

Tagungsbeitrag zu: Jahrestagung der  
DBG, Kommission VI  
Tagung: Böden - eine endliche  
Ressource  
Veranstalter: DBG, September 2009,  
Bonn  
Berichte der DBG (nicht begutachtete  
online Publikation)  
<http://www.dbges.de>

## Validierung von Elutionsverfahren zur Charakterisierung der Quellstärke von Boden- und Abfallmaterialien

Ute Kalbe, Wolfgang Berger, Andreas  
Buchholz, Renate Helm

### Einleitung

Mit der Novellierung der Bundes-  
Bodenschutz- und Altlastenverordnung  
und der Einführung einer Ersatzbaustoff-  
verordnung soll die ordnungsgemäße und  
schadlose Verwertung von mineralischen  
Abfällen im Boden bundeseinheitlich gere-  
gelt werden. Dabei sind die Erfordernisse  
des Boden- und Grundwasserschutzes zu  
beachten.

In einer Reihe von F&E-Vorhaben der letz-  
ten Jahre wurden Vorschläge zur Verbes-  
serung und Harmonisierung von Verfah-  
ren zur Bewertung des Eintrages von Schad-  
stoffen in Boden und Grundwasser unter-  
breitet. Im Blickpunkt standen u.a. Elu-  
tionsmethoden zur Ermittlung der Quell-  
stärke von schadstoffbelasteten Matrices.  
Vom DIN-Normenausschuss Wasserwe-  
sen, Unterausschuss „Eluierungsverfah-  
ren“ wurden auf dieser Grundlage zwei  
Verfahren zur Elution von Bodenmate-  
rialien und mineralischen Abfällen mit einer  
Korngröße bis 32 mm erarbeitet. Dabei  
handelt es sich um ein Säulenperkolations-  
verfahren zur gemeinsamen Untersuchung  
des Elutionsverhaltens von organischen  
und anorganischen Stoffen (DIN 19528)  
und ein Schüttelverfahren mit einem Was-  
ser-/Feststoff-Verhältnis (W/F) von 2 l/kg  
zur Untersuchung der Elution von anorga-

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und  
-prüfung, FG IV.3 Abfallbehandlung und Altlasten-  
sanierung,  
Unter den Eichen 87, 12205 Berlin

nischen Stoffen (DIN 19529). Die wichtigs-  
ten Festlegungen sind in Tab. 2 und 3 zu-  
sammengefasst.

Um die Normen in den gesetzlichen Ver-  
ordnungen zitieren zu können, war deren  
Validierung erforderlich, womit die BAM  
durch das UBA/BMU beauftragt wurde  
(FKZ 370733307).

### Material und Methoden

Vier typische Materialien umweltrelevanter  
Stoffströme mit anorganischen Schadstof-  
fen und PAK (Abb. 1, Tab. 1) wurden aus-  
gewählt und in Mengen von 600 bis 800 kg  
als Referenzmaterialien aufbereitet.



RM  
BO



RM  
BS



RM  
MV



RM  
SWS

Abb. 1: Referenzmaterialien im  
Auslieferungszustand

Tab. 1: Übersicht Validierungsringversuche

Referenzmaterial	Beschreibung	Korngröße	Bewertete Bestandteile	Verfahren	Anzahl Teilnehmer
RM BO	Kontaminierter Boden	< 10 mm	Cr, Cu, Pb, Zn, Ni, PAH (Cd)	DIN E 19528	36
				DIN E 19529	44
RM BS	Bauschutt	< 32 mm	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , Cr, Cu, V, PAH, (Pb, Cd, Zn, Ni)	DIN E 19528	35
				DIN E 19529	47
RM MV	Hausmüllverbrennungssasche	< 32 mm	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , Cl <sup>-</sup> , Sb, As, Cr, Cu, Mo, V, (Pb, Cd, Zn, Ni)	DIN E 19528	22
				DIN E 19529	31
RM SWS	Stahlwerksschlacke	< 32 mm	F <sup>-</sup> , Cr, Mo, V	DIN E 19528	20
				DIN E 19529	28

Tab. 2: Wichtigste Festlegungen für das Säulenperkolationsverfahren nach E DIN 19528 (Stand Oktober 2007) [Veränderungen, die in Auswertung der Ringversuche aufgenommen wurden]

Anwendungsbereich	gemeinsame Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen; Größtkorn bis 32 mm (bei KG >32 mm Zerkleinerung möglich)
Übereinstimmungsuntersuchung	eine Eluatfraktion bis W/F 2 l/kg
Grundlegende Charakterisierung	vier Eluatfraktionen mit W/F 0,30 ± 0,05 → 1,0 ± 0,2 → 2,0 ± 0,4 → 4,0 ± 0,8 l/kg
Säulendimensionen	ID = 5 - 10 cm (Empfehlung mind. 2x Größtkorndurchmesser) Füllhöhe = mind. 4 x ID
Filterbett	Quarzsand, gewaschen, nicht geglüht [Quarzsand, Körnung 0,6 mm bis 1,2 mm, blindwertfrei, ggf. gewaschen, nicht geglüht]
Aufsättigungszeit	2 h
Kontaktzeit	5 h
Flussrate	Berechnung aus der Kontaktzeit und der beim Packen der Säule erzielten Trockendichte
Elutionsmittel	deionisiertes, entgastes Wasser
Probenvorbereitung für die Analytik	Organik: trübe Eluate können zentrifugiert werden (mind. 2000g) [Analyse des Säuleneluates ohne weitere Separations- und Filtrationsschritte, jedoch bei Trübung <100 FNU muss zentrifugiert werden] Anorganik: Eluate für Kationen und Anionen grundsätzlich über ein 0,45 µm-Membranfilter filtrieren (vor der Filtration kann zentrifugiert werden)

Tab. 3: Wichtigste Festlegungen für das Schüttelverfahren nach E DIN 19529 (Stand Oktober 2007)

Anwendungsbereich	Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen Stoffen; Größtkorn bis 32 mm (bei KG >32 mm Zerkleinerung möglich)
Übereinstimmungsuntersuchung	ein Eluat bei W/F 2 l/kg
Mindestprobemenge	in Abhängigkeit vom Größtkorn (z.B. bei < 32 mm Mindestprobemenge 2,5 ± 0,125 kg)
Durchmischung	Schütteln im Überkopfschüttler 24 ± 0,5 h bei 5 bis 10 U/min
Fest/Flüssig-Trennschritt	15 min Absetzen / Dekantieren / 0,45 µm- Vakuum- oder Druckfiltration (vor der Filtration kann zentrifugiert werden)
Elutionsmittel	deionisiertes Wasser

Als qualitätssichernde Maßnahme wurden den 53 teilnehmenden Laboratorien zwei Referenzlösungen zur Analyse ausgege-

ben, die eine Bewertung insbesondere analytischer Einflussfaktoren auf die Ringversuchsergebnisse ermöglichten

## Ergebnisse

Die statistische Datenauswertung der Ringversuche erfolgte nach DIN 38402-42 bzw. DIN ISO 5725-2 unter Verwendung der Software ProLab Plus 2.9 (quo data, 2006). Es wurden die Kenndaten insbesondere zu Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit der beiden Verfahren ermittelt, die exemplarisch für das Referenzma-

terial Boden in Abb. 2, 3 und 5 dargestellt sind. Darin werden Ausreißer als auch Laboratorien, welche die Verfahrensvorschriften nicht einhielten und von der statistischen Bewertung ausgeschlossen werden mussten, in roter Farbe dargestellt. Die Abb. 4 und 6 zeigen zum Vergleich die Ergebnisse der Referenzlösungen.

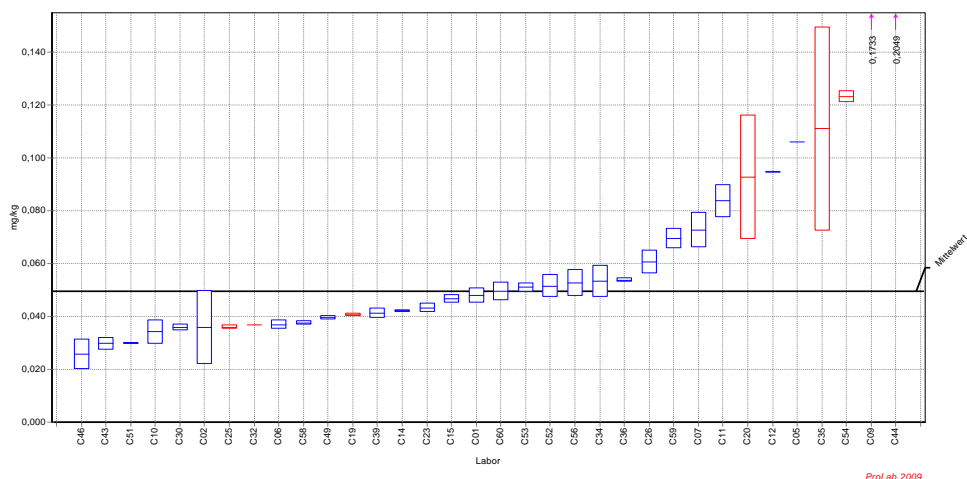


Abb. 2: Validierungsringversuch DIN E 19528, RM BO, Übereinstimmungstest Parameter:Cu

Mittelwert: 0,0497 mg/kg  
 Rel. Vgl-STD.  $VR_{rel}$  : 37,67 %  
 Rel. Wdhl-STD.  $Vr_{rel}$  : 8,93 %  
 Anzahl Labore: 27  
 Anzahl Einzelwerte: 52  
 Anzahl Ausreißer/Ausschluss: 15

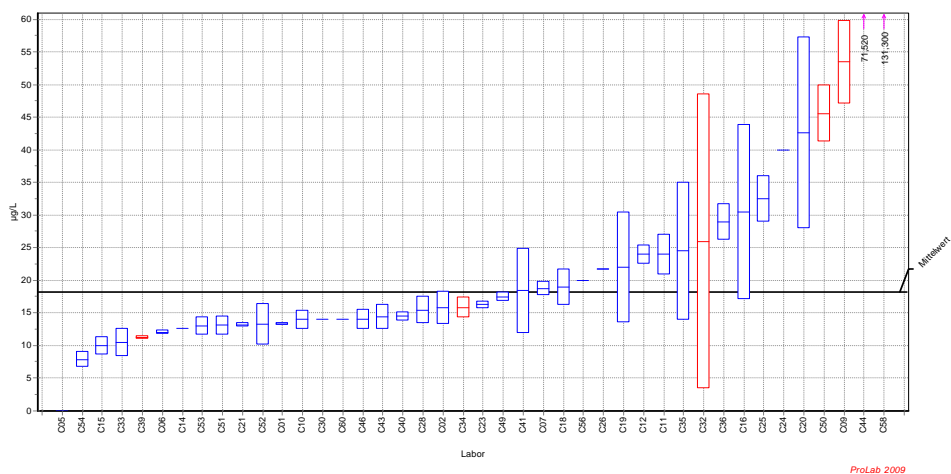


Abb. 3: Validierungsringversuch DIN E 19529, RM BO, Parameter Cu

Mittelwert: 18,24 µg/l  
 Rel. Vgl-STD.  $VR_{rel}$  : 50,94 %  
 Rel. Wdhl-STD.  $Vr_{rel}$  : 24,98 %  
 Anzahl Labore: 35  
 Anzahl Einzelwerte: 69  
 Anzahl Ausreißer/Ausschluss: 14

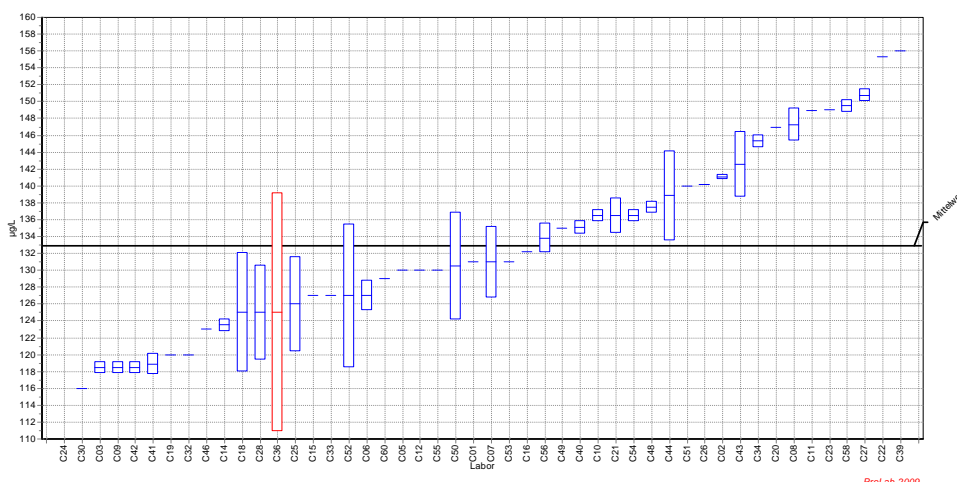


Abb. 4: Validierungsringversuch Referenzlösung Anorganik, Parameter Cu

Mittelwert: 132,86 µg/l  
 Rel. Vgl-STD.  $VR_{rel}$  : 7,76 %  
 Rel. Wdhl-STD.  $Vr_{rel}$  : 2,34 %  
 Anzahl Labore: 46  
 Anzahl Einzelwerte: 78  
 Anzahl Ausreißer/Ausschluss: 4

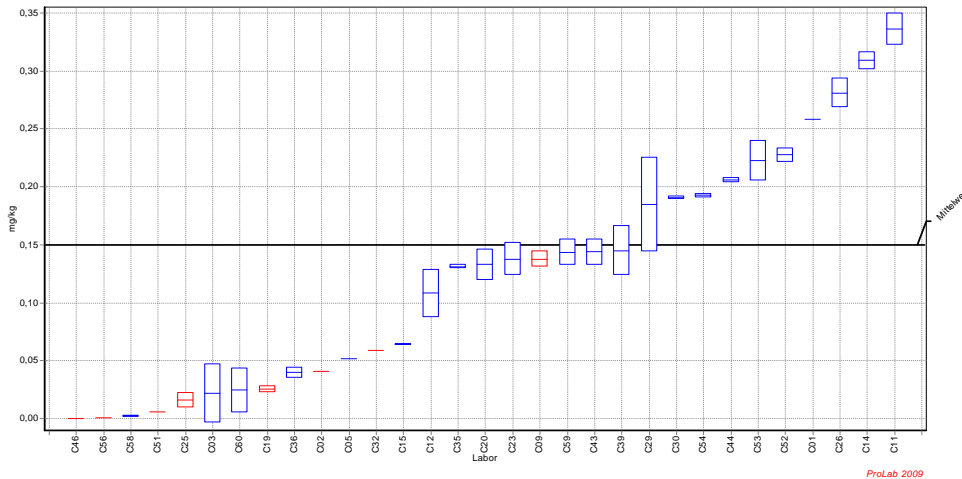


Abb. 5: Validierungsringversuch  
DIN E 19528, RM BO,  
Übereinstimmungstest  
Parameter:  $\Sigma 16$  PAK nach EPA

Mittelwert: 0,150 mg/kg  
Rel. Vgl-STD.  $VR_{rel}$  : 62,74 %  
Rel. Wdhl-STD.  $Vr_{rel}$  : 10,26 %  
Anzahl Labore: 256  
Anzahl Einzelwerte: 46  
Anzahl Ausreißer/Ausschluss: 12

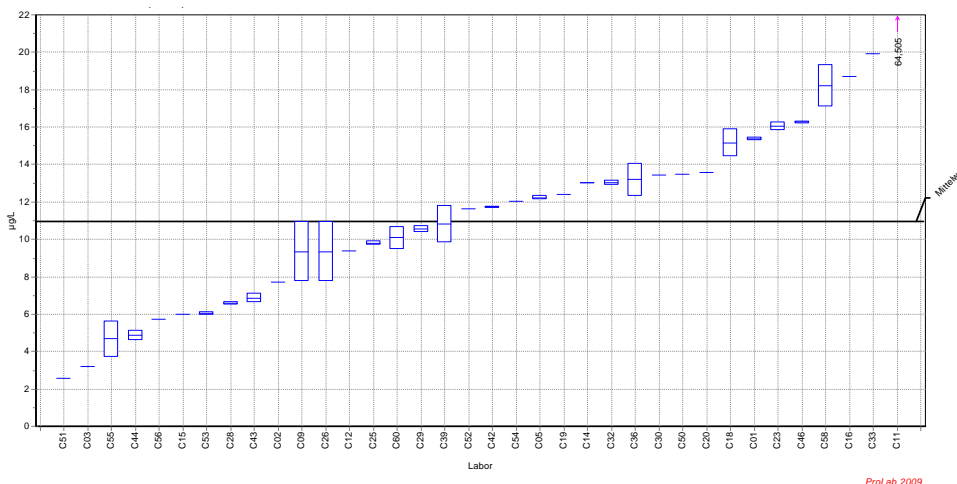


Abb. 6: Validierungsringversuch  
Referenzlösung Organik,  
Parameter :  $\Sigma 16$  PAK nach EPA

Mittelwert: 10,97 µg/l  
Rel. Vgl-STD.  $VR_{rel}$  : 37,87 %  
Rel. Wdhl-STD.  $Vr_{rel}$  : 5,95 %  
Anzahl Labore: 35  
Anzahl Einzelwerte: 59  
Anzahl Ausreißer/Ausschluss: 2

## Schlussfolgerungen und Ausblick

In den Validierungsringversuchen konnten unter Berücksichtigung des weiten Korngrößenspektrums der Referenzmaterialien, dem bis dahin geringen Bekanntheitsgrad der Verfahren und dem Einfluss der analytischen Messunsicherheit zufriedenstellende Verfahrenskenndaten ermittelt werden. Für das Säulenverfahren konnte trotz der zugelassenen Toleranzen im Wasser/Feststoff-Verhältnis bei der Entnahme der Eluatfraktionen und der Verwendung unterschiedlicher Säulendimensionen durch die Ringversuchsteilnehmer gezeigt werden, dass mit den in der Norm getroffenen Festlegungen gute Reproduzierbarkeiten für organische und anorganische Inhaltsstoffe realisierbar sind. Beide Normen wurden vom zuständigen DIN-Ausschuss als validiert bestätigt und im Januar 2009 veröffentlicht. Für das Schüttelverfahren wurde eine neue Vorgehensweise für den Fest-/Flüssig-Trennschritt für die nachfolgende Analyse

von PAK erarbeitet und in einem Ringversuch (IME Schmalleberg) mit erfahrenen Teilnehmern getestet. Diese Ergebnisse werden in einem separaten Normenentwurf (E DIN 19527) berücksichtigt.

**Stichwörter:** Elutionsverfahren, Ringversuche, Validierung

DIN 19528, 2009-01. Elution von Feststoffen - Perkolationsverfahren zur gemeinsamen Untersuchung des Elutionsverhaltens von organischen und anorganischen Stoffen für Materialien mit einer Korngröße bis 32 mm - Grundlegende Charakterisierung mit einem ausführlichen Säulensversuch und Übereinstimmungsuntersuchung mit einem Säulenschnelltest

DIN 19529, 2009-01. Elution von Feststoffen - Schüttelverfahren mit einem Wasser-/Feststoffverhältnis von 2 l/kg zur Untersuchung der Elution von anorganischen Stoffen für Materialien mit einer Korngröße bis 32 mm - Übereinstimmungsuntersuchung  
Kalbe, U., Berger, W. and Simon, F.G., 2008. Durchführung von Ringversuchen zur Validierung der Normen E

DIN 19528 und E DIN 19529 (Ersatzbaustoffverordnung und Novellierung BBodSchV) UFOPLAN-Vorhaben FKZ 3707 33 307 (207 33 307). Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin.  
[http://www.bam.de/de/kompetenzen/fachabteilungen/abteilung\\_4/fg43/fg43\\_ag1.htm](http://www.bam.de/de/kompetenzen/fachabteilungen/abteilung_4/fg43/fg43_ag1.htm)