

DIN EN 16637-3

ICS 91.100.01

Entwurf

Einsprüche bis 2021-04-05
Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 16637-3
(DIN SPEC 18046-3):2016-12

**Bauprodukte –
Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen –
Teil 3: Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom;
Deutsche und Englische Fassung prEN 16637-3:2021**

Construction products –
Assessment of release of dangerous substances –
Part 3: Horizontal up-flow percolation test;
German and English version prEN 16637-3:2021

Produits de construction –
Evaluation de l'émission de substances dangereuses –
Partie 3: Essai horizontal de percolation à l'écoulement ascendant;
Version allemande et anglaise prEN 16637-3:2021

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 bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter 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 152 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16637-3:2021) 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.

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

ISO 7027-1 siehe DIN EN ISO 7027-1

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

Änderungen

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

- a) Überführung der Technischen Spezifikation in eine Europäische Norm;
- b) Ergänzung der Validierungsdaten aus dem Ringversuch zur Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit (siehe Abschnitt 12 und Anhang E);
- c) Ergänzung von Anforderungen an die Anzahl der Eluate (siehe 5.2);
- d) Abgleich der Prüfbedingungen mit den Prüfbedingungen, die in prEN 17516 festgelegt sind;
- e) Aktualisierung der normativen und informativen Querverweise;
- f) redaktionelle Überarbeitung der Norm.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

<i>Titel de:</i>	Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Teil 3: Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom
<i>Titel en:</i>	Construction products — Assessment of release of dangerous substances — Part 3: Horizontal up-flow percolation test
<i>Titel fr:</i>	Produits de construction — Evaluation de l'émission de substances dangereuses — Partie 3: Essai horizontal de percolation à l'écoulement ascendant

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
4 Symbole und Abkürzungen	11
4.1 Symbole	11
4.2 Abkürzungen	12
5 Kurzbeschreibung	13
5.1 Allgemeine Grundsätze	13
5.2 Anzahl der Eluate	13
6 Reagenzien	14
7 Ausrüstung	14
8 Probenvorbereitung	16
8.1 Allgemeines	16
8.2 Herstellung der Prüfprobe	16
8.2.1 Kurzbeschreibungen	16
8.2.2 Anwendungsregeln	17
8.3 Prüfmenge	18
8.4 Trocknung	18
8.5 Probenteilung	18
8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen	19
8.7 Zerkleinerung der Partikel	19
9 Prüfverfahren	19
9.1 Temperatur	19
9.2 Bestimmung des Trockenrückstands	19
9.3 Vorbehandlung der Säule	20
9.4 Packen der Säule	20
9.4.1 Allgemeines	20
9.4.2 Gleichgewichtseinstellung	20
9.4.3 Berechnung der Durchflussrate	20
9.5 Sammlung der Eluate	21
9.6 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse	23
9.7 Blindversuch	24
10 Beurteilung der Messergebnisse	24
10.1 Ausdruck der Ergebnisse in Konzentrationen	24
10.2 Angabe der Ergebnisse als massebezogene Freisetzung	24
11 Dokumentation und Prüfbericht	25
12 Prüfleistung	27
13 Indirekte Verfahren	27
13.1 Definition	27

13.2	Festlegungen	27
13.3	Beispiele für indirekte Verfahren	28
Anhang A (informativ) Beispiele für die Probenvorbereitung.....		29
A.1	Allgemeines	29
A.2	Beispiel 1	29
A.3	Beispiel 2	30
A.3.1	Korngrößenverteilung.....	30
A.3.2	Beispiel 2: Gewählter Siebdurchmesser von 22,4 mm	30
Anhang B (informativ) Bild der Säule und der angeschlossenen Vorrichtungen.....		32
Anhang C (informativ) Verfahren für die Verdichtung und Sättigung der Prüfmenge der Säule		33
C.1	Allgemeines	33
C.2	Füllen und Packen der Säule	33
C.3	Verfahren zur Verdichtung	33
C.4	Wassersättigung	34
C.4.1	Allgemeines	34
C.4.2	Verfahren 1: Sättigung der Prüfmenge in der Säule mithilfe der Pumpe	34
C.4.3	Verfahren 2: Sättigung der Prüfmenge in der Säule mithilfe des anfänglichen hydrostatischen Drucks	34
Anhang D (informativ) Beurteilung von Freisetzungsmechanismen		36
D.1	Überblick über die Freisetzungsmechanismen.....	36
D.2	Überblick über die Freisetzungsmechanismen.....	37
D.2.1	Allgemein niedrige Konzentrationen.....	37
D.2.2	Auswirkung des pH-Werts auf die Freisetzung.....	37
D.2.3	(augenscheinliche) pH-wertabhängige Freisetzung	38
D.2.4	Keine pH-wertabhängige Freisetzung	40
D.2.5	Nicht identifizierter Freisetzungsvorgang.....	42
D.3	Überblick über die Freisetzungsmechanismen.....	42
D.3.1	Freisetzung	42
D.3.2	Extrapolation und Interpolation der Freisetzung auf andere L/S -Verhältnisse	42
D.4	Beispiele	43
D.4.1	Allgemeines	43
D.4.2	BEISPIEL 1: pH-wertabhängige, löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	44
D.4.3	BEISPIEL 2: löslichkeitsgesteuerte Freisetzung.....	48
D.4.4	BEISPIEL 3: Auswaschung	52
D.4.5	BEISPIEL 4: scheinbare Verarmung.....	56
Anhang E (informativ) Zusammenfassung der kumulativen Ergebnisse für $L/S = 2$ und $L/S = 10$		60
E.1	Leistungsdaten CEN/TS 16637-3 für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	60
E.2	Anorganische Stoffe	62
E.2.1	Allgemeines	62
E.2.2	Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) - Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg.....	64
E.2.3	Recyclerter Beton (CRC) - Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg.....	66
E.2.4	Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) - Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg.....	68
E.3	Organische Stoffe.....	70
E.3.1	Asphaltzuschlag - Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg.....	70
Literaturhinweise.....		78

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16637-3:2021) 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 16637-3:2016 ersetzen.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

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

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben.

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

Dieses Dokument beschreibt eine Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Feststellung des Auslaugverhaltens granularer Bauprodukte unter standardisierten Perkulationsbedingungen.

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

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

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

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

Einleitung

Die Europäischen Normen prEN 16637-1, prEN 16637-2 und prEN 16637-3 wurden entwickelt, um im Rahmen des Mandats M/366 die Freisetzung regulierter gefährlicher Stoffe (RDS) aus Bauprodukten in Boden, Oberflächen- und Grundwasser zu bewerten. Die unter Mandat M/366 entwickelten horizontalen Prüfverfahren sollen die Übereinstimmung mit notifizierten Vorschriften zeigen. Die Prüfungen betrachten die Freisetzung von Stoffen aus Bauprodukten, insbesondere solche, die in notifizierten Vorschriften in einem oder mehreren EU-Mitgliedsstaat(en) geregelt sind.

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

- a) Beschreibung der bestimmungsgemäßen Verwendungsbedingungen des Bauprodukts (z. B. oberirdisch dem Niederschlag unmittelbar ausgesetzt, vor direkter Infiltration geschützt, im Oberflächenwasser oder im Grundwasser) im Zusammenhang mit der Freisetzung von RDS in Boden, Oberflächen- und Grundwasser;
- b) Identifizierung der Hauptfreisetzungsmechanismen und der passenden Auslaugprüfungen für ein bestimmtes Bauprodukt.

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

prEN 16637-3 legt eine Prüfung zur Bestimmung der oberflächenabhängigen Freisetzung aus körnigen Bauprodukten fest.

Die Prüfverfahren können für beide Schritte in der Hierarchie (Typprüfung (TT) und werkseigene Produktionskontrolle (FPC)) verwendet werden und dienen als Referenzprüfverfahren für die bestimmungsgemäßen Verwendungsbedingungen und die Bedingungen, die in prEN 16637-1 angegeben werden. In dieser Prüfhierarchie können unter Umständen auch „indirekte Prüfungen“ verwendet werden, allerdings sind diese nicht angegeben.

Die Freisetzung von Stoffen bei Kontakt mit Wasser entspricht einem potenziellen Risiko für die Umwelt während der bestimmungsgemäßen Verwendung der Bauprodukte. Der Zweck dieser Prüfungen ist, das Auslaugverhalten von Bauprodukten zu bestimmen, um Bewertungen der Freisetzung von RDS aus diesen Produkten in den Boden, das Oberflächenwasser und das Grundwasser unter den bestimmungsgemäßen Verwendungsbedingungen für die CE-Kennzeichnung und die Prüfung und Verifizierung der Leistungsfähigkeit zu ermöglichen.

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

Zusätzlich zu den bereits vorhandenen Ergebnissen begann CEN/TC 351 im Jahr 2011 mit einem umfassenden Forschungsprogramm zur Robustheitsvalidierung bestehender Tankauslaug- und Perkulationsprüfungen. Das Programm wurde von einem Konsortium europäischer Experten an 20 Bauprodukten durchgeführt, um die Unterschiede bei den Protokollen der verschiedenen CEN-Mitglieder anzugleichen und den Einfluss der Prüfbedingungen auf die Prüfergebnisse nachzuvollziehen (z. B. Temperatur, Durchflussrate, Elutionsmittelwechselplan). Die Ergebnisse [4] des Forschungsprogramms

bestätigten die aus früheren Arbeiten bekannte Robustheit der horizontalen Prüfungen. Die aus diesem Programm gewonnenen Rückschlüsse wurden in die technischen Spezifikationen der Prüfverfahren integriert. Die Leistung der Auslaugprüfungen hinsichtlich der Wiederholpräzision und Vergleichspräzision wurde aus einem zweiten Validierungsschritt abgeleitet und entsprechende Daten [5] [6] sind in prEN 16637-2 und in diesem Dokument enthalten.

1 Anwendungsbereich

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

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

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

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

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

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

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

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

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

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

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

prEN 16637-1, *Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Teil 1: Leitfaden für die Festlegung von Auslaugprüfungen und zusätzlichen Prüfschritten (in Entwicklung)*

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

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:

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

3.1

Eluat

Lösung, die durch eine Auslaugprüfung erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.7]

3.2

körniges Produkt

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

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

3.3

Laborprobe

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn eine Laborprobe weiterverarbeitet wird durch Aufteilung, Schneide- oder Sägevorgänge, Entnahme von Bohrkernen, Durchmischung, Schleifen, Schleif- oder Einbrennarbeiten oder durch eine Kombination dieser Arbeiten, so ist das Ergebnis eine Prüfprobe. Wenn keine Vorbereitung der Laborprobe erforderlich ist, entspricht die Laborprobe der 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: EN 16687:2015 [7], 3.2.1]

3.4

Elutionsmittel

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.6]

3.5

Auslaugverhalten

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.9]

3.6

Verhältnis von Flüssigkeit zu Feststoff

L/S , en: liquid to solid ratio

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.13]

3.7

lokales Gleichgewicht

LE, en: local equilibrium

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Sogar wenn an allen Punkten entlang der Säule ein lokales Gleichgewicht besteht, können sich die Gleichgewichtskonzentrationen an verschiedenen Punkten unterscheiden.

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.14]

3.8

Perkulationsprüfung

PT, en: percolation test

Säulenprüfung

Freisetzungsprüfverfahren zur Bestimmung der Freisetzung von Stoffen aus einem granularen Bauprodukt, das in einer Säule verdichtet einem hindurchperkolierenden Auslaugmittel ausgesetzt wird

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.4]

3.9

Freisetzung

Emission

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 Boden, Oberflächen- und Grundwasser kann als flächenbezogene Freisetzung (Tankauslaugprüfung, z. B. mg/m²) oder als massenbezogene Freisetzung (Perkolationsprüfung, z. B. mg/kg) ausgedrückt werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Begriffe „Emission“ und „Freisetzung“ haben grundsätzlich dieselbe Bedeutung. Traditionell wird jedoch oft der Begriff „Emission“ für die Abgabe von chemischen Stoffen oder Strahlung in die Luft und der Begriff „Freisetzung“ für die Abgabe von chemischen Stoffen oder Strahlung in Boden oder Wasser verwendet.

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.15]

3.10

Freisetzungsmechanismus

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

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

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Freisetzungsmechanismus jeden Stoffes kann aus den Ergebnissen der Freisetzungsprüfung (Tank-Auslaugprüfung, Perkolationsprüfung) bestimmt werden. Die Identifizierung des Freisetzungsvorgangs ist wichtig für die Modellierung des Quellausdrucks und damit für die Bestimmung der Auswirkungen auf Boden und Wasser über einen längeren Zeitraum.

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.17 (Anmerkungen so geändert, dass sie sich nur auf Perkolation beziehen)]

3.11

Probe

Teilmenge eines Materials, die aus einer größeren Materialmenge ausgewählt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Art und Weise der Auswahl der Probe sollte in einem Probenahmeplan (3.13) 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: EN 16687:2015 [7], 3.1.5]

3.12

Stichprobenanweisung

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

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.1.6]

3.13

Prüfmenge

Untersuchungsmenge

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 3.2.3]

3.14

Untersuchungsprobe

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 3.2.2]

3.15

Bestimmungsgrenze

LOQ, en: limit of quantification

geringster Wert eines Analyts (Determinant), das mit einem angemessenen Genauigkeits- und Präzisionslevel bestimmt werden kann, im Allgemeinen als die dreifache Nachweisgrenze des Verfahrens auf einem Level des Dreifachen der Nachweisgrenze bestimmt

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.1.14]

4 Symbole und Abkürzungen

4.1 Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole:

c_i Konzentration des betreffenden Stoffs in der Eluatfraktion i , in $\mu\text{g/l}$;

D_{max} Siebdurchmesser, in mm;

ANMERKUNG Geläufige Größen sind 31,5 mm, 45 mm oder 63 mm.

d_i Innendurchmesser der Säule, in mm;

d_p Dichte des Bauprodukts, ausgedrückt in Kilogramm je Kubikmeter (kg/m^3);

E_i freigesetzte Menge eines Stoffs je Menge der analysierten Probe, angegeben als Eluatfraktion i , in mg/kg Trockenmasse;

h die Höhe oder Schichtdicke innerhalb des Bauwerks, in m;

k_c Konstante, die die Freisetzungsgeschwindigkeit eines bestimmten Stoffs wiedergibt;

k_e Anzahl der in der Prüfung gesammelten Eluate;

m_d Trockenmasse des Prüfteils, in g;

m_r Masse des ungetrockneten Prüfteils, in g;

m_w die Masse des (feuchten) Prüfteils in der Säule, in g;

S_{cs}	Siebdurchmesser für die Herstellung der Prüfprobe (Zerstoßen), zur Verringerung der Menge an übermäßigem Material, das in den Innendurchmesser der Säule eingepasst werden muss, in mm;
t	Zeit für die Durchführung der Prüfung, in Tagen;
U_n	gemessene kumulative Freisetzung eines Stoffs für das kumulative L/S -Verhältnis n , einschließlich der Fraktion $i = 1$ bis n , in mg/kg Trockenmasse;
V_i	das Volumen der Eluatfraktion i , in l;
V_L	lineare Geschwindigkeit des Auslaugmittels durch die leere Säule, in mm je Tag;
w_{dr}	Trockenrückstände des Bauprodukts, in %;
Φ	Durchflussrate des Elutionsmittels, in ml je Stunde.

4.2 Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokumentes gelten die folgenden Abkürzungen:

DL	Nachweisgrenze (en: detection limit)
DOC	gelöster organischer Kohlenstoff (en: dissolved organic carbon)
EC	elektrische Leitfähigkeit (en: electrical conductivity)
EOTA	Europäische Organisation für Technische Bewertung (en: European Organisation for Technical Assessment)
ETA	Europäische Technische Bewertung (en: European Technical Assessment)
ETFE	ethylene tetrafluoroethylene (Ethylen-Tetrafluorethylen)
FEP	Perfluorethylenpropylen (en: fluorinated ethylene propylene)
WPK	werkseigene Produktionskontrolle
GLHC	Prüfverfahren für granulare Produkte mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit (en: test method for granular products with low hydraulic conductivity)
HDPE	Polyethylen mit hoher Dichte (en: high-density polyethylene)
hEN	harmonisierte europäische Norm (en: harmonized European Standard)
PAH	Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe)
PCTFE	Polychlortrifluorethylen (en: polychlorotrifluoroethylene)
PT	Perkolationsprüfung (en: percolation test)
PTFE	Polytetrafluorethylen (en: polytetrafluoroethylene)
RDS	regulierte gefährliche Stoffe (en: regulated dangerous substances)
TPH	Mineralölkohlenwasserstoffe (en: total petroleum hydrocarbons)
TT	Typenprüfung (en: type testing)

5 Kurzbeschreibung

5.1 Allgemeine Grundsätze

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

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

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

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

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

5.2 Anzahl der Eluate

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

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

- a) *Freisetzung bei einem bestimmten L/S -Verhältnis.* Es genügt, die kumulative Freisetzung bei einem vorbestimmten L/S -Verhältnis, zum Beispiel $L/S = 2$, zu kennen. Die Prüfung kann nach Entnahme der fünften Eluatfraktion gestoppt werden.
- b) *Langzeitprobenahme.* Falls Szenarienbeschreibungen viel höhere Werte des L/S -Verhältnisses erfordern als $L/S = 10$ (z. B. als ungebundene Abflüsse fungierende Bauprodukte), können zusätzliche Fraktionen gesammelt werden, bis der relevante Bereich des L/S -Verhältnisses abgedeckt ist. Zudem kann für bestimmte Überwachungsszenarien oder Forschungsaufgaben eine engere Probenahmefrequenz in einem bestimmten L/S -Verhältnissbereich angewendet werden.

c) *Werkseigene Produktionskontrolle.* Bei einer FPC wird geprüft, ob das Produkt die zuvor festgelegten Eigenschaften aufweist (Typprüfung). Es können verschiedene Prüfverfahren verwendet werden:

- Bei Prüfungen in Übereinstimmung mit der Norm genügt es, die Freisetzung für das spezifizierte L/S -Verhältnis zu prüfen und aufeinanderfolgende Eluate im Verhältnis zu den Volumina zu sammeln, z. B. L/S 0-2 l/kg Trockenmasse oder L/S 0-10 l/kg Trockenmasse.
- Nach einem alternativen Prüfverfahren (indirektes Prüfverfahren), kann die Freisetzung bei zum Beispiel L/S 0-0,5 l/kg Trockenmasse oder L/S 0-1 l/kg Trockenmasse extrapoliert werden, um die Freisetzung nach L/S 0-10 l/kg Trockenmasse oder einem anderen passenden L/S -Verhältnis vorherzusagen. Es können auch andere Auslaugprüfungen verwendet werden. Weitere Anleitungen zur Anwendung indirekter Prüfverfahren sind in Kapitel 13 angegeben.

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

6 Reagenzien

6.1 Allgemeines

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

6.2 Auslaugmittel

Demineralisiertes oder deionisiertes Wasser bzw. Wasser gleichen Reinheitsgrads mit einer Leitfähigkeit von $< 0,5$ mS/m mindestens entsprechend der Qualität 3 nach EN ISO 3696:1995 als Auslaugmittel verwenden.

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

Bei ökotoxikologischen Prüfungen sind keine Konservierungsmittel erlaubt.

6.3 Spüllösungen

Als Spüllösung Salpetersäure (je Analyse) $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ mol/l und ein organisches Lösungsmittel (z. B. Aceton je Analyse) verwenden.

7 Ausrüstung

7.1 Allgemeines

(1) Die in 7.2 bis 7.17 angegebenen Materialien und Geräte vor dem Gebrauch auf ordnungsgemäße Funktion und Abwesenheit von Störsubstanzen prüfen, die die Testergebnisse beeinflussen können.

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

7.2 Säule

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

7.7 pH-Messgerät mit einer Genauigkeit von mindestens $\pm 0,05$ pH-Einheiten.

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

7.9 Schläuche aus Inertmaterial, das an die zu analysierenden Stoffe angepasst ist.

ANMERKUNG 1 Beispiele für angemessene Schläuche sind in EN ISO 5667-3 aufgeführt.

ANMERKUNG 2 Sofern organische Stoffe analysiert werden sollen, können Rohrleitungen aus Edelstahl oder Glas und FEP für den Kontakt mit dem Eluat verwendet werden. Bei der Analyse ausschließlich anorganischer Stoffe können Rohr- oder Schlauchleitungen aus PE, PP, PTFE, ETFE, FEP oder einem ähnlichen Material verwendet werden.

7.10 Eluatflaschen

Zum Sammeln von Eluat und zur Konservierung von Eluatproben, qualitativ hochwertige Glasflaschen mit angemessenem Volumen und einem Schraubverschluss mit PTFE-, ETFE- oder PTFE-Einsatz (in

Übereinstimmung mit EN ISO 5667-3) verwenden. Wenn ausschließlich anorganische Verunreinigungen analysiert werden sollen, können auch Flaschen aus anderen Materialien verwendet werden, beispielsweise aus PE oder PP.

7.11 Gerät für die Zerkleinerung

Backenbrecher oder Schneidmühle.

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

7.13 Gerät für die Probenteilung

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

7.14 Gerät zur Messung des Redoxpotenzials (optional)

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

7.16 Zentrifuge

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

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

7.17 Filtration

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

8 Probenvorbereitung

8.1 Allgemeines

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

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

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

8.2 Herstellung der Prüfprobe

8.2.1 Kurzbeschreibungen

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

(2) Das Labor wählt die geeignete Säule (7.12) aus und bestimmt den Siebdurchmesser S_{cs} für die Untersuchungsprobe (siehe Tabelle 1).

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

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

(5) Die Auswahl des Säulendurchmessers hängt von der maximalen Partikelgröße des zu prüfenden Produkts (S_{cs}) und unter Umständen auch von den im Labor verfügbaren Geräten, der Masse der Laborprobe oder der Menge des für die chemische Analyse oder die ökotoxikologische Prüfung erforderlichen Eluats ab.

(6) Kein Anteil der Laborprobe darf während der Probenherstellung verworfen werden.

8.2.2 Anwendungsregeln

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

- a) Wenn die Laborprobe bereits eine Körnigkeit von 100 M.-% von Partikeln $< S_{cs}$ (siehe Tabelle 1) aufweist und mindestens 45 % Massenanteil der Partikel < 4 mm sind, darf keine weitere Zerkleinerung oder Siebung mehr durchgeführt werden (siehe Beispiel in Anhang A).
- d) Enthält die Laborprobe ein Größtkorn größer als S_{cs} , wird diese Fraktion vorsichtig zerkleinert, um eine Untersuchungsprobe zu erhalten, bei der alle Partikel $\leq S_{cs}$ sind. (Als Ergebnis erhält man eine Untersuchungsprobe mit einer maximalen Partikelgröße, die zur gewählten Säulengröße passt.)
- e) Backenbrecher sollten so eingestellt werden, dass möglichst wenige Partikel von < 4 mm entstehen.
- f) Je nach Anzahl und Umfang der Prüfmengen kann das weitere Verfahren anhand einer repräsentativen Teilmenge der Probe durchgeführt werden (siehe EN 933-1).
- g) Mithilfe eines 4 mm-Siebs wird nun überprüft, ob die Untersuchungsprobe mehr als 45 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm enthält. Wenn diese Bedingung erfüllt ist, kann die Untersuchungsprobe in Prüfmengen für die Perkulationsprüfung unterteilt werden.
- h) Falls die Untersuchungsprobe nach Schritt d) noch nicht die Menge von mindestens 45 % Massenanteil enthält, die durch ein 4 mm-Sieb passt, wird ein ausreichender und repräsentativer Anteil von $4/S_{cs}$ mm (siehe Beispiel in Anhang A) vorsichtig soweit zerkleinert, dass nach dem Zerkleinern die vollständig hergestellte (neu kombinierte) Körnung eine Menge von Partikeln < 4 mm enthält, die zwischen 45 % Massenanteil und 55 % Massenanteil liegt. Wenn diese Bedingung erfüllt ist, kann die Untersuchungsprobe in Prüfmengen für die Perkulationsprüfung unterteilt werden.

Tabelle 1 — Säulengröße und entsprechender Siebdurchmesser S_{cs}

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

(2) Die Korngrößenverteilung des körnigen Originalprodukts sollte dokumentiert werden, sofern diese Angabe vorhanden ist. Im Hinblick auf die Untersuchungsprobe müssen die maximale Partikelgröße und der Anteil der Partikel < 4 mm angegeben werden.

8.3 Prüfmenge

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

Es wird empfohlen, eine Prüfmenge zurückzuhalten, um die Prüfung bei einem Fehler wiederholen zu können. Häufig wird die doppelte oder dreifache Durchführung einer Prüfung als gute Praxis angesehen (dies würde weitere Prüfmengen erfordern).

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

8.4 Trocknung

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

ANMERKUNG Durch die Trocknung könnten die Eigenschaften der Probe verändert werden (Oxidation bzw. Karbonatisierung) oder flüchtige Stoffe können verloren gehen. Die Trocknung in einer inerten Atmosphäre könnte die Veränderung der Probeneigenschaften verhindern. Anleitungen zur Trocknung von Proben können EN 15002 [8] und EN 16179 [9] entnommen werden.

8.5 Probenteilung

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

ANMERKUNG Anleitungen zur Probenteilung können EN 15002 [8] und EN 16179 [9] entnommen werden.

8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen

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

8.7 Zerkleinerung der Partikel

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

ANMERKUNG Kunststoffe oder Bitumenprodukte könnten nach einer Tieftemperaturbehandlung zerkleinert werden. Anleitungen zur Verringerung der Partikelgröße können EN 15002 [8] und EN 16179 [9] entnommen werden.

9 Prüfverfahren

9.1 Temperatur

(1) Die Perkulationsprüfung ist bei einer Temperatur zwischen 19 °C und 25 °C durchzuführen.

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

(2) Bei Produkten, die Stoffe freisetzen, die sehr empfindlich gegenüber biologischer Zersetzung sind, muss die Säule mit Aluminiumfolie umwickelt werden, um eine direkte Lichtexposition der Säule zu verhindern. Außerdem müssen der/die Behälter zur Sammlung der Eluate mit Aluminiumfolie umwickelt und kühl (z. B. bei 4 °C) gelagert werden, um die biologische Aktivität erheblich zu reduzieren. Wird die Prüfung unter diesen modifizierten Bedingungen durchgeführt, so muss die Abweichung im Prüfbericht angegeben werden.

9.2 Bestimmung des Trockenrückstands

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

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

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

Dabei ist

- w_{dr} der Trockenrückstand des Bauprodukts, in %;
- m_d die Trockenmasse der Messprobe in g;
- m_r die Masse des ungetrockneten Prüfteils, in g.

9.3 Vorbehandlung der Säule

Die Säule inklusive der oberen und unteren Kappen sowie Filter (7.2) und Flaschen (7.10) sind mit verdünnter Salpetersäure (0,1 mol/l) und/oder entsprechend mit einem organischen Lösungsmittel und Wasser zu spülen. Bei organischen Stoffen sollte Aceton verwendet werden. Die trockene Säule ist einschließlich der oberen und unteren Kappen, der Filter und Filterplatten oder Sandschichten mit einer Genauigkeit von 1 g zu wiegen. Alternativ kann eine Hitzebehandlung (z. B. bei einer Temperatur zwischen 450 °C und 500 °C) durchgeführt werden, um temperaturresistente Geräte von adsorbierten organischen Verunreinigungen zu befreien. Quarzsand und Filterschichten dürfen nicht bis auf Glühhitze erhitzt werden.

9.4 Packen der Säule

9.4.1 Allgemeines

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

9.4.2 Gleichgewichtseinstellung

(1) Die Füllung ist durch hydrostatischen Druck (vorzugsweise nicht länger als 6 h) oder mithilfe einer Pumpe (vorzugsweise für $4 \text{ h} \pm 2 \text{ h}$) zu sättigen.

ANMERKUNG Eine Beschreibung der Sättigungsverfahren kann C.4 entnommen werden.

(2) Sobald das Material in der Säule vollständig gesättigt ist, der Auslassschlauch aber noch leer ist, ist die Pumpe anzuhalten bzw. der hydrostatische Druck ist wegzunehmen. Das gesättigte Material ist für einen Zeitraum von 12 h bis 72 h stehen zu lassen, damit sich das Gleichgewicht im System einstellen kann.

9.4.3 Berechnung der Durchflussrate

(1) Nach der Periode für die Herstellung des Gleichgewichts ist die Pumpe (erneut) zu starten und die Durchflussrate ϕ durch die leere Säule so einzustellen, dass die lineare Abstandsgeschwindigkeit (V_L) bei $(300 \pm 40) \text{ mm je Tag}$ liegt.

(2) Die Durchflussrate ist nach Gleichung (2) zu berechnen.

$$\phi = V_L \times \pi \times d^2 \times 10,4 \times 10^{-6} \quad (2)$$

Dabei ist

Φ die Durchflussrate des Elutionsmittels, in ml je Stunde;

V_L die lineare Geschwindigkeit des Auslaugmittels durch die leere Säule, ausgedrückt in mm je Tag;

d_i der Innendurchmesser der Säule, in mm.

ANMERKUNG 1 Eine lineare Geschwindigkeit von 300 mm/d entspricht einer Durchflussrate von 24,5 ml je Stunde bei einer Säule mit einem Durchmesser von 50 mm. Bei 100 mm Säulendurchmesser entspricht das einer Durchflussrate von 98 ml je Stunde.

ANMERKUNG 2 Der Parameter $10,4 \times 10^{-6}$ beinhaltet den Faktor 0,25 aus der Berechnung des Säulenvolumens, multipliziert mit 0,001 zur Umrechnung der mm^3 in ml und dem Faktor $1/24$ zur Umrechnung von Tagen in Stunden. Mithilfe dieser Faktoren kann die Durchflussrate in einer allgemeinen Maßeinheit (ml je Stunde) angegeben werden.

9.5 Sammlung der Eluate

(1) Der Auslassschlauch (7.9) ist mit einer Eluatsammelflasche (7.10) geeigneter Größe zu verbinden. Die Pumpe ist erneut zu starten. Nachdem die gesammelte Elutionsmittelmenge (Fraktion 1 nach Tabelle 2) das $(0,1 \pm 0,02)$ -fache der Masse der Prüfmenge (m_a) erreicht hat, ist die Sammelflasche auszutauschen.

Der pH-Wert (7.7) und die elektrische Leitfähigkeit (7.8) des Eluats sind nach CEN/TS 17195 zu messen. Optional wird auch das Redoxpotenzial (7.14) gemessen. Falls der pH-Wert des Eluats über 9 liegt oder im weiteren Verlauf ein Anstieg des pH-Werts erwartet wird, so kann es unter Umständen erforderlich sein, die Eluatsammelflasche und die nachfolgenden Flaschen in einer inerten Atmosphäre (Argon oder Stickstoff) aufzubewahren oder ein anderes gültiges Verfahren zur Vermeidung von Karbonatisierung und Ausfällungen anzuwenden. Sofern die Leitfähigkeit einer Eluatfraktion 7 500 mS/m übersteigt, ist das Volumen (bzw. die Dichte) des Eluats zu messen und das Eluat zu verdünnen, bis die Leitfähigkeit unter 7 500 mS/m fällt. Der Verdünnungsfaktor darf dabei 10 nicht übersteigen. Nach jedem Austausch der Sammelflasche ist das Gas aufzufüllen. Dieser Vorgang wird für jede Eluatfraktion wiederholt.

ANMERKUNG 1 Im Verschluss der Sammelflasche könnte ggf. ein Ventil benötigt werden, um Gegendruck in der Säule zu vermeiden, falls die Sammelflasche mit Verschluss gasdicht ist.

ANMERKUNG 2 Es könnte außerdem erforderlich sein, die Sammelflaschen in einer inerten Atmosphäre aufzubewahren, um Oxidationsvorgänge zu verhindern, wenn Produkte mit reduzierenden Eigenschaften untersucht werden.

ANMERKUNG 3 Anhand der Messungen von pH-Wert, EC, DOC (optional) und Redox können vom erwarteten Freisetungsverhalten abweichende Messergebnisse verifiziert werden. Der Nutzer erhält auf diese Weise die Möglichkeit, Ergebnisse zu akzeptieren, Abweichungen vom normalen Verhalten zu prüfen oder aufgrund des Erkennens der Ursache für diese Abweichung korrigierende Maßnahmen zu ergreifen.

(2) Das Vorgehen bei organischen Stoffen ist wie folgt:

- a) Liegt die Trübung des Eluats unter 100 FNU, so ist das Eluat im vorliegenden Zustand zu analysieren. Ansonsten wird das Eluat in Zentrifugegefäße überführt (7.16).
- b) Für die Trennung von Flüssigkeiten und Feststoffen stehen zwei Möglichkeiten zur Auswahl:
 - 1) Das Eluat ist in einer Hochgeschwindigkeitszentrifuge (7.16) für 30 min bei 20 000 *g* bis 30 000 *g* zu zentrifugieren.
 - 2) Bei einer Zentrifuge mit niedriger Geschwindigkeit (7.16) ist das Eluat für 5 h bei 2 000 *g* bis 2 500 *g* in Glasflaschen zu zentrifugieren.

ANMERKUNG 4 Die Begrenzung der maximalen Dauer für die Zentrifugation ist insbesondere bei organischen Stoffen erforderlich. Die Geschwindigkeit oder die *g*-Kraft der Zentrifuge hängen vom spezifischen Rotor ab.

ANMERKUNG 5 Hintergrundinformationen zu Sorptionseffekten an den Behälterwänden können der Veröffentlichung „Sorption effects interfering with the analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in aqueous samples“ entnommen werden, siehe [10].

(3) Falls erforderlich muss die Temperatur durch Kühlung in einem Bereich zwischen 19 °C und 25 °C gehalten werden.

(4) Die Zentrifuge muss vorsichtig angehalten werden, um eine erneute Aufwirbelung zu vermeiden. Die Dauer der Abbremsung darf 20 min nicht überschreiten.

(5) Falls bei der Prüfung nur die Auslaugung anorganischer Stoffe und DOC relevant ist, braucht das Eluat nicht wie oben beschrieben zentrifugiert zu werden. Stattdessen ist es mithilfe von Membranfiltern (7.4) mit 0,45 µm und einer Vakuum- oder Druckfilterapparatur (7.17) zu filtern.

(6) Die Durchflussrate des Elutionsmittels ist so häufig wie nötig zu prüfen (zumindest nach jeder Eluatsammlung oder dreimal je Woche, je nachdem, was häufiger eintritt) und an die ursprüngliche lineare Geschwindigkeit (300 ± 40) mm je Tag anzupassen.

(7) Die Sammelflaschen sind jedes Mal auszuwechseln, sobald die in Tabelle 2 angegebene Menge Wasser (6.1) durchgelaufen ist. Dies sind dann die Fraktionen 2 bis 7. Dabei ist zu beachten, dass beide Kriterien (also hinsichtlich des Volumens der tatsächlichen Eluatfraktion sowie des kumulativen L/S -Verhältnisses) erfüllt sein müssen.

(8) Zu jedem Eluatsammelpunkt ist die Uhrzeit und das Volumen der Eluatfraktion zu messen sowie das L/S -Verhältnis und die durchschnittliche Durchflussgeschwindigkeit des Elutionsmittels über die Sammeldauer dieser Fraktion zu berechnen. Außerdem ist die tatsächliche Durchflussgeschwindigkeit zu messen.

ANMERKUNG 6 Ein automatisches System zur Sammlung der Eluate kann verwendet werden.

(9) Bei Produkten mit einer geringen Dichte reicht das gesammelte jeweilige Volumen der ersten beiden Fraktionen für eine chemische Analyse unter Umständen nicht aus. In solchen Fällen dürfen die ersten beiden Volumen vor der chemischen Analyse zu einer Fraktion zusammengefasst werden.

Tabelle 2 — Tabelle für die Sammlung der Eluatfraktionen

Fraktionsnummer	Fraktionsvolumen ^{a, b} l	Kumulatives L/S -Verhältnis l/kg
1	$(0,1 \pm 0,02) \times m_d$	0,1
2	$(0,1 \pm 0,02) \times m_d$	0,2
3	$(0,3 \pm 0,05) \times m_d$	0,5
4	$(0,5 \pm 0,05) \times m_d$	1,0
5	$(1,0 \pm 0,05) \times m_d$	2,0
6	$(3,0 \pm 0,1) \times m_d$	5,0
7	$(5,0 \pm 0,2) \times m_d$	10,0
^a Die Zahlen in Klammern geben die L/S -Verhältnisse der Fraktionen in l/kg an. ^b Da die Dichte der Eluate von Bauprodukten annähernd 1 g/ml beträgt, kann statt des Volumens auch die Masse angegeben werden.		

(10) Die Prüfung selbst ist abgeschlossen, sobald ein kumulatives L/S -Verhältnis von $(10 \pm 0,5)$ l/kg Trockenmasse erreicht ist.

(11) Bei besonderen Szenarien reicht es ggf. aus, die Auslaueigenschaften bis zu einem bestimmten L/S -Verhältnis zu kennen, z. B. $L/S = 2$ oder die kumulative Freisetzung bis zu $L/S = 2$. In einem solchen Fall kann die Prüfung nach der Sammlung der fünften Eluatfraktion oder der Sammlung eines Eluats bis zu $L/S = 2$ beendet werden. In anderen Fällen, beispielsweise bei Produkten, die als Drainage verwendet werden, können die Szenarienbeschreibungen wesentlich höhere Werte für das L/S -Verhältnis erfordern. In dem Fall dürfen weitere Fraktionen gesammelt werden, bis der betreffende Bereich der L/S -Verhältnisse abgedeckt ist. Dies ist ein Beispiel für ein indirektes Verfahren, Erläuterungen dazu können Abschnitt 13 entnommen werden.

ANMERKUNG 7 Bei ökotoxikologischen Prüfungen können die Fraktionen 1 bis 5 (oder Teile dieser Fraktionen) zusammengefasst werden, bis ein kumulatives L/S -Verhältnis von 2 erreicht ist. Falls bei bestimmten Prüfungen große Eluatmengen erforderlich sind, können die Eluate der gleichen Fraktionen mehrerer Perkulationsprüfungen zusammengefasst werden.

ANMERKUNG 8 Sofern keine automatisierten Geräte zur Sammlung von Eluaten zur Verfügung stehen, kann im Rahmen der zulässigen Durchflussraten (z. B. (300 ± 40) mm je Tag) und Fraktionsvolumina (siehe Tabelle 2) ein Sammelplan erstellt werden, der die Eluatsammlung innerhalb der Arbeitszeit ermöglicht.

ANMERKUNG 9 Die Ausführungszeit der Prüfung kann anhand von Gleichung (3) berechnet werden.

$$t = \frac{(L/S) \times m_d \times 1\,000}{24 \times \phi} \% \quad (3)$$

Dabei ist

- t die Zeit für die Durchführung der Prüfung, in Tagen;
- L/S das endgültige Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis, in l/kg Trockenmasse;
- m_d die Trockenmasse der Messprobe in kg;
- ϕ die Durchflussrate des Elutionsmittels, in ml je Stunde.

9.6 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse

(1) Mithilfe geeigneter Verfahren für die Eluatanalyse für anorganische oder organische Stoffe sind die Konzentrationen der relevanten Stoffe zu bestimmen. Falls bekannt ist oder erwartet wird, dass gelöste organische Kohlenstoffe (DOC) vorhanden sind, ist auch die Gesamtkonzentration der DOC zu messen.

ANMERKUNG 1 In CEN/TC 351/WG 5 werden Verfahren zur Eluatanalyse festgelegt und hinsichtlich ihrer Robustheit validiert. Die Leistung der Analyseprüfungen hinsichtlich Wiederholpräzision und Vergleichspräzision wie aus einem zweiten Validierungsschritt abgeleitet werden in Zukunft in Europäische Normen aufgenommen. Bis dahin kann auf CEN/TS 17195, CEN/TS 17197 [11] und CEN/TS 17200 [12] Bezug genommen werden.

(2) Falls eine kleine Säule (mit einem Durchmesser von 50 mm) verwendet wird, ist es unter Umständen empfehlenswert, die ersten Eluatfraktionen zu verdünnen, damit eine ausreichende Menge an Eluat für die Durchführung aller Analysen zur Verfügung steht. Der Verdünnungsfaktor hierfür sollte 4 nicht übersteigen. Außerdem sollte der Verdünnungsfaktor im Prüfbericht angegeben werden. Auf eine Verdünnung sollte verzichtet werden, wenn nur sehr geringe Konzentrationen erwartet werden.

(3) Zur Durchführung der unterschiedlichen chemischen Analysen jedes Eluat nach sorgfältiger Durchmischung in eine entsprechende Zahl von Teilproben aufteilen (beispielsweise für nichtflüchtige organische Stoffe, für den Nachweis von Elementen mit ICP-Analyse, für Salze mit Ionenchromatographie etc.).

(4) Die Eluat-Teilproben werden entsprechend der zu analysierenden Elemente nach EN ISO 5667-3 konserviert und in verschlossenen Flaschen aufbewahrt.

ANMERKUNG 2 Unter Umständen sind DOC von Bedeutung, wenn ein organische Stoffe enthaltendes Produkt stabilisiert wird, beispielsweise mit einem hydraulischen Bindemittel. Denn DOC werden bei hohen pH-Werten mobilisiert und sind fähig, Metalle und organische Stoffe oberhalb ihrer Löslichkeitsgrenzen unter den üblichen alkalischen Bedingungen zu mobilisieren.

9.7 Blindversuch

(1) Um die Durchführung des gesamten Verfahrens so weit wie möglich zu prüfen, sind regelmäßig Blindproben durchzuführen. Hierzu ist das gesamte Verfahren (mit Ausnahme der Probenvorbehandlung) mit zwei Leersäulenvolumen Elutionsmittel durchzuführen. Die Pumpe wird gestartet, bis die leere Säule sowie der obere und der untere Teil und die Schlauchverbindungen bzw. Rohrleitungen mit Auslaugmittel gefüllt sind. Nach zwei Tagen wird die Pumpe von der Säule getrennt, die Säule über den unteren Teil entleert und das erste Leerwerteluat aufgefangen. Die Pumpe wird erneut angeschlossen und die leere Säule sowie die verbundenen Leitungen und Anschlüsse werden mit neuem Auslaugmittel befüllt. Nach zwei weiteren Tagen ist die Säule wiederum zu entleeren und die zweite Blindprobe zu sammeln. Die elektrische Leitfähigkeit (siehe 7.8) dieser Blindproben ist zu messen. Die beiden Blindproben sind entsprechend 9.6 zu konservieren und zu analysieren.

(2) Es muss sichergestellt werden, dass die Blindproben die folgenden Mindestanforderungen erfüllen:

- c) In der ersten Blindprobe muss die Konzentration jedes relevanten Stoffs unter 10 % der berechneten Durchschnittskonzentration in den ersten drei Eluatfraktionen der Produktprüfung bzw. unter der Nachweisgrenze (Bestimmungsgrenze) liegen.
- d) Die elektrische Leitfähigkeit der zweiten Blindprobe muss $< 0,5 \text{ mS/m}$ betragen.

(3) Werden diese Anforderungen nicht erfüllt, so muss die Verunreinigung verringert werden.

10 Beurteilung der Messergebnisse

10.1 Ausdruck der Ergebnisse in Konzentrationen

Die Analyse der aus der Auslaugprüfung erhaltenen Eluate ergibt den Wert der Konzentration c_i der in den einzelnen Eluatfraktionen enthaltenen Stoffe, angegeben in mg/l (oder in $\mu\text{g/l}$). Der nach 9.6 bestimmte Messwert muss korrigiert werden, wenn die Eluatfraktion verdünnt wurde bzw. wenn die Menge der nach 9.6 hinzugefügten Konservierungsflüssigkeit über 1 ml je 100 ml Eluat lag.

10.2 Angabe der Ergebnisse als massebezogene Freisetzung

(1) Für alle Stoffe müssen die freigesetzten Mengen aller Eluatfraktionen nach Gleichung (4) als massebezogene Freisetzung berechnet werden.

$$E_i = \frac{V_i \times c_i}{m_d} \quad (4)$$

Dabei ist

E_i die freigesetzte Menge eines Stoffs in einer Eluatfraktion i je Menge der Probenmenge (massebezogene Freisetzung), in mg/kg Trockenmasse;

und

i der Index der Eluatfraktion (1, 2, ..., k_e);

k_e die Anzahl der in der Prüfung gesammelten Eluate;

und

V_i das Volumen der Eluatfraktion i , in l;

c_i die Konzentration der betroffenen Substanz in der Eluatfraktion i , in mg/l;

m_d die Trockenmasse des Prüfanteils in der Säule, in kg.

(2) Wenn die Konzentration eines Stoffs in einer oder mehreren Eluatfraktionen unterhalb der Bestimmungsgrenze liegt, muss für diesen Stoff in den betreffenden Fraktionen eine Berechnung durchgeführt werden, bei der die Bestimmungsgrenze als c_i eingesetzt wird, damit wird E_i als *Obergrenze* abgeschätzt.

(3) Für jeden Stoff ist die gemessene kumulative Freisetzung mit Gleichung (5) zu berechnen:

$$U_n = \sum_{i=1}^n E_i \text{ für } n = 1 \text{ bis } k_e \quad (5)$$

Dabei ist

U_n die gemessene kumulative Freisetzung (Masse) eines Stoffs für das kumulative L/S -Verhältnis n , einschließlich der Fraktion $i = 1$ bis n , in mg/kg Trockenmasse;

E_i die freigesetzte Menge eines Stoffs je Menge der analysierten Probe, angegeben als Eluatfraktion i , in mg/kg Trockenmasse.

k_e die Anzahl der in der Prüfung gesammelten Eluate.

(4) Wenn die Konzentration eines Stoffs in einer oder mehreren Eluatfraktionen unter der Bestimmungsgrenze liegt, muss für diesen Stoff eine Berechnung durchgeführt werden. Dabei wird der Wert von E_i , der der Bestimmungsgrenze entspricht, als Indikator der Obergrenze von U_n genutzt. Optional kann die Untergrenze von U_n anhand von $E_i = 0$ für Messungen unter der Bestimmungsgrenze berechnet werden.

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, einschließlich des Probencodes;
- 4) (ggf.) Alterungsbedingungen;
- 5) Probenherstellung (z. B. Verfahren zur Zerkleinerung, Trocknung, Aufteilung) sowie Lagerungsbedingungen der Laborprobe und der Untersuchungsprobe;
- 6) Gerät für die Zerkleinerung;
- 7) maximale Partikelgröße und Prozentsatz der Partikel < 4 mm in der Laborprobe und der Untersuchungsprobe;
- 8) Trocknungstemperatur ($^{\circ}\text{C}$);
- 9) Trockenrückstände der Prüfprobe (w_{dr});
- 10) Trockenmasse der Prüfmenge in der Säule (m_d);

- 11) Verdichtungsverfahren;
 - 12) Probennahmebericht, sofern verfügbar.
- e) Bedingungen der Auslaugprüfung:
- 1) Datum der Prüfung (Beginn und Ende);
 - 2) Identifizierung der eingesetzten Prüfausrüstung und -geräte, einschließlich des Durchmessers der Säule;
 - 3) tatsächliche Durchflussrate während der Prüfung sowie jegliche signifikanten Änderungen der Durchflussrate, Abweichungen von der vorgeschriebenen Durchflussrate müssen kommentiert werden;
 - 4) tatsächliches kumulatives L/S -Verhältnis der gesammelten Eluatfraktionen;
 - 5) Temperaturbereich während der Prüfungsdurchführung;
 - 6) jegliche Abweichungen vom Prüfverfahren und Gründe für diese Abweichungen, sowie alle Umstände, die ggf. die Ergebnisse beeinflusst haben.
- f) Analysebericht:
- 1) pH-Wert, Leitfähigkeit und Redoxpotenzial (optional) der gesammelten Eluatfraktionen;
 - 2) jegliche durchgeführten Verdünnungen;
 - 3) Verfahren der Konservierung der Eluatfraktionen für die verschiedenen zu analysierenden Stoffe;
 - 4) Menge der zugefügten Konservierungsflüssigkeit, falls diese mehr als 1 ml je 100 ml Eluat beträgt;
 - 5) eingesetzte Analyseverfahren;
 - 6) alle gemessenen Konzentrationen.
- g) Ergebnisse der Auslaugprüfung:
- 1) die gemessene Konzentration c_i je Fraktion i jedes Stoffs, angegeben in mg/l in Form einer Tabelle und vorzugsweise als Grafik aufgetragen gegenüber dem tatsächlichen L/S -Verhältnis;
 - 2) die kumulativ freigesetzten Mengen U_n der Fraktionen n für $n = 1$ bis k , berechnet für jeden einzelnen Stoff, angegeben in mg/kg Trockenmasse in Form einer Tabelle und vorzugsweise als Grafik aufgetragen gegenüber dem tatsächlichen L/S -Verhältnis. Falls relevant, sind auch die oberen und unteren Grenzwerte anzugeben.

ANMERKUNG 1 In vielen Fällen könnte es Sinn ergeben, die Mechanismen bestimmen zu können, mit denen die Freisetzung von Stoffen aus körnigen Bauprodukten in der Perkulationsprüfung gesteuert wird. Dieser Aspekt wird in Anhang D behandelt.

ANMERKUNG 2 In einigen Fällen könnte es ebenfalls sinnvoll bzw. notwendig sein, die Ergebnisse der Perkulationsprüfung interpolieren oder extrapolieren zu können.

12 Prüfleistung

Die Leistungseigenschaften des Verfahrens, wie aus der Vergleichsvalidierung der Normenreihe EN 16637 für anorganische und organische Stoffe abgeleitet, sind in [5] und [6] dargelegt. Im informativen Anhang E sind die sich ergebenden typischen Werte für die relative Wiederholpräzision und die Vergleichsstandardabweichungen auf Grundlage des kumulativen $L/S = 2$ und kumulativen $L/S = 10$ enthalten. Der typische Wert wird aus den Vergleichsvalidierungsdaten abgeleitet, indem zunächst die Stoffe mit Messwerten, die zu nah an der Bestimmungsgrenze (zwischen LOD und LOQ) liegen, ausgeschlossen und die Zahlen des Medianwerts gerundet werden.

Im informativen Anhang E sind die Ergebnisse der Validierungsarbeit nach Matrix und Stoff, unter Angabe einer Begründung zur Ableitung der in Tabelle E.1 enthaltenen Werte, angegeben. Diese Werte stimmen im Allgemeinen gut mit den Validierungsarbeiten an anderen Bauprodukten oder zugehörigen Materialien überein [13] [14] [15].

13 Indirekte Verfahren

13.1 Definition

Dieses Dokument legt in den Abschnitt 1 bis Abschnitt 12 die „horizontalen“ Referenzverfahren fest. Der Begriff „indirektes“ Verfahren wird verschiedenartig verwendet, sodass vereinfachte, Sekundär-, abgeleitete oder alternative Verfahren gemeint sind.

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 Vergleichbarkeit, 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 angedeutet, besteht eines der Ziele dieses Dokuments — nach dem im Mandat M/366 [16] angegebenen horizontalen Konzept — darin, Bauprodukte im Hinblick auf ihre Freisetzung in Boden und Wasser nach dem horizontalen Konzept des Mandats M/366 (siehe Punkt IV-10) unter vergleichbaren Bedingungen 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 seinem spezifischen Anwendungsbereich 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 Vergleichbarkeit strikt auf den Anwendungsbereich beschränkt, für den sie ermittelt wurde.

13.3 Beispiele für indirekte Verfahren

Beispiele für mögliche indirekte Prüfverfahren sind Schüttelverfahren in Übereinstimmung mit allen Teilen von EN 12457 [17]. Siehe prEN 16637-1 für weitere Beispiele und zusätzliche Informationen zur Verwendung indirekter Prüfverfahren.

Anhang A (informativ)

Beispiele für die Probenvorbereitung

A.1 Allgemeines

Dieser Anhang enthält zwei Beispiele für typische Korngrößenverteilungen von Produkten. Des Weiteren enthält dieser Anhang eine Beschreibung der verschiedenen Schritte bei einer erforderlichen Zerkleinerung sowie Hinweise zur korrekten Auswahl des Innendurchmessers der Säule für die Perkulationsprüfung.

A.2 Beispiel 1

Die Korngrößenverteilung nach EN 13285:2018 [18] ist 0/8 – UF9 – LFN – OC85 – GE.

Tabelle A.1 — Korngrößenverteilung 0/8 – UF9 – LFN – OC85 – GE

Siebgröße mm	Siebdurchgang Massenanteil in %	
	Minimum	Maximum
11,2	100	
8	85	100
5,6		
4	50	90
2	30	75
1		
0,500	0	35
0,063	0	9

Tabelle A.1 zeigt, dass die Korngrößenverteilung mindestens 45 M.-% von Partikeln ≤ 4 mm enthält:

Schlussfolgerung: Es sind keine weiteren Schritte der Probenvorbereitung erforderlich.

Eine Säule mit einem Innendurchmesser $d_i \geq 50$ mm wird gewählt.

A.3 Beispiel 2

A.3.1 Korngrößenverteilung

Die Korngrößenverteilung nach EN 13285:2018 [18] ist 0/31,5 – UF7 – LFN – OC75 – GC.

Tabelle A.2 — Korngrößenverteilung 0/31,5 – UF7 – LFN – OC75 – GC

Siebgröße mm	Siebdurchgang Massenanteil in %		
	Minimum	Maximum	Zusätzliche Angaben des Herstellers
63	100		100
45			100
31,5	75	100	84–97
22,4			69–86
16	50	90	56–74
11,2			43–63
8	30	75	35–53
5,6			30–46
4	20	60	26–40
2	14	45	22–34
1	8	35	19–29
0,500	5	25	16–23
0,063	0	7	1–4

A.3.2 Beispiel 2: Gewählter Siebdurchmesser von 22,4 mm

Nach 8.2.2, Tabelle 1, wird ein Siebdurchmesser von 22,4 mm gewählt. Tabelle A.2 zeigt, dass bei diesem Produkt der Rückstand auf dem 22,4-mm-Sieb zwischen 14 % Massenanteil und 31 % Massenanteil liegt.

Schritt 1: Der Rückstand (zwischen 14 % Massenanteil und 31 % Massenanteil) muss vorsichtig zerkleinert werden, sodass anschließend alle Partikel eine Korngröße $\leq 22,4$ mm aufweisen.

Schritt 2: Es wird geprüft, ob mindestens 45 % Massenanteil der Partikel in der Untersuchungsprobe < 4 mm sind.

- Wenn diese Bedingung erfüllt ist, kann die Untersuchungsprobe in Prüfmengen für die Perkulationsprüfung unterteilt werden.
- Andernfalls wird ein ausreichender und repräsentativer Kornanteil 4/22,4 mm vorsichtig so weit zerkleinert, dass anschließend die gesamte (wieder zusammengemischte) Probe einen Anteil Partikel < 4 mm von 45 % Massenanteil bis 55 % Massenanteil enthält. Wenn diese Bedingung erfüllt ist, kann die Untersuchungsprobe in Prüfmengen für die Perkulationsprüfung unterteilt werden.

Schritt 3: Es wird eine Säule mit einem Innendurchmesser d_i von 70 mm bis 100 mm gewählt.

b) Beispiel 2: Gewählter Siebdurchmesser von 16 mm

Nach 8.2.2, Tabelle 1, wird ein Siebdurchmesser von 16 mm gewählt. Tabelle A.2 zeigt, dass bei diesem Produkt der Rückstand auf dem 16-mm-Sieb zwischen 26 % Massenanteil und 44 % Massenanteil liegt.

Schritt 1: Der Rückstand (zwischen 26 % Massenanteil und 44 % Massenanteil) muss vorsichtig zerkleinert werden, sodass anschließend alle Partikel eine Korngröße ≤ 16 mm aufweisen.

Schritt 2: Mithilfe eines 4-mm-Siebs wird nun überprüft, ob die Untersuchungsprobe mindestens 45 % Massenanteil bis 55 % Massenanteil Partikel < 4 mm enthält.

- a) Wenn diese Bedingung erfüllt ist, kann die Untersuchungsprobe in Prüfmengen für die Perkulationsprüfung unterteilt werden.

ANMERKUNG Dies ist höchstwahrscheinlich der Fall.

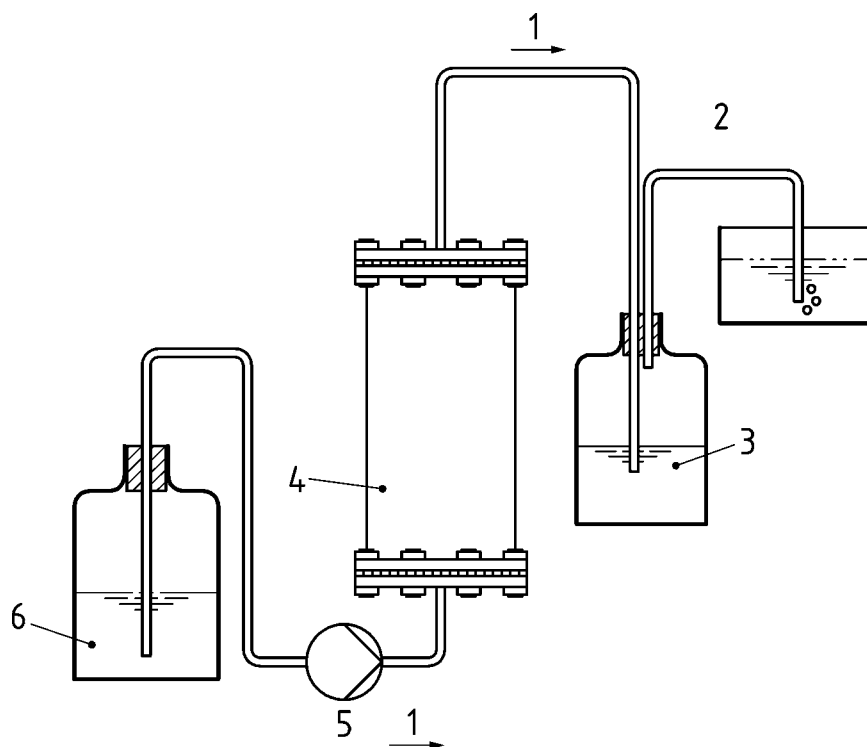
- b) Andernfalls wird ein ausreichender und repräsentativer Kornanteil 4/16 mm vorsichtig so weit zerkleinert, dass anschließend die gesamte (wieder zusammengemischte) Probe einen Anteil Partikel < 4 mm von 45 % Massenanteil bis 55 % Massenanteil enthält. Wenn diese Bedingung erfüllt ist, kann die Untersuchungsprobe in Prüfmengen für die Perkulationsprüfung unterteilt werden.

Schritt 3: Es wird eine Säule mit einem Innendurchmesser d_i von 50 mm bis 100 mm gewählt.

Anhang B (informativ)

Bild der Säule und der angeschlossenen Vorrichtungen

Bild B.1 zeigt ein Beispiel einer Säule und der angeschlossenen Geräte wie sie für Perkulationsprüfungen im Aufwärtsstrom verwendet wird.



Legende

- 1 Flussrichtung
- 2 Entlüftungskanüle (optional)
- 3 Eluatsammelflasche
- 4 mit Bauprodukt befüllte Säule
- 5 Pumpe
- 6 Elutionsmittel

Bild B.1 — Beispiel einer Säule und der angeschlossenen Geräte

Anhang C (informativ)

Verfahren für die Verdichtung und Sättigung der Prüfmenge der Säule

C.1 Allgemeines

Dieser Anhang enthält Verfahren zur Befüllung und Verdichtung der Säule. Darüber hinaus können diesem Anhang auch detailliertere Beschreibungen des Verfahrens zur Durchführung einer Sättigung des Materials mit Wasser entnommen werden.

C.2 Füllen und Packen der Säule

Die Verfahren zur Befüllung der Säule und zur Verdichtung des Produkts sind:

- a) Granulare (nicht puderförmige) Produkte können im Allgemeinen in ihrem Ausgangszustand (feucht oder trocken) verdichtet werden. Pulverförmige, trockene Materialien sollten dagegen in einem beliebigen aber festgelegten Verhältnis befeuchtet werden. Der tatsächliche Feuchtegehalt muss bekannt sein, damit die Trockenmasse der Prüfmenge in der Säule bestimmt werden kann (siehe 8.3).
- b) Die Produkte sind unter Umständen zu nass, um sie in der Säule gut verdichten zu können. Im Allgemeinen ist es möglich, die Untersuchungsprobe oder die Messprobe luftzutrocknen. Dabei sollte die Trocknungstemperatur 40 °C nicht übersteigen. Trocknung führt unter Umständen zur Oxidation bzw. zur Karbonatisierung. Wenn das Material frisch ist und als nicht oxidiertes/nicht karbonatisiertes Material geprüft werden muss, sollte die Trocknung in einer inerten Atmosphäre durchgeführt werden.
- c) In anderen Fällen ist es unter Umständen möglich, das (nasse) Produkt zu verdichten, aber ggf. setzt sich das Produkt dabei nach Prüfbeginn noch weiter ab, sodass im oberen Bereich ein Hohlraum entsteht. Wenn ein System mit einem Kolben verwendet wird, sollte dieser entsprechend herabgelassen werden.
- d) Einige Produkte können auch noch in gut gepacktem Zustand später Probleme verursachen. Hierbei handelt es sich um Materialien mit hydraulischen Bindungseigenschaften. Aushärtungsreaktionen führen ggf. zu Ausdehnung, was eine sehr geringe Durchlässigkeit mit sich bringt und sogar zum Bruch der Säule führen kann. Das bedeutet auch, dass sich das Produkt wie ein monolithischer Körper verhalten kann und infolgedessen mit den entsprechenden Verfahren geprüft werden sollte (z. B. nach prEN 16637-2:—² (Tankprüfung) [19]). Wenn dagegen beabsichtigt wird, das Verhalten des Materials unter den Bedingungen einer Perkolation zu untersuchen, kann ein System mit einem Kolben verwendet werden, der sich aufwärts bewegen lässt. Eine andere Lösung wäre in einigen Fällen eine geringere Verdichtung. Allerdings führen beide Lösungen zu einer geringeren Wiederholgenauigkeit.

C.3 Verfahren zur Verdichtung

(1) Zunächst wird die untere Kappe mit der Filterplatte, den Glasperlen oder der dünnen Quarzsandschicht [mit einer Körnigkeit von 1,0 mm bis 2,5 mm (siehe 7.2)] an der Säule angebracht. Danach wird die Säule mit der Prüfmenge befüllt, und zwar in fünf aufeinanderfolgenden Schichten bis zu einer Schichthöhe von 300 mm ± 50 mm.

- a) Dabei muss jede Schicht in der Säule aus jeweils drei einzeln eingefüllten und abgeglichenen Subschichten bestehen.
- b) Jede Schicht wird mit einem Fallgewicht von 125 g bei einem Säulendurchmesser von 50 mm bzw. 500 g bei einem Säulendurchmesser von 100 mm verdichtet. Das Fallgewicht wird aus einer Höhe von

200 mm an einem als Führung dienenden Stab jeweils dreimal auf die einzelnen Schichten fallen gelassen. Der Stab wird in der Mitte einer Scheibe befestigt, die auf die zu verdichtende Schicht aufgesetzt wird. Die Scheibe muss den gesamten Querschnitt der Säule bedecken.

- c) Bei der obersten Schicht muss die verbleibende Höhe geprüft und die benötigte Probenmenge ggf. angepasst werden, damit schließlich eine verdichtete Füllhöhe von $300 \text{ mm} \pm 50 \text{ mm}$ erreicht wird.

Um die entsprechende Probenmenge jeder Schicht zu bestimmen, kann eine vorgeschaltete Prüfung durchgeführt werden. Hierzu wird eine 70 mm bis 80 mm dicke Schicht in die Säule eingefüllt, verdichtet und die Masse berechnet, die erforderlich ist, um eine Schicht von ca. 60 mm Dicke zu erreichen.

(2) Oberer Teil der Säule: Auf die obere Schicht der Probe wird eine Filterplatte, eine Lage Glasperlen oder eine dünne Schicht Quarzsand mit einer Körnigkeit von 1,0 mm bis 2,5 mm gesetzt, um die Mitführung feiner Partikel mit dem Eluat zu verhindern.

(3) Die obere Kappe und der Vorfilter bzw. die Sandschicht werden so eingebracht, dass die Flüssigkeit nicht an der Filterplatte, den Glasperlen oder der Sandschicht vorbeifließen kann und dass kein (toter) Raum oberhalb der Probe verbleibt.

(4) Die so befüllte Säule wird mit einer Genauigkeit von 1 g gewogen. Anschließend wird mithilfe von Gleichung (C.1) die Trockenmasse (m_d) des Prüfteils in der Säule bestimmt:

$$m_d = \frac{m_w \times w_{dr}}{100} \quad (\text{C.1})$$

Dabei ist

m_d die Masse des getrockneten Prüfteils in der Säule, in kg;

m_w die Masse des (feuchten) Prüfteils in der Säule, in kg;

w_{dr} der Trockenmassegehalt, in %.

(5) Am oberen Teil der Säule wird der Auslassschlauch befestigt.

C.4 Wassersättigung

C.4.1 Allgemeines

In 9.4.2 werden zwei Verfahren erwähnt, um mithilfe der Pumpe (Verfahren 1) oder des anfänglichen hydrostatischen Drucks (Verfahren 2) den verdichteten Inhalt der Säule mit Elutionsmittel zu sättigen.

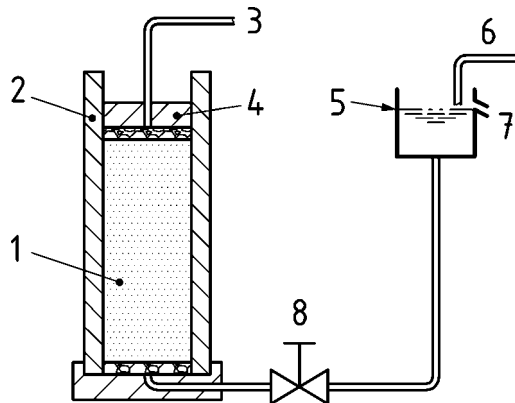
C.4.2 Verfahren 1: Sättigung der Prüfmenge in der Säule mithilfe der Pumpe

Die Pumpe (7.5) wird am unteren Teil der Säule angeschlossen. Mithilfe dieser Pumpe wird demineralisiertes Wasser (6.1) von unten nach oben durch die Säule gepumpt. Der Sättigungsvorgang sollte vorzugsweise nicht länger als 6 Stunden dauern. Sobald das Material in der Säule vollständig gesättigt, der Auslassschlauch aber noch leer ist, sollte die Pumpe angehalten werden.

C.4.3 Verfahren 2: Sättigung der Prüfmenge in der Säule mithilfe des anfänglichen hydrostatischen Drucks

Um die erforderliche Beobachtung zum Verhindern des Überlaufens der Säule bei der Sättigung mithilfe einer Pumpe durchzuführen, kann die Sättigung mit Wasser auch unter Ausnutzung des anfänglichen hydrostatischen Drucks von 300 mm erfolgen (siehe Bild C.1).

Sobald das Material in der Säule vollständig gesättigt ist, der Auslassschlauch aber noch leer ist, wird der hydrostatische Druck weggenommen.



Legende

- 1 Schicht mit verdichtetem Bauprodukt
- 2 Pfosten
- 3 Wasserablauf
- 4 Schicht aus inertem Material
- 5 Wasserspiegel
- 6 Wassereingang
- 7 Wasserablauf
- 8 Wassereingang

Bild C.1 — Typische Säulenordnung für die Sättigung durch anfänglichen hydrostatischen Druck

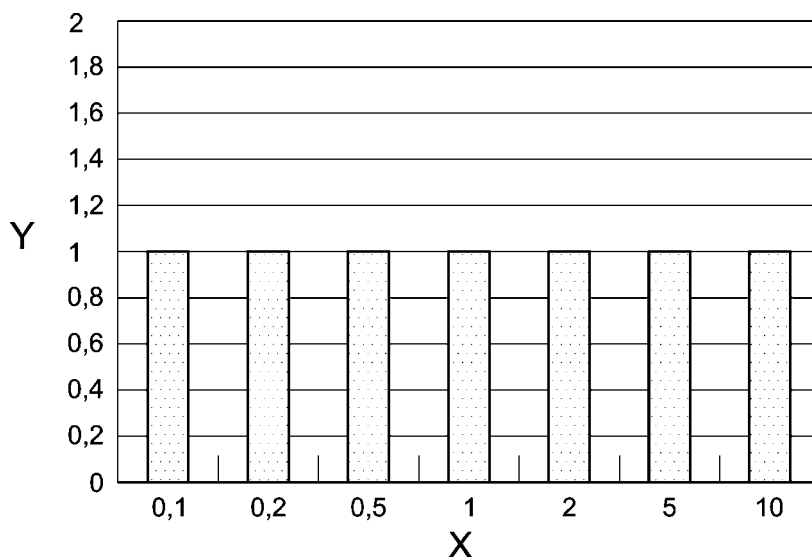
Anhang D (informativ)

Beurteilung von Freisetzungsmechanismen

D.1 Überblick über die Freisetzungsmechanismen

(1) Die Vorhersage der langfristigen Freisetzung von gefährlichen Stoffen ist wichtig in Bezug auf die Beurteilung des Freisetzungsverhaltens von Bauprodukten über die Nutzungsdauer eines Bauwerkes. Damit die langfristige Freisetzung durch Extrapolation bestimmt werden kann, muss der Freisetzungsmechanismus bekannt sein. Der Freisetzungsmechanismus eines Stoffes kann aus den Versuchsergebnissen abgeleitet werden.

(2) Grundsätzlich dient die Perkulationsprüfung zur Herstellung des (lokalen) Gleichgewichts während der Prüfung. Die Freisetzung ist löslichkeitskontrolliert. Unter diesen Bedingungen ist die Konzentration eines Stoffes für jedes L/S -Verhältnis im Verlauf der Prüfung (mehr oder weniger) konstant (siehe Bild D.1).



Legende

X kumulatives L/S -Verhältnis in l/kg
Y Konzentration in µg/l

Bild D.1 — Perkulationsprüfung für grundlegendes Freisetzungsmuster

(3) Unter der Annahme, dass während der gesamten Prüfung (bis zu einem L/S -Verhältnis von 10) ein (lokales) Gleichgewicht herrscht, deutet jede Abweichung von diesem Muster auf einen anderen Freisetzungsmechanismus als die Freisetzung durch Löslichkeitskontrolle hin. Dies liegt an:

- a) der Auswaschung des Stoffes (Verarmung) oder
- b) einem diffusionskontrollierten Freisetzungsmechanismus anstelle der Löslichkeitskontrolle (scheinbare Verarmung).

(4) Die Angaben zum Freisetzungsmechanismus eines Produkts sollten im Prüfbericht aufgeführt werden. Dies ist erforderlich für:

- a) die Charakterisierung der Freisetzungsleistung im Hinblick auf die Typprüfung;
- b) die Bestätigung der Übereinstimmung mit einer Produktklassenzuordnung (z. B. CE-Kennzeichnung) und mit Umweltanforderungen;
- c) die Übertragung der Prüfergebnisse von der genormten Prüfdauer (normalerweise $L/S = 10$) auf verkürzte FPC-Prüfungen und auf historische Daten vorhandener vergleichbarer Prüfverfahren mit anderen L/S -Verhältnissen.

ANMERKUNG Es wird erwähnt, dass sich dieser Anhang lediglich mit dem Freisetzungsverhalten der Produkte befasst. Er gibt nicht die Modellierung einer Umweltbeurteilung anhand einer Quelle-Pfad-Ziel-Bewertung wieder. Er stellt vielmehr nur die unverzichtbaren Informationen bereit, die als Basis für weitere Umweltbewertungen verwendet werden können.

Das Verfahren in diesem Anhang sollte für jeden zu prüfenden Stoff durchgeführt werden.

D.2 Überblick über die Freisetzungsmechanismen

D.2.1 Allgemein niedrige Konzentrationen

(1) Liegt die durchschnittliche Konzentration eines Stoffs in der Nähe der Nachweisgrenze, so ist es nicht möglich, einen Freisetzungsmechanismus ordnungsgemäß zu bestimmen. Falls die Bedingung in Gleichung (D.1) erfüllt ist, werden allgemein niedrige Konzentrationen für einen Stoff angenommen.

$$\frac{c_{2-7}}{DL} < 1,5 \quad (D.1)$$

und

$$c_{2-7} = \frac{\sum_{i=2}^7 c_i}{6} \quad (D.2)$$

Dabei ist

$\frac{\sum_{i=2}^7 c_i}{6}$ die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 2 bis 7, in $\mu\text{g/l}$;

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

c_i die Konzentration der Substanz in Eluatfraktion i , in $\mu\text{g/l}$.

(2) Falls bei einem bestimmten Stoff die Konzentrationen allgemein niedrig sind, sollten D.2.2, D.2.3, D.2.4 und D.2.5 für diesen Stoff übersprungen werden.

D.2.2 Auswirkung des pH-Werts auf die Freisetzung

(1) Wenn die Prüfung auf allgemein niedrige Konzentrationen eines Stoffs negativ verläuft, so wird anhand einer grafischen Darstellung des Zusammenhangs zwischen pH-Wert und Konzentration geprüft, ob die Freisetzung dieses Stoffs pH-wertabhängig ist. Bei einer mehr oder weniger horizontalen Linie oder einer Punktwolke wird keine pH-Wert-Abhängigkeit vom geprüften pH-Wert-Bereich angenommen: Wenn die Steigung der linearen Regressionslinie signifikant größer oder kleiner als Null ist, dann können die Ergebnisse pH-abhängig sein.

(2) Einige Stoffe sind unempfindlich gegenüber im Eluat veränderlichen pH-Werten während der Prüfung, wie z. B. Bromid und Chlorid.

(3) Falls die Freisetzung pH-abhängig ist, weiter mit D.2.3. Falls die Freisetzung nicht pH-abhängig ist, weiter mit D.2.4.

D.2.3 (augenscheinliche) pH-wertabhängige Freisetzung

D.2.3.1 Auswaschung des Stoffs (Verarmung)

(1) Fällt die Prüfung auf allgemein niedrige Konzentrationen bei einem Stoff negativ aus, so wird festgestellt, ob eine Auswaschung dieses Stoffs vorliegt. Bei einer vollständigen Auflösung eines Stoffs in der Matrix kann dies sehr leicht geschehen. Dies passiert meistens, wenn das L/S-Verhältnis zwischen 1 l/kg und 2 l/kg liegt.

ANMERKUNG Liegt der Sonderfall vor, dass der pH-Wert der ersten Eluate signifikant vom pH-Wert der nachfolgenden Eluate abweicht, kann eine Auswaschung nicht von einer pH-abhängigen Auflösung unterschieden werden. Hierbei tritt dann eine (scheinbare) Beziehung zwischen pH-Wert und Konzentration auf, und die beobachtete Freisetzung könnte sowohl durch eine Auswaschung als auch durch eine Auflösung verursacht werden.

(2) Auswaschung (Verarmung) ist dann vorhanden, falls die Bedingungen in Gleichung (D.3), Gleichung (D.4) sowie Gleichung (D.5) erfüllt sind.

$$\frac{c_{1-3}}{c_{5-7}} > 2,0 \quad (D.3)$$

und

$$\frac{c_{6-7}}{DL} < 1,5 \quad (D.4)$$

und

$$pH_{4-7} - 2\sigma_{pH_{4-7}} < pH_{1-2} < pH_{4-7} + 2\sigma_{pH_{4-7}} \quad (D.5)$$

und

$$c_{1-3} = \frac{\sum_{i=1}^3 c_i}{3} \quad (D.6)$$

und

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

und

$$c_{6-7} = \frac{\sum_{i=6}^7 c_i}{2} \quad (D.8)$$

und

$$pH_{1-2} = \frac{\sum_{i=1}^2 pH_i}{2} \quad (D.9)$$

und

$$\text{pH}_{4-7} = \frac{\sum_{i=4}^7 \text{pH}_i}{4} \quad (\text{D.10})$$

und

$$2\sigma_{\text{pH}_{4-7}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=4}^7 (\text{pH}_i - \text{pH}_{4-7})^2}{4}} \quad (\text{D.11})$$

Dabei ist

$\frac{\sum_{i=1}^3 c_i}{3}$ die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 1 bis 3, in $\mu\text{g/l}$;

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

$\frac{\sum_{i=6}^7 c_i}{2}$ die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 6 bis 7, in $\mu\text{g/l}$;

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

c_i die Konzentration der Substanz in Eluatfraktion i , in $\mu\text{g/l}$;

pH_i der pH-Wert der Eluatfraktion i ;

$\frac{\sum_{i=1}^2 \text{pH}_i}{2}$ der durchschnittliche pH-Wert der Eluatfraktionen 1 und 2;

$\frac{\sum_{i=4}^7 \text{pH}_i}{4}$ der durchschnittliche pH-Wert der Eluatfraktionen 4 bis 7;

$\sqrt{\frac{\sum_{i=4}^7 (\text{pH}_i - \text{pH}_{4-7})^2}{4}}$ die halbe Standardabweichung des pH-Werts der Eluatfraktionen 4 bis 7.

(3) Sofern die Bedingungen in Gleichung (D.3) und Gleichung (D.4) zutreffen, die in Gleichung (D.5) dagegen nicht, kann der Freisetzungsmechanismus nicht bestimmt werden, da es sich sowohl um eine pH-wertabhängige Löslichkeit als auch um eine Auswaschung handeln könnte. Der Freisetzungsmechanismus dieses Stoffs bleibt weiterhin unbekannt, und D.2.3.2, D.2.4 und D.2.5 sollten für diesen Stoff übersprungen werden.

D.2.3.2 Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung

(1) Bei den meisten Stoffen ist die löslichkeitskontrollierte Freisetzung pH-abhängig und die Konzentration ist eine Funktion des pH-Werts. In diesem Fall ist eine definierte Konzentration im Gleichgewicht mit dem Material, während die pH-Werte sich ändern. Eine signifikante Änderung des pH-Werts mit dem L/S-Verhältnis weist dann auf eine pH-wertabhängige Konzentration hin. Daher wird in allen anderen Fällen einer (scheinbaren) pH-wertabhängigen Freisetzung eine pH-wertabhängige, löslichkeitsgesteuerte Freisetzung angenommen, und D.2.4 und D.2.5 sollten für diesen Stoff übersprungen werden.

D.2.4 Keine pH-wertabhängige Freisetzung

D.2.4.1 Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung

(1) Wenn die Prüfung auf allgemein niedrige Konzentrationen eines Stoffs negativ verläuft, wird geprüft, ob die Freisetzung dieses Stoffs löslichkeitsgesteuert ist. Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung tritt dann auf, wenn die Bedingung in Gleichung (D.12) erfüllt ist.

$$\frac{\sigma_c}{c_{1-7}} < 0,25 \quad (D.12)$$

Dabei ist

σ_c die Standardabweichung der Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 1 bis 7;

und

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 (c_i - c_{1-7})^2}{7}} \quad (D.13)$$

Dabei ist

c_{1-7} die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 1 bis 7, in µg/l;

und

$$c_{1-7} = \frac{\sum_{i=1}^7 c_i}{7} \quad (D.14)$$

Dabei ist

c_i die Konzentration der Substanz in Eluatfraktion i , in µg/l.

(2) Falls bei einem bestimmten Stoff eine löslichkeitsgesteuerte Freisetzung festgestellt wird, sollten D.2.4.2, D.2.4.3 und D.2.5 für diesen Stoff übersprungen werden.

D.2.4.2 Auswaschung des Stoffs (Verarmung)

(1) Fällt die Prüfung auf allgemein niedrige Konzentrationen und löslichkeitsgesteuerte Freisetzung bei einem Stoff negativ aus, so wird festgestellt, ob eine Auswaschung dieses Stoffs vorliegt. Bei einer vollständigen Auflösung eines Stoffs in der Matrix kann dies sehr leicht geschehen. Dies passiert meistens, wenn das L/S -Verhältnis zwischen 1 l/kg und 2 l/kg liegt. Auswaschung (Verarmung) ist dann vorhanden, falls die Bedingungen in Gleichung (D.15) sowie Gleichung (D.16) erfüllt sind.

$$\frac{c_{1-3}}{c_{5-7}} > 2,0 \quad (D.15)$$

und

$$\frac{c_{6-7}}{DL} < 1,5 \quad (D.16)$$

und

$$c_{1-3} = \frac{\sum_{i=1}^3 c_i}{3} \quad (D.17)$$

und

$$c_{5-7} = \frac{\sum_{i=5}^7 c_i}{3} \quad (D.18)$$

und

$$c_{6-7} = \frac{\sum_{i=6}^7 c_i}{2} \quad (D.19)$$

Dabei ist

$\frac{\sum_{i=1}^3 c_i}{3}$ die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 1 bis 3, in µg/l;

$\frac{\sum_{i=5}^7 c_i}{3}$ die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 5 bis 7, in µg/l;

$\frac{\sum_{i=6}^7 c_i}{2}$ die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 6 bis 7, in µg/l;

DL die Nachweisgrenze, in µg/l;

c_i die Konzentration der Substanz in Eluatfraktion i , in µg/l.

(2) Falls bei einem bestimmten Stoff eine Auswaschung festgestellt wird, sollten D.2.4.3 und D.2.5 für diesen Stoff übersprungen werden.

D.2.4.3 Scheinbare Verarmung

(1) Wenn die Prüfung auf allgemein niedrige Konzentrationen, löslichkeitsgesteuerte Freisetzung und Auswaschung eines Stoffs negativ ausfällt, wird geprüft, ob eine scheinbare Verarmung wegen einer Änderung des Freisetzungsmechanismus von hauptsächlich löslichkeitsgesteuerter Freisetzung hin zu hauptsächlich diffusionsgesteuerter Freisetzung auftritt. Scheinbare Verarmung ist dann vorhanden, falls die Bedingungen in Gleichung (D.20) sowie Gleichung (D.21) erfüllt sind.

$$\frac{c_{1-4}}{c_{6-7}} > 1,5 \quad (D.20)$$

und

$$\frac{c_{6-7}}{DL} < 1,5 \quad (D.21)$$

und

$$c_{1-4} = \frac{\sum_{i=1}^4 c_i}{4} \quad (D.22)$$

und

$$c_{6-7} = \frac{\sum_{i=6}^7 c_i}{2} \quad (D.23)$$

Dabei ist

$\frac{\sum_{i=1}^4 c_i}{4}$ die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 1 bis 4, in µg/l;

$\frac{\sum_{i=6}^7 c_i}{2}$ die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluatfraktionen 6 bis 7, in µg/l;

DL die Nachweisgrenze, in µg/l;

c_i die Konzentration der Substanz in Eluatfraktion i , in µg/l.

(2) Falls bei einem bestimmten Stoff eine scheinbare Verarmung festgestellt wird, sollte D.2.5 für diesen Stoff übersprungen werden.

D.2.5 Nicht identifizierter Freisetzungsvorgang

Wenn keine der vorgenannten Mechanismen als Hauptfreisetzungsmechanismus festgestellt werden kann, bleibt der Freisetzungsmechanismus dieses Stoffs unbekannt.

D.3 Überblick über die Freisetzungsmechanismen

D.3.1 Freisetzung

(1) Siehe Abschnitt 10 zur Berechnung der Freisetzung E_i (Gleichung (4)). Die kumulative Freisetzung U_n für jede Periode wird nach Gleichung (D.24) berechnet.

$$U_n = \sum_{i=1}^n E_i \text{ für } n = 1 \text{ bis } 7 \quad (\text{D.24})$$

Dabei ist

U_n die kumulative Freisetzung eines Stoffs für das kumulative L/S -Verhältnis n , einschließlich der Fraktion $i = 1$ bis n , in mg/kg Trockenmasse;

E_i die freigesetzte Menge eines Stoffs je Menge der analysierten Probe, angegeben als Eluatfraktion i , in mg/kg Trockenmasse.

D.3.2 Extrapolation und Interpolation der Freisetzung auf andere L/S -Verhältnisse

(1) In einigen Fällen ist die Interpolation oder die Extrapolation der dokumentierten Freisetzung erforderlich. Grundsätzlich sind Interpolation und Extrapolation in allen Fällen möglich. Die Freisetzung von Stoffen im Laufe der Zeit ist je nach Stoff und Material unterschiedlich, kann aber anhand einer allgemeinen Gleichung in den meisten Fällen annähernd dargestellt werden. So können Interpolation und Extrapolation mithilfe von Gleichung (D.25) vorgenommen werden.

$$U_{L/Sx} = U_{L/Sy} \times \frac{1 - e^{-k_c(L/Sx)}}{1 - e^{-k_c(L/Sy)}} \quad (\text{D.25})$$

Dabei ist

$U_{L/Sx}$ die Freisetzung beim L/S -Zielverhältnis, in mg/kg Trockenmasse;

$U_{L/Sy}$ die Freisetzung beim L/S -Referenzverhältnis, in mg/kg Trockenmasse;

k_c die Konstante, die die Freisetzungsgeschwindigkeit eines bestimmten Stoffs wiedergibt;

ANMERKUNG Die Freisetzung nimmt zu, wenn k_c abnimmt (siehe Aalbers et al. [20]).

L/S_x das L/S -Zielverhältnis;

L/S_y das L/S -Referenzverhältnis.

(2) Zur Vorhersage von Werten von L/S -Verhältnissen $\geq 1,0$ sollten die Fraktionen 3 bis 7 verwendet werden (Werte für kumulative L/S -Verhältnisse von 0,5 bis 10).

ANMERKUNG 1 Im Fall einer schnellen Auflösung könnte bei Anwendung dieses Modells die Freisetzung für höhere Werte von L/S (>10) unter Umständen unterbewertet werden. In dem Fall wird bei $L/S = 10$ eine niedrigere Freisetzungsrates vorhergesagt als tatsächlich gemessen. Die Freisetzungsrates wird in mg/kg je Tag ausgedrückt.

(3) Zur Vorhersage von Werten von L/S -Verhältnissen $< 1,0$ sollten die Fraktionen 1 bis 3 verwendet werden (Werte für kumulative L/S -Verhältnisse von 0,1 bis 0,5).

ANMERKUNG 2 Falls die Freisetzung löslichkeitsgesteuert ist und sich der pH-Wert nicht signifikant ändert, können die Ergebnisse der Perkulationsprüfung direkt zusammen mit der L/S -Zeit-Umwandlung verwendet werden, um die Freisetzung unter realistischen Bedingungen abzuschätzen. Das L/S -Verhältnis in l/kg nimmt über die Infiltrationsrate, die Dichte und die Höhe des Bauwerks Bezug auf eine Zeitspanne entsprechend Gleichung (D.26).

$$L/S = \frac{t \times N}{d_p \times h} \quad (D.26)$$

Dabei ist

t die Zeit in Jahren;

N die Infiltrationsrate, in l/m² je Jahr;

d_p die Dichte des Bauprodukts, ausgedrückt in Kilogramm je Kubikmeter (kg/m³);

h die Höhe oder Schichtdicke innerhalb des Bauwerks, in m.

D.4 Beispiele

D.4.1 Allgemeines

Auf den folgenden Seiten sind Beispiele für unterschiedliche Freisetzungsmechanismen angegeben.

D.4.2 BEISPIEL 1: pH-wertabhängige, löslichkeitsgesteuerte Freisetzung

Eluatdaten	µg/l
c_1	710
c_2	1 100
c_3	1 500
c_4	1 500
c_5	1 200
c_6	660
c_7	200

pH ₁	7,90
pH ₂	8,00
pH ₃	8,20
pH ₄	8,35
pH ₅	8,30
pH ₆	8,05
pH ₇	7,25

Nachweisgrenze (DL)	100
---------------------	-----

Fluorid

Allgemein niedrige Konzentrationen			
c_{2-7}	1 000	c_{2-7}/DL	10,0
$c_{2-7}/DL < 1,5$	nein		
Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung			
inertter Stoff	nein		
(augenscheinliche) Freisetzung	pH-wertabhängige	ja	
c_{1-7}			
σ_c		σ_c/c_{1-7}	
$\sigma_c/c_{1-7} < 0,25$			