

DIN EN 17516



ICS 91.100.01

Einsprüche bis 2022-04-25

Ersatz für

E DIN EN 17516:2020-08

Entwurf**Abfall –****Charakterisierung von granularen Feststoffen mit Verwertungspotential als Ersatzbaustoff –****Übereinstimmungsuntersuchung des Elutionsverhaltens –****Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom;****Deutsche und Englische Fassung prEN 17516:2022****Waste –**

Characterization of granular solids with potential for use as construction material –

Compliance leaching test – Up-flow percolation test;

German and English version prEN 17516:2022

Déchets –

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 17516:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-02-25 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 Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 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 146 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17516:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

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

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.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 7027-1, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Trübung — Teil 1: Quantitative Verfahren*
(ISO 7027-1:2016)

– *Entwurf* –

E DIN EN 17516:2022-04

– Leerseite –

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

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

Déchets – Caractérisation des 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	5
Einleitung	6
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	12
5.1 Allgemeine Grundsätze	12
5.2 Anzahl der Eluate	13
6 Reagenzien	14
6.1 Allgemeines	14
6.2 Elutionsmittel	14
6.3 Spüllösungen	14
7 Geräte	14
8 Probenvorbereitung	16
8.1 Allgemeines	16
8.2 Herstellung der Prüfungsprobe	16
8.2.1 Grundsätze	16
8.2.2 Anwendungsregeln	17
8.3 Messprobe	18
8.4 Trocknung	18
8.5 Probenteilung	18
8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen	18
8.7 Korngrößenreduzierung	18
9 Prüfverfahren	19
9.1 Temperatur	19
9.2 Bestimmung des Trockenrückstands	19
9.3 Vorbehandlung der Säule	19
9.4 Packen der Säule	19
9.4.1 Allgemeines	19
9.4.2 Gleichgewichtseinstellung	19
9.4.3 Berechnung der Durchflussrate	20
9.5 Sammlung der Eluate	20
9.6 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse	22
9.7 Blindwertbestimmung	23
10 Auswertung der Messergebnisse	23
10.1 Angabe der Ergebnisse als Konzentrationen	23
10.2 Angabe der Ergebnisse als massenbezogene Freisetzung	24
11 Dokumentation und Prüfbericht	24
12 Leistungsfähigkeit der Prüfung	26
Anhang A (informativ) Beispiele für die Probenvorbereitung	27
A.1 Allgemeines	27
A.2 Beispiel 1	27
A.3 Beispiel 2	27
A.3.1 Korngrößenverteilung des Produkts	27
A.3.2 Beispiel 2: Gewählter Siebdurchmesser 22,4 mm	28
Anhang B (informativ) Bild der Säule und der dazugehörigen Geräte	30
Anhang C (informativ) Verfahren zum Packen und Sättigen der Säule	31
C.1 Allgemeines	31

C.2	Füllen und Packen der Säule	31
C.3	Vorgehensweise beim Packen	31
C.4	Wassersättigung	32
C.4.1	Allgemeines	32
C.4.2	Verfahren 1: Wassersättigung der Säule mithilfe der Pumpe	32
C.4.3	Verfahren 2: Wassersättigung der Säule durch Ausnutzung des anfänglichen hydrostatischen Drucks	32
Anhang D (informativ) Beurteilung von Freisetzungsmechanismen		34
D.1	Überblick über die Freisetzungsmechanismen	34
D.2	Überblick über die Freisetzungsmechanismen	35
D.2.1	Generell niedrige Konzentrationen	35
D.2.2	Auswirkung des pH-Werts auf die Freisetzung	35
D.2.3	(Scheinbare) pH-abhängige Freisetzung	36
D.2.4	Keine pH-abhängige Freisetzung	37
D.2.5	Nicht identifizierter Freisetzungsmechanismus	39
D.3	Überblick über die Freisetzungsmechanismen	40
D.3.1	Freisetzung	40
D.3.2	Extrapolation und Interpolation der Freisetzung auf andere L/S -Verhältnisse	40
D.4	Beispiele	41
D.4.1	Allgemeines	41
D.4.2	BEISPIEL 1: pH-abhängige löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	41
D.4.3	BEISPIEL 2: Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	43
D.4.4	BEISPIEL 3: Auswaschung	46
D.4.5	BEISPIEL 4: Scheinbare Verarmung	49
Anhang E (informativ) Zusammenfassung der kumulativen Ergebnisse für $L/S = 2$ und $L/S = 10$		53
E.1	Leistungsdaten prEN 16637-3 für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	53
E.2	Anorganische Stoffe	55
E.2.1	Allgemeines	55
E.2.2	Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	57
E.2.3	Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	58
E.2.4	Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	60
E.3	Organische Stoffe	63
E.3.1	Asphalt-Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	63
Literaturhinweise		68

Bilder

Bild B.1	— Beispiel für eine Säule mit dazugehörigen Geräten	30
Bild C.1	— Sättigung einer typischen Säule durch Ausnutzung des anfänglichen hydrostatischen Drucks	33
Bild D.1	— Grundmuster der Freisetzung bei der Perkulationsprüfung	34
Bild D.2	— pH-abhängige löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	43
Bild D.3	— Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung	46
Bild D.4	— Auswaschung	49
Bild D.5	— Scheinbare Verarmung	52
Bild E.1	— Vergleich der Verteilung der relativen Vergleichstandardabweichungen für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	56
Bild E.2	— Vergleich der Verteilung der relativen Wiederholstandardabweichungen für $L/S = 2$ und $L/S = 10$	56

Tabellen

Tabelle 1 — Säulengröße und entsprechender Siebdurchmesser S_{cs}	17
Tabelle 2 — Tabelle für das Sammeln von Eluatfraktionen	21
Tabelle A.1 — Als 0/8 — UF9 — LFN — OC85 — GE eingestuftes Produkt	27
Tabelle A.2 — Als 0/31,5 — UF7 — LFN — OC75 — GC eingestuftes Produkt	28
Tabelle E.1 — Typische Werte der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung der Freisetzung anorganischer Stoffe in Abhängigkeit vom Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis bei einer Perkulationsprüfung	53
Tabelle E.2 — Typische Werte der Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung der Freisetzung organischer Stoffe in Abhängigkeit vom Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis bei einer Perkulationsprüfung	54
Tabelle E.3 — Gesamtleistungsdaten als Ergebnisse der Validierung der Freisetzung von anorganischen und organischen Stoffen in Abhängigkeit von der Zeit in einer Perkulationsauslaugprüfung an Bauprodukten	55
Tabelle E.4 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, As-Pb	57
Tabelle E.5 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, S-Zn	57
Tabelle E.6 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, As-Pb	57
Tabelle E.7 — Zerkleinerte Kupferschlacke (CUS) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, S-Zn	58
Tabelle E.8 — Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, As-Pb	58
Tabelle E.9 — Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, S-Zn	59
Tabelle E.10 — Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, As-Pb	59
Tabelle E.11 — Recyclingbeton (CRC) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, S-Zn	60
Tabelle E.12 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, As-Pb	60
Tabelle E.13 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ in mg/kg, S-Zn	61
Tabelle E.14 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, As-Pb	61
Tabelle E.15 — Zerkleinertes Mauerwerk (CMA) — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 10$ in mg/kg, Pb-Sr	61
Tabelle E.16 — Asphalt-Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	63
Tabelle E.17 — Asphalt-Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	64
Tabelle E.18 — Asphalt-Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	65
Tabelle E.19 — Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	65
Tabelle E.20 — Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	66
Tabelle E.21 — Rezyklierte Gesteinskörnung — Kumulative Freisetzung bei $L/S = 2$ und $L/S = 10$ in mg/kg	67

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17516:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur zweiten 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 Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Bestimmung des Auslaugverhaltens körniger Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte unter standardisierten Perkulationsbedingungen fest. Diese Prüfung entspricht der horizontalen Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom bei Bauprodukten (FprEN 16637-3), die wiederum auf der Grundlage der Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom zur Charakterisierung von Abfällen (CEN/TS 14405:2004) 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 FprEN 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 dieser Europäischen Norm, gemeinsam mit EN 14405 oder der Normenreihe EN 12457, ist die genaue Bestimmung des Auslaugverhaltens körniger Abfallmaterialien mit Verwertungspotential als Bauprodukte und dadurch eine mögliche Beurteilung der Freisetzung regulierter gefährlicher Stoffe in den Boden, in Grund- und Oberflächenwasser unter den vorgesehenen Verwendungsbedingungen im Hinblick auf die CE-Kennzeichnung von Bauprodukten aus Abfall.

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

In den verschiedenen europäischen Ländern sind zur Charakterisierung und Beurteilung gefährlicher Stoffe, die aus Feststoffmatrices (z. B. Bauprodukte, kontaminierte Böden, feste Abfallmaterialien) eluiert werden können, Prüfverfahren entwickelt worden. Ziel dieser Prüfungen ist es, das Auslaugverhalten dieser Stoffe zu bestimmen. Die Komplexität des Auslaugungsprozesses macht Vereinfachungen erforderlich. Nicht alle relevanten Gesichtspunkte des Auslaugverhaltens können in einer einzigen Norm behandelt werden. Die Prüfhierarchie für Abfall ist 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 dieser Europäischen Norm beschriebene Prüfverfahren sollte als Konformitätsprüfung angesehen werden, die dazu dient, die Einhaltung der vorgeschriebenen Grenzwerte nachzuweisen. Für eine grundlegende Charakterisierung von körnigen Abfallmaterialien müssen Säulen-Perkulationsprüfungen nach EN 14405 durchgeführt werden.

ANMERKUNG 1 Die grundlegende Charakterisierung stellt eine umfassende Bestimmung des Abfalls durch Zusammenstellen aller Angaben dar, die für ein sicheres kurz- und langfristiges Management des Abfalls notwendig sind. Die grundlegende Charakterisierung darf allgemeine Angaben über den Abfall (d. h. Art und Herkunft, Zusammensetzung, Beschaffenheit, Auslaugbarkeit usw.), Angaben für das Verständnis des Verhaltens des Abfalls im betrachteten Abfallmanagementszenario, den Vergleich der Abfalleigenschaften mit den Grenzwerten und den Nachweis der Schlüsselvariablen (kritische Parameter wie Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisse (L/S), Zusammensetzung des Elutionsmittels, Faktoren, die die Auslaugbarkeit bzw. Eluierbarkeit beeinflussen, wie pH-Wert, Redoxpotential, Komplexbildungsvermögen und physikalische Parameter) für Übereinstimmungsprüfungen und Optionen zur Vereinfachung von Übereinstimmungsprüfungen liefern.

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

(1) Dieses Dokument legt eine Perkulationsprüfung (PP) im Aufwärtsstrom fest, die geeignet ist, das Auslaugverhalten von anorganischen und nichtflüchtigen organischen Stoffen aus körnigen Feststoffen mit Verwertungspotential als Ersatzbaustoff zu bestimmen. Die Prüfung eignet sich nicht für Stoffe, die unter Umgebungsbedingungen flüchtig sind. Die körnigen Feststoffe werden unter festgelegten Bedingungen und in Abhängigkeit vom Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis einer Perkolation 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.

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

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

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

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

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

Der Anwendungsbereich erstreckt sich nicht auf körnige Abfallmaterialien ohne Verwertungspotential.

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

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

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

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

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*

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

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

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

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

3.1

Eluat

Lösung, die durch eine Auslaugprüfung erhalten wird

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

3.2

körnige Abfallmaterialien

körniger Abfall

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

3.3

Laborprobe

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

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 3.2.1]

3.4

Elutionsmittel

Auslaugmittel

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

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

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

3.5

Auslaugverhalten

Elutionsverhalten

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.9 (so bearbeitet, dass es sich auf körnigen Abfall bezieht)]

3.6

Verhältnis von Flüssigkeit zu Feststoff

L/S , en: liquid to solid-ratio

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.13 (so bearbeitet, dass es sich auf körnigen Abfall bezieht)]

3.7

lokales Gleichgewicht

LE, en: local equilibrium

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

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

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

3.8

Perkulationsprüfung

PT, en: percolation test

Säulenprüfung

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.4 (so bearbeitet, dass es sich auf körnigen Abfall bezieht)]

3.9

Freisetzung

Emission

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

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

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

[QUELLE: EN 16687:2015 [7], 4.2.15 (so bearbeitet, dass es sich auf körnigen Abfall bezieht)]

3.10

Freisetzungsmechanismus

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

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

Anmerkung 2 zum Begriff: Aus den Ergebnissen der Freisetzungsprüfungen (Tank-Auslaugprüfung, Perkulationsprüfung) 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 [7], 4.2.17 (Anmerkungen so bearbeitet, dass sie sich nur auf die Perkolation beziehen, und so bearbeitet, dass es sich auf körnigen Abfall bezieht)]

3.11

Probe

Teilmenge eines Materials, die aus einer größeren Materialmenge ausgewählt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Art und Weise der Auswahl der Probe sollte in einem Probenahmeplan (3.12) beschrieben sein.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Begriff „Probe“ wird oft mit 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

Probenahmeplan

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

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.1.6]

3.13

Messprobe

Prüfmenge

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

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

3.14

Prüfungsprobe

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

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

[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 Übliche Größen sind 31,5 mm, 45 mm oder 63 mm.
d_i	Innendurchmesser der Säule, in mm;
d_p	Dichte der Feststoffe, in Kilogramm je Kubikmeter (kg/m^3);
E_i	freigesetzte Menge eines Stoffs, bezogen auf die Menge der zu analysierenden Probe in der Eluatfraktion i , in mg/kg Trockenmasse;
h	Höhe oder Schichtdicke des Bauwerks, in m;
k_c	Konstante, die die Geschwindigkeit der Freisetzung eines bestimmten Stoffs repräsentiert;
k_e	Anzahl der in der Prüfung gesammelten Eluate;
m_d	Trockenmasse der Messprobe, in g;
m_r	Masse der ungetrockneten Messprobe, in g;
m_W	Masse der (feuchten) Messprobe in der Säule, in g;
S_{cs}	Siebdurchmesser für die Vorbereitung (Zerkleinerung) von Prüfungsproben, um den Anteil an Überkorn der Probe zu verringern, damit diese für den Innendurchmesser der Säule passend ist, in mm;
t	Prüfdauer, in Tagen;
U_n	gemessene kumulative Freisetzung eines Stoffs bei einem kumulativen L/S -Verhältnis n , einschließlich der Fraktionen $i = 1$ bis n , in mg/kg Trockenmasse;
V_i	Volumen der Eluatfraktion i , in l;
V_L	lineare Geschwindigkeit des Elutionsmittels durch die leere Säule, in mm je Tag;

w_{dr}	Trockenrückstand des körnigen Abfallmaterials, in %;
ϕ	Durchflussrate des Elutionsmittels, in ml je Stunde.

4.2 Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Abkürzungen.

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

5 Kurzbeschreibung

5.1 Allgemeine Grundsätze

(1) Ausgangspunkt der in diesem Dokument beschriebenen Perkolationsprüfung ist die repräsentative Laborprobe. Die Methodik für die Gewinnung einer repräsentativen Laborprobe entspricht den in der Normenreihe EN 15310 und EN 15002 beschriebenen Verfahren unter Berücksichtigung der in FprEN 16637-1 enthaltenen Leitlinien.

(2) 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 (Voräquilibrierung) 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 anorganische 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.

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

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

5.2 Anzahl der Eluate

(1) Die Perkolationsprüfung erfordert durch Verweisung die Analyse von sieben Eluaten zur Bestimmung der Freisetzung gefährlicher Stoffe bei einem L/S -Verhältnis von bis zu 10. Diese Ergebnisse werden für die Charakterisierung der körnigen Abfallmaterialien benötigt und ermöglichen die Bestimmung des Freisetzungsmechanismus nach Anhang D.

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

- a) *Freisetzung bei einem bestimmten L/S -Verhältnis.* Wenn es ausreicht, die kumulative Freisetzung bei einem vorgegebenen L/S -Verhältnis, z. B. $L/S = 2$, zu kennen, kann die Prüfung nach der Sammlung der fünften Eluatfraktion beendet werden.
- b) *Langzeitüberwachung.* In den Fällen, in denen die Beschreibungen der Szenarien viel höhere Werte des L/S -Verhältnisses als $L/S = 10$ erfordern (z. B. Verwendung von körnigen Feststoffen als Bauprodukte, die als ungebundene Drainage dienen), dürfen zusätzliche Fraktionen gesammelt werden, bis der entsprechende Bereich des L/S -Verhältnisses abgedeckt ist. Zusätzlich darf für spezifische Überwachungsszenarien oder Forschungsaufgaben eine engere Probenahmehäufigkeit in einem bestimmten Bereich von L/S -Verhältnissen angewendet werden.
- c) *Werkseigene Produktionskontrolle.* Bei der WPK wird geprüft, ob das Produkt mit den zuvor festgelegten Charakteristiken übereinstimmt (Typprüfung). Es dürfen auch andere Prüfverfahren verwendet werden:
 - Bei der Prüfung nach der Norm reicht es aus, die Freisetzung für das angegebene L/S -Verhältnis zu prüfen und aufeinanderfolgende Eluate im Verhältnis zu den Volumina, z. B. L/S 0-2 l/kg Trockenmasse oder L/S 0-10 l/kg Trockenmasse, zu sammeln und zu kombinieren.
 - Nach einem alternativen (indirekten) Prüfverfahren darf die Freisetzung bei z. B. 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 geeigneten L/S -Verhältnis vorherzusagen. Es dürfen auch andere Auslaugungstests verwendet werden. Weitere Leitlinien zur Anwendung von indirekten Prüfverfahren sind in Abschnitt 13 enthalten.

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

6 Reagenzien

6.1 Allgemeines

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

6.2 Elutionsmittel

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

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

Bei ökotoxikologischen Prüfungen sind keine Konservierungsmittel zulässig.

6.3 Spüllösungen

Als Spüllösung werden Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, und ein organisches Lösungsmittel (z. B. Aceton) verwendet. Es wird sichergestellt, dass die Qualität der Salpetersäure für die Analyse von Spurenelementen geeignet ist.

7 Geräte

7.1 Allgemeines

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

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

7.2 Säule

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

7.10 Eluatflaschen

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

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

7.11 Geräte für die Zerkleinerung

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

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

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

7.13 Geräte für die Probenteilung

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

7.14 Redoxpotential-Messgerät (optional).

7.15 Trübungsmessgerät, wie in ISO 7027-1 [30] festgelegt.

7.16 Zentrifuge

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

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

7.17 Filtration

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

8 Probenvorbereitung

8.1 Allgemeines

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

(2) Um eine repräsentative Laborprobe zu erhalten, muss die Probenahme nach den in der Normenreihe EN 15310 und EN 15002 beschriebenen Verfahren unter Berücksichtigung der in prEN 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

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

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

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

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

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

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

(6) Während der Probenvorbereitung darf kein Anteil der Laborprobe verworfen werden.

8.2.2 Anwendungsregeln

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

- a) Wenn die Laborprobe bereits 100 % Massenanteil an Partikeln $< S_{cs}$ (siehe Tabelle 1) enthält und mindestens 45 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm sind, ist kein weiteres Zerkleinern oder Sieben zulässig (ein Beispiel dafür ist in Anhang 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).
- c) Die Brecherbacken sollten so eingestellt werden, dass große Anteile von Partikeln < 4 mm vermieden werden.
- d) Wenn Anzahl und Größe der Messproben dies erlauben, darf das weitere Verfahren an einer repräsentativen Teilprobe durchgeführt werden (siehe EN 932-1, EN 15002 und EN 16179).
- e) 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.
- f) 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 des Überkorns der Probe 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.	

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

8.3 Messprobe

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

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

ANMERKUNG Häufig wird die doppelte oder dreifache Durchführung einer Prüfung als gute Praxis angesehen (was zusätzliche Messproben erfordern würde).

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

8.4 Trocknung

Wenn die 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. Gefriertrocknen oder Trocknen bei Raumtemperatur ist einem Trocknen im Trockenschrank vorzuziehen. Die Trocknungstemperatur darf 40 °C nicht überschreiten.

ANMERKUNG Trocknen könnte die Eigenschaften der Probe verändern (Oxidation und/oder Carbonatisierung) oder einen Verlust an flüchtigen Stoffen zur Folge haben. Durch Trocknen in inerter Atmosphäre könnte eine Veränderung der Probeneigenschaften vermieden werden. Leitlinien für das Trocknen von Proben sind in EN 15002 [8] und EN 16179 [9] 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 [8], EN 16179 [9] und EN 932-1 [10] enthalten.

8.6 Siebung von Proben in mehrere Fraktionen

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

8.7 Korngrößenreduzierung

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

ANMERKUNG Kunststoff- oder bitumenhaltige Proben könnten nach einer Tieftemperaturbehandlung zerkleinert werden. Leitlinien für die Verringerung der Korngröße sind in EN 15002 [8] und EN 16179 [9] enthalten.

9 Prüfverfahren

9.1 Temperatur

(1) Die Perkolationsprüfung 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.

(2) Bei Abfallstoffen, die Stoffe freisetzen, die sehr empfindlich hinsichtlich eines biologischen Abbaus sind, muss die Säule mit Aluminiumfolie umhüllt werden, um eine direkte Lichteinwirkung auf die Säule zu vermeiden. Zusätzlich müssen die Gefäße zur Sammlung des Eluats mit Aluminiumfolie umhüllt und kühl gehalten werden (z. B. bei 4 °C), um die biologische Aktivität erheblich zu begrenzen. Wenn die Prüfung auf diese Weise abgeändert wird, muss diese Abweichung im Prüfbericht angegeben werden.

9.2 Bestimmung des Trockenrückstands

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

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

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

Dabei ist

w_{dr} der Trockenrückstand der Probe, in %;

m_d die Trockenmasse der Messprobe, in g;

m_r die Masse der ungetrockneten Messprobe, in 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 (6.3) und/oder einem organischen Lösungsmittel bzw. Wasser (6.2) gespült. Bei organischen Stoffen sollte Aceton verwendet werden. Die trockene Säule, einschließlich der oberen und der unteren Filterplatten oder Sandschichten, wird auf 1 g gewogen. Alternativ kann eine Wärmebehandlung (z. B. bei einer Temperatur zwischen 450 °C und 500 °C) angewendet werden, um die temperaturbeständige Ausrüstung von adsorbierten organischen Kontaminanten zu reinigen. Quarzsand und Filterschichten dürfen nicht rotglühend erhitzt werden.

9.4 Packen der Säule

9.4.1 Allgemeines

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 das körnige Abfallmaterial in mehreren Schritten in die Säule gepackt wird. In Anhang C sind Verfahren zum Packen beschrieben.

9.4.2 Gleichgewichtseinstellung

(1) Die Säule wird durch hydrostatischen Druck (vorzugsweise nicht länger als 6 h) oder durch Pumpen (vorzugsweise für 4 h ± 2 h) gesättigt.

ANMERKUNG Für eine Beschreibung der Sättigungsverfahren siehe C.4.

(2) Die Pumpe wird angehalten bzw. die Druckbeaufschlagung wird eingestellt, wenn das Material in der Säule vollständig gesättigt ist, die Abflussleitung jedoch leer bleibt. Das gesättigte Material wird für eine Dauer zwischen 12 h und 72 h stehen gelassen, damit sich im System ein Gleichgewicht einstellt.

9.4.3 Berechnung der Durchflussrate

(1) Nach der Gleichgewichtseinstellung wird die Pumpe (erneut) gestartet und die Durchflussrate ϕ so eingestellt, dass sie einer linearen Fließgeschwindigkeit (V_L) von (300 ± 40) mm je Tag entspricht, die für die leere Säule berechnet wurde. Die Durchflussrate wird nach Gleichung (2) berechnet.

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

Dabei ist

ϕ die Durchflussrate des Elutionsmittels, in ml je Stunde;

V_L die lineare Fließgeschwindigkeit des Elutionsmittels durch die leere Säule, in mm je Tag;

d_i der Innendurchmesser der Säule, in mm.

ANMERKUNG 1 Eine lineare Fließgeschwindigkeit von 300 mm je Tag entspricht bei einer Säule mit einem Durchmesser von 50 mm einer Durchflussrate von 24,5 ml je Stunde. Bei einer Säule mit einem Durchmesser von 100 mm entspricht sie einer Durchflussrate von 98 ml je Stunde.

ANMERKUNG 2 Der Parameter $10,4 \times 10^{-6}$ umfasst den Faktor 0,25 aus der Berechnung des Säulenvolumens, multipliziert mit 0,001, um von mm^3 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 je Stunde) ausgedrückt.

9.5 Sammlung der Eluate

(1) 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/TS 17195 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, kann 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, könnte eine Luftschleuse für den Verschluss benötigt werden, um einen Rückstau in der Säule zu vermeiden.

ANMERKUNG 2 Eine Aufbewahrung der Sammelflaschen in inerter Atmosphäre könnte auch bei einer Untersuchung von Materialien 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.

(2) 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 [11].

(3) Die Zentrifuge muss gekühlt werden, um die Temperatur zwischen 19 °C und 25 °C zu halten.

(4) Das Abbremsen der Zentrifuge muss sanft erfolgen, um eine Resuspendierung zu vermeiden. Die Abbremszeit darf 20 min nicht überschreiten.

(5) 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.

(6) 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 je Tag beibehalten wird.

(7) 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.

(8) 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.

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

(9) Bei Proben 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.

Tabelle 2 — Tabelle für das Sammeln von Eluatfraktionen

Fraktion Nr.	Fraktionsvolumen ^{a,b}	Kumulatives <i>L/S</i> -Verhältnis
	<i>l</i>	<i>l/kg</i>
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

Tabelle 2 (fortgesetzt)

Fraktion Nr.	Fraktionsvolumen ^{a,b}	Kumulatives L/S-Verhältnis
	l	l/kg
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.		

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

(11) Bei bestimmten Szenarien reicht es gegebenenfalls aus, das Elutionsverhalten bis zu einem bestimmten L/S-Verhältnis, zum Beispiel $L/S = 2$, zu kennen. In diesem Fall kann die Prüfung nach Sammlung der fünften Eluatfraktion beendet werden, oder die Sammlung kann bis $L/S = 2$ als ein Eluat durchgeführt werden. In anderen Fällen, z. B. bei Materialien, die als Drainage dienen, können Szenarienbeschreibungen viel höhere Werte des L/S-Verhältnisses erfordern. Wenn dem so ist, dürfen zusätzliche Fraktionen gesammelt werden, bis der relevante Bereich von L/S-Verhältnissen 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 je Tag) 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.

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

Dabei ist

t die Prüfdauer, in Tagen;

L/S das endgültige Verhältnis von Flüssigkeit zu Feststoff, 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) 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 In CEN TC 444 ist CEN/TR 16192 [26] als Leitfaden für die Analyse von Eluaten verfügbar. Zusätzlich werden Verfahren für die Analyse von Eluaten derzeit in CEN/TC 351 spezifiziert und validiert. Bis zu deren Fertigstellung können CEN/TS 17195, CEN/TS 17197 [12] und CEN/TS 17200 [13] herangezogen werden.

(2) Bei Verwendung einer kleinen Säule (mit einem Durchmesser von 50 mm) kann 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.

(3) Nach kräftigem Schütteln wird jedes Eluat für die verschiedenen chemischen Analysen (z. B. auf nicht-flüchtige organische Stoffe, Elemente mittels ICP-Analytik, Salze mittels Ionenchromatographie usw.) in eine entsprechende Anzahl von Teilproben aufgeteilt.

(4) 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, das organische Stoffe enthält, stabilisiert wird, z. B. mit einem hydraulischen Bindemittel. 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.

9.7 Blindwertbestimmung

(1) 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.

(2) 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 Prüfung betragen oder unterhalb der Nachweisgrenze (Bestimmungsgrenze) liegen;
- b) die elektrische Leitfähigkeit des zweiten Eluats für die Blindwertbestimmung muss $< 0,5 \text{ mS/m}$ sein.

(3) 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

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

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

Dabei ist

E_i die freigesetzte Menge eines Stoffs in der Eluatfraktion i , bezogen auf die Menge der Messprobe (massenbezogene Freisetzung), in in mg/kg Trockenmasse;

wobei

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

und

V_i das Volumen der Eluatfraktion i , in l;

c_i die Konzentration des betreffenden Stoffs in der Eluatfraktion i , in mg/l;

m_d die Trockenmasse der Messprobe 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 diesen Fraktionen eine Berechnung durchgeführt werden, wobei c_i = Bestimmungsgrenze gesetzt wird, um damit die *Obergrenze* von E_i zu schätzen.

(3) Für jeden Stoff muss die gemessene kumulative Freisetzung nach Gleichung (5) berechnet werden.

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

Dabei ist

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

E_i die freigesetzte Menge eines Stoffs je Menge der zu analysierenden Probe in der 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 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 auch 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 dieses 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 k , 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 könnte 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 erörtert.

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

12 Leistungsfähigkeit der Prüfung

Die Leistungsmerkmale des Verfahrens, die aus der Validierung eines Ringvergleichs der Normenreihe EN 16637 (CEN TC 351) für anorganische und organische Stoffe abgeleitet wurden, sind in ([5], [6]) aufgeführt. Im informativen Anhang E sind die sich daraus ergebenden typischen Werte für die relativen Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen auf der Grundlage von kumulativen Daten für $L/S = 2$ und kumulativen Daten für $L/S = 10$ angegeben. Der typische Wert wird aus den Validierungsdaten eines Ringvergleichs abgeleitet. Dazu wird der Median genommen und die Zahlen werden gerundet, nachdem Stoffe mit Messwerten, die zu nahe an der Nachweisgrenze (zwischen LOD und LOQ) liegen, eliminiert wurden.

Im informativen Anhang E sind die Ergebnisse der Validierungsarbeiten nach Matrix und Stoffen aufgeführt, und gleichzeitig wird eine Begründung für die Ableitung der in Tabelle E.1 erhaltenen Werte gegeben. Diese Werte entsprechen im Allgemeinen den Validierungsarbeiten an anderen Bauprodukten oder verwandten Abfallstoffen ([14], [15], [16]).

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

Die Korngrößenverteilung des Produkts nach EN 13285:2018 [19] beträgt 0/8 – UF9 – LFN – OC85 – GE.

Tabelle A.1 — Als 0/8 — UF9 — LFN — OC85 — GE eingestuftes Produkt

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

Tabelle A.1 zeigt, dass die Korngrößenverteilung des Produkts mindestens 45 % Massenanteil an Partikeln ≤ 4 mm enthält:

Schlussfolgerung: Es ist keine weitere Probenvorbereitung erforderlich.

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

A.3 Beispiel 2

A.3.1 Korngrößenverteilung des Produkts

Die Korngrößenverteilung des Produkts nach EN 13285:2018 [19] beträgt 0/31,5 – UF7 – LFN – OC75 – GC

Tabelle A.2 — Als 0/31,5 — UF7 — LFN — OC75 — GC eingestuftes Produkt

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
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

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

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

Schritt 1: eine Menge von (14 bis 31) % Massenanteil ist behutsam zu zerkleinern (alle Partikel $\leq 22,4$ mm).

Schritt 2: 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.

Schritt 3: Wahl einer Säule mit einem Innendurchmesser d_i zwischen 70 mm und 100 mm.

Beispiel 2: Gewählter Siebdurchmesser 16 mm

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

Schritt 1: eine Menge von (26 bis 44) % Massenanteil ist behutsam zu zerkleinern (alle Partikel ≤ 16 mm).

Schritt 2: 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, ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden;

ANMERKUNG Dies wird höchstwahrscheinlich der Fall sein.

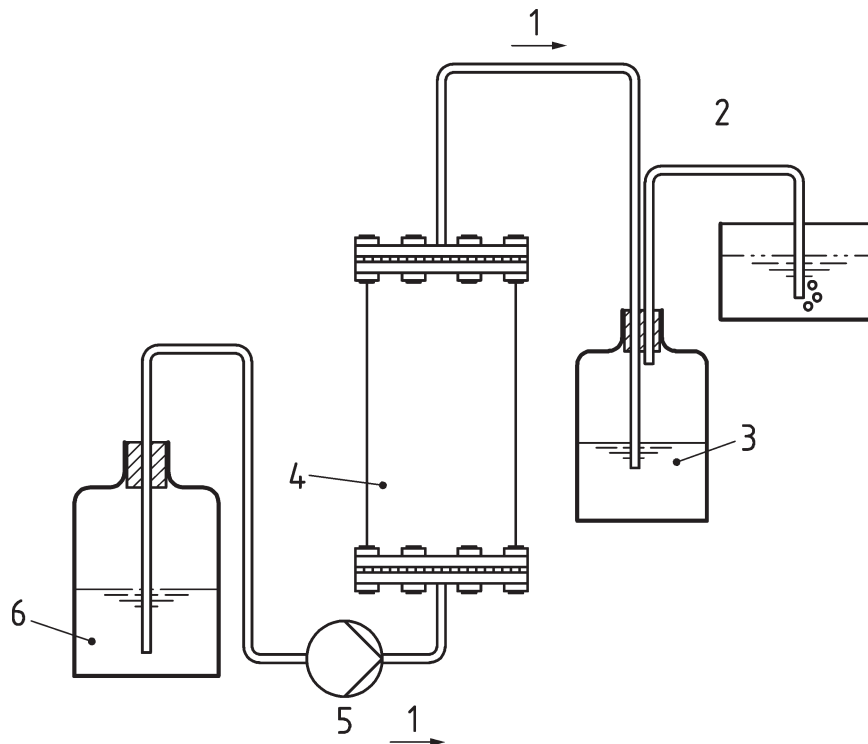
- b) wenn nein, wird ein ausreichender und repräsentativer Anteil von 4 mm/16 mm behutsam so weit zerkleinert, dass nach dem Zerkleinern die vollständig vorbereitete (wieder vereinigte) Korngrößenverteilung zwischen 45 % Massenanteil und 55 % Massenanteil an Partikeln < 4 mm enthält. Wenn diese Voraussetzung erfüllt ist, ist die Prüfungsprobe dafür bereit, dass ohne weitere Bearbeitung Messproben für die Perkulationsprüfung genommen werden.

Schritt 3: Wahl einer Säule mit einem Innendurchmesser d_i zwischen 50 mm und 100 mm.

Anhang B
(informativ)

Bild der Säule und der dazugehörigen Geräte

Bild B.1 zeigt ein Beispiel für eine Säule mit dazugehörigen Geräten, wie sie für Perkulationsprüfungen im Aufwärtsstrom verwendet werden.



Legende

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

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

Anhang C (informativ)

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 der Probe 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 und nicht carbonatisiertes Material geprüft werden muss, sollte das Trocknen in einer inerten Atmosphäre erfolgen.
- c) In anderen Fällen kann es möglich sein, die (nasse) Probe zu packen; aber die Probe kann 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 die Probe wahrscheinlich wie ein Monolith verhält und mit einem anderen dafür geeigneten Verfahren (z. B. Tank-Auslaugprüfung) 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

(1) 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 mm ± 50 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 mm ± 50 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.

(2) 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.

(3) 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.

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

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

Dabei ist

m_d die Masse der getrockneten Messprobe in der Säule, in kg;

m_W die Masse der (feuchten) Messprobe in der Säule, in kg;

w_{dr} der Trockenmassegehalt, in %.

(5) Der Abflussschlauch wird am oberen Abschnitt der Säule befestigt.

C.4 Wassersättigung

C.4.1 Allgemeines

In 9.4.2 sind zwei Verfahren zur Sättigung der gepackten Säule mit dem Elutionsmittel angeführt: mithilfe der Pumpe (Verfahren 1) oder durch Ausnutzung des anfänglichen hydrostatischen Drucks (Verfahren 2).

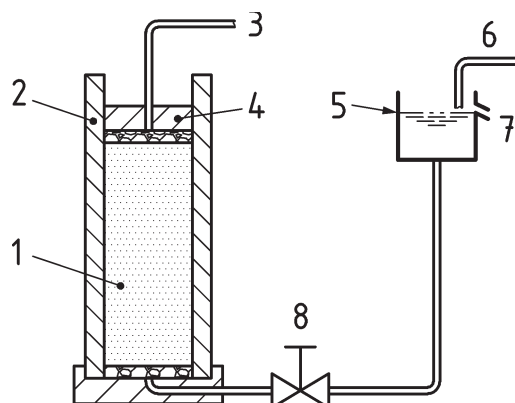
C.4.2 Verfahren 1: Wassersättigung der Säule mithilfe der Pumpe

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.

C.4.3 Verfahren 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 verdichteter Probe
- 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

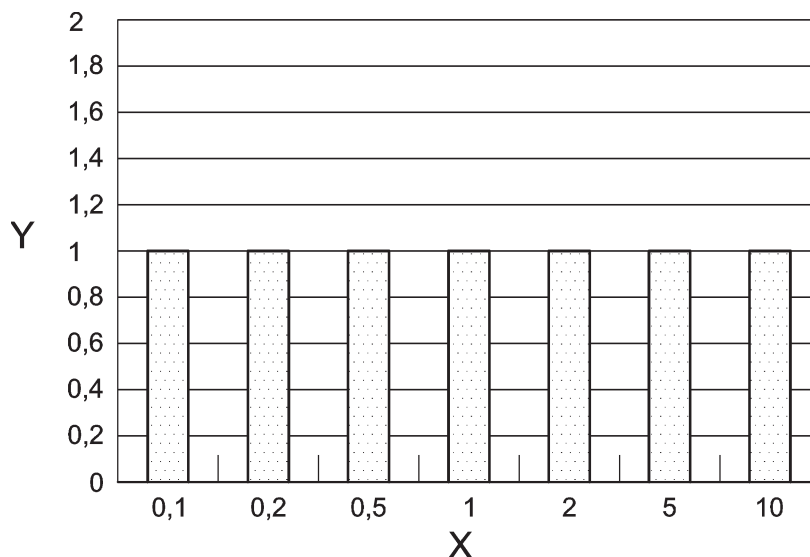
Anhang D (informativ)

Beurteilung von Freisetzungsmechanismen

D.1 Überblick über die Freisetzungsmechanismen

(1) 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 in einem Bauwerk 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.

(2) 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

(3) 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

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

(4) Die Angaben zum Freisetzungsmechanismus des Produkts sollten in das berichtete Ergebnis einfließen. Dies ist wichtig, wenn ein körniges Abfallmaterial das Potential hat, als Bauprodukt verwendet zu werden:

- a) das Freisetzungsverhalten bei Typprüfungen für Bauprodukte zu charakterisieren,

- b) die Übereinstimmung mit einer Produktklassenzuordnung (z. B. CE-Kennzeichnung) und die Erfüllung von Umwelanforderungen festzustellen,
- c) Prüfergebnisse, die bei einer üblichen Prüfdauer (normalerweise $L/S = 10$) erzielt wurden, mit verkürzten Prüfungen im Rahmen der werkseigenen Produktionskontrolle (WPK-Prüfungen) und mit historischen Daten aus durchgeführten vergleichbaren Prüfverfahren bei anderen L/S -Verhältnissen in Beziehung zu setzen.

ANMERKUNG Es wird angemerkt, dass dieser Anhang nur das Freisetzungsverhalten der Produkte thematisiert. Die Modellierung einer Umweltbewertung im Rahmen eines Ausgangspunkt-Weg-Ziel-Ansatzes wird damit nicht abgedeckt. Er stellt lediglich die unverzichtbaren Informationen bereit, die als Grundlage für eine weitergehende Umweltbewertung verwendet werden können.

Das in diesem Anhang angegebene Verfahren sollte für jeden der zu prüfenden Stoffe durchgeführt werden.

D.2 Überblick über die Freisetzungsmechanismen

D.2.1 Generell niedrige Konzentrationen

(1) Wenn die durchschnittliche Konzentration eines Stoffs einen Wert nahe der Nachweisgrenze aufweist, ist es nicht möglich, einen Freisetzungsmechanismus zuverlässig zu bestimmen. Generell niedrige Konzentrationen eines Stoffs liegen vor, wenn die Bedingung in Gleichung (D.1) erfüllt ist.

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

wobei

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

Dabei ist

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

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

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

(2) Wenn für einen bestimmten Stoff die Konzentrationen generell 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 für einen Stoff die Prüfung auf generell niedrige Konzentrationen negativ ausfällt (siehe D.2.1), wird geprüft, ob die Freisetzung des Stoffs pH-abhängig ist, indem die Konzentrationen gegen die pH-Werte aufgetragen werden. Eine mehr oder weniger horizontale Linie oder eine Punktwolke lässt darauf schließen, dass über dem pH-Bereich der Prüfung keine pH-Abhängigkeit vorliegt. Ist die Steigung der Regressionsgeraden signifikant größer oder kleiner als null, dann kann die Freisetzung möglicherweise pH-abhängig sein.

(2) Einige Stoffe, z. B. Bromid und Chlorid, sind hinsichtlich pH-Änderungen des Eluats während der Prüfung unempfindlich.

(3) Wenn die Freisetzung pH-abhängig ist, wird mit D.2.3 fortgefahren. Wenn die Freisetzung nicht pH-abhängig ist, wird mit D.2.4 fortgefahren.

D.2.3 (Scheinbare) pH-abhängige Freisetzung

D.2.3.1 Auswaschung eines Stoffs (Verarmung)

(1) Wenn für den Stoff die Prüfung auf generell niedrige Konzentrationen negativ ausfällt (siehe D.2.1), wird geprüft, ob eine Auswaschung des Stoffs erfolgt. Ein Stoff lässt sich leicht auswaschen, wenn er vollständig in der Matrix gelöst ist. Dies geschieht meist, wenn das L/S-Verhältnis zwischen 1 l/kg und 2 l/kg liegt.

ANMERKUNG In dem Sonderfall, in dem der pH-Wert der ersten Eluate sich signifikant vom pH-Wert der späteren Eluate unterscheidet, ist es nicht möglich, eine Auswaschung von einer pH-abhängigen Auflösung zu unterscheiden. In diesem Fall könnte eine (scheinbare) Beziehung zwischen pH-Wert und Konzentration bestehen, und die beobachtete Freisetzung könnte entweder durch Auswaschen oder durch Auflösen verursacht sein.

(2) Eine Auswaschung (Verarmung) liegt vor, wenn 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

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

wobei

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

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

$$pH_{4-7} = \frac{\sum_{i=4}^7 pH_i}{4} \quad (D.10)$$

und

$$2\sigma_{pH_{4-7}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=4}^7 (pH_i - pH_{4-7})^2}{4}} \quad (D.11)$$

Dabei ist

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

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

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

DL die Nachweisgrenze, in µg/l;

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

pH_i der pH-Wert des Eluats i ;

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

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

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

(3) Wenn die Bedingungen in Gleichung (D.3) und Gleichung (D.4) erfüllt sind, die Bedingung in Gleichung (D.5) dagegen nicht, ist es nicht möglich, den Freisetzungsmechanismus einwandfrei festzustellen, da die Freisetzung pH-abhängig durch die Löslichkeit gesteuert oder durch Auswaschung bedingt sein könnte. Der Freisetzungsmechanismus dieses Stoffs bleibt 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 eine löslichkeitsgesteuerte Freisetzung pH-abhängig und die Konzentration ist eine Funktion des pH-Werts. In diesem Fall steht eine definierte Konzentration mit dem Material in Gleichgewicht, während sich der pH-Wert ändert. Eine signifikante pH-Änderung bei einem L/S -Verhältnis impliziert dann eine pH-abhängige Konzentration. Deshalb wird in allen anderen Fällen einer (scheinbaren) pH-abhängigen Freisetzung eine pH-abhängige löslichkeitsgesteuerte Freisetzung einwandfrei festgestellt, und D.2.4 und D.2.5 sollten für diesen Stoff übersprungen werden.

D.2.4 Keine pH-abhängige Freisetzung

D.2.4.1 Löslichkeitsgesteuerte Freisetzung

(1) Wenn für einen Stoff die Prüfung auf generell niedrige Konzentrationen negativ ausfällt (siehe D.2.1), wird geprüft, ob die Freisetzung des Stoffs löslichkeitsgesteuert ist. Eine löslichkeitsgesteuerte Freisetzung tritt auf, wenn die Bedingung in Gleichung (D.12) erfüllt ist.

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

Dabei ist

σ_c die Standardabweichung der Konzentrationen des Stoffs in den Eluaten 1 bis 7;

wobei

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

Dabei ist

c_{1-7} die durchschnittliche Konzentration des Stoffs in den Eluaten 1 bis 7, in $\mu\text{g/l}$;

wobei

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

Dabei ist

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

(2) Wenn für einen bestimmten Stoff eine löslichkeitsgesteuerte Freisetzung einwandfrei 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 eines Stoffs (Verarmung)

(1) Wenn für den Stoff die Prüfung auf generell niedrige Konzentrationen und eine löslichkeitsgesteuerte Freisetzung negativ ausfällt (siehe D.2.1 und D.2.4.1), wird geprüft, ob eine Auswaschung des Stoffs erfolgt. Ein Stoff lässt sich leicht auswaschen, wenn er vollständig in der Matrix gelöst ist. Dies geschieht meist, wenn das L/S -Verhältnis zwischen 1 l/kg und 2 l/kg liegt. Eine Auswaschung (Verarmung) liegt vor, wenn die Bedingungen in Gleichung (D.15) sowie Gleichung (D.16) erfüllt sind.

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

und

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

wobei

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

und

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

und

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

Dabei ist

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

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

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

DL die Nachweisgrenze, in µg/l;

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

(2) Wenn für einen bestimmten Stoff eine Auswaschung einwandfrei festgestellt wird, sollten D.2.4.3 und D.2.5 für diesen Stoff übersprungen werden.

D.2.4.3 Scheinbare Verarmung

(1) Wenn für den Stoff die Prüfung auf generell niedrige Konzentrationen, löslichkeitsgesteuerte Freisetzung und Auswaschung negativ ausfällt (siehe D.2.1, D.2.4.1 und D.2.4.2), wird geprüft, ob die scheinbare Verarmung aufgrund eines Wechsels des Freisetzungsmechanismus von hauptsächlich löslichkeitsgesteuert zu hauptsächlich diffusionsgesteuert auftritt. Eine scheinbare Verarmung liegt vor, wenn 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

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

wobei

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

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 Eluaten 1 bis 4, in µg/l;

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

DL die Nachweisgrenze, in µg/l;

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

(2) Wenn für einen bestimmten Stoff eine scheinbare Verarmung einwandfrei festgestellt wird, sollte D.2.5 für diesen Stoff übersprungen werden.

D.2.5 Nicht identifizierter Freisetzungsmechanismus

Wenn keiner der vorgenannten Mechanismen als hauptsächlicher Freisetzungsmechanismus 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 jeden Zeitraum 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 bei einem kumulativen L/S -Verhältnis n , einschließlich der Fraktionen $i = 1$ bis n , in mg/kg Trockenmasse;

E_i die freigesetzte Menge eines Stoffs je Menge der zu analysierenden Probe in der Eluatfraktion i , in mg/kg Trockenmasse.

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

(1) Mitunter ist eine Interpolation oder Extrapolation der dokumentierten Freisetzung erforderlich. Grundsätzlich sind Interpolation und Extrapolation in allen Fällen möglich. Die Muster der Freisetzung über die Zeit unterscheiden sich je nach Stoff und Material, können aber oft durch eine allgemeine Gleichung mehr oder weniger gut genähert werden. So könnten Interpolationen und Extrapolationen auf der Grundlage 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 Geschwindigkeit der Freisetzung eines bestimmten Stoffs repräsentiert;

ANMERKUNG Die Freisetzung steigt an, wenn k_c abnimmt (siehe Aalbers et al., [21]).

L/Sx das L/S -Zielverhältnis;

L/Sy das L/S -Referenzverhältnis.

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

ANMERKUNG 1 Bei einer raschen Auflösung könnte die Anwendung dieses Modells dazu führen, dass die Freisetzung bei höheren Werten von L/S (> 10) unterbewertet wird. In diesem Fall sagt das Modell bei $L/S = 10$ eine niedrigere Freisetzungsrates vor, als gemessen wird. Die Freisetzungsrates wird in mg/kg je Tag angegeben.

(3) Zur Vorhersage von Werten des L/S -Verhältnisses $< 1,0$ 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 Perkolationsprüfung direkt zusammen mit der L/S -Zeit-Umrechnung verwendet werden, um die Freisetzung unter Praxisbedingungen abzuschätzen. Das L/S -Verhältnis in l/kg steht über die Infiltrationsrate, die Dichte und