysezwecken dürfen verschiedene Prüfverfahren angewendet werden:
  - Im Fall der Prüfung in Übereinstimmung mit der Norm können gesammelte sukzessive Eluate zu einem oder mehreren gemischten Eluaten kombiniert werden, z. B. 0 Tage bis 64 Tage (Mischung der Eluate 1 bis 8) oder 0 Tage bis 1 Tag (Mischung der Eluate 1 bis 2), 1 Tag bis 9 Tage (Mischung der Eluate 3 bis 5) und 9 Tage bis 64 Tage (Mischung der Eluate 6 bis 8). Wenn es ausreichend ist, die kumulative Freisetzung über einen kürzeren Zeitraum zu kennen, wie in a) erwähnt, dürfen andere Optionen erwogen werden, z. B. 1 Tag (Eluate 1 bis 2) oder 4 Tage (Eluate 1 bis 4). Für die bestimmungsgemäße Prüfung wird betont, dass die Zeitschritte nicht kombiniert oder geändert werden sollten, sondern nur die sukzessiven Eluate, die nach jedem Zeitschritt gesammelt werden, wie in diesem Dokument festgelegt.
  - Bei Anwendung eines alternativen Prüfverfahrens (indirektes Prüfverfahren) darf die Freisetzung nach beispielsweise 1 Tag oder 4 Tagen extrapoliert werden, um die Freisetzung nach 64 Tagen oder einem anderen geeigneten Zeitraum vorherzusagen. Darüber hinaus können andere Zeitschritte angewendet werden wie etwa ein Zeitraum von 1 Tag anstatt zwei Zeitschritte von 6 Stunden und 18 Stunden oder andere Auslaugprüfungen dürfen angewendet werden. Eine weitere Anleitung zur Anwendung indirekter Prüfverfahren ist in Abschnitt 13 angegeben.

ANMERKUNG Einige Gemische wie etwa Biozide könnten gegebenenfalls nicht ohne Stabilisierung oder Tiefkühlung über einen solchen langen Zeitraum stabil sein. Es kann erforderlich sein, die in EN ISO 5667-3 oder den Normen für die Analyse dieser Gemische enthaltenen Empfehlungen zu berücksichtigen.

(3) Solange der Zeitplan auf dem Zeitplan in diesem Dokument basiert und die Prüfung nach diesem Dokument durchgeführt wird, entspricht die an einem kombinierten Eluat gemessene Freisetzung der kumulativen Freisetzung der Referenzprüfung. Die in Anhang B angegebenen Freisetzungsmechanismen können im Fall der Analyse kombinierter Eluate nicht bestimmt werden.

## 6 Reagenzien

### 6.1 Allgemeines

Sofern nicht anders festgelegt, sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit zu verwenden.

### 6.2 Auslaugungsmittel

Als Auslaugmittel wird demineralisiertes Wasser oder deionisiertes Wasser oder Wasser von vergleichbarer Reinheit mit einer Leitfähigkeit  $< 0,5 \text{ mS/m}$  entsprechend der Qualität 3 nach EN ISO 3696:1995 verwendet.

Sofern die Freisetzung organischer Verbindungen untersucht wird, kann das Auslaugmittel unter Umständen mit einem Konservierungsmittel stabilisiert werden (beispielsweise mit Natriumazid ( $\text{NaN}_3$ ) mit einer Konzentration von 0,1 %), um den Bioabbau zu verhindern. Für ökotoxikologische Prüfungen sollten keine Konservierungsstoffe verwendet werden. Das Hinzufügen von Konservierungsstoffen kann auch die Freisetzung von anorganischen Stoffen beeinträchtigen.

### 6.3 Spüllösungen

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

## 7 Geräte

### 7.1 Allgemeines

(1) Die in 7.2 bis 7.11 sowie 7.13 angegebenen Materialien und Geräte sind vor der Anwendung auf eine ordnungsgemäße Betriebsweise und auf das Nichtvorhandensein von störenden Elementen, die einen Einfluss auf das Prüfergebnis haben könnten, zu überprüfen (siehe 9.6).

(2) Die in 7.4, 7.9, 7.10 und 7.12 beschriebenen Geräte müssen auch kalibriert werden.

(3) Übliche Laborausstattung und insbesondere Folgendes:

### 7.2 Auslaugbehälter oder -tanks

(1) Es sind Auslaugbehälter oder -tanks von unterschiedlicher Größe aus Glas oder Kunststoff (z. B. HDPE, PMMA, PTFE, PE, PET, PP, PVC) zu verwenden, die verschlossen werden können, um längerfristigen Kontakt mit der Luft zu vermeiden. Wenn ausschließlich nichtflüchtige organische Stoffe von Interesse sind, darf nichtrostender Stahl verwendet werden. Wenn sowohl anorganische Stoffe als auch nichtflüchtige organische Stoffe von Interesse sind, sollten Glasgeräte verwendet werden.

(2) Der Luftkontakt ist begrenzt zu halten, um bei Auslaugung von alkalischen Produkten die Aufnahme von  $\text{CO}_2$  aus der Luft zu vermeiden. Sofern notwendig, darf die Prüfung in einer  $\text{N}_2$ -Atmosphäre durchgeführt werden.

(3) Der Mindestabstand zwischen der/den auszulaugenden Oberfläche(n) der Prüfmenge(n), die den Behälterwänden gegenüberliegen, und den Wänden des Behälters oder Tanks muss rund um die Prüfmenge 20 mm betragen. In Anhang C und Anhang D sind Beispiele angegeben.

(4) Um den direkten Kontakt auch an den Unterseiten des Probestücks mit dem Wasser zu ermöglichen, müssen Haltevorrichtungen aus inertem Material verwendet werden. Die Haltevorrichtungen dürfen nicht die Oberflächen der dem Auslaugmittel ausgesetzten Probe signifikant beeinflussen. Bahnen- oder plattenartige Produkte dürfen an der Innenseite des Auslaugungsbehälters oder -tanks befestigt werden, wobei die auszulaugende Fläche in den Behälter/Tank hineinragen muss (siehe Anhang C und Anhang D) oder im Tank durch Befestigung am Deckel mittels eines Drahts anzuordnen ist.

**7.3 Schneidevorrichtung mit Diamantsägeblatt und/oder Vorrichtung zum Kernbohren (trockenes Verfahren) oder sonstige geeignete Schneidewerkzeuge.**

**7.4 Analysenwaage, mit einer Genauigkeit von mindestens 0,1 g.**

**7.5 Vorrichtung für die Messung der Probenabmessungen, mit einer Genauigkeit von mindestens 1 mm.**

**7.6 Messzylinder zur Volumenbestimmung, mit einer Genauigkeit von 1 %.**

**7.7 Filtrationsvorrichtung, entweder ein Vakuumfiltrationsgerät (zwischen 30 kPa und 70 kPa) (300 mbar bis 700 mbar) oder ein Hochdruckfiltrationsgerät (<0,5 MPa) (5 bar).**

**7.8 Membranfilter zur Filtration der Eluate**

Für die Filtration von Eluaten, die auf anorganische Stoffe analysiert werden sollen, werden Membranfilter mit einer Porengröße von 0,45 µm (z. B. PTFE) verwendet. Für Eluate, die auf organische Stoffe analysiert werden sollen, dürfen keine Filter verwendet werden. Die Anforderungen an die Porengröße des verwendeten Geräts für die Analyse sollten jedoch berücksichtigt werden.

**7.9 pH-Messgerät mit einer Genauigkeit von mindestens 0,05 pH-Einheiten.**

**7.10 Leitfähigkeitsmessgerät mit einer Genauigkeit von mindestens 0,1 mS/m.**

**7.11 Glas- oder Kunststoffflaschen, z. B. Glas, HDPE, PMMA, PTFE, PE, PET, PP, PVC**

Es sind Flaschen mit einem geeigneten Volumen und einem Schraubverschluss für das Sammeln von Eluaten und die Konservierung von Eluatproben (gespült wie in EN ISO 5667-3 vorgegeben) zu verwenden.

**ANMERKUNG** Für anorganische Stoffe werden vorzugsweise HDPE/PP-Flaschen verwendet, außer bei Proben, die auf Quecksilber analysiert werden.

**7.12 Redoxpotential-Messgerät (freigestellt).**

**7.13 Zentrifuge**

Es ist eine Zentrifuge zu verwenden, die bei 20 000 g bis 30 000 g betrieben wird, mit Zentrifugenröhrchen aus FEP oder Röhrchen aus einem alternativen Werkstoff, der bezüglich sowohl anorganischer als auch organischer Stoffe inert und für die Hochgeschwindigkeitszentrifugation geeignet ist.

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 Kühlung angewendet werden.

## 8 Probenvorbereitung

### 8.1 Festlegungen zur Laborprobe

(1) Die Vorbereitung der Laborprobe muss der Produktnorm entsprechen.

(2) Die Probenahme muss in Übereinstimmung mit dem in der Produktnorm vorgesehenen Komplement zur Probenahme und den in prEN 16637-1 beschriebenen zusätzlichen Verfahren durchgeführt werden, um eine repräsentative Laborprobe zu erhalten.

### 8.2 Festlegungen zur Untersuchungsprobe und Prüfmenge

(1) Die Probenvorbereitung durch das Prüflabor besteht in der Herstellung der Untersuchungsprobe aus der Laborprobe sowie der Herstellung einer Prüfmenge einschließlich Ermittlung der geometrischen Oberfläche.

(2) Die Untersuchungsprobe sollte aus der Laborprobe nach EN 17087 und jedem in der Produktnorm beschriebenen ergänzenden Verfahren hergestellt werden.

(3) Die Untersuchungsprobe ist nach EN 17087 und entsprechend allen zusätzlichen in der Produktnorm beschriebenen Bedingungen zu lagern. Veränderungen der Untersuchungsprobe durch Kontakt mit der Atmosphäre (Trocknen, Karbonatisierung, Oxidation usw.), die das Auslaugen beeinflussen könnten, sind zu vermeiden.

(4) Zur Durchführung der DSLT ist eine Prüfmenge erforderlich, die mindestens aus einem monolithischen oder platten- bzw. bahnenartigen Probestück besteht.

(5) Zur Durchführung der Prüfung ist mindestens ein Probestück erforderlich, dessen Struktur, Homogenität und Zusammensetzung repräsentativ für das zu prüfende Produkt sein müssen. Jedes Probestück ( $P$ ) muss ein Mindestmaß in alle Richtungen von 40 mm aufweisen (um Verarmung zu vermeiden) und aus praktischen Gründen muss das Volumen ( $V_P$ ) bekannt sein und im Bericht angegeben werden.

Die Untersuchungsprobe darf aus mehreren Probestücken bestehen, um die Probenheterogenität, z. B. aufgrund einer heterogenen Zusammensetzung oder von unregelmäßigen Oberflächen, zu behandeln.

(6) Für platten- und bahnenartige Produkte gelten nur 2D-Mindestabmessungen ( $10\,000\text{ mm}^2$  ( $100\text{ cm}^2$ ) der beanspruchten Oberfläche). Bei hohen Freisetzungsraten muss das jedoch begründet werden und es sollten Korrekturen durch Neuberechnung der Freisetzung bei 64 Tagen oder erneute Prüfung eines größeren Probestücks vorgenommen werden.

(7) Wenn ein zu prüfendes formgepresstes oder monolithisches Produkt in einem Produktformat hergestellt wird, dessen kleinstes Maß weniger als 40 mm beträgt, kann dieses Produkt als Probestück  $P$  verwendet werden, wenn an einer Seite eine exakt zu bestimmende geometrische Fläche  $A$  von mindestens  $7\,500\text{ mm}^2$  vorhanden ist und die anderen Seiten abgedeckt sind, sodass sie nicht zur Auslaugung beitragen.

(8) Wenn die Prüfmenge durch Schneiden oder Kernbohren hergestellt wird, sollten zur Verhinderung von Artefakten die neu geschaffenen Oberflächen mit einem inerten Werkstoff abgedichtet (abgedeckt) werden, sofern nichts anderes festgelegt ist.

(9) Zum teilweisen Abdecken eines Probestücks mit einer undurchlässigen Schicht muss ein Werkstoff verwendet werden, der keine Auswirkungen auf den Diffusionsvorgang aufgrund des Abgebens, Aufnehmens oder der (verzögerten) Übertragung der zu prüfenden Stoffe hat.

ANMERKUNG 1 Es wurde festgestellt, dass Acrylharz ein geeigneter undurchlässiger Werkstoff für Auslaugprüfungen von anorganischen Stoffen mit der DSLT ist.

ANMERKUNG 2 Eine Anleitung ist in prEN 16637-1 enthalten.

(10) Vor der Prüfung muss die Prüfmenge untersucht werden, um sicherzustellen, dass sie in einem für die Prüfung ordnungsgemäßen Zustand ist (z. B. keine tiefen Risse oder sonstige Beschädigungen).

(11) Um die Repräsentativität eines in einem Behälter erzielten Prüfergebnisses zu erhöhen, kann eine Prüfmenge geprüft werden, die aus mehreren Probestücken besteht. In diesem Fall entspricht die freiliegende Oberfläche der Prüfmenge der gesamten freiliegenden Oberfläche der einzelnen Probestücke. Das Volumen ( $V_P$ ) und die geometrische Fläche  $A$  der Prüfmenge sollten dann dem Gesamtvolumen bzw. der geometrischen Gesamtfläche der kombinierten Probestücke entsprechen. Um die Blockierung einer Oberfläche zu verhindern, müssen die beteiligten Probestücke voneinander getrennt werden.

(12) Bestimmte Bauprodukte werden standardmäßig mit einer Dicke von weniger als 40 mm hergestellt, beispielsweise Schieferdacheindeckungen, Grobkeramik-Dachziegel, dünne Fliesen, Hohlziegel oder Rasengittersteine. Im Allgemeinen führt die geforderte Festigkeit dieser Produkte implizit zu Werkstoffen, die eine solch niedrige Freisetzungsrate aufweisen, dass während des DSLT keine Verarmungserscheinungen auftreten. Für ein optimales Ergebnis beim DSLT müssen derartige dünne Probestücke auf einer Seite abgedeckt werden (siehe 8.3).

(13) Das Alter der Produkte/Probestücke ist ein wesentlicher Faktor, der Einfluss auf das Auslaugverhalten haben kann. Im Fall, dass das Produkt im Labor hergestellt wurde, sollte es entsprechend der gängigen Praxis in Produktnormen (falls anwendbar) zur Ermittlung der Produkteigenschaften ausreichend lange ausgehärtet sein, um große Abweichungen beim Auslaugen infolge der anhaltenden Änderungen in der Porenstruktur und bei der Entwicklung der die Freisetzung kontrollierenden Mineralphasen zu vermeiden.

### **8.3 Bestimmung der geometrischen Oberfläche**

#### **8.3.1 Allgemeines**

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

(2) Die Bestimmung der Fläche des Probestücks  $P$  wird durch Messen charakteristischer geometrischer Variablen der geometrischen Außenfläche  $A$  des Probestücks durchgeführt. Dabei wird unterschieden zwischen:

- a) Probestücken mit einer regelmäßigen eindeutig definierbaren geometrischen Fläche. Die geometrische Fläche muss nach 8.3.2 bestimmt werden, wenn es sich um Probestücke handelt, die in allen senkrecht zu jedem Punkt der Außenfläche gemessenen Richtungen ein Mindestmaß von 40 mm aufweisen;
- b) Probestücken, die dünner als 40 mm sind, wie etwa bahnenartige Produkte mit einer regelmäßigen geometrischen Fläche. Die geometrische Fläche muss nach 8.3.3 ermittelt werden;
- c) Probestücken mit teilweise unregelmäßigen Seitenflächen. Die geometrische Fläche muss nach 8.3.4 ermittelt werden;
- d) Probestücken, bei denen keine regelmäßige Seitenfläche feststellbar ist. Die geometrische Fläche muss nach 8.3.5 ermittelt werden.

**ANMERKUNG** Zur exakten Ermittlung des Diffusionskoeffizienten ist es notwendig, die geometrische Fläche des Probestücks genau und eindeutig zu bestimmen. Zu diesem Zweck sollten vorzugsweise Probestücke oder Teile von Probestücken untersucht werden, deren geometrische Fläche leicht und eindeutig bestimmbar ist.

#### **8.3.2 Regelmäßige Probestücke**

(1) Ermittlung der geometrischen Fläche eines regelmäßigen Probestücks, bei dem die geometrische Fläche des gesamten Probestücks eindeutig gemessen werden kann.

- a) Die Oberfläche des Probestücks ist so in eine Anzahl von flachen oder gewölbten Ebenen (Einheiten) zu unterteilen, dass für jede Einheit die Fläche geometrisch anhand von gemessenen charakteristischen Variablen wie z. B. Länge, Breite, Höhe und Radius bestimmt werden kann.
- b) Die unter a) genannten Einheiten müssen so ausgewählt werden, dass die Abweichung des Abstands zwischen der Produktoberfläche und der festgelegten (imaginären) geometrischen Oberflächenebene (regelmäßig eben oder regelmäßig gewölbt) an keiner Stelle mehr als 3 mm beträgt.
- c) Die Länge der charakteristischen Variablen ist mit einer Unsicherheit von  $\pm 1$  mm zu bestimmen.
- d) Die geometrische Fläche jeder der gewählten Einheiten ist mit den gemessenen charakteristischen Einheiten zu berechnen. Die geometrische Fläche ( $A$ ), angegeben in  $\text{m}^2$ , ist die Summe der berechneten Oberflächen jeder der Einheiten.

### 8.3.3 Probestücke, die dünner als 40 mm sind, wie etwa bahnenartige Produkte mit einer regelmäßigen geometrischen Fläche

(1) Ermittlung der freiliegenden geometrischen Fläche eines regelmäßigen Probestücks, bei dem die geometrische Fläche des gesamten Probestücks, die in der Prüfung Wasser auszusetzen ist, eindeutig gemessen werden kann.

- a) Die geometrische Fläche des Produkts wird als die Fläche, die dem Auslaugen unterliegt, berechnet. Mögliche Dellen in der Oberfläche sind zu ignorieren. Die freiliegende geometrische Fläche ( $A$ ) wird ausgedrückt in  $\text{m}^2$ .

### 8.3.4 Probestücke mit teilweise unregelmäßigen Seitenflächen

(1) Ermittlung der geometrischen Fläche des Probestücks, bei dem:

- a) die gesamte geometrische Fläche nicht eindeutig vermessen werden kann;
- b) eine oder mehrere Seiten durch Sägen oder Bohren des Probestücks aus einem größeren Element hergestellt wurden und bei dem diese Seiten nicht an der Auslaugung beteiligt sind;
- c) eine Abmessung weniger als 40 mm beträgt und die nicht durch 8.3.3 abgedeckt ist.

(2) Die Teile der Oberfläche sind mit einer wasserdichten Schicht zu bedecken:

- a) bei denen die geometrische Fläche nicht eindeutig ermittelt werden kann;
- b) die als gesägte oder gebohrte Seitenflächen hergestellt wurden;
- c) eines Probestücks, bei dem eine Abmessung weniger als 40 mm beträgt. Zur Abdeckung ist ein wasserfestes und gutes Klebematerial (z. B. Acrylharz oder Paraffin) zu verwenden, das auf die Oberfläche des Probestücks aufgetragen wird. Es wird die geometrische Fläche bestimmt, die nach dem Aushärten des Harzes frei bleibt.

(3) Der unbedeckte Teil der Probestückoberfläche wird in mehrere flache oder gewölbte Ebenen so unterteilt, dass für jede Einheit die Oberfläche geometrisch anhand der gemessenen charakteristischen Variablen wie z. B. Länge, Breite, Höhe und Radius ermittelt werden kann.

(4) Das unter (2) beschriebene Probestück muss so gewählt werden, dass die festgelegten geometrischen Flächen mit der maßgebenden Ebene des Probestücks übereinstimmen, wobei der tatsächliche Abstand zwischen dem Material und der festgelegten Ebene dieser Einheit im Fall von Oberflächenfehlern an keiner Stelle größer als 3 mm ist.

Die Länge der charakteristischen Variablen ist mit einer Unsicherheit von  $\pm 1$  mm zu bestimmen.

### 8.3.5 Unregelmäßige Probestücke ohne regelmäßige Seiten

(1) Ermittlung der geometrischen Fläche von sehr unregelmäßigen Probestücken mithilfe des Aluminiumfolienverfahrens.

- a) jede Seite des Probestücks ist so dicht wie möglich mit einem Stück Aluminiumfolie abzudecken;
- b) die Aluminiumfolie wird um die Ränder jeder Probestückseite herum gefaltet und wird so exakt wie möglich entlang dieser Falze abgerissen oder abgeschnitten; alle aus der Ebene hervorstehenden Aluminiumfolienstücke werden entfernt;
- c) die Gesamtmasse der nach Schritt b) erhaltenen Aluminiumfolienstücke wird ermittelt;
- d) die Masse eines Blattes Aluminiumfolie mit bekannter Fläche und vergleichbaren Eigenschaften zu der in Schritt a) verwendeten Folie wird ermittelt;
- e) die Fläche des Probestücks wird aus dem Verhältnis der nach Schritt c) und d) ermittelten Folienmassen zueinander berechnet;
- f) die Schritte a) bis e) werden wiederholt, es sei denn, in der Diffusionsprüfung werden vier oder mehr Probestücke aus derselben Charge gemeinsam verwendet. Der Durchschnitt der durchgeführten Messungen wird gebildet.

(2) Anstelle von Aluminiumfolie kann Papier (z. B. gewöhnliches Drucker- oder Kopierpapier) verwendet werden, sofern die Probestücke eine trockene Oberfläche aufweisen. Es ist wichtig, dass das Papier keine stark wasserabsorbierenden Eigenschaften besitzt. Wenn das Probestück feucht ist, kann es notwendig sein, das verwendete Papier vor dem Wägen in Schritt c) zu trocknen.

ANMERKUNG 1 Ein Beispiel für die Anwendung des Aluminiumfolienverfahrens ist in [12] angegeben.

ANMERKUNG 2 Weitere Informationen zur Unsicherheit des Aluminiumfolienverfahrens sind in Anhang F angegeben.

## 9 Durchführung

### 9.1 Prüfbedingungen

Der DSLT muss bei einer Temperatur des Auslaugmittels im Bereich zwischen 19 °C und 25 °C durchgeführt werden.

ANMERKUNG Eine konstante Temperatur von 19 °C bis 25 °C bei der Prüfung kann entweder durch die Regelung der Temperatur des Labors oder durch Regelung der Temperatur des Auslaugmittels und durch Wärmeisolierung des Auslaugbehälters erreicht werden.

### 9.2 Schritt 1 des Auslaugverfahrens

(1) Für monolithische Produkte wird die Prüfung bei einem  $L/A$ -Verhältnis von  $(80 \pm 10) \text{ l/m}^2$  durchgeführt. Bei bahnen- oder plattenartigen Produkten dürfen niedrigere  $L/A$ -Verhältnisse zwischen  $20 \text{ l/m}^2$  und  $80 \text{ l/m}^2$  angewendet werden. Das Auslaugmittelvolumen  $V_l$  wird nach der Gleichung (1) berechnet.

$$V_l = \frac{L}{A} \times A \quad (1)$$

Dabei ist

$V_l$  das Volumen des Auslaugmittels, in l;

$L/A$  das Verhältnis von Flüssigkeit zu Oberfläche, in l /m<sup>2</sup>;

$A$  die freiliegende Oberfläche, in m<sup>2</sup>.

ANMERKUNG 1 Ein geringeres  $L/A$ -Verhältnis ist bei bahnen- und plattenartigen Produkten aufgrund des Risikos, bei einigen dieser Produkte an die Quantifizierungsgrenze zu stoßen, zulässig.

ANMERKUNG 2 Wenn die Auslaugprüfung ausschließlich zum Zweck der ökotoxikologischen Prüfung von Eluaten durchgeführt wird, kann das niedrigere  $L/A$ -Verhältnis für Platten und Bahnen auch für monolithische Produkte verwendet werden.

(2) Die Prüfmenge ist mit der Haltevorrichtung (7.2) in den Auslaugbehälter (7.2) zu setzen, um zu verhindern, dass die Prüfmenge mit der Innenseite des Behälters in Berührung kommt. Alternativ kann die Prüfmenge auch an Schnüren aus geeignetem Werkstoff aufgehängt werden, die am Deckel des Auslaugbehälters befestigt werden. Falls die Prüfmenge aus mehr als einem Probestück besteht, muss die Haltevorrichtung so angewendet werden, dass mindestens 20 mm Raum zwischen den Probestücken ist. Wenn es sich bei der Prüfmenge um ein platten- oder bahnenartiges Produkt handelt, kann sie stattdessen so an den Innenwänden des Auslaugbehälters befestigt werden, dass die zu beanspruchende Oberfläche in den Behälter hineinragt. Es muss darauf geachtet werden, dass ein Kontakt der Kanten mit Wasser vermieden wird, es sei denn, ein solcher Kontakt ist Teil der vorgesehenen Verwendung.

(3) Der Behälter ist mit dem berechneten Volumen ( $V_i$ ) des Auslaugmittels (in 6.2 festgelegt) zu füllen, sodass sich die Spitze der Prüfmenge mindestens 20 mm unter Wasser befindet. Der Auslaugbehälter ist zu verschließen. Die Zeit  $t_0$  wird aufgezeichnet. Wenn das Probestück ein bahnenartiges Produkt ist, das an den senkrechten Innenwänden des Behälters befestigt ist, muss darauf geachtet werden, den Behälter in jedem Prüfschritt mit exakt derselben Wassermenge zu befüllen, um sicherzustellen, dass bei jedem Schritt dieselbe Oberfläche des Produkts mit dem Wasser beansprucht wird. Die beanspruchte Oberfläche ( $A$ ) wird als der untergetauchte Teil der Wand berechnet.

ANMERKUNG 3 Um unterschiedlichen Abmessungen des Probestücks gerecht zu werden, ist es möglicherweise erforderlich, verschiedene Abmessungen für den Prüfbehälter zu verwenden, um die Anforderungen an  $V_i$  und eine Lücke von 20 mm zu erfüllen.

Bahnenartige Produkte, die Wasser aufsaugen, sollten vollständig untergetaucht werden.

(4) Nach der Zugabe des Auslaugmittels ist der Auslaugprozess des ersten Schritts bis zu ( $6\text{ h} \pm 15\text{ min}$ ) durchzuführen.

(5) Am Ende des ersten Schritts ist das Eluat aus dem Auslaugbehälter zu entnehmen, ohne kleine Teilchen des Materials, die von der Prüfmenge abgefallen sein könnten, zu entfernen (siehe 9.4). Wenn das Probestück auf einer Haltevorrichtung steht, ist es möglicherweise notwendig, es herauszuheben während der Auslaugbehälter entleert wird. Alternativ kann der Behälter unten mit einem Ablaufventil ausgestattet werden oder mit einer Einrichtung zum Entfernen des Eluats durch hydrostatischen Druck. Wenn das Probestück vom Deckel herabhängend befestigt ist, wird es beim Anheben des Deckels automatisch aus dem Behälter entfernt. Während des Austauschs des Auslaugmittels können der Deckel und das Probestück auf einen ähnlichen Behälter wie den Prüfbehälter gestellt werden. Die Zeit  $t_1$  wird aufgezeichnet. Umgehend ist mit Schritt 2 (9.3) fortzufahren.

(6) Wenn ausschließlich anorganische Stoffe von Interesse sind, darf folgendes Verfahren angewendet werden:

(7) Unverzüglich sind der pH-Wert und die Leitfähigkeit zu messen. Der Eluatanteil ist offline über ein 0,45-µm-Membranfilter zu filtrieren und das Eluat ist weiter für die Analyse (siehe 9.5) vorzubereiten. Die Anforderungen an die Porengröße des verwendeten Geräts für die Analyse sollten jedoch berücksichtigt werden.

(8) Wenn nichtflüchtige organische Stoffe von Interesse sind, sollte folgendes Verfahren befolgt werden:

(9) Der Überstand ist in Zentrifugenröhrchen (7.13) zu überführen. Für die Trennung Feststoff – Flüssigkeit gibt es zwei Optionen:

- a) Zentrifugieren des Eluats für 30 min bei 20 000 *g* bis 30 000 *g* mit einer Hochgeschwindigkeitszentrifuge (7.13) oder
- b) Zentrifugieren des Eluats für 5 h bei 2 000 *g* bis 2 500 *g* in Glasflaschen mithilfe einer Zentrifuge mit geringerer Geschwindigkeit (7.13).

ANMERKUNG 4 Nach dem Stokesschen Gesetz ist zu erwarten, dass beide Zentrifugationsverfahren zu vergleichbaren Ergebnissen führen.

(10) Bei klaren Eluaten ohne sichtbare Schwebstoffteilchen oder mit einer Trübung von weniger als 20 FNU ist jedoch möglicherweise keine Zentrifugation erforderlich.

(11) Die Temperatur ist auf (19 bis 25) °C einzustellen (siehe 9.1).

(12) Um eine erneute Aufwirbelung zu vermeiden, muss behutsam abgebremst werden. Die Abbremszeit darf 20 min nicht überschreiten.

(13) Der pH-Wert und die Leitfähigkeit des nicht gefilterten Eluats sind zu messen und das Eluat ist weiter für die Analyse vorzubereiten (siehe 9.5).

### 9.3 Schritte 2 bis 8 des Auslaugverfahrens

(1) Der Auslaugbehälter ist wieder mit dem berechneten Volumen des Auslaugmittels ( $V_1$ ) zu füllen, sodass sich die Spitze der Prüfmenge mindestens 20 mm unter Wasser befindet. Der Auslaugbehälter ist zu verschließen. Wenn das Probestück ein bahnenartiges Produkt ist, das an den senkrechten Innenwänden des Behälters befestigt ist, muss darauf geachtet werden, den Behälter in jedem Prüfschritt mit exakt derselben Wassermenge zu befüllen.

(2) Bei jedem Schritt ist der Auslaugprozess bis zur in Tabelle 1 genannten Dauer durchzuführen.

(3) Am Ende jeden Schrittes ist das Eluat aus dem Auslaugbehälter zu entnehmen, ohne kleine Teilchen des Materials, die von der Prüfmenge abgefallen sein könnten, zu entfernen. Die Zeit  $t_i$  ist zu notieren, wobei  $i$  die Anzahl der aufeinanderfolgenden Schritte ist. Umgehend ist mit dem nächsten Schritt dem oben beschriebenen Verfahren folgend fortzufahren.

(4) Der Eluatanteil ist wie in 9.2 beschrieben zu zentrifugieren oder zu filtrieren. Der pH-Wert und die Leitfähigkeit sind sofort zu messen und das Eluat ist weiter für die Analyse (siehe 9.5) vorzubereiten.

**Tabelle 1 — Erneuerungszeiten des Auslaugmittels**

| Schritt/Anteil | Dauer des jeweiligen Schritts | Dauer ab Beginn der Prüfung ( $t_0$ ) |
|----------------|-------------------------------|---------------------------------------|
| 1 <sup>a</sup> | 6 h $\pm$ 15 min              | 6 h                                   |
| 2              | 18 h $\pm$ 15 min             | 1 d                                   |
| 3              | 1 d und 6 h $\pm$ 45 min      | 2 d und 6 h                           |
| 4              | 1 d und 18 h $\pm$ 75 min     | 4 d                                   |
| 5              | 5 d $\pm$ 75 min              | 9 d                                   |
| 6              | 7 d $\pm$ 75 min              | 16 d                                  |
| 7              | 20 d $\pm$ 7 h                | 36 d                                  |
| 8              | 28 d $\pm$ 12 h               | 64 d                                  |

<sup>a</sup> Schritt 1 ist in 9.2 beschrieben.

**ANMERKUNG** Die Häufigkeit der Flüssigkeitserneuerung ist so ausgelegt und wird so durchgeführt, dass die Konzentration in der Lösung die Freisetzungsrates aus der Prüfmeng e nicht signifikant beeinträchtigt, weil die Konzentration in der Lösung wesentlich unter der Sättigungskonzentration liegt.

#### 9.4 Messung des Masseverlustes

Die Feststoffe am Boden des Tanks, die von dem/den Probestück(en) am Ende von Schritt 2 (Summe aus Schritt 1 und Schritt 2) und am Ende des letzten Schritts (Summe aus Schritt 3 bis Schritt  $N$ , wobei  $N$  der letzte Schritt ist) abgefallen sind, sind zu sammeln. Die beiden Feststoffmengen sind nach EN 15934 zu trocknen und zu wägen.

**ANMERKUNG** Der Masseverlust entsteht aus den Feststoffen am Boden des Tanks; gelöste Stoffe werden nicht betrachtet.

#### 9.5 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse und Analyseschritte

(1) An jedem Eluatanteil sind gleich nach dem Sammeln (siehe 9.2) der pH-Wert in Übereinstimmung mit CEN/TS 17195 und die Leitfähigkeit in Übereinstimmung mit CEN/TS 17195 (und optional das Redoxpotential  $E_h$  in mV) zu messen. Wenn die Leitfähigkeit eines Eluats 7 500 mS/m überschreitet, ist das Volumen (oder die Dichte) des Eluats zu messen und das Eluat zu verdünnen bis die Leitfähigkeit 7 500 mS/m unterschreitet. Es ist sicherzustellen, dass der Verdünnungsfaktor nicht größer als 10 ist.

(2) Für die verschiedenen chemischen Analysen (z. B. für nichtflüchtige organische Stoffe, Elemente durch ICP-Analyse, Salze durch Flüssigchromatographie usw.) ist jedes Eluat nach gründlichem Schütteln in eine geeignete Anzahl Teilproben zu teilen.

(3) Die Teilproben des Eluats sind abhängig von den zu analysierenden Elementen nach EN ISO 5667-3 zu konservieren. Die Eluate (Teilproben) sind nach EN ISO 5667-3 in verschlossenen Flaschen aufzubewahren.

(4) Die Konzentrationen der zu untersuchenden Stoffe sind mit geeigneten Verfahren der Eluatanalyse für anorganische oder organische Stoffe zu bestimmen. Falls maßgebend, sollte die Gesamtkonzentration des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC) gemessen werden.

**ANMERKUNG 1** Der pH-Wert, die elektrische Leitfähigkeit, der DOC-Wert und Redox-Messungen können zu Verifizierungszwecken verwendet werden, falls Messungen vom erwarteten Freisetungsverhalten abweichen. Das bietet dem Anwender die Möglichkeit, die Ergebnisse zu akzeptieren, Abweichungen von Normalwerten zu verifizieren

oder auf der Grundlage des Verstehens der Ursache der Abweichungen entsprechende Korrekturmaßnahmen zu ergreifen.

ANMERKUNG 2 In CEN/TC 351/WG 5 werden Verfahren für die Eluat-Analyse festgelegt und auf ihre Robustheit überprüft. Die Durchführung der Analyseprüfungen im Hinblick auf die aus einem zweiten Validierungsschritt abgeleitete Wiederholpräzision und Vergleichspräzision wird in Europäische Normen aufgenommen. Zwischenzeitlich kann auf CEN/TS 17195, CEN/TS 17197 [13] und CEN/TS 17200 [14] verwiesen werden.

ANMERKUNG 3 Gelöster organischer Kohlenstoff kann von Bedeutung sein, wenn ein Produkt, das organische Stoffe enthält, stabilisiert wird, z. B. mit einem hydraulischen Bindemittel. DOC wird durch einen hohen pH-Wert mobilisiert und ist in der Lage, Metalle und organische Stoffe weit über ihre Löslichkeitsbeschränkung hinaus unter den verbreiteten alkalischen Bedingungen zu mobilisieren.

## 9.6 Blindprobe

(1) Um eine Verunreinigung von Geräten und Reagenzien weitestgehend nachzuweisen, muss regelmäßig eine Blindprobe durchgeführt werden. Der Auslaugbehälter (7.2) ist vollständig mit dem Auslaugmittel (6.2) zu füllen und das Auslaugmittel ist für  $(24 \pm 1)$  h in dem Behälter zu belassen. Dann ist es der anschließenden Filtrierung, Lagerung, Konservierung und den Analyseschritten wie in dem Verfahren für die üblichen Eluate beschrieben zu unterziehen. Der Auslaugbehälter ist wieder mit dem Auslaugmittel (6.2) zu füllen und das Auslaugmittel ist für weitere  $(24 \pm 1)$  h in dem Behälter zu belassen. Diese zweite Blindprobe des Eluats ist der üblichen Filtrierung zu unterziehen und die Leitfähigkeit ist zu messen.

ANMERKUNG Die Häufigkeit der Blindproben bezieht sich auf die Anzahl der Prüfungen, die ein Labor durchführt, und wird im Qualitätskontrollsystem des Labors sichergestellt.

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

- a) in dem ersten Eluat der Blindprobe muss die Konzentration von jedem berücksichtigen Stoff weniger als 10 % der berechneten mittleren Konzentration in den ersten drei Eluatanteilen der Produktprüfung betragen oder unterhalb der Quantifizierungsgrenze liegen;
- b) die elektrische Leitfähigkeit des Eluats der zweiten Blindprobe muss kleiner sein als  $< 0,2$  mS/m.

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

## 10 Beurteilung der Messergebnisse

### 10.1 Ausdruck der Ergebnisse in Konzentrationen

(1) Die Analyse der in der Auslaugprüfung erzeugten Eluate liefert den Wert für die Konzentration der Bestandteile in den Eluaten bei jedem einzelnen zeitlichen Schritt, die in mg/l oder µg/l angegeben werden.

(2) Die Prüfergebnisse und Ergebnisse der Berechnungen sollten im Bericht angegeben und nach Abschnitt 11 überprüft werden.

### 10.2 Angabe der Ergebnisse als flächenbezogene Freisetzung

(1) Die flächenbezogene Freisetzung eines Stoffs wird für jeden Zeitraum (Anteil) anhand der Gleichung (2) berechnet.

$$r_i = \frac{c_i \times V}{A} \times 0,001 \quad (2)$$

Dabei ist

$r_i$  die flächenbezogene Freisetzung eines Stoffs im Zeitraum  $i$  ( $i = 1$  bis  $k$ ), in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

dabei ist

Zeitraum  $i$  die Summe der Schritte von Schritt 1 bis Schritt  $i$ ;

und

$k$  die Anzahl der während der Prüfung gesammelten Eluate;

$c_i$  die Konzentration des Stoffs im Eluat  $i$ , in  $\mu\text{g}/\text{l}$ ;

$V$  das Volumen des Auslaugmittels, in  $\text{l}$ ;

$A$  die Fläche der Prüfmenge, in  $\text{m}^2$ .

(2) Wenn die Konzentration eines Stoffs in einem speziellen Eluat  $i$  unterhalb der Quantifizierungsgrenze liegt, müssen für diesen Stoff zwei Berechnungen vorgenommen werden. Die *obere Grenze* von  $r_i$  wird berechnet, indem  $c_i$  mit der Quantifizierungsgrenze gleichgesetzt wird. Die *untere Grenze* von  $r_i$  wird berechnet, indem  $c_i = 0$  gesetzt wird.

(3) Für einen Stoff ist die kumulative flächenbezogene Freisetzung  $R_n$  für jeden der Zeiträume 1 bis  $k$  zu berechnen, wobei der Zeitraum 1 vom Beginn der Prüfung bis zur ersten Erneuerungszeit (schließt Anteil 1 ein), Zeitraum 2 vom Beginn der Prüfung bis zur zweiten Erneuerungszeit (schließt die Anteile 1 und 2 ein) usw. andauert.  $R_n$  wird mit der Gleichung (3) berechnet.

$$R_n = \sum_{i=1}^n r_i \text{ für } n = 1 \text{ bis } k \quad (3)$$

Dabei ist

$R_n$  die kumulative flächenbezogene Freisetzung des Stoffs für den Zeitraum  $n$  einschließlich Anteil  $i = 1$  bis  $n$ , in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

$r_i$  die flächenbezogene Freisetzung des Stoffs im Anteil  $i$ , in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

$k$  die Anzahl der während der Prüfung gesammelten Eluate.

(4) Falls zwei oder mehr Eluate gemischt werden (z. B. siehe 5.2), ist die flächenbezogene Freisetzung eines Stoffs für diesen Teilzeitraum anhand der Gleichung (4) zu berechnen.

$$R_{1 \text{ bis } p} = c_{1 \text{ bis } p} \times \frac{V}{A} \times 0,001 \times p \quad (4)$$

Dabei ist

$R_{1 \text{ bis } p}$  die flächenbezogene Freisetzung für zwei oder mehr kombinierte Eluate, in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

$c_{1 \text{ bis } p}$  die Konzentration in den kombinierten Eluaten 1 bis  $p$ , in  $\text{mg}/\text{l}$ ;

$V$  das Volumen des Auslaugmittels, in  $\text{l}$ ;

- $A$  die Fläche der Prüfmenge, in  $\text{m}^2$ ;  
 $p$  die Anzahl der kombinierten Eluatanteile.

(5) Die Prüfergebnisse und Ergebnisse der Berechnungen sollten im Bericht angegeben und nach Abschnitt 11 überprüft werden.

### 10.3 Berechnung des Freisetzungsmechanismus

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

### 10.4 Berechnung des Masseverlustes

(1) Der Masseverlust wird anhand der Gleichung (5) berechnet.

$$m_a = \frac{m_s}{A} \quad (5)$$

Dabei ist

- $m_a$  der Masseverlust, in  $\text{g}/\text{m}^2$ ;  
 $m_s$  die Masse der getrockneten Feststoffe, die während der Prüfung abgefallen sind, in g;  
 $A$  die beanspruchte Oberfläche des/der Probestücke(s), in  $\text{m}^2$ .

(2) Der Masseverlust während der Schritte (1 bis 2) ( $m_{a1-2}$ ) und der Schritte (3 bis  $N$ ) ( $m_{a3-N}$ ) ist im Bericht getrennt anzugeben und die Summe der beiden Werte ( $m_a = m_{a1-2} + m_{a3-N}$ ) ist ebenfalls im Bericht anzugeben, wobei  $N$  der letzte Schritt ist.

**ANMERKUNG** Ein relativ großer Masseverlust während der Schritte (1 bis 2) im Vergleich zum Masseverlust während der Schritte (3 bis  $N$ ) könnte darauf hindeuten, dass der Verlust das Ergebnis der Vorbereitung und Handhabung des/der Probestücke(s) ist. Das könnte beispielsweise bei der Prüfung langsam härtender Gemische mit begrenzter Festigkeitsentwicklung beobachtet werden. Andererseits könnte ein relativ großer und zunehmender Masseverlust während der Schritte (3 bis  $N$ ) im Vergleich zum Masseverlust während der Schritte (1 bis 2) ein Hinweis auf einen schlechteren Grad der langfristigen Formbeständigkeit unter Wasser sein.

## 11 Dokumentation und Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

a) Allgemeines:

- 1) Hinweis auf dieses Dokument;
- 2) Eingangsdatum der Laborprobe im Labor;
- 3) Identifizierung der Laborprobe;
- 4) Verfahren, mit dem die Untersuchungsprobe aus der Laborprobe erhalten wurde (z. B. Auswahl der Untersuchungsprobe, Formgebung der Prüfstücke im Labor, Schneiden/Sägen/Kernbohren) und Begründung dieser Vorgehensweise zur Vorbereitung der Untersuchungsprobe;
- 5) Aushärtungszeit und Bedingungen der Untersuchungsprobe;

- 6) Lagerungsbedingungen der Laborprobe und der Untersuchungsprobe;
  - 7) Maße der Prüfmenge und Berechnungsverfahren für die geometrische Oberfläche ( $A$ ) der Prüfmenge, sowie die geometrische Oberfläche selbst und das Volumen der Prüfmenge;
  - 8) die Art und Weise, wie die Prüfmenge im Auslaugbehälter aufgehängt oder an diesem befestigt ist;
  - 9) der Probenahmebericht, falls verfügbar.
- b) Bedingungen der Auslaugprüfung:
- 1) Datum der Prüfung (Beginn und Ende);
  - 2) Identifizierung der eingesetzten Prüfausrüstung und -geräte, einschließlich der Abmessungen des Auslaugbehälters;
  - 3) Beschreibung und Begründung der Wahl der Materialien für die Ausrüstung;
  - 4) Volumen  $V_1$  des Auslaugmittels, das bei jedem Schritt der Prüfmenge zugegeben wurde;
  - 5) Zeiten der Erneuerung des Auslaugmittels von allen Zeiträumen ( $t_i$  bis  $t_k$ );
  - 6)  $L/A$ -Verhältnis;
  - 7) Temperaturbereich während der Durchführung der Prüfung;
  - 8) Masseverlust ( $m_{a1-2}$  und  $m_{a3-N}$ ) sowie die Summe der beiden Werte ( $m_a = m_{a1-2} + m_{a3-N}$ ) während der Prüfung;
  - 9) jegliche Abweichungen vom Prüfverfahren und der Grund für diese Abweichung zusammen mit allen Ereignissen, die möglicherweise die Prüfergebnisse beeinflusst haben.
- c) Analysenbericht:
- 1) pH-Wert, Leitfähigkeit und Redoxpotential (freigestellt) der gesammelten Eluatanteile und DOC (sofern verfügbar);
  - 2) alle Verdünnungen, die vorgenommen wurden;
  - 3) Verfahren der Konservierung der Eluatanteile für die verschiedenen zu analysierenden Stoffe;
  - 4) Mengen der zugefügten Konservierungsflüssigkeit, falls diese mehr als 1 ml je 100 ml Eluat beträgt;
  - 5) eingesetzte Analyseverfahren;
  - 6) alle gemessenen Konzentrationen.
- d) Ergebnisse der Auslaugprüfung:
- 1) die gemessenen Konzentrationen je Schritt für jeden zu untersuchenden Stoff, in mg/l oder µg/l, dargestellt in einer Tabelle der Ergebnisse, die auch die Berührungszeit und das Volumen des Eluats auf jedem Schritt darstellt;
  - 2) die je Schritt für jeden Stoff berechneten freigesetzten Mengen  $r_i$ , in mg/m<sup>2</sup> der geometrischen Oberfläche des Produkts, dargestellt in einer Tabelle; bei Analysenergebnissen unter der

Quantifizierungsgrenze für die betreffenden Stoffe müssen sowohl die untere Grenze als auch die obere Grenze der freigesetzten Menge angegeben werden;

- 3) die kumulativ freigesetzten Mengen  $R_n$  ( $n = 1$  bis  $k$ ) für jeden Stoff, in  $\text{mg}/\text{m}^2$  geometrischer Oberfläche des Produkts, in Tabellenform und aufgetragen gegen die Zeit (auf einer doppelt logarithmischen Skala). Falls relevant, müssen wieder die unteren und oberen Grenzen angegeben werden;
- 4) falls gefordert, Beschreibung des Freisetzungsmechanismus nach Anhang B;
- 5) flächenbezogene Freisetzungsrates (Fluss) für jeden Stoff und jeden Eluatanteil in Tabellenform, in  $\text{mg}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$ , freigestellt.

## 12 Durchführung der Prüfung

Die aus einer Quervergleichsvalidierung der Normenreihe EN 16637 abgeleiteten Durchführungseigenschaften sind in [7] [8] aufgeführt. In dem informativen Anhang E sind die Ergebnisse der Validierungsarbeit nach Matrix und Stoffen angegeben, die eine Begründung für die Ableitung der in Tabelle E.1 enthaltenen Werte bieten. Die meisten dieser Werte korrespondieren gut mit der Validierungsarbeit an anorganischen Substanzen aus anderen Bauprodukten oder verbundenen Materialien [3] [15] [16] [17].

Die Prüfbedingungen in diesem Dokument, EN 15863 [18] (CEN/TC 444) und EPA 1315 [19] sind mit Ausnahme von bahnen- und plattenartigen Materialien gleich. In einer parallelen Validierungsstudie [17], haben sich die für NEN 7375 [3], EN 15863 [18] und EPA 1315 [19] erhaltenen Ergebnisse als vollständig mit den Durchführungseigenschaften der Normen vergleichbar erwiesen. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass dieses Dokument und EPA 1315 vergleichbare Ergebnisse erzielen.

## 13 Indirekte Verfahren

### 13.1 Definition

Dieses Dokument legt in Abschnitt 1 bis Abschnitt 11 die „horizontalen“ Referenzverfahren fest. Der Begriff „indirektes“ Verfahren wird variabel auf vereinfachte Verfahren, sekundäre Verfahren, abgeleitete Verfahren oder alternative Verfahren angewendet.

ANMERKUNG 1 Derartige „indirekte“ Verfahren können für eine spezielle Anwendung leichter durchführbar und/oder kostengünstiger sein. Ein „indirektes“ Verfahren ist im Allgemeinen nicht „horizontal“, sondern für ein bestimmtes Produkt oder eine bestimmte Produktreihe (wie in einer hEN oder in ETAs festgelegt) vorgesehen.

ANMERKUNG 2 Der Begriff „indirektes Verfahren“ wurde gewählt, um deutlich zu machen, dass anstatt einer direkten Bestimmung durch ein horizontales Referenzverfahren ein „indirektes“ Verfahren durch die vorgeschriebene Vergleichspräzision, Korrelation oder den praktischen Zusammenhang mit dem Referenzverfahren (entsprechend dem Zweck der Emissionsbestimmung) ein Ergebnis indirekt liefert.

### 13.2 Festlegungen

(1) Wie in der Einleitung angegeben, besteht eines der Ziele dieses Dokuments darin, entsprechend dem im Mandat M/366 [20] festgelegten horizontalen Konzept Bauprodukte unter vergleichbaren Bedingungen hinsichtlich ihrer Freisetzung in den Boden und Wasser entsprechend dem im Mandat M/366 (siehe Punkt IV-10) festgelegten horizontalen Konzept zu beurteilen.

(2) Bei Anwendung bei einem festgelegten Produkt oder einer Produktreihe muss ein „indirektes“ Verfahren ein Ergebnis liefern, das mit dem Ergebnis des Referenzverfahrens vergleichbar ist oder mit diesem korreliert.

(3) Die für das Referenzverfahren festgelegten Anforderungen, insbesondere die Anforderungen an die Probenahme, gelten auch für das indirekte Verfahren, sofern dieses indirekte Verfahren keine anderen Anforderungen entsprechend seines spezifischen Anwendungsbereichs vorschreibt.

(4) Der spezifische und begrenzte Anwendungsbereich eines indirekten Verfahrens kann Anforderungen an Ausgangsstoffe, Produktformulierungen und Betriebsparameter enthalten. In jedem Fall bleibt die Gültigkeit der obigen Korrelation und der Vergleichspräzision strikt auf den Anwendungsbereich beschränkt, für den sie ermittelt wurde.

### **13.3 Beispiele für „indirekte“ Verfahren**

Ein Beispiel für ein mögliches indirektes Prüfverfahren ist die Tank-Auslaugprüfung mit weniger als acht Schritten und Extrapolation auf 64 Tage (z. B. für die werkseigene Produktionskontrolle) oder eine Auslaufprüfung nach CEN/TS 15862 [21]. Siehe prEN 16637-1 für weitere Beispiele und zusätzliche Anleitungen zur Anwendung indirekter Prüfverfahren.

## Anhang A (informativ)

### Verfahren für körnige Bauprodukte mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit (GLHC)

#### A.1 Anwendungsbereich

(1) Die GLHC-Form der dynamischen Oberflächenauslaufprüfung (DSLIT) gilt für Produkte, deren Durchlässigkeit zu gering ist, um eine reguläre Perkulationsprüfung durchzuführen (z. B. lehmartige, pastöse Produkte, hochverdichtete körnige Produkte).

(2) Die GLHC-Form unterscheidet sich vom DSLIT hinsichtlich der Prüfausrüstung und der Vorbereitung der Probe zur Sicherstellung, dass eine exakt festgelegte Oberfläche beansprucht wird. Alle sonstigen Bedingungen (z. B.  $L/A$ -Verhältnis, Erneuerungszeiten des Auslaugmittels, Auslaugmittel und Umgang mit Daten) entsprechen denen, die beim regulären DSLIT zur Anwendung kommen. In prEN 16637-1 wird eine Anleitung dazu gegeben, unter welchen Umständen dieses Verfahren anzuwenden ist.

#### A.2 Begriffe und Abkürzungen

Es gelten dieselben Begriffe und Abkürzungen wie für den DSLIT, siehe Abschnitt 3 und Abschnitt 4.

#### A.3 Kurzbeschreibung

Die GLHC-Form ist dafür vorgesehen, die Freisetzung anorganischer und/oder nichtflüchtiger organischer Stoffe aus einem körnigen Produkt mittels Diffusion zu ermitteln. Eine Prüfanordnung für diese diffusionsbestimmte Freisetzung wird durch leichte Verdichtung des körnigen Produkts in einem zylindrischen Behälter und anschließende Beanspruchung des Produkts auf einer Seite mit dem Auslaugmittel erreicht. Zuerst wird das Produkt bis zu einem Feuchtegehalt befeuchtet, der der Sättigung nach dem Verdichten entspricht. Der Grad der Verdichtung ist nicht besonders entscheidend. Bild A.1 zeigt eine schematische Darstellung der Prüfanordnung.

**ANMERKUNG** Obwohl das Verfahren hauptsächlich auf die Diffusion gerichtet ist, kann die Steuerung der Löslichkeit nicht ausgeschlossen werden, wobei dieser Freisetzungsmechanismus jedoch im Allgemeinen anhand des Freisetzungsmusters identifiziert werden kann.

#### A.4 Geräte

##### A.4.1 Allgemeines

(1) Die unten aufgeführten Geräte und Hilfsmittel müssen vor ihrer Anwendung dahingehend überprüft werden, dass ordnungsgemäßes Funktionieren sichergestellt ist und keine störenden Elemente vorhanden sind, die das Prüfergebnis beeinträchtigen können. Sie dürfen keine der in den Eluat zu bestimmenden Bestandteile freisetzen oder absorbieren.

(2) Die unten aufgeführten Geräte müssen ebenfalls kalibriert sein.

##### A.4.2 Verschließbarer äußerer Behälter mit zylindrischem Innenbehälter

(1) Verschließbarer äußerer Behälter mit zylindrischem Innenbehälter, beide aus einem Werkstoff, der für die zu analysierenden Stoffe geeignet ist (z. B. Kunststoff ohne Weichmacher bei anorganischen Stoffen oder Glas bei organischen Stoffen), in dem das zu prüfende Produkt verdichtet und an einer Seite dem

Auslaugmittel ausgesetzt werden kann. Der Innenbehälter muss einen Innendurchmesser von  $(100 \pm 5)$  mm und eine Innenhöhe von  $(100 \pm 5)$  mm aufweisen. Die Abmessungen des äußeren Behälters müssen so sein, dass bei der Prüfung für jeden Auffrischungszyklus nicht mehr als 0,7 l Auslaugmittel notwendig sind, damit der Flüssigkeitspegel mindestens bis 20 mm oberhalb des Innenbehälters gelangen kann.

(2) Der äußere Behälter muss unten so mit einem Ablaufventil ausgerüstet sein, dass die Eluate während der verschiedenen Auffrischungszyklen abgelassen werden können, ohne das Diffusionsprofil in der Prüfmenge  $P$  zu stören. Alternativ kann eine Einrichtung zum Entfernen des Auslaugmittels durch hydrostatischen Druck (ohne unten angebrachtes Ablaufventil) verwendet werden. In diesem Fall kann der Innenbehälter direkt auf dem Boden des äußeren Behälters stehen.

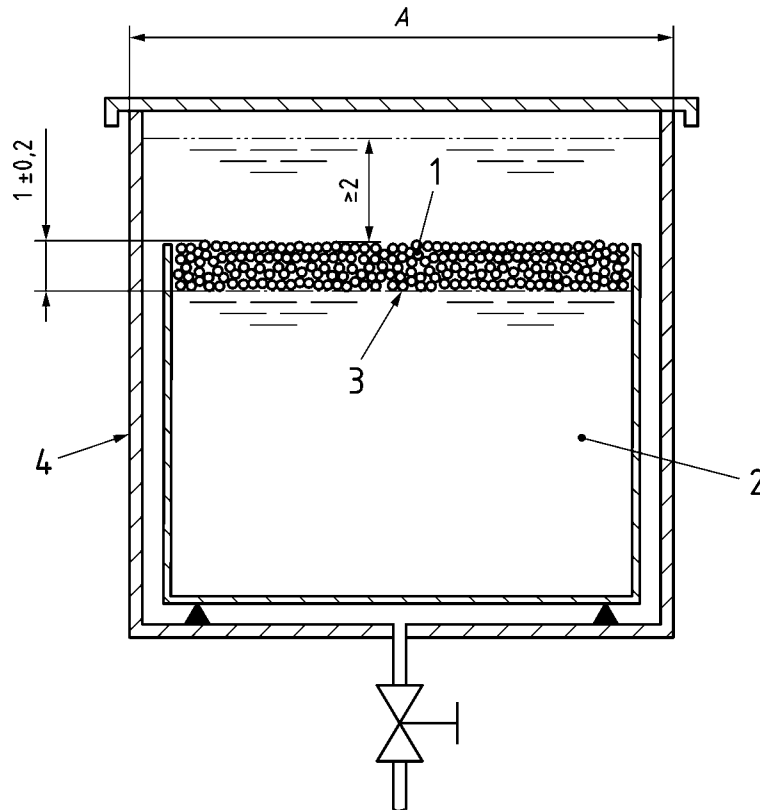
ANMERKUNG 1 Die Abmessungen des Innen- und Außenbehälters werden so gewählt, dass für die geprüften Produkte üblicherweise messbare Konzentrationen in den Eluaten erhalten werden (siehe A.5).

ANMERKUNG 2 Die Höhe des Innenbehälters wird so gewählt, dass es in dem zu prüfenden Produkt im Verlauf der Prüfung nicht zur Erschöpfung irgendeines Bestandteils kommen kann.

### A.4.3 Glasperlen

Glasperlen mit einem Durchmesser zwischen 2 mm und 3 mm.

Maße in Millimeter



#### Legende

- A Fläche
- 1 Glasperlen
- 2 zu prüfendes Material
- 3 Diffusion
- 4 Diffusionsprofil

**Bild A.1 — Schematische Darstellung des Verfahrens für körnige Bauprodukte mit geringer Durchlässigkeit**

### A.5 Probenahme

(1) Die Probenvorbereitung muss die Herstellung der Untersuchungsprobe aus der Laborprobe sowie die Vorbereitung der Prüfmenge umfassen.

(2) Die Probenahme muss in Übereinstimmung mit den in prEN 16637-1 beschriebenen Verfahren erfolgen, um eine repräsentative Laborprobe zu erhalten.

**ANMERKUNG** Wie in Akkreditierungsverfahren üblich, verfasst das Prüflabor nur dann einen Probenahmebericht, wenn es selbst die Probenahme zur Herstellung der Laborprobe durchführt. Die Produkt-TCs wurden von CEN/TC 351 angewiesen, die Ergänzung zur Probenahme (für die Prüfung gefährlicher Stoffe) in ihre jeweilige Produktnorm oder Anleitung aufzunehmen.

## A.6 Durchführung

### A.6.1 Prüfbedingungen

(1) Die GLHC muss bei einer Temperatur des Auslaugmittels im Bereich zwischen 19 °C und 25 °C durchgeführt werden.

ANMERKUNG 1 Eine konstante Temperatur von 19 °C bis 25 °C bei der Prüfung kann entweder durch die Regelung der Temperatur des Labors oder durch Regelung der Temperatur des Auslaugmittels und durch Wärmeisolierung des Auslaugbehälters erreicht werden.

(2) Die Fläche  $A$  des Zylinderinnendurchmessers des Innenbehälters wird ermittelt (A.4.2).

(3) Der Außen- und Innenbehälter (A.4.2) wird vor der Durchführung der Prüfung mit Spüllösung (6.3) gespült und anschließend mit demineralisiertem Wasser (6.2).

(4) Der Innenbehälter muss wie folgt befüllt werden:

- a) der Behälter ist leer ( $M_{\text{ves1}}$ ) mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,1$  g zu wiegen (7.4);
- b) mit derselben Genauigkeit ist eine Menge des Produkts zu wiegen, die mindestens als notwendig erachtet wird, um den Innenbehälter vollständig zu füllen ( $M_{\text{m1}}$ );
- c) mit einer Genauigkeit von  $\pm 100$  mg ist ein Überschuss an demineralisiertem Wasser (6.2) zu wiegen, der mindestens notwendig ist, um den äußeren Behälter bis zu einem Pegel 20 mm oberhalb des Randes des Innenbehälters zu füllen ( $M_{\text{w1}}$ );
- d) eine 10 mm bis 20 mm dicke Schicht der gewogenen Produktmenge wird auf den Boden des Innenbehälters gegeben und mit einem Teil der gewogenen Wassermenge durchtränkt;
- e) die Schicht wird leicht verdichtet, indem ein Fallgewicht von etwa 100 g dreimal aus einer Höhe von etwa 200 mm entlang eines Stabes auf das Produkt fallen gelassen wird, der als Leitvorrichtung dient. Dieser Stab wird in der Mitte einer Scheibe befestigt, die auf die zu verdichtende Schicht gelegt wird. Die gesamte Oberfläche des Behälters wird mit der Scheibe abgedeckt. Eine weitere 10 mm bis 20 mm dicke Schicht wird hinzugegeben, ebenfalls mit einem Teil der gewogenen Wassermenge durchtränkt und mit dem Fallgewicht verdichtet. Dieser schichtweise Aufbau ist so lange zu wiederholen, bis der Innenbehälter bis  $(10 \pm 2)$  mm unter dem Rand gefüllt ist. Vor dem Aufbringen der letzten Schicht wird die verbleibende Höhe überprüft und die erforderliche Masse angepasst, damit sich ein Abstand vom Behälterrand von  $(10 \pm 2)$  mm ergibt.
- f) Der so gefüllte Behälter ( $M_{\text{ves2}}$ ), der Rest des überschüssigen Produkts ( $M_{\text{m2}}$ ) und der Rest der gewogenen Wassermenge ( $M_{\text{w2}}$ ) sind zu wiegen.
- g) Das Volumen der Prüfmenge ( $V_{\text{p}}$ ) ist aus den Abmessungen des Behälters zu berechnen. Die Dichte des Produkts im Innenbehälter ( $\rho$ ) ist anhand der Gleichung (A.1) zu berechnen.

$$\rho = \frac{M_{\text{m1}} - M_{\text{m2}}}{V_{\text{p}}} \quad (\text{A.1})$$

Dabei ist

$\rho$  die Dichte des Produkts in der Prüfmenge  $P$ , in  $\text{kg/m}^3$ ;

$M_{\text{m1}}$  die gewogene Produktmenge, mit der der Füllvorgang des Innenbehälters begonnen wurde, in g;

$M_{m2}$  die verbleibende gewogene Produktmenge  $M_{m1}$  nach dem Ende des Füllvorgangs, in g;

$V_P$  das Volumen der Prüfmenge  $P$ , in  $\text{dm}^3$ .

(5) Die Differenz zwischen  $(M_{m1} - M_{m2} + M_{w1} - M_{w2})$  und  $(M_{\text{ves}2} - M_{\text{ves}1})$  darf nicht mehr als 5 % betragen, dabei ist:

$M_{m1}$  die gewogene Produktmenge, mit der der Füllvorgang des Innenbehälters begonnen wurde, in g;

$M_{m2}$  die verbleibende gewogene Produktmenge  $M_{m1}$  nach dem Ende des Füllvorgangs, in g;

$M_{w1}$  die gewogene Menge des demineralisierten Wassers, mit der der Füllvorgang des Innenbehälters begonnen wurde, in g;

$M_{w2}$  die verbleibende gewogene Wassermenge  $M_{w1}$  nach dem Ende des Füllvorgangs, in g;

$M_{\text{ves}2}$  die Masse des Innenbehälters nach dem Ende des Füllvorgangs, in g;

$M_{\text{ves}1}$  die Masse des leeren Innenbehälters, in g.

(6) Eine Schicht Glasperlen mit einer Höhe von  $(10 \pm 2)$  mm wird auf die wasserdurchtränkte Schicht des Produkts gegeben und der Innenbehälter wird in den äußeren Behälter gestellt.

ANMERKUNG 2 Die Glasperlenschicht dient der Vermeidung einer Störung der verdichteten Schicht beim Austausch der Flüssigkeit.

ANMERKUNG 3 Aufgrund einer unvollständigen Verdichtung und/oder Belüftung könnte es zu Anlaufeffekten kommen, die immer zu einer geringeren anfänglichen Emission führen. Die Glasperlenschicht selbst könnte ebenfalls einen leichten Anlaufeffekt bewirken, da sich die Konzentration im Porenwasser zwischen den Perlen zunächst aufbauen muss, bevor es zu einer Emission in das Auslaugmittel kommt.

(7) Nicht pulverförmige Materialien können im Allgemeinen so wie sie sind verdichtet werden (feucht oder trocken). Pulverförmige trockene Materialien dagegen sollten entweder in einem willkürlich festgelegten Verhältnis oder unter Bezugnahme auf die optimale Proctor-Feuchtigkeit, sofern bekannt, befeuchtet werden.

(8) Es kann auch vorkommen, dass Materialien zu feucht sind, um leicht im GLHC-Behälter verdichtet zu werden. In diesem Fall ist es gewöhnlich möglich, die Untersuchungsprobe oder Prüfmenge luftzutrocknen. Die Trocknungstemperatur sollte  $40^\circ\text{C}$  nicht überschreiten. Das Trocknen kann zur Oxidation und/oder Carbonatisierung führen. Wenn das Material neu ist und als nicht oxidiertes/nicht carbonatisiertes Material geprüft werden muss, sollte die Trocknung in einer inerten Atmosphäre erfolgen.

## A.6.2 Schritt 1 des Auslaugverfahrens

(1) Der Auslaugbehälter wird verschlossen. Die Zeit  $t_0$  wird aufgezeichnet. Nach der Zugabe des Auslaugmittels ist der Auslaugprozess des ersten Schritts bis zu  $(6 \text{ h} \pm 15 \text{ min})$  durchzuführen ( $M_{w1} - M_{w2}$ ).

(2) Am Ende des ersten Schritts wird das Eluat aus dem äußeren Auslaugbehälter mit einem unten am Behälter befindlichen Ablaufventil oder mit einer Einrichtung zum Entfernen des Eluats durch hydrostatischen Druck entfernt. Die Zeit  $t_1$  wird aufgezeichnet. Umgehend ist mit Schritt 2 (A.6.3) fortzufahren.

(3) Wenn ausschließlich anorganische Stoffe von Interesse sind, darf folgendes Verfahren angewendet werden:

(4) Unverzüglich sind der pH-Wert und die Leitfähigkeit zu messen. Der Eluatanteil ist offline über ein 0,45-µm-Membranfilter zu filtrieren und das Eluat ist weiter für die Analyse (siehe 9.5) vorzubereiten. Die Anforderungen an die Porengröße des verwendeten Geräts für die Analyse sollten jedoch berücksichtigt werden.

(5) Wenn nichtflüchtige organische Stoffe von Interesse sind, sollte folgendes Verfahren befolgt werden:

(6) Der Überstand ist in Zentrifugenröhrchen (7.13) zu überführen. Für die Trennung Feststoff – Flüssigkeit gibt es zwei Optionen:

- a) Zentrifugieren des Eluats für 30 min bei 20 000 *g* bis 30 000 *g* mit einer Hochgeschwindigkeitszentrifuge (7.13) oder
- b) Zentrifugieren des Eluats für 5 h bei 2 000 *g* bis 2 500 *g* in Glasflaschen mithilfe einer Zentrifuge mit geringerer Geschwindigkeit (7.13).

ANMERKUNG Nach dem Stokesschen Gesetz ist zu erwarten, dass beide Zentrifugationsverfahren zu vergleichbaren Ergebnissen führen.

(7) Bei klaren Eluaten ohne sichtbare Schwebstoffteilchen oder mit einer Trübung von weniger als 20 FNU, ist jedoch möglicherweise keine Zentrifugation erforderlich.

(8) Zur Aufrechterhaltung der Temperatur von (19 bis 25) °C muss Kühlung angewendet werden (siehe A.6.1).

(9) Um eine erneute Aufwirbelung zu vermeiden, muss behutsam abgebremst werden. Die Abbremszeit darf 20 min nicht überschreiten.

(10) Der pH-Wert und die Leitfähigkeit des nicht gefilterten Eluats sind zu messen und das Eluat ist weiter für die Analyse vorzubereiten (siehe 9.5).

### A.6.3 Schritte 2 bis 8 des Auslaugverfahrens

(1) Der Auslaugbehälter ist wieder mit dem Auslaugmittel ( $M_{w1} - M_{w2}$ ) zu füllen, sodass sich die Spitze der Prüfmenge mindestens 20 mm unter Wasser befindet. Der Auslaugbehälter ist zu verschließen.

(2) Bei jedem Schritt ist der Auslaugprozess bis zur in Tabelle A.1 genannten Dauer durchzuführen.

(3) Am Ende jeden Schritts ist das Eluat aus dem Auslaugbehälter mit einem unten angebrachten Ablaufventil oder einer Einrichtung zum Entfernen des Auslaugmittels durch hydrostatischen Druck zu entfernen. Die Zeit  $t_i$  ist zu notieren, wobei  $i$  die Anzahl der aufeinanderfolgenden Schritte ist. Umgehend ist mit dem nächsten Schritt dem oben beschriebenen Verfahren folgend fortzufahren.

(4) Der Eluatanteil ist wie in A.6.2 beschrieben zu zentrifugieren oder zu filtrieren. Der pH-Wert und die Leitfähigkeit sind sofort zu messen und das Eluat ist weiter für die Analyse (siehe 9.5) vorzubereiten.

**Tabelle A.1 — Erneuerungszeiten des Auslaugmittels**

| Schritt/Anteil                                   | Dauer des jeweiligen Schritts | Dauer ab Beginn der Prüfung ( $t_0$ ) |
|--------------------------------------------------|-------------------------------|---------------------------------------|
| 1 <sup>a</sup>                                   | 6 h ± 15 min                  | 6 h                                   |
| 2                                                | 18 h ± 15 min                 | 1 Tag                                 |
| 3                                                | 1 d und 6 h ± 45 min          | 2 d und 6 h                           |
| 4                                                | 1 d und 18 h ± 75 min         | 4 d                                   |
| 5                                                | 5 d ± 75 min                  | 9 d                                   |
| 6                                                | 7 d ± 75 min                  | 16 d                                  |
| 7                                                | 20 d ± 7 h                    | 36 d                                  |
| 8                                                | 28 d ± 12 h                   | 64 d                                  |
| <sup>a</sup> Schritt 1 ist in A.6.2 beschrieben. |                               |                                       |

ANMERKUNG Die Häufigkeit der Flüssigkeitserneuerung ist so ausgelegt und wird so durchgeführt, dass die Konzentration in der Lösung die Freisetzungsrates aus der Prüfmengung nicht signifikant beeinträchtigt, weil die Konzentration in der Lösung wesentlich unter der Sättigungskonzentration liegt.

## A.7 Datenbehandlung und Bericht

Die weiteren Schritte der Vorbereitung des Eluats für die Analyse, Blindproben, Beurteilung der Messergebnisse und Berichterstattung entsprechend den für den DSLT festgelegten Schritten (siehe 9.5, 9.6, Abschnitt 10 und Abschnitt 11).

## Anhang B (informativ)

### Bewertung von Freisetzungsmechanismen (sofern gefordert)

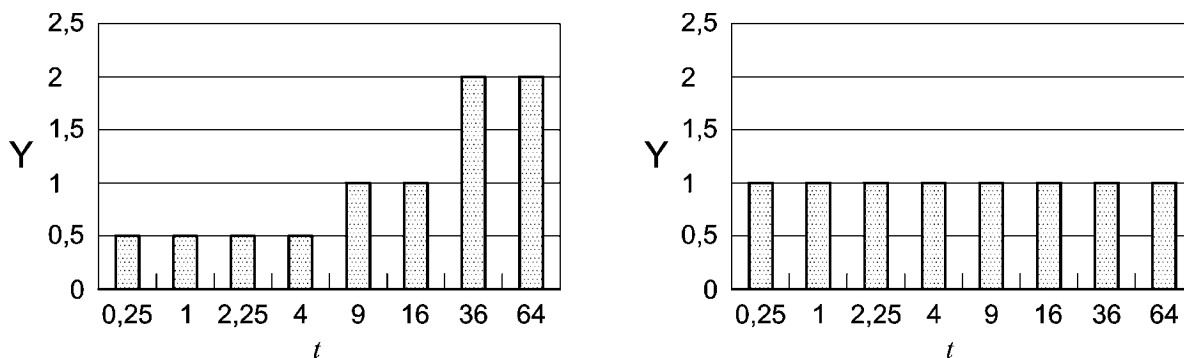
#### B.1 Übersicht über die Freisetzungsmechanismen

(1) Die Vorhersage der Langzeitfreisetzung gefährlicher Stoffe ist bezüglich der Beurteilung des Freisetzungsverhaltens aus einem Bauprodukt während seiner Nutzungsdauer in einem Bauwerk von Bedeutung. Um in der Lage zu sein, die Langzeitfreisetzung durch Extrapolation vorherzusagen, muss der Freisetzungsmechanismus bekannt sein. Der Freisetzungsmechanismus eines Stoffs kann aus den Ergebnissen der DSL-Prüfung abgeleitet werden.

(2) Im Allgemeinen kann zwischen zwei Haupt-Freisetzungsmechanismen unterschieden werden:

- a) Diffusion;
- b) Auflösung.

(3) Die diffusionsgesteuerte Freisetzung hat eine lineare Beziehung zu  $\sqrt{t}$  (Zeit). Dadurch können die Erneuerungszeiten so gewählt werden, dass für die diffusionsgesteuerte Freisetzung ein eindeutiges Muster zu beobachten ist. Durch die Reihe von Erneuerungszeiten in diesem Dokument (siehe Tabelle 1) entsteht ein 3-stufiges Muster. Der Konzentrationspegel des Musters der zweiten und dritten Stufe ist doppelt so hoch wie der Pegel des Musters der vorherigen Stufe. Bei der lösungsgesteuerten Freisetzung ist das Muster einheitlich und unabhängig von den Erneuerungszeiten. Die Unterschiede der Freisetzungsmuster sind in Bild B.1 dargestellt. Die Eigenschaften des Freisetzungsmusters werden zur Identifizierung des Freisetzungsmechanismus verwendet.



#### Legende

Y genormte Konzentration  
t Zeit in Tagen

**Bild B.1 — Freisetzungsmuster der Diffusion (links) und Auflösung (rechts)**

(4) In der Praxis neigt der Freisetzungsmechanismus eines Bauprodukts dazu, von einem dieser beiden Mechanismen oder von einer Kombination aus beiden gesteuert zu werden. Da die Löslichkeit durch den pH-Wert geregelt wird, kann das Auflösungsmuster von pH-Wert-Änderungen während der Prüfung beeinflusst werden. Dadurch kann das Auflösungsmuster in der Praxis weniger deutlich sein als das Diffusionsmuster. Deshalb konzentriert sich die Analyse der DSLT-Ergebnisse vorrangig darauf, ob die Freisetzung diffusionsgesteuert erfolgt. Wenn Diffusion nicht festgestellt wird, wird untersucht, ob eine Auflösung auftritt. Da die Auflösung pH-Wert-abhängig ist, kann Auflösung nur festgestellt werden, wenn die

pH-Wert-Änderungen während der Prüfung begrenzt bleiben. Bei beträchtlichen pH-Wert-Änderungen kann die Auflösung nicht festgestellt werden, woraus geschlussfolgert wird, dass die Freisetzung durch einen unbekannten Mechanismus gesteuert wird (der entweder die pH-Wert-abhängige Auflösung oder eine Kombination aus Diffusion und Auflösung ist).

(5) Wenn festgestellt wurde, dass Diffusion der Hauptfreisetzungsmechanismus ist, ist es möglich, ein Abwaschen der Oberfläche und/oder eine Erschöpfung als mögliche sekundäre Mechanismen zu identifizieren, die die Langzeitfreisetzung beeinflussen. Unter bestimmten Bedingungen (begrenzte Änderungen des pH-Werts) kann die Abwaschung der Oberfläche auch in Kombination mit einem unbekannten Freisetzungsmechanismus identifiziert werden.

(6) Die Angaben zum Freisetzungsmechanismus des Produkts müssen in das im Bericht angegebene Ergebnis einbezogen werden. Das kann erforderlich sein:

- a) um das Freisetzungsverhalten zu charakterisieren;
- b) um Prüfergebnisse, die bei einer genormten Prüfdauer erzielt wurden (üblicherweise 64 Tage), mit verkürzten WPK-Prüfungen und mit historischen Daten aus bestehenden vergleichbaren Tank-Prüfverfahren mit anderen Prüfdauern miteinander in Verbindung zu bringen.

**ANMERKUNG** Es ist erwähnenswert, dass dieser Anhang ausschließlich das Freisetzungsverhalten der Produkte betrifft. Er behandelt nicht die Modellierung einer umweltbezogenen Beurteilung in einer Quelle-Weg-Ziel-Bewertung. Er stellt vielmehr nur die unverzichtbaren Informationen bereit, die als Basis für weitere Umweltbewertungen verwendet werden können.

## B.2 Verfahren zur Identifizierung des Freisetzungsmechanismus

Die Identifizierung des Freisetzungsmechanismus eines Stoffs umfasst die in Bild B.2 beschriebenen Schritte.

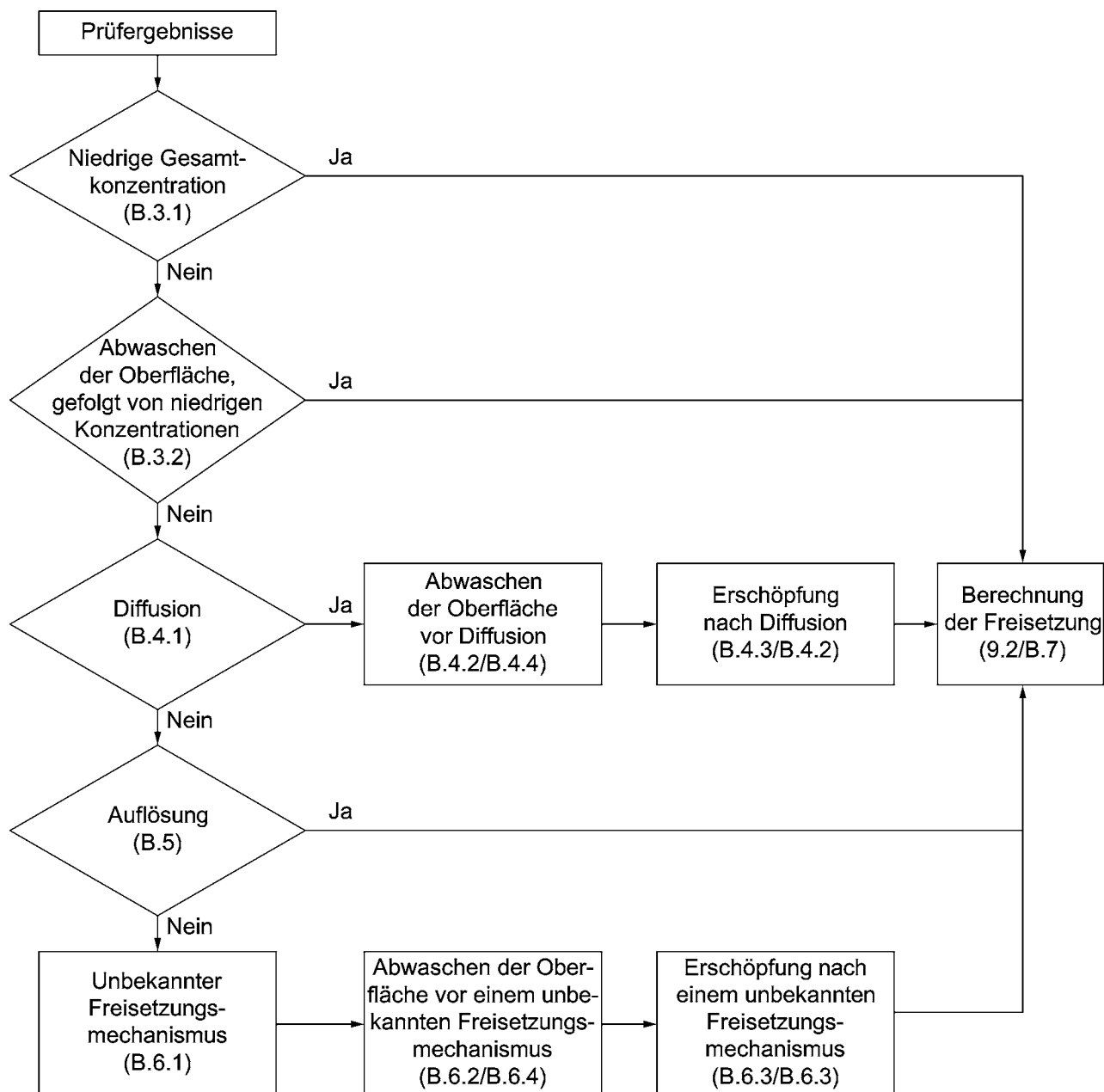


**Bild B.2 — Zusammenfassung des Verfahrens zur Identifizierung des Freisetzungsmechanismus und Festlegung des Grades der Freisetzung**

## B.3 Nahe bei der Quantifizierungsgrenze liegende Konzentrationen

### B.3.1 Niedrige Gesamtkonzentrationen

(1) Wenn die mittlere Konzentration eines Stoffs einen Wert annimmt, der nahe bei der Quantifizierungsgrenze liegt, ist es nicht möglich, einen Freisetzungsmechanismus exakt zu bestimmen. Niedrige Gesamtkonzentrationen für einen Stoff werden gebildet, wenn die Bedingung in Gleichung (B.1) erfüllt ist.

$$\frac{c_{2-8}}{DL} < 1,5 \quad (B.1)$$

Dabei ist

$$c_{2-8} = \frac{\sum_{i=2}^8 c_i}{7} \quad (B.2)$$

Dabei ist

$$\frac{\sum_{i=2}^8 c_i}{7} \quad \text{die mittlere Konzentration des Stoffs in den Eluaten 2 bis 8, in } \mu\text{g/l;}$$

DL die Nachweisgrenze, in  $\mu\text{g/l}$ ;

$c_i$  die Konzentration des Stoffs im Eluat  $i$ , in  $\mu\text{g/l}$ .

(2) Wenn die Konzentrationen für einen bestimmten Stoff zu gering sind, so müssen B.3.2, B.4, B.5 und B.6 für diesen Stoff übersprungen werden.

### B.3.2 Abwaschen der Oberfläche, gefolgt von niedrigen Konzentrationen

(1) Wenn die Überprüfung hinsichtlich niedriger Gesamtkonzentrationen für einen Stoff negativ verläuft, wird überprüft, ob nach dem anfänglichen Abwaschen der Oberfläche niedrige Konzentrationen folgen. Das Abwaschen der Oberfläche ist eine Form der Auflösung, die eine relative hohe anfängliche Freisetzung im ersten (und zweiten) Eluat ergibt, gefolgt von beträchtlich niedrigeren Konzentrationen in den folgenden Eluaten. Wenn die Konzentrationen eines Stoffs in den folgenden Eluaten insgesamt niedrig sind (B.1), ist es nicht möglich, den Hauptfreisetzungsmechanismus dieses Stoffs zu bestimmen.

(2) Das Abwaschen der Oberfläche, gefolgt von niedrigen Konzentrationen entsteht, wenn die Bedingungen der Gleichung (B.3) und Gleichung (B.4) erfüllt sind.

$$\frac{c_1}{c_{3-7}} > 1,8 \quad (B.3)$$

und

$$\frac{c_{5-8}}{DL} < 1,5 \quad (B.4)$$

Dabei ist

$$c_{3-7} = \frac{\sum_{i=3}^7 c_i}{5} \quad (B.5)$$

und

$$c_{5-8} = \frac{\sum_{i=5}^8 c_i}{4} \quad (B.6)$$

Dabei ist

$$\frac{\sum_{i=3}^7 c_i}{5} \quad \text{die mittlere Konzentration des Stoffs in den Eluaten 3 bis 7, in } \mu\text{g/l;}$$

$$\frac{\sum_{i=5}^8 c_i}{4} \quad \text{die mittlere Konzentration des Stoffs in den Eluaten 5 bis 8, in } \mu\text{g/l;}$$

DL die Nachweisgrenze, in µg/l;

$c_i$  die Konzentration des Stoffs im Eluat  $i$ , in µg/l.

(3) Wenn dem Abwaschen der Oberfläche für einen bestimmten Stoff geringe Konzentrationen folgen, so müssen B.4, B.5 und B.6 für diesen Stoff übersprungen werden.

## B.4 Diffusionsgesteuerte Freisetzung eines Stoffs

### B.4.1 Identifizierung der diffusionsgesteuerten Freisetzung

(1) Wenn keine niedrigen Gesamtkonzentrationen oder geringe Konzentrationen nach dem Abwaschen der Oberfläche festgestellt werden, wird überprüft, ob die Diffusion der Hauptfreisetzungsmechanismus sein kann. Die Diffusionsrate hängt von der Porosität und der Porenstruktur (Tortuosität) der Matrix ab. Diffusion wird festgestellt, wenn:

$$\sqrt{\text{MSE}} < 0,40 \quad (\text{B.7})$$

Dabei ist

MSE der mittlere quadratische Fehler der Konzentration in den Eluaten 2 bis 7 oder 8.

(2) Der mittlere quadratische Fehler MSE wird entsprechend Tabelle B.1 berechnet.

**Tabelle B.1 — Berechnung des MSE ohne Erschöpfung und mit Erschöpfung**

| Wenn $\frac{c_8}{c_7} \geq 0,9$ (keine Erschöpfung)   | Wenn $\frac{c_8}{c_7} < 0,9$ (Erschöpfung)            |
|-------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| $c_{2-8} = \frac{\sum_{i=2}^8 c_i}{7}$                | $c_{2-7} = \frac{\sum_{i=2}^7 c_i}{6}$                |
| $SE_2 = \left( \frac{c_2}{c_{2-8}} - 0,467 \right)^2$ | $SE_2 = \left( \frac{c_2}{c_{2-7}} - 0,545 \right)^2$ |
| $SE_3 = \left( \frac{c_3}{c_{2-8}} - 0,467 \right)^2$ | $SE_3 = \left( \frac{c_3}{c_{2-7}} - 0,545 \right)^2$ |
| $SE_4 = \left( \frac{c_4}{c_{2-8}} - 0,467 \right)^2$ | $SE_4 = \left( \frac{c_4}{c_{2-7}} - 0,545 \right)^2$ |
| $SE_5 = \left( \frac{c_5}{c_{2-8}} - 0,933 \right)^2$ | $SE_5 = \left( \frac{c_5}{c_{2-7}} - 1,091 \right)^2$ |
| $SE_6 = \left( \frac{c_6}{c_{2-8}} - 0,933 \right)^2$ | $SE_6 = \left( \frac{c_6}{c_{2-7}} - 1,091 \right)^2$ |
| $SE_7 = \left( \frac{c_7}{c_{2-8}} - 1,867 \right)^2$ | $SE_7 = \left( \frac{c_7}{c_{2-7}} - 2,182 \right)^2$ |
| $SE_8 = \left( \frac{c_8}{c_{2-8}} - 1,867 \right)^2$ |                                                       |
| $\text{MSE} = \frac{\sum_{i=2}^8 SE_i}{7}$            | $\text{MSE} = \frac{\sum_{i=2}^7 SE_i}{6}$            |

Dabei ist

$c_i$  die Konzentration des Stoffs im Eluat  $i$ , in  $\mu\text{g/l}$ ;

$SE_i$  der quadratische Fehler der Konzentration des Stoffs im Eluat  $i$ ;

$c_{2-n}$  die mittlere Konzentration des Stoffs in den Eluaten 2 bis  $n$  ( $n = 7$  oder  $8$ ), in  $\mu\text{g/l}$ .

(3) Wenn für einen bestimmten Stoff Diffusion als Hauptfreisetzungsmechanismus identifiziert wurde, wird überprüft, ob für diesen Stoff möglicherweise eine Abwaschung der Oberfläche und/oder Erschöpfung als Nebeneffekt aufgetreten sind. Das Abwaschen der Oberfläche wird nach B.4.2 überprüft und die Erschöpfung nach B.4.3.

(4) Wenn für einen bestimmten Stoff Diffusion als Hauptfreisetzungsmechanismus festgestellt wurde, wird überprüft, ob eine Abwaschung der Oberfläche und/oder Erschöpfung entsprechend B.4.2, B.4.3 und B.4.4 auftritt, während B.5 und B.6 für diesen Stoff übersprungen werden müssen.

#### **B.4.2 Abwaschen der Oberfläche vor einer diffusionsgesteuerten Freisetzung**

Das Abwaschen der Oberfläche ist durch einen relativ hohen Konzentrationspegel in den ersten ein bis zwei Fraktionen gekennzeichnet. Wenn als Hauptfreisetzungsmechanismus Diffusion identifiziert wurde, ist die Diffusion nach einem Abwaschen der Oberfläche aufgetreten, wenn:

$$\frac{c_1}{c_{3-4}} > 1,8 \quad (\text{B.8})$$

und

$$c_{3-4} = \frac{\sum_{i=3}^4 c_i}{2} \quad (\text{B.9})$$

Dabei ist

$\frac{\sum_{i=3}^4 c_i}{2}$  die mittlere Konzentration des Stoffs in den Eluaten 3 bis 4, in  $\mu\text{g/l}$ ;

$c_i$  die Konzentration des Stoffs im Eluat  $i$ , in  $\mu\text{g/l}$ .

#### **B.4.3 Erschöpfung nach einer diffusionsgesteuerten Freisetzung**

Erschöpfung ist eine Funktion der Porosität, Tortuosität und der Wechselwirkung des betreffenden Bestandteils mit der Feststoffmatrix und/oder weiteren Stoffen im Eluat. Erschöpfung kann durch eine Abnahme des Konzentrationspegels in der/den letzten Fraktion(en) identifiziert werden. Wenn als Hauptfreisetzungsmechanismus Diffusion identifiziert wurde, ist eine Erschöpfung nach Diffusion aufgetreten, wenn:

$$\frac{c_8}{c_7} < 0,9 \quad (\text{B.10})$$

Dabei ist

$c_i$  die Konzentration des Stoffs im Eluat  $i$ , in  $\mu\text{g/l}$ .

#### B.4.4 Abwaschen der Oberfläche vor einer diffusionsgesteuerten Freisetzung, gefolgt von Erschöpfung

Wenn als Hauptfreisetzungsmechanismus Diffusion identifiziert wurde, ist ein Abwaschen der Oberfläche vor der Diffusion und gefolgt von Erschöpfung aufgetreten, wenn beide Bedingungen von B.4.2 und B.4.3 erfüllt sind.

#### B.5 Lösungsgesteuerte Freisetzung eines Stoffs

(1) Wenn Diffusion *nicht* als Hauptfreisetzungsmechanismus identifiziert wurde, wird überprüft, ob Auflösung der Hauptfreisetzungsmechanismus des Stoffs sein kann. Die Lösung tritt auf, wenn beide Bedingungen der Gleichung (B.11) und Gleichung (B.12) erfüllt sind.

$$\sigma_{\text{pH}} < 0,25 \quad (\text{B.11})$$

und

$$\frac{\sigma_c}{c_{1-8}} < 0,25 \quad (\text{B.12})$$

Dabei ist

$\sigma_{\text{pH}}$  die Standardabweichung des pH-Werts der Eluate 1 bis 8;

und

$$\sigma_{\text{pH}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^8 (\text{pH}_i - \text{pH}_{1-8})^2}{8}} \quad (\text{B.13})$$

Dabei ist

$\text{pH}_{1-8}$  der mittlere pH-Wert der Eluate 1 bis 8, in µg/l;

und

$$\text{pH}_{1-8} = \frac{\sum_{i=1}^8 \text{pH}_i}{8} \quad (\text{B.14})$$

Dabei ist

$\text{pH}_i$  der pH-Wert des Eluats  $i$ ;

und

$\sigma_c$  die Standardabweichung der Konzentrationen des Stoffs in den Eluaten 1 bis 8;

und

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^8 (c_i - c_{1-8})^2}{8}} \quad (\text{B.15})$$

Dabei ist

$c_{1-8}$  die mittlere Konzentration des Stoffs in den Eluaten 1 bis 8, in µg/l;

und

$$c_{1-8} = \frac{\sum_{i=1}^8 c_i}{8} \quad (\text{B.16})$$

Dabei ist

$c_i$  die Konzentration des Stoffs im Eluat  $i$ , in  $\mu\text{g/l}$ .

(2) Wenn für einen bestimmten Stoff Auflösung als Hauptfreisetzungsmechanismus festgestellt wurde, muss B.6 für diesen Stoff übersprungen werden.

(3) Da Änderungen des pH-Werts während der Prüfung die Freisetzung eines Stoffs beeinträchtigen können, kann Auflösung nur dann identifiziert werden, wenn die Eluate nur geringe Unterschiede im pH-Wert aufweisen.

## B.6 Sonstige Freisetzungsmechanismen

### B.6.1 Unbekannter Freisetzungsmechanismus

Wenn weder Diffusion noch Auflösung als Hauptfreisetzungsmechanismus festgestellt wurden, bleibt der Freisetzungsmechanismus dieses Stoffs unerkant.

### B.6.2 Abwaschen der Oberfläche eines Stoffs

(1) Im Fall eines unbekannten Freisetzungsmechanismus wird überprüft, ob das Abwaschen der Oberfläche die Freisetzung des Stoffs beeinflusst. Das Abwaschen der Oberfläche entsteht, wenn die Bedingungen der Gleichung (B.17) und Gleichung (B.18) erfüllt sind.

$$|pH_1 - pH_{2-8}| < 0,5 \quad (\text{B.17})$$

und

$$\frac{c_1}{c_{2-4}} > 1,8 \quad (\text{B.18})$$

Dabei ist

$pH_{2-8}$  der mittlere pH-Wert der Eluate 2 bis 8;

und

$$pH_{2-8} = \frac{\sum_{i=2}^8 pH_i}{7} \quad (\text{B.19})$$

Dabei ist

$pH_i$  der pH-Wert des Eluats  $i$ ;

und

$c_{2-4}$  die mittlere Konzentration des Stoffs in den Eluaten 2 bis 4, in  $\mu\text{g/l}$ ;