

DIN EN 17516

ICS 91.100.01

Einsprüche bis 2020-08-26

Entwurf

**Charakterisierung von granularen Feststoffen mit Verwertungspotential
als Ersatzbaustoff –
Übereinstimmungsuntersuchung des Elutionsverhaltens –
Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17516:2020**

Characterization of granular solids with potential for use as construction material –
Compliance leaching test –
Up-flow percolation test;
German and English version prEN 17516:2020

Caractérisation des soudes granulées avec un potential d'utilisation comme matériau de
construction –
Essai de comportement à la lixiviation –
Essai de percolation d'un flux ascendant;
Version allemande et anglaise prEN 17516:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-06-26 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 naw@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 Wasserwesen (NAW), 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 110 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17516:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Unterausschuss NA 119-01-02-05 UA „Elutionsverfahren“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung (Koordinierung ISO/TC 190; ISO/TC 275, CEN/TC 292, CEN/TC 308, CEN/TC 345, CEN/TC 444, CEN/SABE/ENV)“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

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* siehe DIN EN ISO 7027**

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 7027**, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Trübung*

* Zurückgezogen, Nachfolgedokumente: ISO 7027-1 und ISO 7027-2.

** Zurückgezogen, Nachfolgedokumente: DIN EN ISO 7027-1 und DIN EN ISO 7027-2.

<i>Titel de:</i>	Charakterisierung von granularen Feststoffen mit Verwertungspotential als Ersatzbaustoff — Übereinstimmungsuntersuchung des Elutionsverhaltens — Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom
<i>Titel en:</i>	Characterization of granular solids with potential for use as construction material — Compliance leaching test — Up-flow percolation test
<i>Titel fr:</i>	Caractérisation des soudes granulées avec un potentiel d'utilisation comme matériau de construction — Essai de comportement à la lixiviation — Essai de percolation d'un flux ascendant

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Symbole und Abkürzungen	10
4.1 Symbole	10
4.2 Abkürzungen	11
5 Kurzbeschreibung	11
6 Reagenzien	12
6.1 Elutionsmittel	12
6.2 Spüllösungen	12
6.3 Organisches Lösungsmittel	12
7 Geräte	12
8 Probenvorbereitung	14
8.1 Allgemeines	14
8.2 Herstellung der Prüfungsprobe	14
8.2.1 Grundsätze	14
8.2.2 Anwendungsregeln	15
8.3 Messprobe	16
8.4 Trocknung	16
8.5 Probenteilung	16
8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen	16
8.7 Korngrößenreduzierung	16
9 Prüfverfahren	17
9.1 Temperatur	17
9.2 Bestimmung des Trockenrückstands	17
9.3 Vorbehandlung der Säule	17
9.4 Packen der Säule	17
9.5 Beginn der Prüfung	18
9.5.1 Gleichgewichtseinstellung	18
9.5.2 Berechnung der Durchflussrate	18
9.6 Sammlung der Eluate	18
9.7 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse	21
9.8 Blindwertbestimmung	21
10 Auswertung der Messergebnisse	22
10.1 Angabe der Ergebnisse als Konzentrationen	22
10.2 Angabe der Ergebnisse als massenbezogene Freisetzung	22
11 Dokumentation und Prüfbericht	23
12 Leistungsfähigkeit der Prüfung	24
Anhang A (informativ) Beispiele für die Probenvorbereitung	25

A.1	Allgemeines	25
A.2	Beispiel 1	25
A.3	Beispiel 2	25
Anhang B (informativ) Bild der Säule und der dazugehörigen Geräte		27
Anhang C (normativ) Verfahren zum Packen und Sättigen der Säule		28
C.1	Allgemeines	28
C.2	Füllen und Packen der Säule	28
C.3	Vorgehensweise beim Packen	29
C.4	Wassersättigung	30
Anhang D (informativ) Beurteilung von Freisetzungsmechanismen		31
D.1	Überblick über die Freisetzungsmechanismen.....	31
D.2	Überblick über die Freisetzungsmechanismen.....	32
D.2.1	Generell niedrige Konzentrationen.....	32
D.2.2	Auswirkung des pH-Werts auf die Freisetzung.....	32
D.2.3	(Scheinbare) pH-abhängige Freisetzung	33
D.2.4	Keine pH-abhängige Freisetzung.....	34
D.2.5	Nicht identifizierter Freisetzungsmechanismus.....	35
D.3	Überblick über die Freisetzungsmechanismen.....	36
D.3.1	Freisetzung	36
D.3.2	Extrapolation und Interpolation der Freisetzung auf andere L/S-Verhältnisse.....	36
D.4	Beispiele	37
Literaturhinweise.....		53

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17516:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

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

Dieses Dokument legt eine Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Bestimmung des Auslaugverhaltens körniger Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte unter standardisierten Perkolationsbedingungen fest. Diese Prüfung entspricht der horizontalen Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom bei Bauprodukten (CEN/TS 16637-3:2016), die wiederum auf der Grundlage der Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Charakterisierung von Abfällen (CEN/TS 14405) erarbeitet wurde. Mit dieser Technischen Spezifikation wird ein Verfahren bereitgestellt, das in Übereinstimmung mit den Untersuchungen des Auslaugverhaltens sowohl von körnigem Abfall als auch von körnigen Bauprodukten ist, um insbesondere bei Gesteinskörnungen aus Abfall, die als Bauprodukte in Frage kommen, Doppelprüfungen zu vermeiden.

ANMERKUNG Körnige Abfallmaterialien unterliegen der Abfallrahmenrichtlinie (2008/98/EG), nach der die Freisetzung gefährlicher Stoffe aus körnigem Abfall in Übereinstimmung mit EN 14405 gemessen wird, während Bauprodukte, die demselben Abfall entstammen, der Bauprodukteverordnung (305/2011) unterliegen, nach der die Freisetzung gefährlicher Stoffe in Übereinstimmung mit CEN/TS 16637-3 gemessen wird.

Hintergrundinformationen über die Charakterisierung des Auslaugverhaltens von Bauprodukten können den von CEN/TC 351 bereitgestellten Technischen Berichten (d. h. CEN/TR 16098) entnommen werden.

Einleitung

Die Verwirklichung einer Kreislaufwirtschaft hat eine hohe Priorität auf der Agenda der Europäischen Kommission. Um den Erfordernissen einer Kreislaufwirtschaft zu genügen, sollten körnige Abfallmaterialien so weit wie möglich als Bauprodukte verwendet werden, wodurch die Deponierungsmenge auf ein Minimum reduziert wird und natürliche Ressourcen geschont werden.

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

Dieses Dokument beschreibt eine Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom für körnige Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte. Es ist ausgearbeitet worden, um Doppelprüfungen zu vermeiden, d. h. um die Einhaltung der Rechtsvorschriften für Abfälle und Bauprodukte mit nur einer Prüfung zu beurteilen. Diese Prüfung zielt auf körnige Abfallmaterialien ab, für die bereits Kenntnisse über das langfristige Auslaugverhalten in abfallwirtschaftlichen Szenarien, d. h. aus der grundlegenden Charakterisierungsprüfung nach EN 14405, vorliegen. Die in Abschnitt 5 bis Abschnitt 11 (Kurzbeschreibung, Reagenzien, Geräte, Probenvorbereitung, Prüfverfahren, Auswertung der Messergebnisse sowie Dokumentation und Prüfbericht) angegebenen Verfahren stimmen mit denen der entsprechenden Abschnitte von CEN/TS 16637-3 (Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom) überein, nur dass der Begriff „körniges Bauprodukt“ in „körniges Abfallmaterial“ geändert wurde.

In verschiedenen europäischen Ländern sind zur Charakterisierung und Beurteilung gefährlicher Stoffe, die aus Feststoffmatrices (z. B. Bauprodukte, kontaminierte Böden, feste Abfallmaterialien) eluiert werden können, Prüfverfahren entwickelt worden. Ziel dieser Prüfungen ist es, das Auslaugverhalten dieser Stoffe zu bestimmen. Die Komplexität des Auslaugungsprozesses macht Vereinfachungen erforderlich. Nicht alle relevanten Gesichtspunkte des Auslaugverhaltens können in einer einzigen Norm behandelt werden. Die Prüfhierarchie für Abfall ist in der Richtlinie über Abfalldeponien¹ und der Entscheidung zu Anhang II dieser Richtlinie² für die Beseitigung von Abfällen beschrieben, während ein Leitfaden für den entsprechenden Auslaugungstest zum Bestimmen des Auslaugens bzw. der Elution gefährlicher Stoffe aus Bauprodukten in CEN/TS 16637-1 angegeben ist.

Das in diesem Dokument beschriebene Prüfverfahren sollte als Konformitätsprüfung angesehen werden, die dazu dient, die Einhaltung der vorgeschriebenen Grenzwerte nachzuweisen. Für eine grundlegende Charakterisierung von körnigen Abfallmaterialien sollten Säulen-Perkulationsprüfungen nach EN 14405 durchgeführt werden.

ANMERKUNG Die grundlegende Charakterisierung stellt eine umfassende Bestimmung des Abfalls durch Zusammenstellen aller Angaben dar, die für ein sicheres kurz- und langfristiges Management des Abfalls notwendig sind. Die grundlegende Charakterisierung kann allgemeine Angaben über den Abfall (d. h. Art und Herkunft, Zusammensetzung, Beschaffenheit, Auslaugbarkeit usw.), Angaben für das Verständnis des Verhaltens des Abfalls im betrachteten Abfallmanagementszenario, den Vergleich der Abfalleigenschaften mit den Grenzwerten und den Nachweis der Schlüsselvariablen (kritische Parameter wie Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisse (L/S), Zusammensetzung des Elutionsmittels, Faktoren, die die Auslaugbarkeit bzw. Eluierbarkeit beeinflussen, wie pH-Wert, Redoxpotential, Komplexbildungsvermögen und physikalische Parameter) für Übereinstimmungsprüfungen und Optionen zur Vereinfachung von Übereinstimmungsprüfungen liefern.

1 Richtlinie 1999/31/EG des Rates vom 26. April 1999 über Abfalldeponien.

2 Entscheidung des Rates 2003/33/EG vom 19. Dezember 2002.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt eine Perkulationsprüfung (PP) im Aufwärtsstrom fest, die geeignet ist, das Auslaugverhalten von anorganischen und nichtflüchtigen organischen Stoffen aus körnigen Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte zu bestimmen. Die Prüfung eignet sich nicht für Stoffe, die unter Umgebungsbedingungen flüchtig sind. Das körnige Abfallmaterial wird unter festgelegten Bedingungen und in Abhängigkeit vom Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis einer Perkulation mit Wasser ausgesetzt. Bei dem Verfahren handelt es sich um einen Auslaugungstest bei einmaligem Durchfluss einer Säule.

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

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

Der Anwendungsbereich erstreckt sich nicht auf körnige Abfallmaterialien ohne Verwertungspotential.

ANMERKUNG 3 Körnige Abfallmaterialien ohne Verwertungspotential können Materialien sein, bei denen während eines potentiellen Wiederverwendungsszenarios eine Gaserzeugung oder ein biologischer Abbau auftritt.

ANMERKUNG 4 Dieses Verfahren ist im Allgemeinen nicht geeignet für Feststoffe, die leicht biologisch abbaubar sind, für Feststoffe, die mit dem Elutionsmittel so reagieren, dass beispielsweise eine übermäßige Gasemission oder Wärmeabgabe erfolgt, für undurchlässige, hydraulisch gebundene Feststoffe oder für Feststoffe, die in Kontakt mit Wasserquellen.

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

Diese Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom wird unter festgelegten Prüfbedingungen durchgeführt, die den in CEN/TS 16637-3 (für körnige Bauprodukte) angegebenen Prüfbedingungen entsprechen. Sie liefert nicht zwingend Ergebnisse, die die spezifischen Bedingungen der bestimmungsgemäßen Verwendung nachbilden. Bei diesem Prüfverfahren werden Eluate erzeugt, die anschließend durch physikalische, chemische und ökotoxikologische Verfahren in Übereinstimmung mit gängigen Standardverfahren charakterisiert werden können. Die Ergebnisse der Eluatanalyse werden als Funktion des Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisses dargestellt.

ANMERKUNG 5 Für Ökotoxizitätsprüfungen werden Eluate benötigt, die die Freisetzung sowohl von anorganischen als auch von organischen Stoffen abbilden. In diesem Dokument sind ökotoxikologische Prüfungen so zu verstehen, dass sie genotoxikologische Prüfungen mit einschließen.

Diese Prüfung wird unter den gleichen Prüfbedingungen wie in CEN/TS 16637-3 angegeben durchgeführt, um eine vollständige Vergleichbarkeit bei der Überprüfung der Einhaltung der gesetzlichen Grenzwerte bei Bauprodukten und aus Abfällen gewonnenen Bauprodukten zu ermöglichen und Doppelprüfungen zu vermeiden. Unter dieser Voraussetzung wird akzeptiert, dass, wenn CEN/TS 16637-3 im rechtlichen Kontext der Prüfung von Bauprodukten durchgeführt worden ist und der körnige Feststoff als Bauprodukt zurückgewiesen wird, sodass er Abfall bleibt, die Prüfergebnisse auch im Rahmen der Prüfung von Abfallmaterialien anerkennungsfähig sind und nicht noch die Prüfung nach prEN 17516 durchgeführt werden braucht.

In der Regel können dieser Prüfung körnige Feststoffe unterzogen werden, die eine gesättigte Wasserleitfähigkeit von ungefähr 10^{-8} m/s oder höher aufweisen. Dieses Verfahren ist auch auf körnige Abfallmaterialien anwendbar, die sich in der Säule verfestigen, sofern die endgültige hydraulische Leitfähigkeit innerhalb der festgelegten Grenzen liegt.

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 14899, *Charakterisierung von Abfällen — Probenahme von Abfällen — Rahmen für die Erstellung und Anwendung eines Probenahmeplans*

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

CEN/TR 16192, *Abfälle — Anleitung zur Analyse von Eluaten*

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

EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben (ISO 5667-3)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Trockenrückstand

W_{dr}

verbleibender Massenanteil einer Probe nach einem Trocknungsvorgang bei 105 °C

[QUELLE: EN 14346:2006]

3.2

Eluat

Lösung, die durch eine Auslaugprüfung erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2015]

3.3

körnige Abfallmaterialien

körniger Abfall

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

3.4

Laborprobe

Probe oder Teilprobe(n), die dem Labor zugesandt oder von diesem erhalten wird (werden)

[QUELLE: IUPAC 1990, 2.5.5]

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

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

3.5

Elutionsmittel

Auslaugmittel

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015]

3.6

Auslaugverhalten

Elutionsverhalten

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015]

3.7

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]

3.8

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

[QUELLE: EN 16687:2015]

3.9

Perkolationsprüfung

PT, en: percolation test

Säulenprüfung

Verfahren zur Auslaugprüfung, bei dem körnige Bauprodukte in eine Säule gefüllt und kontinuierlich von einem Elutionsmittel durchflossen werden

[QUELLE: EN 16687:2015]

3.10

Freisetzung

Emission

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Freisetzung in den Boden und das Grundwasser wird als massenbezogene Freisetzung (z. B. in mg/kg) angegeben.

[QUELLE: EN 16687:2015]

3.11

Freisetzungsmechanismus

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

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015]

3.12

Probe

Teilmenge eines Materials, die aus einer größeren Materialmenge ausgewählt wird

[QUELLE: IUPAC 1990, 2.1.1]

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 Probenotyp und/oder den bestimmten Schritt bei der Probenahme anzugeben, auf den sich das erhaltene Material bezieht.

3.13

Probenahmeplan

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

[QUELLE: EN 16687:2015]

3.14

Messprobe

aus der *Prüfungsprobe* (3.15) zur Prüfung/Analyse entnommene Menge, üblicherweise von bekannter Masse oder bekanntem Volumen

[QUELLE: IUPAC 1990, 2.5.7]

3.15

Prüfungsprobe

Probe, die aus der *Laborprobe* (3.4) hergestellt wird und aus der *Messproben* (3.14) für die Prüfung oder Analyse entnommen werden

[QUELLE: IUPAC 1990, 2.5.6]

4 Symbole und Abkürzungen

4.1 Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole.

$D_{\max}$	Siebdurchmesser 31,5 mm, 45 mm oder 63 mm
E_i	freigesetzte Menge eines Stoffs, bezogen auf die Menge der zu analysierenden Probe in der Eluatfraktion i , in Milligramm je Kilogramm Trockenmasse (mg/kg Trockenmasse)
S_{cs}	Siebdurchmesser für die Vorbereitung (Zerkleinerung) von Prüfungsproben, um den Anteil an Überkorn zu verringern, damit das Produkt für den Innendurchmesser der Säule passend ist
U_n	gemessene kumulative Freisetzung eines Stoffs bei einem kumulativen L/S-Verhältnis n , einschließlich der Fraktionen $i = 1$ bis n , in Milligramm je Kilogramm Trockenmasse (mg/kg Trockenmasse)
V_i	Volumen der Eluatfraktion i , in Liter (l)
V_L	lineare Geschwindigkeit des Elutionsmittels durch die leere Säule, in Millimeter je Tag (mm/d)
c_i	Konzentration des betreffenden Stoffs in der Eluatfraktion i
d	Innendurchmesser der Säule, in Millimeter (mm)
h	Füllhöhe der Säule, in Millimeter (mm)
m_d	Trockenmasse der Messprobe, in Gramm (g)
m_r	Masse der ungetrockneten Messprobe, in Gramm (g)
t	Prüfdauer, in Tagen (d)
w_{dr}	Trockenrückstand des körnigen Abfallmaterials, in Prozent (%)
Φ	Durchflussrate des Elutionsmittels, in Milliliter je Stunde (ml/h)

4.2 Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Abkürzungen.

DOC	gelöster organischer Kohlenstoff (en: dissolved organic carbon)
EL	elektrische Leitfähigkeit
ETFE	Ethylen-Tetrafluorethylen
FEP	Fluorethylenpropylen
GLHC	Prüfverfahren für körnige Bauprodukte mit niedriger hydraulischer Leitfähigkeit (en: test method for Granular products with Low Hydraulic Conductivity)
HDPE	Polyethylen hoher Dichte (en: high-density polyethylene)
PAK	polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoff
PCTFE	Polychlortrifluorethylen
PTFE	Polytetrafluorethylen
TPH	Gesamtgehalt an Erdölkohlenwasserstoffen (en: total petroleum hydrocarbons)

5 Kurzbeschreibung

Ausgangspunkt der in diesem Dokument beschriebenen Perkolationsprüfung ist die repräsentative Laborprobe. Die Methodik für die Gewinnung einer repräsentativen Laborprobe ist in EN 14899 bzw. in der Reihe CEN/TR 15310 dargestellt.

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren, um die Freisetzung von Stoffen aus körnigen Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte, mit oder ohne Zerkleinerung auf eine maximale Korngröße, gepackt in eine Säule, die von einem Elutionsmittel durchströmt wird, zu bestimmen. Zur Annäherung an ein (lokales) Gleichgewicht wird zu Beginn der Prüfung eine Gleichgewichtseinstellung (Voräquilibration) durchgeführt. Die Größe der Säule hängt von der Menge des Eluats ab, die für die anschließende Analyse und Prüfung benötigt wird, und von der Größe der größten Partikel in der Messprobe. Es wird ein kontinuierlicher vertikaler Aufwärtsstrom verwendet, damit die Säule wassergesättigt ist. Die Prüfbedingungen, einschließlich der Durchflussrate des Elutionsmittels, ermöglichen es, aus den Ergebnissen Rückschlüsse zu ziehen, welche Stoffe rasch ausgewaschen werden und welche unter dem Einfluss der Wechselwirkung mit der Matrix freigesetzt werden. Bei dem Verfahren handelt es sich um einen Auslaugungstest bei einmaligem Durchlaufen einer Säule. Es wird davon ausgegangen, dass sich für die meisten Stoffe während der Prüfung näherungsweise ein lokales Gleichgewicht zwischen dem körnigen Abfallmaterial und dem Elutionsmittel einstellt.

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

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

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

6 Reagenzien

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

6.1 Elutionsmittel

Demineralisiertes Wasser oder deionisiertes Wasser oder Wasser von gleichwertiger Reinheit mit einer Leitfähigkeit von $< 0,5 \text{ mS/m}$ entsprechend der Qualität 3 nach EN ISO 3696.

Wenn die Freisetzung biologisch abbaubarer organischer Verbindungen untersucht wird, darf das Elutionsmittel mit einem Konservierungsmittel stabilisiert werden, z. B. mit Natriumazid (NaN_3) in einer Konzentration von 0,1 %, um einen biologischen Abbau zu verhindern. Bei ökotoxikologischen Prüfungen sollten keine Konservierungsmittel verwendet werden. Eine Zugabe von Konservierungsmitteln kann sich auch auf die Freisetzung anorganischer Stoffe auswirken.

6.2 Spüllösungen

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

6.3 Organisches Lösungsmittel

Zum Beispiel Aceton zur Analyse.

7 Geräte

7.1 Allgemeines

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

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

7.2 Säule.

Säule aus Kunststoff oder Glas für anorganische Stoffe bzw. aus Glas oder nichtrostendem Stahl für organische Stoffe, mit einem Innendurchmesser d größer als 50 mm und einer Länge, die für eine Füllhöhe von $300 \text{ mm} \pm 50 \text{ mm}$ ausreichend ist. Im oberen und unteren Bereich der Säule dienen eine Filterplatte, Glasperlen oder eine dünne Schicht aus Quarzsand mit Korngrößen im Bereich von 1,0 mm bis 2,5 mm dazu, einen ordnungsgemäßen Wasserdurchfluss über der gesamten Querabmessung der Säule sicherzustellen.

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

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

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

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

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

7.4 Membran für die externe Filtration der auf anorganische Stoffe zu untersuchenden Eluate mit einer Porengröße von $0,45\ \mu\text{m}$ (z. B. aus PTFE). Sie müssen aus einem inerten Werkstoff bestehen und dürfen keine zu analysierenden Verbindungen adsorbieren. Bei Eluaten, die auf organische Stoffe untersucht werden sollen, dürfen keine Filter verwendet werden.

7.5 Volumetrische Pumpe, mit einer einstellbaren Förderleistung, die geeignet ist, die in 9.5.2 angegebene Durchflussrate zu ermöglichen.

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

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

7.8 Gerät zur Messung der elektrischen Leitfähigkeit mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 mS/m.

7.9 Schlauch- bzw. Rohrleitungsmaterial, inert und für die zu untersuchenden Stoffe geeignet (siehe EN ISO 5667-3).

ANMERKUNG Falls nur organische Stoffe analysiert werden sollen, können in Kontakt mit dem Eluat Leitungen aus nichtrostendem Stahl oder Glas und FEP verwendet werden. Falls nur anorganische Stoffe analysiert werden, können Leitungen aus PE, PP, PTFE, ETFE, FEP oder ähnlichen Werkstoffen verwendet werden.

7.10 Eluatflaschen.

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

7.11 Geräte für die Zerkleinerung.

Backenbrecher oder Schneideinrichtung.

7.12 Geräte für die Siebung (Trockensiebung).

Zum Beispiel Siebe mit einer Siebnennweite von 4 mm, 11,2 mm und 22,4 mm.

7.13 Geräte für die Probenteilung.

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

7.14 Redoxpotential-Messgerät.

(Optional).

7.15 Trübungsmessgerät.

Wie in ISO festgelegt.

7.16 Zentrifuge.

Betrieben bei 20 000 *g* bis 30 000 *g* unter Verwendung von Zentrifugenröhrchen aus FEP (Fluorethylenpropylen) oder Röhrchen aus einem alternativen Werkstoff, der hinsichtlich der zu analysierenden Stoffe inert und für eine Hochgeschwindigkeitszentrifugation geeignet ist.

Wenn keine Hochgeschwindigkeitszentrifuge (Ultrazentrifuge) zur Verfügung steht, darf alternativ in Kombination mit einer verlängerten Zentrifugierdauer eine Zentrifuge eingesetzt werden, die bei 2 000 *g* bis 2 500 *g* betrieben wird und bei der Flaschen aus einem geeigneten Werkstoff verwendet werden. Zur Aufrechterhaltung der gewünschten Temperatur muss ein Kühlen erfolgen.

7.17 Filtration.

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

8 Probenvorbereitung

8.1 Allgemeines

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

Um eine repräsentative Laborprobe zu erhalten, muss die Probenahme nach EN 14899 unter Berücksichtigung der in der jeweiligen Produktnorm beschriebenen Verfahren und der in CEN/TS 16637-1 angegebenen Leitlinien erfolgen.

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

8.2 Herstellung der Prüfungsprobe

8.2.1 Grundsätze

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

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

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

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

Die Wahl der Säulenquerabmessung hängt von der maximalen Korngröße des zu prüfenden körnigen Abfallmaterials (S_{cs}) ab und kann außerdem von der im Labor zur Verfügung stehenden technischen Ausrüstung, von der Masse der Laborprobe oder von der Eluatmenge, die für die chemische Analyse oder die ökotoxikologische Prüfung benötigt wird, abhängen.

Während der Probenvorbereitung darf kein Anteil der Laborprobe verworfen werden.

8.2.2 Anwendungsregeln

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

- a) Wenn die Laborprobe des Produkts bereits 100 % Massenanteil an Partikeln $< S_{cs}$ (siehe Tabelle 1) enthält und mindestens 45 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm sind, ist kein weiteres Zerkleinern oder Sieben zulässig (ein Beispiel dafür ist in Anhang A gegeben).
- b) Wenn die Laborprobe einen Überkornanteil größer als S_{cs} enthält, wird dieser Anteil behutsam zerkleinert, um eine Prüfungsprobe zu erhalten, bei der alle Partikel $\leq S_{cs}$ sind (Ergebnis: Prüfungsprobe mit einer maximalen Korngröße, die sich für die gewählte Säulengröße eignet).

Die Brecherbacken sollten so eingestellt werden, dass große Anteile von Partikeln < 4 mm vermieden werden.

- c) Wenn Anzahl und Größe der Messproben dies erlauben, darf das weitere Verfahren an einer repräsentativen Teilprobe durchgeführt werden (siehe EN 933-1).
- d) Durch Sieben mit einem 4-mm-Sieb wird geprüft, ob die Prüfungsprobe einen Anteil an Partikeln < 4 mm enthält, der 45 % Massenanteil übersteigt. Wenn diese Voraussetzung erfüllt ist, ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden.
- e) Wenn die Prüfungsprobe nach Schritt d) nicht mindestens 45 % Massenanteil enthält, der das 4-mm-Sieb passiert, so wird ein ausreichender und repräsentativer Anteil von $4/S_{cs}$ mm (ein Beispiel dafür ist in Anhang A gegeben) behutsam so weit zerkleinert, dass nach dem Zerkleinern die vollständig vorbereitete (wieder vereinigte) Korngrößenverteilung zwischen 45 % Massenanteil und 55 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm enthält. Wenn diese Voraussetzung erfüllt ist, ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden.

Tabelle 1 — Säulengröße und entsprechender Siebdurchmesser S_{cs}

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

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

8.3 Messprobe

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

Es wird empfohlen, eine Messprobe in Reserve zu halten, um in der Lage zu sein, im Bedarfsfall die Prüfung zu wiederholen. Häufig wird die doppelte oder dreifache Durchführung einer Prüfung als gute Praxis angesehen (was zusätzliche Messproben erfordern würde).

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

8.4 Trocknung

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

ANMERKUNG Trocknen kann die Eigenschaften der Probe verändern (Oxidation und/oder Carbonatisierung) oder einen Verlust an flüchtigen Stoffen zur Folge haben. Durch Trocknen in inerter Atmosphäre kann eine Veränderung der Probeneigenschaften vermieden werden. Leitlinien für das Trocknen von Proben sind in EN 15002 und EN 16179 enthalten.

8.5 Probenteilung

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

ANMERKUNG Leitlinien für die Herstellung von Teilproben bzw. Probenteilung sind in EN 15002 und EN 16179 enthalten.

8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen

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

8.7 Korngrößenreduzierung

Wenn Überkorn zu zerkleinern ist, muss der gesamte Überkornanteil mit einer Zerkleinerungseinrichtung (7.11) so weit zerkleinert werden, dass die Körner kleiner sind als die für die Messprobe erforderliche maximale Korngröße (S_{cs}). Das Zerkleinern darf nicht weiter als für die Probenvorbereitung erforderlich erfolgen. Erwärmung, Staubverlust und Verunreinigungen durch die technische Ausrüstung müssen so gering wie möglich gehalten werden. Auf keinen Fall darf das körnige Abfallmaterial fein zermahlen werden. Material, das nicht zerkleinert werden kann (z. B. Metallpartikel), muss ausgesondert werden, und Gewicht und Art dieses Materials müssen aufgezeichnet werden.

ANMERKUNG Kunststoff- oder bitumenhaltige Proben lassen sich nach einer Tieftemperaturbehandlung zerkleinern. Leitlinien für die Verringerung der Korngröße sind in EN 15002 und EN 16179 enthalten.

9 Prüfverfahren

9.1 Temperatur

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

ANMERKUNG Eine konstante Temperatur bei der Prüfung kann erreicht werden, indem entweder die Temperatur im Labor geregelt wird oder das Elutionsmittel temperiert und die Säule und dazugehörigen Geräte wärmeisoliert werden.

Bei Produkten, die Stoffe freisetzen, die sehr empfindlich hinsichtlich eines biologischen Abbaus sind, wird die biologische Aktivität wesentlich verringert, wenn die Prüfung auf diese Stoffe bei niedrigerer Temperatur (z. B. 4 °C) durchgeführt und direkte Lichteinwirkung verhindert wird. Wenn die Prüfung auf diese Weise abgeändert wird, muss diese Abweichung im Prüfbericht angegeben werden.

9.2 Bestimmung des Trockenrückstands

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

Der Trockenrückstand (w_{dr}) wird bei $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ nach EN 15934 anhand einer separaten Messprobe bestimmt. Der Trockenrückstand wird nach Gleichung (1) berechnet.

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

Dabei ist

w_{dr} der Trockenrückstand des körnigen Abfallmaterials, in Prozent (%);

m_d die Trockenmasse der Messprobe, in Gramm (g);

m_r die Masse der ungetrockneten Messprobe, in Gramm (g).

9.3 Vorbehandlung der Säule

Die Säule einschließlich des oberen und des unteren Abschnitts sowie Filter (7.2) und Flaschen (7.10) werden mit verdünnter Salpetersäure (0,1 mol/l) und/oder einem organischen Lösungsmittel bzw. Wasser gespült. Bei organischen Stoffen sollte Aceton verwendet werden. Die trockene Säule, einschließlich des oberen und des unteren Abschnitts, der Filter und Filterplatten oder Sandschichten, wird auf 1 g gewogen. Alternativ kann eine Wärmebehandlung (z. B. zwischen 450 °C und 500 °C) angewendet werden, um die temperaturbeständige Ausrüstung von sorbierten organischen Kontaminanten zu reinigen. Quarzsand und Filterschichten dürfen nicht rotglühend erhitzt werden.

9.4 Packen der Säule

Die Säule muss so einheitlich und gleichmäßig wie möglich gepackt werden; dabei ist eine Entmischung der verschiedenen Korngrößen zu vermeiden. Dies lässt sich in der Regel am besten dadurch bewerkstelligen, dass die körnigen Produkte in mehreren Schritten in die Säule gepackt werden. Anhang C enthält eine Anleitung zum Packen von Säulen.

9.5 Beginn der Prüfung

9.5.1 Gleichgewichtseinstellung

Die Säule wird durch hydrostatischen Druck (vorzugsweise nicht länger als 6 h) oder durch Pumpen (vorzugsweise $4 \text{ h} \pm 2 \text{ h}$) gesättigt.

ANMERKUNG Für eine Beschreibung der Sättigungsverfahren siehe C.4.

Die Pumpe wird angehalten bzw. die Druckbeaufschlagung wird eingestellt, wenn das Abfallmaterial in der Säule vollständig gesättigt ist, die Abflussleitung jedoch leer bleibt. Das gesättigte Abfallmaterial wird für 12 h bis 72 h stehen gelassen, damit sich im System ein Gleichgewicht einstellt.

9.5.2 Berechnung der Durchflussrate

Nach der Gleichgewichtseinstellung wird die Pumpe (erneut) gestartet und die Durchflussrate ϕ durch die leere Säule so eingestellt, dass die lineare Fließgeschwindigkeit (V_L) (300 ± 40) mm/d beträgt.

Die Durchflussrate wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$\phi = V_L \times \pi \times d^2 \times 0,000\,010\,4 \quad (2)$$

Dabei ist

ϕ die Durchflussrate des Elutionsmittels, in Milliliter je Stunde (ml/h);

V_L die lineare Fließgeschwindigkeit des Elutionsmittels durch die leere Säule, in Millimeter je Tag (mm/d);

d der Innendurchmesser der Säule, in Millimeter (mm).

ANMERKUNG 1 Eine lineare Fließgeschwindigkeit von 300 mm/d entspricht bei einer Säule mit einem Durchmesser von 50 mm einer Durchflussrate von 24,5 ml/h und bei einer Säule mit einem Durchmesser von 100 mm einer Durchflussrate von 98 ml/h.

ANMERKUNG 2 Der Parameter 0,000 010 4 umfasst den Faktor 1/4, aus der Berechnung des Säulenvolumens, multipliziert mit 1/1 000, um von mm³ in ml umzurechnen, multipliziert mit 1/24, um von Tagen in Stunden umzurechnen. Unter Verwendung dieses Faktors wird die berechnete Durchflussrate in einer üblichen Maßeinheit (ml/h) ausgedrückt.

9.6 Sammlung der Eluate

Die Abflussleitung (7.9) wird an eine Eluatsammelflasche (7.10) geeigneter Größe angeschlossen. Die Pumpe wird erneut gestartet, und nachdem von dem Elutionsmittel eine Menge von $(0,1 \pm 0,02)$ mal die Masse der Messprobe (m_d) durchgelaufen ist (Fraktion 1 nach Tabelle 2), wird die Sammelflasche ausgetauscht.

Es werden der pH-Wert (7.7) und die elektrische Leitfähigkeit (7.8) nach CEN/TR 16192 sowie das Redoxpotential (7.14, optional) des Eluats gemessen. Wenn der pH-Wert des Eluats höher als 9 ist oder wenn ein späterer Anstieg des pH-Werts erwartet wird, könnte es erforderlich sein, die Eluatsammelflasche sowie die folgenden Flaschen unter einer nicht reaktionsfähigen (Argon- oder Stickstoff-)Atmosphäre aufzubewahren oder eine andere zulässige Verfahrensweise anzuwenden, um eine Carbonatisierung und Ausfällung zu verhindern. Übersteigt die Leitfähigkeit einer Eluatfraktion 7 500 mS/m, wird das Volumen (oder die Dichte) des Eluats gemessen und das Eluat verdünnt, bis die Leitfähigkeit unter 7 500 mS/m liegt. Es ist sicherzustellen, dass der Verdünnungsfaktor 10 nicht überschritten wird. Nach jeder Auswechslung der Sammelflasche ist das Gas nachzufüllen. Diese Verfahrensschritte werden für jede Eluatfraktion wiederholt.

ANMERKUNG 1 Falls die Flasche mit Verschluss gasdicht ist, wird gegebenenfalls eine Luftscheule für den Verschluss benötigt, um einen Rückstau in der Säule zu vermeiden.

ANMERKUNG 2 Eine Aufbewahrung der Sammelflaschen in inerter Atmosphäre könnte auch bei einer Untersuchung von Produkten mit Reduktionsvermögen erforderlich sein, um das Auftreten von Oxidationsreaktionen zu verhindern.

ANMERKUNG 3 Falls Messergebnisse vom erwarteten Freisetungsverhalten abweichen, können die pH-, EL-, DOC- (optional) und Redoxmessungen zur Verifizierung verwendet werden. Dies gibt dem Anwender die Möglichkeit, die Ergebnisse zu akzeptieren, Abweichungen vom üblichen Verhalten zu verifizieren oder korrigierende Maßnahmen zu ergreifen, nachdem die Ursache für die Abweichung erkannt wurde.

Bei organischen Stoffen wird wie folgt verfahren:

- a) Falls die Trübung des Eluats unter 100 FNU liegt, muss das Eluat im vorliegenden Zustand untersucht werden. Andernfalls wird das Eluat in Zentrifugenröhrchen (7.16) umgefüllt.
- b) Es gibt zwei Möglichkeiten für die Trennung von Feststoff und Flüssigkeit:
 - 1) das Eluat wird 30 min lang bei 20 000 g bis 30 000 g mittels einer Hochgeschwindigkeitszentrifuge (7.16) zentrifugiert;
 - 2) das Eluat wird 5 h lang bei 2 000 g bis 2 500 g in Glasflaschen mittels einer niedrigtourigen Zentrifuge (7.16) zentrifugiert.

ANMERKUNG 4 Eine Beschränkung der Höchstdauer der Zentrifugation ist insbesondere für organische Stoffe notwendig. Die Geschwindigkeit bzw. die Beschleunigungskraft (en: *g*-force) der Zentrifuge hängt vom konkreten Rotor ab.

ANMERKUNG 5 Hintergrundinformationen über Sorptionseffekte an Behälterwandungen sind enthalten in: „Sorption effects interfering with the analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in aqueous samples“, siehe Literaturhinweise.

Gegebenenfalls muss gekühlt werden, um die Temperatur zwischen 19 °C und 25 °C zu halten.

Das Abbremsen muss sanft erfolgen, um eine Resuspendierung zu vermeiden. Die Abbremszeit darf 20 min nicht überschreiten.

Falls nur die Auslaugung anorganischer Stoffe und der DOC von Interesse sind, braucht das Eluat nicht wie vorstehend beschrieben zentrifugiert werden. Stattdessen ist es mittels der 0,45-µm-Membranfilter (7.4) und einer Vakuum- oder Druckfiltrationsvorrichtung (7.17) zu filtrieren.

Die Durchflussrate des Elutionsmittels wird so oft wie nötig (mindestens nach der Sammlung jedes Eluats oder dreimal die Woche, je nachdem, was häufiger ist) geprüft und so eingestellt, dass die ursprüngliche lineare Fließgeschwindigkeit von (300 ± 40) mm/d beibehalten wird.

Sobald die in Tabelle 2 angegebene Menge Wasser (6.1) durchgesickert ist, wird die Sammelflasche durch eine neue ersetzt. Dies sind die Fraktionen 2 bis 7. Es ist zu beachten, dass beide Kriterien (hinsichtlich des Volumens der tatsächlichen Eluatfraktion und des kumulativen L/S-Verhältnisses) erfüllt sein müssen.

Für jeden Eluatsammelzeitpunkt werden die Zeit und das Volumen der Eluatfraktion gemessen und das L/S-Verhältnis sowie die durchschnittliche lineare Fließgeschwindigkeit des Elutionsmittels während der Sammeldauer dieser Fraktion berechnet. Außerdem wird die tatsächliche Fließgeschwindigkeit gemessen.

Tabelle 2 — Tabelle für das Sammeln von Eluatfraktionen

Fraktion Nr.	Fraktionsvolumen ^{a, b}	Kumulatives L/S-Verhältnis
	l	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 den Klammern geben die L/S-Verhältnisse in l/kg an.
^b Da die Dichte der Eluate in der Regel nahe bei 1 g/ml, liegt, kann statt des Volumens die Masse verwendet werden.

ANMERKUNG 6 Es kann ein automatisches System zum Sammeln des Eluats verwendet werden.

Bei Produkten mit einer geringen Dichte reicht das in jeder der ersten beiden Fraktionen gesammelte Volumen möglicherweise nicht für die chemische Analyse aus. In solchen Fällen dürfen die ersten beiden Volumina vor der chemischen Analyse zu einer Fraktion zusammengefasst werden.

Die Prüfung an sich ist abgeschlossen, wenn das kumulative L/S-Verhältnis von $(10 \pm 0,5)$ l/kg Trockenmasse erreicht ist.

Bei bestimmten Szenarien reicht es gegebenenfalls aus, das Elutionsverhalten bis zu einem bestimmten L/S-Verhältnis, zum Beispiel $L/S = 2$, oder die kumulative Freisetzung bis zu $L/S = 2$ zu kennen. In diesem Fall kann die Prüfung nach Sammlung der fünften Eluatfraktion oder der Sammlung eines Eluats bis zu $L/S = 2$ beendet werden. In anderen Fällen, z. B. bei Produkten, die als Drainage dienen, können Szenarienschreibungen viel höhere L/S-Werte erfordern. Wenn dem so ist, dürfen zusätzliche Fraktionen gesammelt werden, bis der relevante L/S-Bereich abgedeckt ist. Dies ist ein Beispiel für ein indirektes Verfahren; Erläuterungen dazu können Abschnitt 13 entnommen werden.

ANMERKUNG 7 Für ökotoxikologische Prüfungen können die Fraktionen 1 bis 5 (oder Teile dieser Fraktionen) zusammengefasst werden, um ein kumulatives L/S-Verhältnis von 2 zu erhalten. Falls für die Prüfung große Eluatmengen benötigt werden, können Eluate der gleichen Fraktionen mehrerer Perkulationsprüfungen zusammengefasst werden.

ANMERKUNG 8 Falls kein automatisches Gerät für das Sammeln des Eluats zur Verfügung steht, kann im Rahmen der zulässigen Bereiche für die Durchflussrate (z. B. (300 ± 40) mm/d) und das Fraktionsvolumen (siehe Tabelle 2) ein Sammelplan erstellt werden, der die Eluatsammlung während der Arbeitszeit ermöglicht.

ANMERKUNG 9 Die Prüfdauer kann mithilfe von Gleichung (3) berechnet werden:

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

Dabei ist

- t die Prüfdauer, in Tagen (d);
- L/S das endgültige Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis, in Liter je Kilogramm Trockenmasse (l/kg Trockenmasse);
- m_d die Trockenmasse der Messprobe, in Kilogramm (kg);
- ϕ die Durchflussrate des Elutionsmittels in Milliliter je Stunde (ml/h).

9.7 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse

Die Konzentrationen der Stoffe, die von Interesse sind, werden mithilfe geeigneter Verfahren zur Analyse von Eluaten hinsichtlich anorganischer oder organischer Stoffe bestimmt. Bei bekanntem oder erwartetem Vorliegen von gelöstem organischem Kohlenstoff (DOC) wird die Gesamtkonzentration des DOC gemessen.

ANMERKUNG 1 Verfahren zur Analyse von Eluaten wurden in CEN/TC 351/WG 5 festgelegt und validiert. Eine Übersicht über geeignete analytische Normen wird in CEN/TR 16045 gegeben.

Bei Verwendung einer kleinen Säule (mit einem Durchmesser von 50 mm) könnte es wünschenswert sein, die ersten Eluatfraktionen zu verdünnen, um genügend Eluat für die Durchführung aller Analysen zu erhalten. Hierfür sollte der Verdünnungsfaktor nicht höher als 4 sein. Der Verdünnungsfaktor sollte im Prüfbericht angegeben werden. Wenn sehr niedrige Konzentrationen zu erwarten sind, sollte keine Verdünnung vorgenommen werden.

Für die verschiedenen chemischen Analysen (z. B. auf nichtflüchtige organische Stoffe, Elemente mittels ICP-Analytik, Salze mittels Flüssigchromatographie usw.) wird jedes Eluat nach kräftigem Schütteln in eine entsprechende Anzahl von Teilproben aufgeteilt.

Die Eluat-Teilproben werden in Abhängigkeit von den zu analysierenden Elementen nach EN ISO 5667-3 konserviert. Die (Teil-)Eluate sind in geschlossenen Flaschen nach EN ISO 5667-3 aufzubewahren.

ANMERKUNG 2 Der DOC kann von Bedeutung sein, wenn ein Abfallmaterial mit Verwertungspotential als Bauprodukt stabilisiert wird, z. B. mit einem hydraulischen Bindemittel, und organische Stoffe enthält. Der DOC wird bei hohem pH-Wert mobilisiert und ist unter üblichen basischen Bedingungen imstande, Metalle und organische Stoffe weit über ihre Löslichkeitsgrenze hinaus zu mobilisieren.

9.8 Blindwertbestimmung

Um, so weit wie möglich, zu prüfen, wie gut das gesamte Verfahren durchgeführt wird, werden regelmäßig Blindwertbestimmungen durchgeführt. Hierzu wird das gesamte Verfahren (mit Ausnahme der Probenvorbehandlung) mit zwei Leersäulenvolumina des Elutionsmittels durchgeführt. Die Pumpe wird gestartet und so lange betrieben, bis die leere Säule, einschließlich des oberen und unteren Abschnitts und der Leitungen, mit Elutionsmittel gefüllt ist. Nach zwei Tagen wird die Pumpe von der Säule getrennt, die Säule durch den unteren Abschnitt entleert und das Eluat für die erste Blindprobe gesammelt. Anschließend wird die Pumpe wieder angeschlossen, und die leere Säule sowie die Verbindungen werden mit neuem Elutionsmittel gefüllt. Nach zwei weiteren Tagen wird die Säule auf die gleiche Weise entleert und das Eluat für die zweite Blindprobe gesammelt. Bei diesen als Blindproben dienenden Eluaten wird die elektrische Leitfähigkeit (siehe 7.8) gemessen. Beide Eluate werden nach 9.6 konserviert und analysiert.

Es ist sicherzustellen, dass die Eluate für die Blindwertbestimmung die folgenden Mindestanforderungen erfüllen:

- a) im ersten Eluat für die Blindwertbestimmung muss die Konzentration jedes untersuchten Stoffs weniger als 10 % der berechneten Durchschnittskonzentration in den ersten drei Eluatfraktionen der Produktprüfung betragen oder unterhalb der Nachweisgrenze (Bestimmungsgrenze) liegen;
- b) die elektrische Leitfähigkeit des zweiten Eluats für die Blindwertbestimmung muss $< 0,5 \text{ mS/m}$ sein.

Sind diese Anforderungen nicht erfüllt, ist die Verunreinigung zu reduzieren.

10 Auswertung der Messergebnisse

10.1 Angabe der Ergebnisse als Konzentrationen

Die Analyse der durch den Auslaugungstest erzeugten Eluate liefert den Wert der Konzentration c_i der Stoffe in den Eluaten der einzelnen Eluatfraktionen in mg/l (oder $\mu\text{g/l}$). Der nach 9.6 bestimmte Messwert muss korrigiert werden, wenn die Eluatfraktion verdünnt wurde und/oder die Menge der nach 9.6 hinzugefügten Konservierungsflüssigkeit mehr als 1 ml je 100 ml Eluat betrug.

10.2 Angabe der Ergebnisse als massenbezogene Freisetzung

Für jeden Stoff müssen die in allen Eluatfraktionen freigesetzten Mengen als massenbezogene Freisetzung nach Gleichung (4) berechnet werden.

$$E_i = (V_i \times c_i) / (m_d) \quad (4)$$

Dabei ist

- i der Index der Eluatfraktion (1, 2, ..., 7);
- E_i die freigesetzte Menge eines Stoffs in der Eluatfraktion i , bezogen auf die Menge der Messprobe (massenbezogene Freisetzung), in Milligramm je Kilogramm Trockenmasse (mg/kg Trockenmasse);
- V_i das Volumen der Eluatfraktion i , in Liter (l);
- c_i die Konzentration des betreffenden Stoffs in der Eluatfraktion i , in Milligramm je Liter (mg/l);
- m_d die Trockenmasse der Messprobe in der Säule, in Kilogramm (kg).

Wenn die Konzentration eines Stoffs in einer oder mehreren Eluatfraktionen unterhalb der Bestimmungsgrenze liegt, muss für diesen Stoff in diesen Fraktionen eine Berechnung durchgeführt werden, wobei c_i = Bestimmungsgrenze gesetzt wird, um damit die **Obergrenze** von E_i zu schätzen.

Für jeden Stoff muss die gemessene kumulative Freisetzung wie folgt berechnet werden:

$$U_n = \sum_{i=1}^n E_i \quad \text{für } n = 1 \text{ bis } 7 \quad (5)$$

Dabei ist

- U_n die gemessene kumulative Freisetzung (Masse) eines Stoffs bei dem kumulativen L/S-Verhältnis n , einschließlich der Fraktionen $i = 1$ bis n , in Milligramm je Kilogramm Trockenmasse (mg/kg Trockenmasse);
- E_i die freigesetzte Menge eines Stoffs, bezogen auf die Menge der zu analysierenden Probe in der Eluatfraktion i , in Milligramm je Kilogramm Trockenmasse (mg/kg Trockenmasse).

Wenn die Konzentration eines Stoffs in einer oder mehreren Eluatfraktionen unterhalb der Bestimmungsgrenze liegt, muss für diesen Stoff eine Berechnung, bei der die Bestimmungsgrenze als Wert für E_i eingesetzt wird, erfolgen, um die Obergrenze von U_n anzugeben. Wahlweise darf für Messwerte unterhalb der Bestimmungsgrenze die Untergrenze von U_n unter Verwendung von $E_i = 0$ berechnet werden.

11 Dokumentation und Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

a) Allgemeines:

- 1) Verweisung auf das vorliegende Dokument;
- 2) Eingangsdatum der Laborprobe;
- 3) Identifizierung der Laborprobe, einschließlich des Probencodes;
- 4) Alterungsbedingungen (falls relevant);
- 5) Probenvorbereitung (z. B. Verfahren zur Zerkleinerung, Trocknung, Aufteilung) sowie Lagerungsbedingungen der Laborprobe und der Prüfungsprobe;
- 6) Geräte für die Zerkleinerung;
- 7) maximale Korngröße und prozentualer Anteil der Partikel < 4 mm in der Laborprobe und in der Prüfungsprobe;
- 8) Trocknungstemperatur ($^{\circ}\text{C}$);
- 9) Trockenrückstand der Prüfungsprobe (w_{dr});
- 10) Trockenmasse der Messprobe in der Säule (m_{d});
- 11) Verdichtungsverfahren;
- 12) Probenahmebericht, falls verfügbar;

b) Bedingungen des Auslaugungstests:

- 1) Datum der Prüfung (Beginn und Ende);
- 2) Identifizierung der bei der Prüfung verwendeten Geräte und Instrumente, einschließlich des Säulendurchmessers;
- 3) tatsächliche Durchflussrate während der Prüfung sowie signifikante Änderungen der Durchflussrate, dabei sind Abweichungen von der vorgeschriebenen Durchflussrate zu erläutern;

- 4) wahre kumulative L/S-Verhältnisse der gesammelten Eluatfraktionen;
- 5) Temperaturbereich während der Prüfungsdurchführung;
- 6) jegliche Abweichung vom Prüfverfahren und die Gründe für diese Abweichung, zusammen mit allen Umständen, die die Ergebnisse beeinflusst haben;

c) Analysenbericht:

- 1) pH-Wert und Leitfähigkeit sowie (optional) Redoxpotential der gesammelten Eluatfraktionen;
- 2) alle vorgenommenen Verdünnungen;
- 3) Verfahren zur Konservierung der Eluatfraktionen für die verschiedenen zu analysierenden Elemente;
- 4) Mengen der zugesetzten Konservierungsflüssigkeit, sofern es sich um mehr als 1 ml je 100 ml Eluat handelt;
- 5) angewendetes Analyseverfahren;
- 6) alle gemessenen Konzentrationen;

d) Ergebnisse des Auslaugungstests:

- 1) gemessene Konzentration c_i je Fraktion i für jeden Stoff in mg/l, in einer Tabelle und vorzugsweise in Abhängigkeit vom wahren L/S-Verhältnis graphisch dargestellt;
- 2) kumulativ freigesetzte Mengen U_n für die Fraktion n , bei $n = 1$ bis 7, berechnet für jeden einzelnen Stoff, in mg/kg Trockenmasse, in einer Tabelle und vorzugsweise in Abhängigkeit vom wahren L/S-Verhältnis graphisch dargestellt. Falls relevant, sind auch die oberen und unteren Grenzwerte anzugeben.

ANMERKUNG 1 In vielen Fällen kann es zweckmäßig sein, den Mechanismus ermitteln zu können, der bei der Perkulationsprüfung die Freisetzung von Stoffen aus dem körnigen Abfallmaterial bestimmt bzw. steuert. Dies wird in Anhang D (informativ) erörtert.

ANMERKUNG 2 In manchen Fällen kann es zweckmäßig oder erforderlich sein, die bei der Perkulationsprüfung erhaltenen Ergebnisse interpolieren oder extrapolieren zu können.

12 Leistungsfähigkeit der Prüfung

Wird ergänzt, sobald dem CEN/TC 351 Daten zur Wiederholpräzision und Vergleichpräzision aus Validierungsringversuchen vorliegen.

Anhang A (informativ)

Beispiele für die Probenvorbereitung

A.1 Allgemeines

Dieser Anhang enthält zwei typische Beispiele für Korngrößenverteilungen des Produkts, wobei die verschiedenen Schritte, je nachdem, ob ein Zerkleinern erforderlich ist, und die richtige Wahl des Säulennendurchmessers für die Perkulationsprüfung beschrieben sind.

A.2 Beispiel 1

Korngrößenverteilung des Produkts nach EN 13285: 0/8 – UF_9 – LF_N – OC_{85} – G_E

Siebgröße mm	Prozentualer Siebdurchgang (% Massenanteil)	
	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

Die Korngrößenverteilung des Produkts enthält mindestens 45 % Massenanteil an Partikeln ≤ 4 mm.

Schlussfolgerung: Es ist keine weitere Probenvorbereitung erforderlich.

Es wird eine Säule mit einem Innendurchmesser $d \geq 50$ mm gewählt.

A.3 Beispiel 2

Korngrößenverteilung des Produkts nach EN 13285: 0/31,5 – UF_7 – LF_N – OC_{75} – G_C

Siebgröße mm	Prozentualer Siebdurchgang (% Massenanteil)		
	Minimum	Maximum	Zusätzliche Angaben des Herstellers
63	100		100
45			100
31,5	75	100	84 bis 97
22,4			69 bis 86
16	50	90	56 bis 74
11,2			43 bis 63

Siebgröße mm	Prozentualer Siebdurchgang (% Massenanteil)		
	Minimum	Maximum	Zusätzliche Angaben des Herstellers
8	30	75	35 bis 53
5,6			30 bis 46
4	20	60	26 bis 40
2	14	45	22 bis 34
1	8	35	19 bis 29
0,500	5	25	16 bis 23
0,063	0	7	1 bis 4

Beispiel 2: Entsprechend 8.2.2, Tabelle 1, wird ein Siebdurchmesser von 22,4 mm gewählt:

Aus der Tabelle geht hervor: Der Rückstand auf dem 22,4-mm-Sieb liegt zwischen 14 % Massenanteil und 31 % Massenanteil;

1. Schritt: eine Menge von (14 bis 31) % Massenanteil ist behutsam zu zerkleinern (alle Partikel $\leq 22,4$ mm);
2. Schritt: Prüfung, ob die Prüfungsprobe eine Menge von mindestens 45 % Massenanteil an Partikeln enthält, die das 4-mm-Sieb passiert;
 - a) wenn ja, ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden;
 - b) wenn nein, wird ein ausreichender und repräsentativer Anteil von 4 mm/22,4 mm behutsam so weit zerkleinert, dass nach dem Zerkleinern die vollständig vorbereitete (wieder vereinigte) Korngrößenverteilung zwischen 45 % Massenanteil und 55 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm enthält. Wenn diese Bedingung erfüllt ist, ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden;
3. Schritt: Wahl einer Säule mit einem Innendurchmesser d zwischen 70 mm und 100 mm.

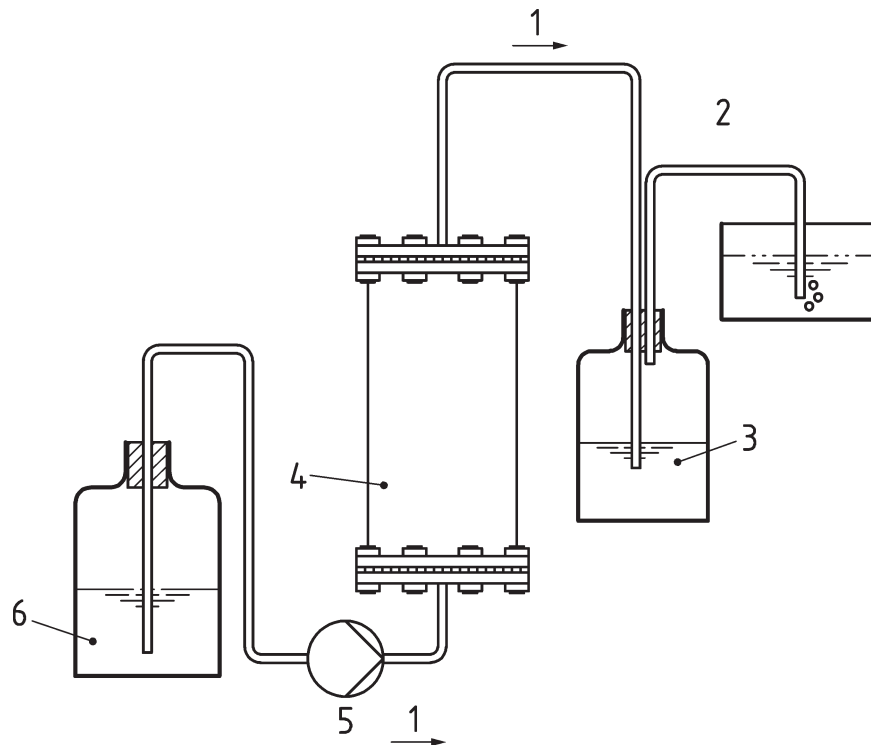
Beispiel 2: Entsprechend 8.2.2, Tabelle 1, wird ein Siebdurchmesser von 16 mm gewählt:

Aus der Tabelle geht hervor: Der Rückstand auf dem 16-mm-Sieb beträgt zwischen 26 % Massenanteil und 44 % Massenanteil;

1. Schritt: eine Menge von (26 bis 44) % Massenanteil ist behutsam zu zerkleinern (alle Partikel ≤ 16 mm);
2. Schritt: Prüfung, und zwar durch Sieben mit einem 4-mm-Sieb, ob die Prüfungsprobe einen Anteil an Partikeln < 4 mm enthält, der zwischen 45 % Massenanteil und 55 % Massenanteil liegt;
 - a) wenn ja (was höchstwahrscheinlich der Fall sein wird), ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden;
 - b) wenn nein, wird ein ausreichender und repräsentativer Anteil von 4 mm/16 mm behutsam so weit zerkleinert, dass nach dem Zerkleinern die vollständig vorbereitete (wieder vereinigte) Korngrößenverteilung zwischen 45 % Massenanteil und 55 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm enthält. Wenn diese Voraussetzung erfüllt ist, ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden.
3. Schritt: Wahl einer Säule mit einem Innendurchmesser d zwischen 50 mm und 100 mm.

Anhang B (informativ)

Bild der Säule und der dazugehörigen Geräte



Legende

- 1 Fließrichtung
- 2 Luftschleuse (optional)
- 3 Eluatsammelflasche
- 4 mit körnigen Feststoffen gefüllte Säule
- 5 Pumpe
- 6 Elutionsmittel

Bild B.1 — Beispiel für eine Säule mit dazugehörigen Geräten

Anhang C (normativ)

Verfahren zum Packen und Sättigen der Säule

C.1 Allgemeines

Inhalt dieses Anhangs sind Verfahren zum Befüllen und Packen der Säule. Zudem enthält dieser Anhang eine detailliertere Beschreibung des zur Wassersättigung durchzuführenden Verfahrens.

C.2 Füllen und Packen der Säule

Verfahren zum Füllen der Säule und Packen des Produkts sind:

- a) Körnige (nicht pulverförmige) Proben können im Allgemeinen in ihrem jeweiligen Zustand (feucht oder trocken) gepackt werden. Pulverförmige, trockene Materialien hingegen sollten in einem willkürlichen oder festgelegten Verhältnis angefeuchtet werden. Für die Bestimmung der Trockenmasse der Messprobe in der Säule (in 8.3) muss der tatsächliche Feuchtegehalt bekannt sein.
- b) Proben können zu nass sein, um sich gut in die Säule packen zu lassen. Im Allgemeinen ist es möglich, die Prüfungsprobe oder die Messprobe luftzutrocknen. Die Trocknungstemperatur sollte 40 °C nicht überschreiten. Das Trocknen kann zu einer Oxidation und/oder Carbonatisierung führen. Wenn das Material frisch ist und als nicht oxidiertes/nicht carbonatisiertes Material geprüft werden muss, sollte das Trocknen in einer inerten Atmosphäre erfolgen.
- c) In anderen Fällen ist es gegebenenfalls möglich, die (nasse) Probe zu packen; aber die Probe könnte sich nach dem Beginn der Prüfung noch weiter absetzen, sodass im oberen Bereich ein Hohlraum entsteht. Wenn ein System mit einem Kolben verwendet wird, sollte dieser entsprechend abgesenkt werden.
- d) Einige Proben können zu einem späteren Zeitpunkt Probleme verursachen, auch wenn sie gut gepackt wurden. Hierbei handelt es sich um hydraulisch bindende Materialien. Aushärtungsreaktionen können eine Ausdehnung hervorrufen, die zu einer sehr geringen Durchlässigkeit oder sogar zu Rissen in der Säule führt. Das bedeutet, dass sich das Material wahrscheinlich wie ein Monolith verhält und mit dem dafür geeigneten Verfahren (z. B. CEN/TS 16637-2:2014) geprüft werden sollte. Wenn jedoch das Verhalten des Materials unter Perkulationsbedingungen geprüft werden soll, darf ein System mit einem Kolben verwendet werden, der sich aufwärts bewegen lässt. Eine andere Lösung wäre in einigen Fällen eine geringere Verdichtung. Beide Lösungen führen jedoch zu einer schlechteren Wiederholpräzision.

C.3 Vorgehensweise beim Packen

Der mit einer Filterplatte, Glasperlen oder einer dünnen Schicht aus Quarzsand mit Korngrößen im Bereich von 1,0 mm bis 2,5 mm versehene untere Abschnitt (7.2) wird an der Säule befestigt. Die Messprobe wird in fünf aufeinander folgenden Schichten bis zu einer Betthöhe von $300 \text{ mm} \pm 50 \text{ mm}$ in die Säule gefüllt.

- a) Jede Schicht wird in drei Teilschichten in die Säule eingefüllt, und jede Teilschicht wird separat geglättet.
- b) Jede Schicht wird mit einem als Rammvorrichtung dienenden Gewicht von 125 g bei einer Säule mit einem Durchmesser von 50 mm bzw. einem Gewicht von 500 g bei einer Säule mit einem Durchmesser von 100 mm gepackt. Das Fallgewicht wird aus einer Höhe von 200 mm an einem als Führung dienenden Stab jeweils dreimal auf jede Schicht fallen gelassen. Dieser Stab wird in der Mitte einer Scheibe befestigt, die auf der zu packenden Schicht platziert wird. Die gesamte Oberfläche der Säule wird mit der Scheibe abgedeckt.
- c) Für die letzte Schicht wird die verbleibende Höhe überprüft und die zum Erreichen einer Höhe von $300 \text{ mm} \pm 50 \text{ mm}$ benötigte Masse angepasst.

Um die geeignete Masse für jede Schicht zu bestimmen, darf ein Vorversuch durchgeführt werden. In diesem Fall wird eine 70 mm bis 80 mm dicke Schicht in die Säule eingebracht und gepackt, und es wird die Masse ermittelt, die notwendig ist, um eine ungefähr 60 mm dicke Schicht zu erhalten.

Oberer Abschnitt der Säule: Auf dem Materialbett wird/werden eine Filterplatte, Glasperlen oder eine dünne Schicht aus Quarzsand mit Korngrößen im Bereich von 1,0 mm bis 2,5 mm platziert, um zu verhindern, dass feine Partikel mit dem Eluat mitgerissen werden.

Der obere Abschnitt und das Vorfilter müssen so befestigt werden, dass der Flüssigkeitsstrom nicht an der Filterplatte oder an den Glasperlen oder an der Sandschicht vorbeifließen kann und über dem Material kein offener Raum (Totvolumen) bleibt.

Die so befüllte Säule wird auf 1 g gewogen. Die Trockenmasse (m_0) der in der Säule befindlichen Messprobe wird nach Gleichung (C.1) bestimmt:

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

Dabei ist

w_{dr} der Trockenmassegehalt, in Prozent (%);

m_d die Masse der getrockneten Messprobe in der Säule, in Kilogramm (kg);

m_w die Masse der (feuchten) Messprobe in der Säule, in Kilogramm (kg).

Der Abflussschlauch wird am oberen Abschnitt der Säule befestigt.

C.4 Wassersättigung

In 9.5.1 sind zwei Verfahren zur Sättigung der gepackten Säule mit dem Elutionsmittel angeführt: mithilfe der Pumpe 1) oder durch Ausnutzung des anfänglichen hydrostatischen Drucks 2).

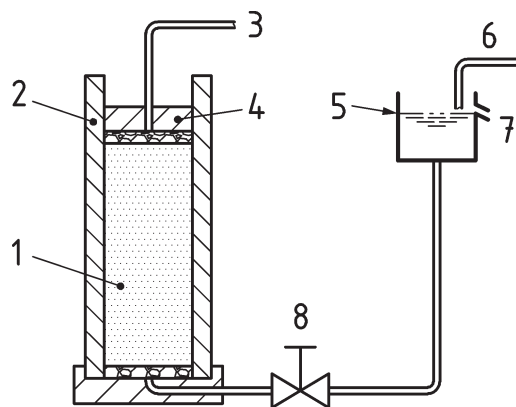
1) Wassersättigung der Säule mithilfe der Pumpe

Die Pumpe (7.5) wird an den unteren Abschnitt der Säule angeschlossen, um demineralisiertes Wasser (6.1) von unten nach oben durch die Säule fließen zu lassen. Die Sättigung erfolgt durch Betreiben der Pumpe (vorzugsweise nicht länger als 6 h). Die Pumpe wird angehalten, wenn das Material in der Säule vollkommen gesättigt, die Abflussleitung jedoch noch leer ist.

2) Wassersättigung der Säule durch Ausnutzung des anfänglichen hydrostatischen Drucks

Um zu vermeiden, dass die Säule zwecks Verhinderung des Überlaufens beobachtet werden muss, kann die Wassersättigung auch bei einem anfänglichen hydrostatischen Druck von 300 mm erfolgen (wie in Bild C.1 dargestellt).

Die Druckbeaufschlagung sollte beendet werden, wenn das Material in der Säule vollkommen gesättigt, die Abflussleitung jedoch noch leer ist.



Legende

- 1 Schicht aus verdichteten körnigen Feststoffen
- 2 Säule
- 3 Wasserabfluss
- 4 Schicht aus nicht reaktionsfähigem Material
- 5 Wasserstand
- 6 Wassereinlass
- 7 Wasserabfluss
- 8 Wassereinlass

Bild C.1 — Sättigung einer typischen Säule durch Ausnutzung des anfänglichen hydrostatischen Drucks

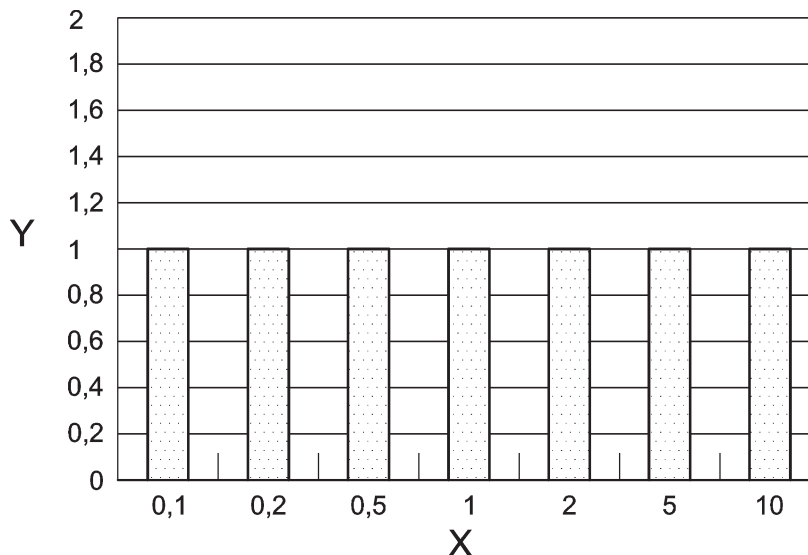
Anhang D (informativ)

Beurteilung von Freisetzungsmechanismen

D.1 Überblick über die Freisetzungsmechanismen

Eine Prognose der langfristigen Freisetzung gefährlicher Stoffe ist im Hinblick darauf wichtig, das Freisetzungsverhalten von körnigem Abfallmaterial, das als Bauprodukt wiederverwendet wird, während dessen Nutzungsdauer zu bewerten. Damit die langfristige Freisetzung durch Extrapolation vorhergesagt werden kann, muss der Freisetzungsmechanismus bekannt sein. Der Freisetzungsmechanismus eines Stoffs kann aus den Prüfergebnissen abgeleitet werden.

Grundsätzlich ist die Perkulationsprüfung so angelegt, dass während der Prüfung ein (lokales) Gleichgewicht herrscht und die Freisetzung löslichkeitsgesteuert erfolgt. Unter dieser Bedingung ist während der Prüfung die Konzentration eines Stoffs für jedes L/S-Verhältnis (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 — Grundmuster der Freisetzung bei der Perkulationsprüfung

Unter der Annahme, dass während der gesamten Prüfung (bis zu L/S 10) ein (lokales) Gleichgewicht gewahrt wird, deutet jede Abweichung von diesem Muster auf einen anderen als einen löslichkeitsgesteuerten Freisetzungsmechanismus hin, und zwar verursacht durch

- eine Auswaschung des Stoffs (Verarmung) oder
- eine Freisetzung, die eher durch Diffusion denn durch die Löslichkeit bestimmt bzw. gesteuert wird (scheinbare Verarmung).