



Länderarbeitsgemeinschaft Abfall

Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen von Abfällen, verunreinigten Böden und Materialien aus dem Altlastenbereich

**Herstellung und Untersuchung von wässrigen Eluaten
Kurzbezeichnung : EW 98**

Stand: 2002

Veröffentlicht als Mitteilung der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA) 33

Die EW 98 wurde von der Ad-hoc-AG "Analysemethoden" erarbeitet. Der Teil EW 98 S wurde von der 21. ACK am 21./22.04.1998 zur Veröffentlichung freigegeben, die Kenntnisnahme von EW 98 p und EW 98 T erfolgte mit dem UMK-Umlaufverfahren 11/2002. Gleichzeitig wurde die Anwendung der Richtlinie in den Ländern empfohlen.

Inhaltsverzeichnis

- 1. Vorbemerkungen**
- 2. Allgemeines zur Elution**
- 3. Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser im Schüttelversuch (Standardverfahren EW 98 S)**
 - 4.1. Anwendungsbereich
 - 4.2. Geräte und Reagenzien
 - 4.3. Probenvorbereitung
 - 4.4. Durchführung der Elution und Phasentrennung
 - 4.5. Vorbereitung des Eluates für die chemische Analytik
 - 4.6. Prüfbericht
- 5. Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser im Trogversuch (EW 98 T)**
 - 5.1. Anwendungsbereich
 - 5.2. Geräte und Reagenzien
 - 5.3. Probenvorbereitung
 - 5.4. Durchführung der Elution und der Phasentrennung
 - 5.5. Vorbereitung des Eluates für die chemische Analytik
 - 5.6. Angabe des Ergebnisses
 - 5.7. Prüfbericht
- 5. Bestimmung der Eluierbarkeit mit wäßrigen Medien bei konstantem pH-Wert (EW 98 p)**
 - 5.1. Anwendungsbereich
 - 5.2. Geräte und Reagenzien
 - 5.3. Probenvorbereitung
 - 5.4. Durchführung der Elution und der Phasentrennung
 - 5.5. Vorbereitung des filtrierten Eluates für die chemische Analytik
 - 5.6. Angabe des Ergebnisses
 - 5.7. Prüfbericht
- 6. Anhang**
 - 6.1. Literaturverzeichnis und normative Verweise zum Standardverfahren (EW 98 S)
 - 6.2. Literaturverzeichnis zur Bestimmung der Eluierbarkeit im Trogversuch (EW 98 T)
 - 6.3. Literaturverzeichnis zur Bestimmung der Eluierbarkeit mit wässrigen Medien bei konstantem pH-Wert (EW 98 p)

1. Vorbemerkungen

Das vorliegende Arbeitsblatt soll ein praxisbezogener Leitfaden für die Durchführung von Elutionstests sein, die im Zusammenhang mit der Verwertung oder Beseitigung von Abfällen, verunreinigten Böden und Materialien aus dem Altlastenbereich angewendet werden. Das vorliegende, in Kapitel 3 beschriebene Verfahren (EW 98 S) ersetzt die alte LAGA-Richtlinie EW 77 "Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen".

Als Elution wird die Auswaschung von Stoffen mit einem Elutionsmittel (Eluens) aus Feststoffen bezeichnet. Dabei kommt es zu einem Stoffübergang aus der festen Phase in die flüssige, meist wässrige Phase, die das Eluat darstellt. Das Arbeitsblatt behandelt im vorliegenden Teil Elutionsverfahren mit abfallrechtlichem Bezug, die in den Technischen Regeln der LAGA sowie in der TA Abfall und TA Siedlungsabfall zitiert werden. Darunter fallen die Elutionen in Anlehnung an DIN 38414 S4 und das Trogverfahren. Zusätzlich wird hier noch das pH-stat-Verfahren beschrieben.

Die Bestimmung der unter den jeweiligen Verfahrensbedingungen eluierbaren Stoffanteile dient der Abschätzung des kurz- und längerfristigen Elutionsverhaltens der zu untersuchenden Inhaltsstoffe. Über lange Zeiträume ablaufende Verwitterungs- und Lösungsprozesse können derzeit mit keinem Verfahren simuliert werden. Bei den aufgeführten Elutionsverfahren handelt es sich um Konventionsverfahren, die durch Standardisierung der Elutionsbedingungen den Vergleich der Eluierbarkeit verschiedener Materialien ermöglichen.

Das gesamte Gefährdungspotential, das von Abfällen, verunreinigten Böden und Materialien aus dem Altlastenbereich ausgeht, ist aus den Analysenwerten des Eluates alleine nicht zu ermitteln. Zusätzlich sind neben standortspezifischen Faktoren insbesondere die Gesamtgehalte der Kontaminanten im Feststoff zu berücksichtigen. Hierzu wird auf die einschlägigen Regelwerke verwiesen. In zahlreichen Regelwerken wird als Standardelutionsverfahren die Elution nach der LAGA-Richtlinie EW 77 in Anlehnung an DIN 38414 S4 vorgeschrieben. Auch zur Abschätzung der Grundwassergefährdung bei verunreinigten Böden und Altlasten wird in den meisten Bundesländern bisher fast ausschließlich dieses Elutionsver-

fahren angewendet. Bei diesem Verfahren wird die Eluierbarkeit eines Feststoffes mit Wasser bei dem sich einstellenden pH-Wert bestimmt.

Zur Prüfung der Eluierbarkeit bestimmter grobstückiger Materialien ist das Trogverfahren EW 98 T (Kapitel 4) entwickelt worden. Es wird in den Technischen Regeln der LAGA z. B. für pechhaltigen Straßenaufbruch vorgeschrieben.

Analog dem o.g. Standardverfahren EW 98 S (Kapitel 3) werden die Materialien mit Wasser eluiert, jedoch wird beim Trogverfahren nicht das Elutionsgefäß, sondern lediglich das Wasser bewegt. Eine mechanische Beanspruchung des Materials wird somit weitgehend vermieden.

Im Gegensatz zum Standardelutionsverfahren nach EW 98 S (Kapitel 3) findet die Elution beim pH-stat-Verfahren EW 98 P (Kapitel 5) bei einem definierten pH-Wert (z.B. pH 4 bzw. pH 11) statt. "Das pH-stat-Verfahren kann Hinweise auf die Art und die Eintritts Wahrscheinlichkeit des "worst-case" der Sickerwasserentwicklung in Abhängigkeit des pH-Wertes und der Säure- bzw. Basenneutralisationskapazität des Feststoffes geben" [Obermann, 1992].

2. Allgemeines zur Elution

Bei Eluatuntersuchungen nach den hier beschriebenen Verfahren ist das Material im Originalzustand zu untersuchen. Es soll nicht getrocknet und nur dann zerkleinert werden, wenn dies aus fachlichen Gründen notwendig wird (siehe Kapitel 3.3 bzw. 5.3).

Für die Elutionsversuche wird in der Regel nur ein Teil der Probe verwendet. Bei allen beschriebenen Verfahren ist deshalb zuerst eine Teilprobe herzustellen. Die beschriebenen Probenvorbereitungsschritte sind im Regelfall für die meisten Feststoffmaterialien gut anwendbar. In Ausnahmefällen können Abweichungen bei der Vorgehensweise erforderlich sein, z.B. wenn die aufgeführten Probenvorbereitungsschritte entweder mit diesem Material in der Praxis nicht durchgeführt werden können oder zu einer qualitativen Veränderung des Elutionsverhaltens des Materials führen. Die Abweichung von den Vorgaben ist in jedem Falle im Prüfbericht zu begründen.

Alle hier beschriebenen Elutionsverfahren werden mit Wasser über einen Zeitraum von 24 h bei einem Flüssigkeit/Feststoff-Massenverhältnis von 10:1 durch-

geführt. Das Wasser muss den für die einzelnen Verfahren genannten Reinheitsanforderungen genügen. Zur Qualitätssicherung ist eine regelmäßige Blindwertüberprüfung des Wassers unumgänglich. Eine eingehende Beschreibung der Methodik der Eluatherstellung findet sich bei den einzelnen Elutionsverfahren. Da insbesondere der Schritt der Phasentrennung des Eluates vom eluierten Feststoff kritisch ist, sind zur Sicherstellung der Reproduzierbarkeit und Vergleichbarkeit die Vorgaben nach Ziffer 3.4 strikt einzuhalten.

Die Bestimmungen der Stoffkonzentrationen im Eluat und Feststoff erfolgen nach den jeweils gültigen EN/DIN/ISO- Normen der Wasser-, Feststoffanalytik bzw. den DEV. Darüber hinaus sind die Rahmenempfehlungen der LAWA bzgl. der Analytischen Qualitätssicherung (AQS) einzuhalten.

3. Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser im Schüttelversuch (Standardverfahren EW 98 S)

3.1. Anwendungsbereich

Die Elution mit Wasser im hier beschriebenen Schüttelversuch dient der Bestimmung der Konzentration eluierbarer anorganischer Inhaltsstoffe im Eluat von Abfällen, verunreinigten Böden und Materialien aus dem Altlastenbereich.

Das Elutionsverfahren basiert auf der Annahme, dass bei einem Wasser/Feststoff-Massenverhältnis von 10:1 nach einer Elutionsdauer von 24 Stunden bei Raumtemperatur die Verteilung der zu untersuchenden Stoffe zwischen flüssiger und fester Phase zumindest näherungsweise im Gleichgewicht ist. Bedingt durch den Filtrationsschritt werden ggf. auch Partikel bis 0,45 µm erfasst.

3.2 Geräte und Reagenzien

3.2.1 Flaschen aus Glas oder Polyethylen/Polypropylen nach ISO 5667 (Teil 3) mit Nennvolumina von 500 ml bis 2000 ml, wobei die Glasflaschen Verschlüsse aus inertem Werkstoff haben müssen.

ANMERKUNG: Für anorganische Bestandteile werden Polyethylenflaschen bevorzugt, ausgenommen bei Proben, die auf Quecksilber analysiert werden. Anstelle von Polyethylenflaschen können Polypropylenflaschen benutzt werden.

3.2.2 Überkopf-Schüttler oder eine Horizontalschüttelmaschine.

ANMERKUNG: Es können andere Schüttel- oder Mischvorrichtungen angewendet

werden, vorausgesetzt, sie haben sich als geeignet erwiesen.

3.2.3 Druckfiltrationsvorrichtung mit Membranfiltern (> 0,5 MPa, vorzugsweise 142 mm Durchmesser)

3.2.4 Zerkleinerungsvorrichtungen, z.B. Backenbrecher

3.2.5 Siebböden mit 40 mm und 10 mm Maschenweite

ANMERKUNG: Durch das Brechen und Sieben der Proben kann eine Kontamination in einem Umfang auftreten, die die Auslaugung bestimmter relevanter Inhaltsstoffe beeinträchtigt, z.B. Co und W aus dem Wolframcarbid der Zerkleinerungsvorrichtung, oder Cr, Ni und Mo aus den nichtrostenden Stählen der Ausrüstung.

3.2.6 Zentrifuge, die mit 3000 g bis 4000 g betrieben wird.

3.2.7 Einrichtung für die Messung der elektrischen Leitfähigkeit

3.2.8 pH-Meßgerät

3.2.9 Thermometer für die Messung der Lufttemperatur und der Temperatur des Auslaugungsmittels

3.2.10 Wägeeinrichtung mit einer Meßabweichung von höchstens $\pm 0,1$ g.

3.2.11 Vorgespülte 0,45 μm -Membranfilter aus Cellulosenitrat für die Filtration (z. B. gespült mit 0,1 M HNO_3 und Wasser)

3.2.12 Meßzylinder für die Bestimmung des Volumens mit einer Meßabweichung von ± 1 %

3.2.13 Probenteiler für die Herstellung von Teilproben aus den Laboratoriumsproben

3.2.14 Destilliertes Wasser, entmineralisiertes Wasser, deionisiertes Wasser von äquivalenter Reinheit mit einer elektrischen Leitfähigkeit $< 0,5\text{mS/m}$ (ISO 7888).

3.2.15 0,1 M Salpetersäure.

3.3 Probenvorbereitung

Bei den Untersuchungen zur Prüfung der Eluierbarkeit der Inhaltsstoffe ist in der Regel das Material in dem Zustand zu eluieren, in dem es vorliegt und ggf. verwertet oder deponiert werden soll, d. h. die Elution soll an der ungetrockneten Originalprobe erfolgen. Eine Trocknung der Probe kann das Elutionsverhalten verändern. Die Restfeuchte der zur Elution vorgesehenen Probe, die bei der Probeneinwaage zu berücksichtigen ist. (vgl. 3.4), wird an einer Parallelprobe nach DIN

EN 12457 (Entwurf Stand Oktober 96) ermittelt.

Auch bei schlammigen Abfällen wird der Wasseranteil in das Eluat mit einbezogen. Schlammige Materialien mit einem Feuchtegehalt von $> 90\%$ werden nicht eluiert, sondern es wird nur eine Phasentrennung gemäß Kapitel 3.4 vorgenommen. Die abgetrennte Wasserphase wird volumetrisch erfasst und wie die Eluate analytisch untersucht. Die Konzentration der Inhaltsstoffe kann hier zwecks Normierung auf den vorgesehenen Feststoffanteil von 100 g pro Liter Wasser bei der Elution umgerechnet werden.

Soweit praktisch möglich wird das Material in dem zur Verwertung oder Beseitigung vorgesehenen Originalzustand untersucht, d. h. es wird vor der Auslaugung nicht zerkleinert. Eine Zerkleinerung des Materials ist erst dann erforderlich, wenn die Korngröße 40 mm übersteigt. Nur Stücke von mehr als 40 mm Korngröße werden dann nach dem Absieben vorsichtig gebrochen. Die Siebfraction 10-40 mm wird nach dem Brechen dann der zuvor abgesiebten Fraction 0-40 mm in dem Verhältnis zugegeben, das dem Anteil > 40 mm in der Originalprobe entspricht.

Sofern die Fragestellung ein Brechen der Probe nicht zulässt, sind die Materialien im Trogversuch (vgl. Kapitel 4) zu eluieren. In Einzelfällen kann auch eine Aussortierung/Auslese von Materialien und deren gesonderte Behandlung sinnvoll sein. Masse und Beschaffenheit der einzelnen Fraktionen sind zu dokumentieren und im Prüfbericht anzugeben.

3.4 Durchführung der Elution und der Phasentrennung

Die Elution wird mit einem Wasser/Feststoff-Massenverhältnis von 10:1 durchgeführt. In der Regel wird die einer Trockenmasse von 100 g entsprechende Masse der Originalprobe in eine 2-l-Weithalsflasche eingewogen. Insbesondere bei grobstückigen Materialien ist darauf zu achten, dass die Vorgaben der LAGA-Richtlinie PN 2/78 bezüglich der Teilprobe eingehalten werden. Müssen größere Feststoffmengen eingesetzt werden, wie in dem derzeit gültigen LAGA-Regelwerk "Anforderungen an die stoffliche Verwertung von mineralischen Reststoffen/ Abfällen - Technische Regeln" (Mitteilungen der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA/20)) vorgeschrieben, ist die Aufteilung der gesamten Probenmenge in Teilansätze zulässig.

Anschließend wird bezogen auf 100 g Trockenmasse soviel Wasser (entsprechend 3.2) zugesetzt, dass die Gesamtmasse von Originalprobe und Wasser 1100 g beträgt. Der Feuchtegehalt wird somit beim Wasserzusatz berücksichtigt. Bei abweichenden Einwaagen ist das zuzusetzende Wasservolumen entsprechend dem festgelegten Wasser/Feststoffverhältnis von 10:1 anzupassen.

Zur Elution wird das Wasser/Feststoff-Gemisch in der Weithalsflasche 24 Stunden bei Raumtemperatur auf einem Überkopfschüttler mit 1 bis 20 min^{-1} gedreht. Die Drehzahl ist so zu wählen, dass das Probengut ständig bewegt wird, ohne dass ein nennenswerter Abrieb stattfindet. Wird ein Horizontalschütteltisch eingesetzt, so ist die Schwingungsfrequenz zwischen 50 bis 150 min^{-1} so zu wählen, daß die gesamte Probenmenge ständig bewegt wird. Sollten wegen der verwendeten Mengen mehrere Teileluate hergestellt worden sein, sind sie vor der Phasentrennung zu vereinen.

Zu Beginn der Phasentrennung läßt man die suspendierten Partikel i. d. R. 15 Minuten sedimentieren.

Das Eluat wird möglichst unmittelbar nach der Elution mit einer Druckfiltervorrichtung (3.2.3) durch ein 0,45 μm -Membranfilter (3.2.11) filtriert. Das Ausspülen des Filters mit Wasser oder einer anderen Flüssigkeit ist nicht zulässig.

Falls eine Filtration nicht innerhalb kurzer Zeit möglich ist, wie es durch 1000/A (Minuten) festgelegt ist, wobei A die Filteroberfläche in cm^2 ist, wird das Eluat für die Gewinnung einer überstehenden Flüssigkeit zentrifugiert, anschließend wird wie oben beschrieben filtriert.

Die elektrische Leitfähigkeit und der pH-Wert (sowie ggf. das Redoxpotential E in mV) des Eluats werden gemessen.

ANMERKUNG: Es ist nicht erforderlich, das gesamte Volumen des Eluats zu filtrieren oder zu zentrifugieren, weil das der letzte Arbeitsgang der Extraktion ist. Das für die Analyse der zu bestimmenden Bestandteile benötigte Gesamtvolumen des Eluats ist jedoch zu berücksichtigen.

Sind bei der Elution weitere flüssige Phasen entstanden, sind diese abzutrennen und ggf. zu untersuchen. Die Ursache für die Entstehung der organischen Phase während der Elution ist in jedem Fall abzuklären, da bei diesen Materialien eine deutlich erhöhte Mobilisierung organischer Schadstoffe erwartet werden muss.

Die Qualität und Quantität dieser Phasen ist im Prüfbericht zu vermerken.

3.5 Vorbereitung des filtrierte Eluates für die chemische Analytik

Das gewonnene filtrierte Eluat wird in eine entsprechende Anzahl Teilproben für die jeweils durchzuführende Analytik aufgeteilt. Die chemische Analytik der relevanten Parameter erfolgt nach den jeweils gültigen EN/DIN/ISO-Normen der Wasser-, Feststoffanalytik oder DEV unter Beachtung der dort angegebenen Anwendungsbereiche. Kann die Analytik nicht unmittelbar nach der Elution erfolgen, ist eine parameterspezifische Stabilisierung nach DIN/ISO 5667 Teil 3 bzw. den jeweils gültigen EN DIN/ISO-Normen der Wasseranalytik durchzuführen.

Für die Schwermetallanalytik ist eine Teilprobe des Eluats mit Salpetersäure auf einen pH < 2 anzusäuern. Bei der Konservierung eventuell entstehende Niederschläge dürfen nicht abgetrennt und verworfen werden. Ist eine homogene Suspensionsbildung des Niederschlags und die direkte Analyse der Suspension nicht möglich, ist ein geeigneter Säureaufschluss des Filtrates z.B. nach DIN 38406 E 22, 9.2 durchzuführen.

3.6 Prüfbericht

3.6.1 Angabe der Ergebnisse

Die Konzentrationen der bei der Elution gelösten Inhaltsstoffe (Beschaffenheitsmerkmale) sind, soweit die LAGA-Regelwerke nichts anderes vorsehen, in "mg/l" anzugeben.

Der Massenanteil des eruierten Stoffes in mg/kg bezogen auf die Trockenmasse des Feststoffes, ergibt sich nach folgender Formel:

$$c_f = c_e \times f$$

c_f : Konzentration des eluierten Stoffanteils in mg/kg bezogen auf die Trockenmasse

c_e : Konzentration des eluierten Stoffanteils in mg/l bezogen auf das Eluat

f : 10 l/kg

3.6.2 Angaben zur Elution und Filtration

- Art und Herkunft des Materials (Abfall, verunreinigter Boden, Materialien aus dem Altlastenbereich)
- Beschaffenheit der Probe; umfassende Ansprache
- Verfahren für die Vorbereitung der Probe z. B. Korngrößenreduzierung
- Masse der Laboratoriumsprobe in kg (auf den Probenahmebericht verweisen)
- Anzahl der Wiederholungen der Auslaugungen
- pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit des Eluats
- Beschreibung der Probe
- Trockenmasse in g
- Feuchtegehalt der Probe in %
- benutzte Schüttelvorrichtung
- Größe und Art der bei den Extraktionen verwendeten Flaschen
- mittlere Raumtemperatur bei der Prüfung in °C
- Masse des bei der Extraktion hinzugefügten Elutionsmittels in g
- Beobachtungen/Vorkommnisse bei der Durchführung der Prüfungen z.B. Gasentwicklung, Angaben zu durchgeführten Probenverdünnungen, Angaben zur Art und Weise von Phasentrennungen
- unvermeidliche Abweichungen von diesem Verfahren, besonders hinsichtlich der Vorbereitung der Proben, sowie aufgetretene Störung

3.6.3 Analysenbericht

Im Analysenbericht ist (sind) das (die) angewendete(n) Analysenverfahren einschließlich einer Angabe der unteren Nachweisgrenze der angewendeten Analysenmethoden anzugeben.

Die Mengen an ausgelaugten Bestandteilen, die nicht mehr als 1 mg/kg Trockenmasse übersteigen, sind auf maximal zwei signifikante Ziffern anzugeben; im Falle von Mengen über 1 mg/kg Trockenmasse sind bis zu maximal drei signifikanten Ziffern anzugeben.

3.6.4 Ergebnisse der Elutionstests

Die Daten sind auf einem Datenblatt, soweit die LAGA-Regelwerke nichts anderes vorsehen, in mg/l und mg/kg, wie in dem unten aufgeführten Beispiel aufzuzeichnen.

Probenbezeichnung:

pH-wert

Elektrische Leitfähigkeit in mS/m

Bestandteil	gemessene Konzentration mg/l	freigesetzte Menge (mg/kg Trockenmasse)	Analyseverfahren		
			Bezeichnung	Nachweis- grenze (mg/l)	Bestimmungs- grenze (mg/l)

4. Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser im Trogversuch (EW 98 T)

4.2. Anwendungsbereich

Die Elution mit Wasser im Trogversuch dient der Bestimmung der Konzentration eluierbarer Inhaltsstoffe von grobstückigen Materialien (Größtkorn > 40 mm, max. 2 kg m_T), wie z.B. Straßenaufbruch, Bauschutt, RC-Material, Schlacken, Gleis-schotter, Agglomerate und verfestigte Abfälle.¹⁾ Materialien mit Größtkorn < 40 mm sind in der Regel mit dem Standardverfahren EW 98 S zu untersuchen. Sonderregelungen, wie z.B. beim pechhaltigen Straßenaufbruch, bleiben davon unbenommen.

Das Verfahren ist für ungebundene, gebundene und verfestigte Materialien anwendbar. Aus dem Vergleich der Elutionsergebnisse von gebundenen und ungebundenen Material sind bei gleichen Einsatzmengen auch Rückschlüsse auf die Wirkung der Verfestigung möglich.

Das Untersuchungsmaterial wird auf einem Siebeinsatz in einem mit Wasser gefüllten Trog platziert. Es wird lediglich das Wasser mit einem Magnetrührer bewegt, so dass eine zusätzliche mechanische Beanspruchung der Probe vermieden wird.

Das Untersuchungsmaterial wird, soweit aus fachlichen Gründen nicht anders erforderlich, in dem Zustand geprüft, wie es für die Verwendung vorgesehen und vor allem für den Wirkungspfad Boden/Grundwasser relevant ist.

Die weiteren Prüfbedingungen sind, soweit aus fachlichen Gründen nicht anders erforderlich, aus Gründen der Vergleichbarkeit dieselben wie beim Standardverfahren EW 98 S, d.h.

- Wasser/Feststoff-Massenverhältnis 10:1,
- Elutionszeit 24 h,
- Raumtemperatur 20 bis 25 °C,
- Fest-Flüssig-Trennung mit Sedimentation, Zentrifugation mit 2000 * g und Druckfiltration durch ein 0,45-µm-Cellulosenitrat-Membranfilter,
- Messung der Stoffkonzentrationen nach den jeweils gültigen nationalen, regionalen bzw. internationalen Normen.

1) Das Verfahren ist für die Untersuchung organischer Inhaltsstoffe mit Ausnahme des Parameters TOC nicht geprüft

4.2. Geräte und Reagenzien

4.2.1. Trogversuchs-Apparatur (Abb. 1) bestehend aus

- zylindrischem Glas- oder Polypropylen-Trog in der Dimensionierung Höhe ca. 40 cm, Radius ca. 15 cm, Volumen ca. 28 l mit Deckel und ggf. Ablasshahn
- ggf. Saugheber aus Glas bzw. als Saugheber geeignete Glasgeräte
- Siebeinsatz aus Polypropylen mit 2 mm Maschenweite, Höhe 5 cm, Abstand vom Beckenrand ca. 2 cm,
- Magnetrührwerk mit elektronischer Drehzahleinstellung, 50-mm-Magnetrührstab in Eiform mit Teflonmantel, ggf. motorgetriebener Stabrührer.

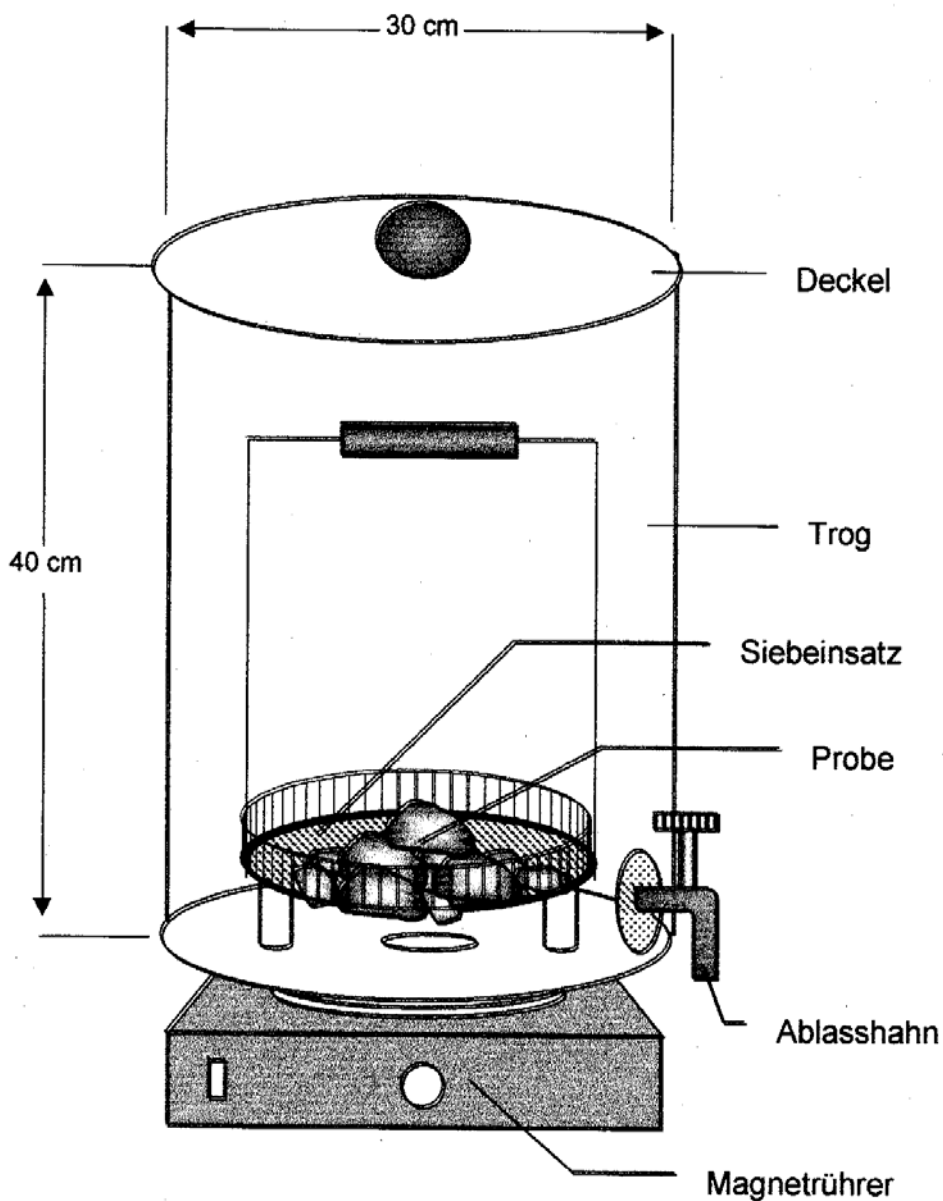


Abbildung 1: Trogversuchs-Apparatur

- 4.2.2 Druckfiltrationsvorrichtung für Membranfilter (Filtrationsdruck > 0,5 MPa, vorzugsweise 42 mm Durchmesser, medienführende Teile vorzugsweise aus PTFE)
- 4.2.3 0,45-µm-Membranfilter aus Cellulosenitrat
- 4.2.4 Zentrifuge für eine relative Zentrifugalbeschleunigung von 2000 * g
- 4.2.5 1-l-Standzylinder
- 4.2.6 Meßgerät für elektrische Leitfähigkeit
- 4.2.7 Meßgerät für pH-Wert
- 4.2.8 Waage mit einer Meßabweichung von maximal ± 1 g
- 4.2.9 Wasser mit einer elektrischen Leitfähigkeit < 0,5 mS/m (DIN EN 27888)
- 4.2.10 konz. Salpetersäure p.a.

4.3 Probenvorbereitung

Bei den Untersuchungen zur Prüfung der Eluierbarkeit der Inhaltsstoffe ist in der Regel das Material in dem Zustand zu eluieren, in dem es vorliegt und ggf. verarbeitet oder deponiert werden soll. Die Elution soll an der ungetrockneten, unzerkleinerten Originalprobe bzw. einem geeigneten Prüfkörper erfolgen. Die Auswahl des Prüfkörpers ist vom Untersuchungsziel abhängig.

Die Restfeuchte der zur Elution vorgesehenen Probe, die bei der Probeneinwaage zu berücksichtigen ist (vgl. 4.4), wird an einer Parallelprobe nach DIN ISO 11465 ermittelt.

Für die Elution von nicht verfestigtem Untersuchungsmaterial sind 2 kg Trockenmasse einzusetzen.

Bei verfestigten Prüfkörpern sind die in der Tabelle 1 angegebenen Verhältnisse einzuhalten.

Tabelle 1: Typische Prüfkörper für gebundene bzw. verfestigte Untersuchungsmaterialien mit Angaben von physikalischen Kennwerten

	Abmessung	Volumen	Mantelfläche	Volumen/ Mantelfläche	Masse (Dichte 2,3 g/cm ³)	Wassermasse für Elution	Gesamtvolumen bei der Elution*
	mm	cm ²	cm ²	cm	kg	kg	l
Marshall	d= 101,6 h= 83,5	515	365	1,41	1,18	11,8	12,3
Proctor	d= 100 h= 120	942	543	1,77	2,17	21,7	22,6
Zylinder nach TA Abfall Anhang II	d= 70 h= 70	269	231	1,16	0,62	8,2	6,5
10- cm- Würfel	100 x 100 x 100	1000	600	1,67	2,30	23,0	24,0

*Anmerkung: Der Einsatz verschiedener Prüfkörper kann zu unterschiedlichen Eluatergebnissen führen.

4.4 Durchführung der Elution und der Phasentrennung

Zur Durchführung des Trogversuches wird die erforderliche Masse des vorbereiteten Probenmaterials (ca. 2 kg Trockenmasse) abgewogen und die 10-fache Masse deionisiertes Wasser abzüglich der in der Probe enthaltenen Wassermasse in die Trogversuchs-Apparatur mit Rührer eingefüllt. Nachdem der Siebeinsatz über dem Trog positioniert wurde, wird das Probenmaterial gleichmäßig auf dem Siebeinsatz verteilt.

Gebundene, verfestigte Probekörper werden mittig und hochkant auf den Siebeinsatz gestellt, so dass ein vollständiges Umspülen des Probekörpers mit Elutionsmittel gewährleistet ist. Anschließend wird der Siebeinsatz in das Elutionsbecken abgesenkt. Der Vorgang muss zum möglichst vollständigen Entlüften des Materials langsam erfolgen. Bei der Anordnung der Probe im Siebeinsatz ist sicherzustellen, dass die Wasserüberdeckung mindestens 2 cm beträgt.

Bei Probekörpern mit Dichten von $< 2,3 \text{ g/cm}^3$ kann es notwendig sein, zwei Probekörper einzusetzen, um die erforderliche Wasserüberdeckung zu gewährleisten. Dieser Sachverhalt ist im Prüfbericht anzugeben. In diesem Fall sind die beiden Probekörper symmetrisch auf den Siebeinsatz zu stellen.

Der Abstand des Siebeinsatzes zum Boden des Elutionsbeckens soll ca. 5 cm betragen. Der Siebeinsatz ist derart im Elutionsbecken zu positionieren, dass ein gleichmäßiger Abstand von ca. 2 cm zu den Gefäßwänden gegeben ist. Nach dem Absenken des Siebeinsatzes wird das Elutionsbecken abgedeckt. Der Magnetrührer wird auf eine Drehgeschwindigkeit so eingestellt (ca. $500 \pm 20 \text{ min}^{-1}$), dass eine ständige Bewegung des Wassers gewährleistet wird.

Die Abtrennung der flüssigen Phase von der festen Phase muß unmittelbar nach Beendigung der Elution durchgeführt werden.

Nach der Elutionszeit von 24 Stunden wird mit Hilfe des Ablasshahnes bei laufendem Rührer ein Volumen von 100 ml Vorlauf abgelassen und verworfen. Anschließend werden bei laufendem Rührer 1000 ml für die nachfolgende Fest-Flüssig-Trennung in einen 1-l-Standzylinder abgelassen. Die Entnahme des Eluates für die nachfolgende fest/flüssig-Trennung kann alternativ auch durch Abhebern mittels eines geeigneten Glasgerätes erfolgen.

Man lässt die Suspension ca. 15 min zur Sedimentation der gröberen Partikel im Standzylinder stehen. Anschließend ist die überstehende Flüssigkeit weitestgehend in Zentrifugenbecher zu dekantieren. Die Zentrifugation erfolgt für 30 min mit 2000 g. Danach wird das Zentrifugat vollständig in die Druckfiltrationsapparatur dekantiert.

Verwendet wird eine Druckfiltrationseinheit für Membranfilter (142 mm Durchmesser, medienführende Teile vorzugsweise aus PTFE) mit einem Membranfilter mit $0,45 \mu\text{m}$ Porenweite. Bei Nutzung abweichender Geräte ist das zu filtrierende Volumen entsprechend der Filterfläche zu verändern; das Verhältnis von filtrierendem Volumen und Filterfläche ist einzuhalten.

Nach 5 min druckloser Filtration wird zur Beschleunigung der Filtration ein Druck von 1 bar angelegt. Haben nach 15 min weniger als zwei Drittel des Eluates das Filter passiert, wird der Druck auf 2 bar erhöht. Falls erforderlich, wird der Druck nach weiteren 30 min auf 3,5 bar erhöht. Die Filtration wird solange fortgesetzt, bis der gesamte Überstand der Zentrifugation das Filter passiert hat. Ist die Filtration nach 120 min nicht vollständig, wird sie abgebrochen und mit dem unvollständigen Filtrat weitergearbeitet.

4.5 Vorbereitung des Eluates für die chemische Analyse

Das gewonnene filtrierte Eluat wird in eine entsprechende Anzahl Teilproben für die jeweils durchzuführenden Analysen aufgeteilt. Die chemische Analyse der relevanten Parameter erfolgt nach den jeweils gültigen nationalen, regionalen bzw. internationalen Normen der Wasser- bzw. Feststoffanalytik oder den Deutschen Einheitsverfahren unter Beachtung der dort angegebenen Anwendungsbereiche. Kann die Analyse nicht unmittelbar nach der Filtration erfolgen, ist eine parameterspezifische Stabilisierung nach DIN EN ISO 5667-3 bzw. den jeweils gültigen nationalen, regionalen bzw. internationalen Normen der Wasseranalytik durchzuführen.

Für die Schwermetallanalyse ist eine Teilprobe des filtrierten Eluates mit konz. Salpetersäure auf einen $\text{pH} < 2$ anzusäuern. Dabei eventuell entstehende Niederschläge dürfen nicht abgetrennt und verworfen werden. Ist eine homogene Suspension des Niederschlages und die direkte Analyse der Suspension nicht möglich, ist ein geeigneter Säureaufschluss des filtrierten Eluates, z.B. nach DIN EN ISO 11885, durchzuführen.

4.6 Angabe des Ergebnisses

Die Konzentrationen der bei der Elution gelösten Inhaltsstoffe (Beschaffenheitsmerkmale) sind, soweit die Regelwerke nichts anderes vorsehen, in mg/l und mg/kg m_T anzugeben.

Die Konzentrationen der eluierten Inhaltsstoffe in mg/kg m_T Trockenmasse der Probe ergeben sich nach folgender Formel:

$$c_f = c_e \cdot f$$

c_f : Konzentration des eluierten Stoffanteils in mg/kg m_T bezogen auf die Trockenmasse

c_e : Konzentration des eluierten Stoffanteils in mg/l bezogen auf das Eluat

f : 10 l/kg.

Im Analysenbericht sind die angewendeten Analyseverfahren und die Bestimmungsgrenzen der angewendeten Analysemethoden anzugeben.

Die Konzentrationen an eluierten Stoffen sind auf maximal drei signifikante Ziffern anzugeben.

Die Daten sind auf einem Datenblatt, soweit die Regelwerke nichts anderes vorsehen, in mg/l und mg/kg m_T wie in dem unten aufgeführten Beispiel anzugeben.

Probenbezeichnung.

pH-Wert

Elektrische Leitfähigkeit in mS/m

Parameter	eluierte Konzentration		Analyseverfahren	
	mg/l	mg/kg m_T	Bezeichnung	Bestimmungsgrenze mg/l

4.7 Prüfbericht

4.7.1 Angaben zur Elution und Filtration

- Prüfzeitraum
- Art und Herkunft des Materials, z.B. Straßenaufbruch, RC-Material, verfestigter Abfall, Schlacke, Altlastenmaterial
- Beschaffenheit der Probe
- Verfahren für die Vorbereitung der Probe, z.B. Prüfkörpergewinnung
- Masse der Laboratoriumsprobe in kg
- Angaben zur verwendeten Elutionsvorrichtung
- Trockenmasse der Probe (m_T)
- Masse des zur Elution verwendeten Wassers
- Angaben zur Fest-Flüssig-Trennung
- Verwendete Geräte zur Elution und Filtration
- pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit des filtrierten Eluates
- Besondere Auffälligkeiten bei der Durchführung der Prüfungen
- Unvermeidliche Abweichung von diesem Verfahren, besonders hinsichtlich der Vorbereitung der Proben sowie aufgetretener Störungen
- Auswahl des Prüfkörpers in Abhängigkeit des Untersuchungsziels

5. Bestimmung der Eluierbarkeit mit wässrigen Medien bei konstantem pH -Wert (EW 98 p)

5.1 Anwendungsbereich

Das im folgenden beschriebene Elutionsverfahren (pH-stat-Verfahren) dient im Allgemeinen zur Prüfung des Elutionsverhaltens von Metallen und Metalloiden aus festen Abfällen, verunreinigten Böden und Materialien aus dem Altlastenbereich. Berücksichtigt wird die pH-Abhängigkeit der Mobilisierung einzelner Stoffe, die durch ihr differenziertes chemisches Verhalten in Form von Kationen, Anionen oder Komplexen (z. B. Hydroxokomplexen) eluiert werden können. Überdies besteht die Möglichkeit die Säure- bzw. Basenneutralisationskapazität („Pufferkapazität“) des Feststoffs in 24h bei den vorgenannten pH-Werten mit diesem Verfahren zu bestimmen.

Elutionsverfahren basiert auf der Konvention, daß bei einem Wasser-/ Feststoffverhältnis von 10 : 1 nach einer Elutionsdauer von 24 Stunden bei pH 4 bzw. pH 11 die Verteilung der zu untersuchenden Schadstoffe nach annähernder Erschöpfung der Pufferkapazität des Feststoffes zwischen flüssiger und fester Phase in der Regel näherungsweise im Gleichgewicht ist. Dabei dient die Elution bei pH 4 zur Abschätzung des mobilisierbaren Anteils von Metallen und Metalloiden z.B. nach Ablauf der Versauerung durch sauren Regen, während die Elution bei pH 11 den Verhältnissen bei der Mobilisierung z.B. durch alkalische Sickerwässer nahekommt.

ANMERKUNG: Im Einzelfall kann die Elution bei einem anderen fest eingestellten pH-Wert zwischen pH 4 und 11 durchgeführt werden, um z.B. die Mobilität der Metalle/Metalloide im Verlauf der Versauerung zu ermitteln:

5.2 Geräte und Reagenzien

5.2.1 Weithalsgefäße mit Nennvolumen 1000 ml (z. B. Erlenmeyerkolben)

5.2.2 vorzugsweise Magnetrührer mit stufenlos regelbarer Rührfrequenz (mindestens 400 min^{-1}); ggf. Kreisschüttler

5.2.3 Druckfiltrationseinheit mit Membranfiltern ($>0,5 \text{ MPa}$, z.B. 142 mm Durchmesser)

5.2.4 Zerkleinerungsvorrichtung, z. B. Backenbrecher

5.2.5 Siebboden mit 10 mm Maschenweite

ANMERKUNG: Durch das Brechen und Sieben der Proben kann eine Kontamination in einem Umfang auftreten, die die Auslaugung bestimmter relevanter Inhalts-

stoffe beeinträchtigt, z.B. Co und W aus Wolframcarbid der Zerkleinerungsvorrichtung, oder Cr, Ni, und Mo aus nichtrostenden Stählen der Ausrüstung.

5.2.6 Präparative Zentrifuge die mit 2000 · g bis 3000 · g betrieben werden kann (das Mindestvolumen sollte pro Zentrifugenglas 250 ml betragen)

5.2.7 pH-Meßelektrode (z. B. Gelelektrode) mit Aufzeichnungsmöglichkeit

5.2.8 Autotitrator mit Anzeigeeinheit zum Titrationsverlauf von pH-Wert und dosiertem Titrans

5.2.9 vorzugsweise Magnetrührstab (z.B. PTFE, dreieckige Form, Länge: 55 mm; oder Stabform, glasummantelt, Länge: 38 mm)

5.2.10 Wägeeinrichtung mit einer Meßabweichung von höchstens $\pm 0,1$ g

5.2.11 Vorgespülte 0,45 µm-Membranfilter aus Cellulosenitrat für die Filtration (z. B. gespült mit 0,1 M HNO₃ und Wasser)

5.2.12 Probenteiler für die Herstellung von Teilproben aus den Laboratoriumsproben

5.2.13 Destilliertes Wasser, entmineralisiertes Wasser von äquivalenter Reinheit mit einer elektrischen Leitfähigkeit < 0,5 mS/m (ISO 7888)

5.2.14 Salpetersäure p. a. (c = 2 mol/l)

5.2.15 Natronlauge p. a. (c = 2 mol/l)

5.3 Probenvorbereitung

Für die Elution wird eine repräsentative Teilprobe der Laboratoriumsprobe eingesetzt. Bei den Untersuchungen zur Prüfung der Eluierbarkeit der Inhaltsstoffe ist in der Regel das Material in dem Zustand zu eluieren, in dem es vorliegt und ggf. verwertet oder deponiert werden soll, d.h. die Elution soll an der ungetrockneten Originalprobe erfolgen. Eine Trocknung der Probe kann das Elutionsverhalten verändern. Der Feuchtegehalt der zur Elution vorgesehenen Probe, der bei der Probeneinwaage zu berücksichtigen ist (vgl. 5.4), wird an einer Parallelprobe nach DIN ISO 11465 (Stand: Dezember 1996) ermittelt.

Auch bei schlammigen Abfällen wird der Wasseranteil in das Eluat mit einbezogen. Schlammige Materialien mit einem Feuchtegehalt von > 90 % werden nicht eluiert, sondern nur noch eine Phasentrennung gemäß Kapitel 5.4 vorgenommen. Die abgetrennte Wasserphase wird volumetrisch erfaßt und wie die Eluate analytisch-chemisch untersucht. Die Konzentration der Inhaltsstoffe kann hier zwecks Normie-

nung auf den vorgesehenen Feststoffanteil von 100 g pro Liter Wasser bei der Elution umgerechnet werden.

Da die Eluierbarkeit von Schadstoffen stark von der Korngröße des zu untersuchenden Materials abhängig ist, muß die Auswahl des Korngrößenschnittes für die Elution sehr sorgfältig getroffen werden. Eine Zerkleinerung ist dann erforderlich, wenn die Korngröße des zu untersuchenden Materials 10 mm überschreitet. Sofern die Fragestellung eine Zerkleinerung erforderlich macht, werden Stoffanteile > 10 mm heruntergebrochen. Das Zerkleinerungswerkzeug ist so einzustellen, daß nur die erforderliche Zerkleinerung unter 10 mm erfolgt. Auf eine Zerkleinerung und Elution natürlicher Steine kann in der Regel verzichtet werden, wenn sichergestellt ist, dass sie keine nennenswerten Schadstoffbelastungen aufweisen.

In Einzelfällen kann auch eine Sortierung insbesondere atypischer Materialien und deren gesonderte Behandlung sinnvoll sein. Masse und Beschaffenheit der einzelnen Fraktionen sind zu dokumentieren und im Prüfbericht anzugeben.

5.4 Durchführung der Elution und der Phasentrennung

In der Regel wird die einer Trockenmasse von 100 g entsprechende Menge der gem. Pkt. 5.3 vorbehandelten Originalprobe in ein geeignetes Gefäß, z.B. 1 l Erlenmeyerkolben, eingewogen. Anschließend wird bezogen auf 100 g Trockenmasse so viel deionisiertes Wasser zugesetzt, dass die Gesamtmasse von Originalprobe und Wasser 1100 g beträgt. Zur Elution wird das Gefäß vorzugsweise auf einem Magnetprüfer positioniert, befestigt und nach Verschließen mit einem Kunststoffstopfen mit einer pH-Elektrode (z.B. Gel-Elektrode) sowie einer Dosierspitze bestückt und mit einer Drehzahl von 400 min^{-1} mit Hilfe eines Magnetprüferstabes (z.B. dreieckige Form, Länge: 55 mm) ständig gerührt und in Bewegung gehalten.

ANMERKUNG: Bei der Verwendung eines Kreisschüttlers ist sicherzustellen, dass das Material ausreichend suspendiert und in Bewegung gehalten wird.

ANMERKUNG: Unter Umständen kann es zweckmäßig sein, an einer Parallelprobe eine Vortitration zur Untersuchung des Hydrolyseverhaltens des Materials durchzuführen, um somit Hinweise auf die zu verwendende Säure- bzw. Basenkonzentration zu erhalten.

Aus Gründen der Arbeitssicherheit sollten bei der Titration entstehende Reaktionsgase z.B. über eine Abgasleitung kontrolliert abgeleitet bzw. die Rührapparatur im

Abzug aufgestellt werden.

ANMERKUNG: Es ist darauf zu achten, dass das Elutionsgefäß nicht gasdicht verschlossen wird.

Vor Titrationsbeginn wird die Suspension über $t = 15 \text{ min.}$ mit 400 min^{-1} vorgerührt. Das Einhalten des pH-Wertes 4 bzw. 11 auf $\pm 0,2$ pH-Einheiten sollte aus Gründen der besseren Handhabbarkeit und Reproduzierbarkeit mit Hilfe von Titrationsständen erfolgen, die während der Elutionszeit von 24 Stunden mittels eines Meß- und Regelkreises den Verlauf des pH-Wertes überwachen.

ANMERKUNG: Treten während des Elutionsversuchs IST-pH-Wert-Abweichungen $> 0,2$ pH-Einheiten auf, so ist dies bei der Meßwertbeurteilung zu berücksichtigen und im Laborprotokoll zu vermerken.

Nach Versuchsbeginn ist der pH-Wert von 4 bzw. 11 innerhalb von 30 min. einzustellen und über die Versuchsdauer von 24 Stunden konstant zu halten. Bei Feststoffen mit großer Säure- bzw. Basenneutralisationskapazität kann konzentriertere Salpetersäure bzw. Natronlauge verwendet werden. Ein Übertitrieren ist in jedem Fall zu vermeiden. Das gesamte Volumen des Titrans ist zu bestimmen und bei der Ergebnisübermittlung zu berücksichtigen (Verdünnungseffekt). Sollte das zutitrierte Säure- bzw. Laugevolumen 10 % des Eluatvolumens überschreiten, so ist die Elution mit konzentrierterer Säure bzw. Lauge zu wiederholen.

Zu Beginn der Phasentrennung läßt man die Partikel der Suspension 15 min. sedimentieren, dekantiert den gesamten Überstand in Zentrifugenbecher und zentrifugiert 30 min. bei RZB 2000 g.

ANMERKUNG: Bei alkalischen pH-stat-Eluaten von humosen Feststoffen kann zur Zentrifugation eine RZB $> 2000 \text{ g}$ erforderlich werden.

Möglichst sofort nach Beendigung der Zentrifugation wird der gesamte Überstand vorsichtig in eine Druckfiltrationsapparatur mit einem Membranfilter $0,45 \mu\text{m}$ dekantiert.

Zur Beschleunigung der Filtration wird ein Druck von 1 bar angelegt. Falls erforderlich wird der Druck auf maximal 3,5 bar erhöht. Die Filtration wird solange fortgesetzt, bis der gesamte Überstand der Zentrifugation das Filter passiert hat. Ist in Ausnahmefällen die Filtration nach 2 Stunden noch unvollständig, so wird die Filtration abgebrochen und mit dem unvollständigen Filtrat weitergearbeitet. Das Volumen des Filtrates wird bestimmt.

ANMERKUNG: Sind bei der Elution weitere flüssige Phasen entstanden, so sind diese abzutrennen und gegebenenfalls zu untersuchen. Die Ursache für die Entstehung organischer Phasen während der Elution ist in jedem Fall abzuklären, da bei diesen Materialien eine deutlich erhöhte Mobilisierung organischer Schadstoffe erwartet werden muß. Die Qualität und Quantität dieser Phasen ist im Prüfbericht zu vermerken.

5.5 Vorbereitung des filtrierten Eluates für die chemische Analytik

Das gewonnene filtrierte Eluat wird in eine entsprechende Anzahl Teilproben für die jeweils durchzuführende Analytik aufgeteilt. Die chemische Analyse der relevanten Parameter erfolgt nach den jeweils gültigen DIN/EN/ISO-Normen der Wasseranalytik unter Beachtung der dort angegebenen Anwendungsbereiche. Kann die Analytik nicht unmittelbar nach der Elution erfolgen, ist eine parameterspezifische Stabilisierung nach DIN/ISO 5667 Teil 3 bzw. den jeweils gültigen DIN/ISO-Normen der Wasseranalytik durchzuführen.

Für die Schwermetallanalyse ist eine Teilprobe des Eluats mit Salpetersäure auf einen pH < 2 anzusäuern. Bei der Konservierung entstehende Niederschläge dürfen nicht abgetrennt und verworfen werden. Ist eine Suspendierung des Niederschlags und die direkte Analyse der Suspension nicht möglich, ist ein geeigneter Säureaufschluß des Filtrates z. B. nach DIN 38414 E22, 9.2 durchzuführen.

5.6 Angabe des Ergebnisses

5.6.1 Ermittlung des Ergebnisses

Die Konzentrationen der bei der Elution gelösten Inhaltsstoffe (Beschaffenheitsmerkmale) sind in „mg/l“ unter Berücksichtigung des Titrans-Verbrauchs auf maximal drei signifikante Stellen anzugeben.

Der Massenanteil des eluierten Stoffes in „mg/kg“, bezogen auf die Trockenmasse des Feststoffes ergibt sich nach folgender Formel:

$$c_f = c_e \cdot f \cdot \frac{V + 1000ml}{1000ml}$$

c_f : Konzentration des eluierten Stoffanteils in [mg/kg] bezogen auf die Trockenmasse

c_e : Konzentration des eluierten Stoffanteils in [mg/l] bezogen auf das Eluat

f : 10 l/kg

V : zudosiertes Volumen Salpetersäure bzw. Natronlauge in [ml]

5.6.2. Allgemeines zur Säure- bzw. Basenneutralisationskapazität

Der Versuch kann mit unterschiedlich eingestellten festen pH-Werten durchgeführt werden. Für die jeweils eingestellten pH-Werte liefert das Verfahren 2 Werte; die mobilisierbaren Stoffanteile und die Säure- bzw. Basenneutralisationskapazität.

Über den Säureverbrauch kann die Zeit berechnet werden, die vergeht, bis in dem untersuchten Material der eingestellte pH-Wert erreicht ist (Pufferkapazität).

Über die Konzentration der jeweiligen Metalle oder Metalloide werden die bei diesem pH-Wert mobilisierbaren Anteile bestimmt.

Die Titration bei pH 4 markiert den Endpunkt der Versauerungsentwicklung in Böden. Damit wird der insgesamt mobilisierbare Anteil aller Metalle bestimmt („worst case“). Je nach Stoffspektrum kann es sinnvoll sein, den pH-stat-Versuch bei höheren pH-Werten als pH 4 durchzuführen, da bestimmte Stoffe bereits vorher mobilisiert werden (z.B. Cadmium, Quecksilber und Zink).

Für die Beurteilung der Versauerungsentwicklung des Materials ist es wichtig, im Versuch kontinuierlich den Säureverbrauch in Abhängigkeit des pH-Wertes zu messen. Aus dem Säureverbrauch der pH-stat-Elution (bis min. pH 4) kann die Säureneutralisationskapazität der untersuchten Probe (SNK der Probe) bis zum End-pH-Wert abgeschätzt werden. Dieses erlaubt Rückschlüsse auf die Dauer der Versauerungsvorgänge, d.h. auf den Zeitpunkt verstärkt einsetzender Mobilisierungen.

5.6.2.2 Berechnung der Säure- bzw. Basenneutralisationskapazität

Die Säureneutralisationskapazität $ANC^{4,0}/_{24}$ berechnet sich nach (1):

$$ANC^{pH}_t : pH = 4,0; t = 24 \text{ h}$$

$$ANC^{4,0}/_{24} = (V_t \cdot c \cdot 1000) / m_T \text{ [mmol/kg]} \quad (1)$$

V_t : zutitriertes Volumen in ml nach 24 h bis zur Erreichung des pH-Wertes von :
pH =4

c : Konzentration der Salpetersäure in mol/l

m_T : Trockenmasse des eingewogenen Feststoffes in g

Die Basenneutralisationskapazität $BNC^{11,0}/_{24}$ berechnet sich nach (2):

$$BNC^{pH}_t : pH = 11,0 , t = 24 \text{ h}$$

$$BNC^{11,0}/_{24} = (V_t \cdot c \cdot 1000) / m_T \text{ [mmol/kg]} \quad (2)$$

V_t : zutitriertes Volumen in ml nach 24 h bis zur Erreichung des pH-Wertes von :
pH=11

c : Konzentration der Natronlauge in mol/l

m_T : Trockenmasse des eingewogenen Feststoffes in g

5.6.3 Angaben zu Elution und Filtration

Der Prüfbericht muß folgende Angaben beinhalten:

- Art und Herkunft des Materials (Abfall, Altlast-Verdachtsfläche, verunreinigter Boden) soweit bekannt
- Beschaffenheit des Feststoffes; umfassende Ansprache
- Verfahren für die Vorbereitung der Probe z.B. Korngrößenreduzierung
- Masse der Laboratoriumsprobe in kg (auf den Probenahmebericht verweisen)
- Anzahl der Wiederholungen der Auslaugungen
- Trockenverlust (Feuchtegehalt) des Feststoffes in % nach DIN ISO 11465 (Stand Dezember 1996)
- Material der für die Elution verwendeten Flaschen
- Masse des bei der Elution zugesetzten Wassers
- verwendete Rührvorrichtung mit Angabe der Rührfrequenz (z.B. 400 min^{-1})
- Beobachtungen und Vorkommnisse bei der Elution (z.B. Gasentwicklung, Trübstoffe, Filtrationswiederholung, Ausfällung)
- Filtrationsdruck und -dauer
- Trübung des filtrierten Eluates
- Analysenmethode (Kurzbeschreibung)
- Dokumentation des Titrationsverlaufs (pH-Kennlinie, Volumenkenlinie)
- Angabe der Konzentration der eingesetzten Säure bzw. Base
- Volumen der zudosierten Salpetersäure bzw. Natronlauge
- Angabe der Säure- bzw. Baseneutralisationskapazität
- unvermeidliche Abweichung von der hier beschriebenen Methode.

6. Anhang

Verfahrenskenndaten (Vergleichsvariationskoeffizienten (VR)¹ und Mittelwerte) zum Methodentest EW 98 T „Trogversuch“ von realem LAGA EW 98-Eluat, grobkörnigem- und verfestigtem Material; n=14 (LUA Brandenburg, 2000)

Parameter	Prüfkörper MV-Schlacke		MV-Schlacke Grobfraktion (>40 mm)		Betonbruch Grobfraktion (>40 mm)		MV-Schlacken- Eluat ²	
	VR ¹ [%]	Mittelwert	VR ¹ [%]	Mittelwert	VR ¹ [%]	Mittelwert	VR ¹ [%]	Mittelwert
pH	1,34	11,7	7,47	9,6	3,4	9,3	1,09	11,4
Leitfähigkeit [mS/m]	27,1	107	17,0	42,1	13,5	7,55	5,27	136
TOC [mg/kg]	51,9	19	89,6	11,8	76,0	15,7	25,4	30,2
Cl ⁻ [mg/kg]	17,9	250	18,5	812	49,2	9,52	43,0	1690
SO ₄ ²⁻ [mg/kg]	50,9	35,7	32,6	149	13,2	51,3	7,85	232
Cr [mg/kg]	46,8	0,024	57,0	0,058	39,8	0,009	31,3	0,029
Cu [mg/kg]	62,6	0,038	39,3	0,026	70,0	0,030	45,8	0,086
Pb [mg/kg]	131	0,24	59,1	0,013	-	-	16,3	0,44
Zn [mg/kg]	-	-	-	-	-	-	57,9	0,12

1 relative Standardabweichung ermittelt im externen Laborvergleich

2 Zur Fehlereinschätzung des analytisch-chemischen Bestimmungsschrittes an Trogversuchs-Eluaten diente die Ermittlung der Vergleichsvariationskoeffizienten im externen Laborvergleich an MV-Schlacken-Eluaten

Verfahrenskenndaten (Vergleichsvariationskoeffizienten¹ [%]) zum Methodentest EW 98p von Abfällen, Altlastenmaterial und realen pH-stat-Eluaten; n= 10²

Parameter	MV-Schlacke		Zechenstandort-Material		Shredderleichtfraktion		Saures Eluat Shredderleichtfraktion ³	Alkalisches Eluat Shredderleichtfraktion ³
	pH 4	pH 11	pH 4	pH 11	pH 4	pH 11	pH 4	pH 11
As	91,5	170,8	65,3	-	78,5	78,6	65	44,9
Cd	69,0	95,8	41,2	-	50,4	95,8	19,9	21,4
Cr	42,3	61,4	46,4	-	114,5	60,5	9,8	5,2
Cu	62,7	48,7	47,6	-	55,29	42,7	17,6	5,8
Hg	17,5		106,4	-	-	46,6	-	12,7
Ni	54,6	91,3	51,6	-	58,3	86,4	12,5	53,5
Pb	71,9	76,2	64,3	-	71,7	111,4	6,8	7,1
Zn	48,7	72,9	44,1	-	54,7	61,0	5,3	6,6
ANC	9,5	-	7,7	-	21,2	-	-	-
BNC	-	-	-	-	-	46,7	-	-

Verfahrenskenndaten (Konzentrationsmittelwerte) zum Methodentest EW 98p von Abfällen, Altlastenmaterial und realen pH-stat-Eluaten; n = 10²

Parameter	MV-Schlacke		Zechenstandort-Material		Shredderleichtfraktion		Saures Eluat Shredderleichtfraktion ³	Alkalisches Eluat Shredderleichtfraktion ³
	pH 4	pH 11	pH 4	pH 11	pH 4	pH 11	pH 4	pH 11
As [µg/l]	15	7	196	-	3	9	2	16
Cd [µg/l]	379	1	254	-	110	1	52	2
Cr [µg/l]	81	24	113	-	169	40	98	274
Cu [µg/l]	48.693	67	102	-	1270	57	800	525
Hg [µg/l]	0,2	-	4,3	-	-	0,2	-	6,9
Ni [µg/l]	3754	14	193	-	6877	13	5869	87
Pb [µg/l]	5119	67	1883	-	918	48	593	1368
Zn [µg/l]	159.560	74	16.886	-	37.28	15	20.143	1526
ANC [mmol/kg]	3968	-	11179	-	2057	-	-	-
BNC [mmol/kg]	-	-	-	-	-	167,7	-	-

- : nicht analysiert bzw. nicht analysierbar

¹ relative Standardabweichung ermittelt im externen Laborvergleich

² Anzahl der in die Berechnung eingegangenen Werte

³ Zur Fehlereinschätzung des metallanalytischen Bestimmungsschrittes an pH-stat-Eluatendioente die Ermittlung der Vergleichsvariationskoeffizienten im externen Laborvergleich an Eluaten aus Shredderleichtfraktionen

6.1 Literaturverzeichnis und normative Verweise zum Standardverfahren EW 98 S

LAGA-Richtlinie EW 77	Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen. - Bestimmung der Eluierbarkeit von festen und schlammigen Abfällen mit Wasser –
DIN 38414 Teil 4	Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S4)
Obermann, R.; Cremer, S.	Mobilisierung von Schwermetallen in Porenwässern von belasteten Böden und Deponien, Entwicklung eines aussagekräftigen Elutionsverfahrens in : Materialien zur Ermittlung und Sanierung von Altlasten, Bd. 6, LWA NRW, Düsseldorf 1992
E DIN-EN 12457	Charakterisierung von Abfällen durch Auslaugung, Eluierung, Deklarationstest für die Auslaugung von körnigem Abfall; Bestimmung der ausgelaugten Bestandteile körniger Abfälle und Schlämme.
LAGA / 20	Anforderungen an die stoffliche Verwertung von mineralischen Reststoffen/Abfällen - Technische Regeln - Mitteilung der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall
LAGA –Richtlinie PN 2/78	Richtlinien für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen - Entnahme und Vorbereitung von Proben aus festen, schlammigen und flüssigen Abfällen –
ISO/DIS 11464	Soil quality – Pretreatment of samples for physico chemical analysis
ISO/DIS 11465	Soil quality - Determination of dry matter and water content on a mass basis - Gravimetric method
ISO/DIS 10523	Water quality – Determination of pH
ISO 7888/EN 27888	Water quality - Determination of electrical conductivity (1985)
ISO/CD 13530	Water quality – Guide to analytical quality control for water analysis
ISO/DIS 5667-3	Water quality - Sampling - Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples (später auch EN 5667-3)
prEN 870	Wasserbeschaffenheit – Bestimmung suspendierter Feststoffe – Verfahren durch Abtrennung mit Filtern einer Porenweite von 0,4 bis 0,45 Mikrometer

6.2 Literaturverzeichnis zur Bestimmung der Eluierbarkeit im Trogversuch EW 98 T

- LAGA-Mitteilung 20 Anforderung an die stoffliche Verwertung von mineralischen Reststoffen/Abfällen - Technische Regeln - Mitteilung 20 der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall, Erich-Schmidt-Verlag Berlin 1997
- FGSV-Arbeitspapier Nr. 28/1 FGSV-Arbeitspapier Nr. 28/1: Umweltverträglichkeit von Mineralstoffen; Teil: Wasserwirtschaftliche Verträglichkeit; Ausgabe Okt. 1994; Forschungsgesellschaft für Straßen- und Verkehrswesen, Köln
- Wolf, Brandt) Kennziffer 15224,14. Erg.-Liefg., Dez. 1998 Güte- und Prüfbestimmungen für die Schadstoffimmobilisierung durch Verfestigung von Reststoffen/Abfällen, Hrsg. Gütegemeinschaft VBV e.V., Handbuch der Altlastensanierung (Herausg. Franzius
- LAGA-Richtlinie PN 2/78 Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen - Entnahme und Vorbereitung von Proben aus festen, schlammigen und flüssigen Abfällen; Mitteilungen der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA) 9, Erich Schmidt Verlag, Berlin 1983
- LAGA-Richtlinie EW 98 S Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen von Abfällen, verunreinigten Böden und Materialien aus dem Altlastenbereich; Teil A: Herstellung und Untersuchung von Eluat EW 98; Mitteilungen der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA) 28, Erich Schmidt Verlag, Berlin 1999
- TP HGT-StB Technische Prüfvorschriften für Tragschichten mit hydraulischen Bindemitteln, TP HGT-StB, 1994
- DIN 1048 S Prüfverfahren für Beton / Festbeton, gesondert hergestellte Probekörper
- DIN 1996-4 Prüfung von Asphalt: Herstellung von Probekörpern aus Mischgut
- DIN 18127 Baugrund: - Untersuchung von Bodenproben – Proctorversuch

DIN 38404-5	Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C); Bestimmung des pH-Wertes (C%)
DIN EN 932-1	Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen - Teil 1: Probenahmeverfahren; Deutsche Fassung EN 932-1: 1996
DIN EN 932-2	Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen - Teil 2: Verfahren zum Einengen von Laboratoriumsproben; Deutsche Fassung prEN 932-2: 1995-
DIN EN 932-5	Prüfverfahren für allgemeine Eigenschaften von Gesteinskörnungen – Teil 5: Allgemeine Prüfeinrichtungen und Kalibrierung; Deutsche Fassung prEN 932-5: 1995
DIN EN 933-1	Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen – Teil 1: Bestimmung der Korngrößenverteilung – Siebverfahren; Deutsche Fassung EN 933-1: 1997
DIN EN 27888	Wasserbeschaffenheit – Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit (ISO 7888 : 1985); Deutsche Fassung EN 27888: 1993
DIN EN ISO 5667-3	Wasserbeschaffenheit – Probenahme – Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben (ISO 5667-3: 1994); Deutsche Fassung EN ISO 5667-3: 1995
DIN EN ISO 11885	Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885: 1996); Deutsche Fassung: EN ISO 11885: 1997
DIN ISO 11464	Bodenbeschaffenheit – Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen (ISO 11464: 1994)
DIN ISO 11465	Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehaltes auf Grundlage der Masse – Gravimetrisches Verfahren (ISO 11465: 1993)
DIN V EN V 12506	Charakterisierung von Abfällen – Analyse von Eluaten; Bestimmung von pH-Wert, As, Cd, Cr-VI, Cu, Ni, Pb; Zn, Cl, NO ₂ , SO ₄ ²⁻ , März 2000.

6.3 Literaturverzeichnis zur Bestimmung der Eluierbarkeit mit wässrigen Medien bei konstantem pH-Wert (EW 98 p)

- Larm, A. et al Mobilisierbarkeit von Schwermetallen und Arsen aus Schlacken, Gläsern und Gesteinen, Anwendung des pH-stat-Verfahrens für Sonderfragestellungen bei Verwertungsvorhaben in: Nachhaltiges Niedersachsen Nr. 9, Niedersächsisches Landesamt für Ökologie (Hrsg.), Hildesheim 2000
- Obermann, P., Cremer, S Mobilisierung von Schwermetallen in Porenwässern von belasteten Böden und Deponien: Entwicklung eines aussagekräftigen Elutionsverfahrens in: Materialien zur Ermittlung und Sanierung von Altlasten Bd. 6, LWA NRW, Düsseldorf 1992
- Paschke, A. et al Comparison of 24 h and Long-Term pH_{stat} Leaching Tests for Heavy Metal Mobilization from Solid Matrices, Acta hydrochim. hydrobiol. 27 (1999) 4, 223-229
- Sommerfeld, F., Schwedt, G. Vergleich ausgewählter Elutionsverfahren zur Beurteilung der Mobilität von Metallen, Acta hydrochim. hydrobiol. 24 (1996) 6, 255-259
- DIN EN V 12920 Charakterisierung von Abfall „Methodologie zur Bestimmung des Auslaugverhaltens von Abfall unter festgelegten Bedingungen“ (Dezember 1998)