

## Bayerisches Landesamt für Umweltschutz



Anschrift: Bürgermeister-Ulrich-Str. 160  
86179 Augsburg  
Telefon: 0821-9071-0  
Telefax: 0821-9071-5556  
Internet: <http://www.bayern.de/lfu>  
E-Mail: [poststelle@lfu.bayern.de](mailto:poststelle@lfu.bayern.de)

**Ansprechpartner im LfU: Referat Z5**

## Bayerisches Landesamt für Wasserwirtschaft

Anschrift: Lazarettstraße 67  
80636 München  
Telefon: (089) 92 14-01  
Telefax: (089) 92 14-14 35  
Internet: <http://www.bayern.de/lfw>  
E-Mail: [poststelle@lfw.bayern.de](mailto:poststelle@lfw.bayern.de)

**LfW-Merkblatt Nr. 3.8/5**  
**Stand: 17. Mai 2002**

**Ansprechpartner im LfW: Referat 27**

### LfU-LfW-Merkblatt

Untersuchung von Bodenproben und Eluaten bei Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen für die Wirkungspfade Boden-Mensch und Boden-Gewässer

Dieses Merkblatt wurde gemeinsam vom Bayer. Landesamt für Umweltschutz und Bayer. Landesamt für Wasserwirtschaft erstellt.



1	Allgemeine Hinweise	3
1.1	Anwendungsbereich	3
1.2	Hinweise zur Qualitätssicherung	4
2	Probenvorbehandlung	5
2.1	Physikalisch-chemische Kenngrößen und anorganische Stoffe	5
2.2	Organische Stoffe	8
2.2.1	Leichtflüchtige organische Stoffe	8
2.2.2	Mittelflüchtige organische Stoffe	9
2.2.3	Schwerflüchtige organische Substanzen	9
3	Analysenmethoden	11
3.1	Allgemeines	11
3.2	Zusammenstellung der Analysenmethoden	11
3.2.1	Physikalisch-chemische Kenngrößen und anorganische Stoffe	13
3.2.2	Organische Parameter	19
4	Elutions- und Säulenverfahren	32
4.1	Allgemeines	32
4.2	Verfahrensauswahl	32
4.2.1	Festlegungen der BBodSchV	33
4.2.2	Hinweise zu den Vorgaben der BBodSchV	34
4.2.3	Konkretisierung der BBodSchV für Bayern	34
4.3	Verfahrenshinweise	37
4.3.1	Elution nach DIN 38414-4 modifiziert gemäß BBodSchV	37
4.3.2	pH <sub>stat</sub> -Verfahren	39
4.3.3	Bodensättigungsextrakt-Verfahren (BoSE)	39
4.3.4	Säulenversuche (für PAK)	40
5	Literatur	45
Anhang 1	Abkürzungsverzeichnis	47
Anhang 2	Normen, Technische Regeln und Methodenvorschriften	49

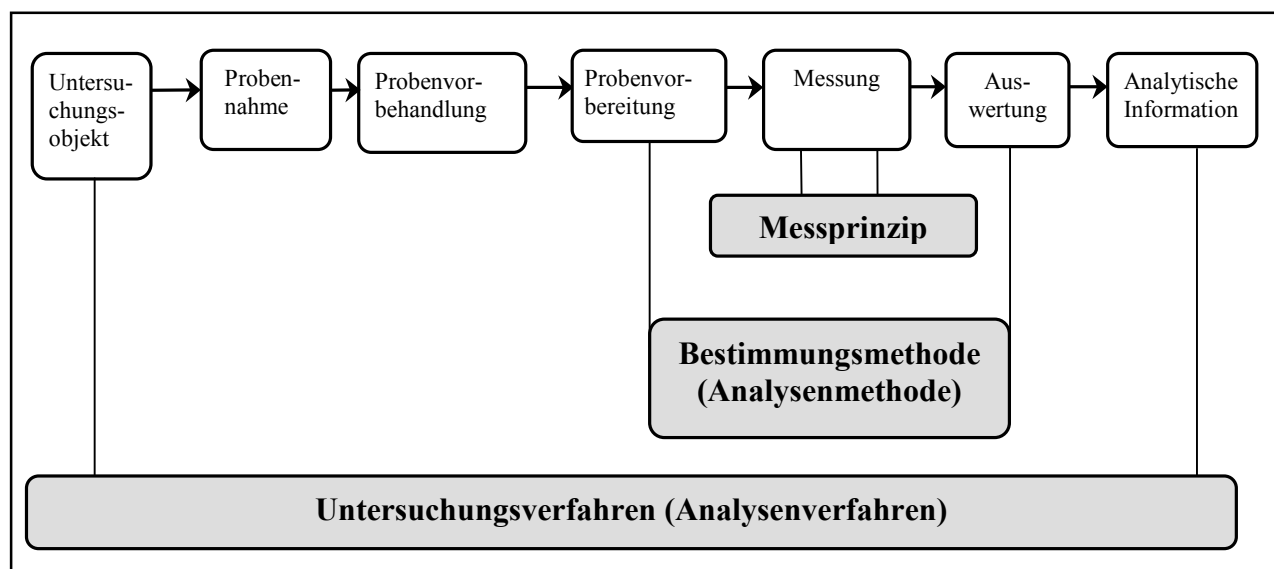


# 1 Allgemeine Hinweise

## 1.1 Anwendungsbereich

Die inhomogene Verteilung von Stoffen in Böden bei schädlichen Bodenveränderungen und Altlasten sowie die verschiedenen chemisch-physikalischen Eigenschaften der zu bestimmenden Stoffe, wie Flüchtigkeit oder Adsorptionsneigung, stellen hohe Anforderungen an die Planung und Durchführung von Probenahme, Probenvorbehandlung, Probenvorbereitung und Analyse.

Die Aussagekraft einer Untersuchung hängt von der Qualität jedes einzelnen Teilschrittes des gesamten Untersuchungsverfahrens (s. Abb. 1) ab, wobei die „Messung“ nur ein Teil des Verfahrens ist.



**Abbildung 1:** Teilschritte bei der Untersuchung von Proben

Ziel dieses Merkblatt ist es, das Vorgehen bei Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen ab Beginn der Untersuchung von Bodenproben in den Untersuchungsstellen für die Wirkungspfade Boden-Gewässer, Boden-Mensch und ggf. Boden-Pflanze durch gezielte Vorgaben zu vereinheitlichen. Damit soll die Vergleichbarkeit und Reproduzierbarkeit von Untersuchungsergebnissen verbessert und damit die Bewertungssicherheit erhöht werden.

Vorgaben zu Untersuchungsverfahren für Böden, Bodenmaterial und sonstige Materialien enthält die BBodSchV im Anhang 1 unter Nr. 3 [BBodSchV, 1999]. Hierzu gehören Vorgaben zur Probenauswahl und –vorbehandlung, zur Extraktion und Elution, zu Analysemethoden sowie Verfahren zur Abschätzung des Stoffeintrags ins Grundwasser. Andere Verfahren können gemäß Anhang 2 Nr. 3.1.2 und 3.1.3 BBodSchV angewendet werden, wenn unter Nennung der Gründe nachgewiesen und dokumentiert wird, dass deren Ergebnisse mit den Ergebnissen der in der BBodSchV vorgegebenen Verfahren gleichwertig oder vergleichbar sind.



Die BBodSchV enthält Methoden für die Probenvorbehandlung, die Analyse und z. T. auch für die Extraktion von Bodenproben zur Bestimmung von Gesamtstoffgehalten an anorganischen und organischen Stoffen. Die Vorgaben in den Kapiteln 2 (Probenvorbehandlung) und 3 (Analysemethoden) des vorliegenden Merkblattes zur Bestimmung von Gesamtstoffgehalten in Böden gelten sowohl für den Wirkungspfad Boden-Gewässer als auch für den Wirkungspfad Boden-Mensch und ggf. Boden-Pflanze.

Weiterhin enthält die BBodSchV Vorgaben zur Bestimmung von Stoffkonzentrationen in Sickerwässern und in Eluaten. Die in diesem Merkblatt in Kapitel 3 vorgegebenen Analysemethoden für wässrige Lösungen und Extrakte können auch für die Untersuchung von Sickerwasserproben und Eluaten angewendet werden, soweit die Randbedingungen der Analysenvorschriften dies zulassen. Kapitel 4 enthält Hinweise zur Anwendbarkeit und Durchführung von Elutions- und Säulenverfahren zur Emissionsabschätzung bei der Sickerwasserprognose.

Die Festlegungen der BBodSchV werden im vorliegenden Merkblatt durch Vorgaben zur Probenvorbereitung, -vorbehandlung, Analyse und zur Durchführung von Elutions- und Säulenverfahren präzisiert und ergänzt. Die aufgrund der analytischen Erfahrung der Landesämter für Umweltschutz und Wasserwirtschaft von der BBodSchV abweichende Vorgaben werden in den jeweiligen Kapiteln dieses Merkblattes begründet.

## 1.2 Hinweise zur Qualitätssicherung

In der Regel sollen die Aufgaben nach dem Bundes-Bodenschutzgesetz und nach dem Bayerischen Bodenschutzgesetz von nach § 18 BBodSchG zugelassenen Sachverständigen und Untersuchungsstellen wahrgenommen werden. Die Zulassung kann seit dem 01.01.2002 nach der Verordnung über Sachverständige und Untersuchungsstellen für den Bodenschutz und die Altlastenbehandlung in Bayern (VSU Boden und Altlasten) vom 03.12.2001 [VSU, 2001] durch das Landesamt für Wasserwirtschaft erfolgen. Dies ist bei der Erteilung des Auftrags zur Untersuchung auf Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen zu berücksichtigen.

Gemäß § 14 VSU Boden und Altlasten muss eine Untersuchungsstelle u. a. definierte personelle und gerätetechnische Voraussetzungen erfüllen. Zulassungsvoraussetzung ist auch die Erfüllung der in der Anlage 2 Teil A VSU Boden und Altlasten ausgeführten Anforderungen an die Kompetenz von Untersuchungsstellen. Gemäß Anlage 2 Teil A Nr. V VSU Boden und Altlasten sind für jeden beantragten Untersuchungsbereich die jeweils aufgeführten Untersuchungsparameter nach den angegebenen Untersuchungsverfahren von der Untersuchungsstelle nachweislich zu beherrschen und routinemäßig anzuwenden. Die fachlichen Anforderungen an die Untersuchung von Bodenproben und Eluaten in konkreten Einzelfällen werden durch die Vorgaben dieses Merkblatts bestimmt.

Soweit, längstens bis 01.01.2004, noch keine ausreichende Anzahl von geeigneten Untersuchungsstellen vom LfW zugelassen wurden, können Untersuchungsstellen wie bisher beauftragt werden (vgl. Einführungsschreiben Az. 822d-8772.2-2000/1 vom 15.01.2001 des Bayer. Staatsministerium für Landesentwicklung und Umweltfragen zur VSU Boden und Altlasten). Sie müssen also vergleichbare Anforderungen an die interne Qualitätssicherung wie die in Anlage 2 Teil A Nr. VIII VSU Boden und Altlasten beschrieben erfüllen (z. B. Teilnahme an AQS-Bayern oder Anwendung eines Qualitätssicherungssystems nach DIN EN 45001 oder DIN EN ISO/IEC 17025).



## 2 Probenvorbehandlung

I. d. R. werden Bodenproben vor Ort entnommen und zur Untersuchung in eine Untersuchungsstelle transportiert. Für den Transport, ggf. Konservierung und Lagerung von Bodenproben sind gemäß der BBodSchV die Regelungen in den entsprechenden Untersuchungs- und Analysenvorschriften (Anhang 1 Nr. 3.1.3 Tabellen 3-7 BBodSchV) bzw. bei fehlenden Vorgaben die allgemeinen Empfehlungen der E DIN ISO 10381-1 bzw. DIN EN ISO 5667-3 zu beachten. Prinzipiell sind Rückstellproben für Wiederholungsmessungen oder für bestimmte Fragestellungen (z.B. für die Analyse der für die Staubbildung relevanten Feinfraktion < 63 µm) aufzubewahren.

Um aus der in der Untersuchungsstelle angelieferten Bodenprobe eine für die jeweilige chemisch-analytische Untersuchung repräsentative Analysenprobe zu gewinnen, ist zunächst eine Probenvorbehandlung erforderlich.

Zu beachten ist, dass jegliche Art der Probenvorbehandlung (und auch Probenvorbereitung) Einfluss auf die chemischen Inhaltstoffe und Bodeneigenschaften haben kann. Die notwendige Vorbehandlung von Bodenproben unterscheidet sich grundsätzlich nach den zu untersuchenden Inhaltsstoffen.

Die Probenvorbehandlung von Bodenproben für die Bestimmung physikalisch-chemischer Eigenschaften und für anorganische Schadstoffe erfolgt gemäß BBodSchV und den Festlegungen in diesem Merkblatt nach DIN ISO 11464 (s. Kap. 2.1). Für organische Schadstoffe ist die Probenvorbehandlung gemäß BBodSchV nach E DIN ISO 14507 anzuwenden. Aufgrund des dort beschriebenen hohen Aufwandes bzw. durch das Vorgehen bedingte Minderbefunde bestimmter Stoffgruppen wird aufgrund der analytischen Erfahrung der Landesämter für Umweltschutz und Wasserwirtschaft für die Probenvorbehandlung bei Bestimmung von organischen Stoffen ein von dem o. g. Normentwurf abweichendes Vorgehen festgelegt (s. Kap. 2.2).

Vor der analytischen Bestimmung der Stoffe ist i. d. R. eine Probenvorbereitung notwendig um eine Abtrennung oder Anreicherung der zu bestimmenden Stoffe aus der Analysenprobe (z. B. durch Extraktion oder Derivatisierung) zu ermöglichen. Die parameterspezifische Probenvorbereitung ist Bestandteil der Analysenvorschrift und ist daher in der Zusammenstellung von Analysemethoden im Kap. 4 enthalten.

Im Analysenbericht ist der Zustand der in der Untersuchungsstelle eingetroffenen Proben, deren Lagerung sowie die erfolgte Probenvorbereitung zu beschreiben. Weiterhin ist die Konzentration der Stoffe in der analysierten Korngrößenfraktion bezogen auf die Trockenmasse und das Massenverhältnis der gesiebten Fraktionen sowie der Feuchtegehalt der Proben anzugeben.

### 2.1 Physikalisch-chemische Kenngrößen und anorganische Stoffe

Für physikalisch-chemische Untersuchungen und für die Bestimmung von anorganische Parametern erfolgt die Probenvorbehandlung gemäß DIN ISO 11464.

Die **homogenisierte** Bodenprobe wird gemäß DIN ISO 11464 an der Luft bzw. in einem Umlufttrockenschrank bei 40° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. **Grobanteile** (z. B. Wurzeln, Geröll) müssen zuvor manuell aussortiert werden. Art und Massenanteil des aussortierten Materials ist zu bestimmen. Ergänzend zu den Vorgaben der DIN ISO 11464 ist das aussortierte Material ggf. getrennt zu untersuchen.



Sind beim **Trocknen** des Probenmaterials **Bodenagglomerate** entstanden, werden diese mittels Handmörser möglichst fein zerstoßen. Der Feinkornanteil (Korngröße  $< 2$  mm) wird unter Verwendung von **Kunststoff- oder Edelstahlsieben** (2 mm Maschenweite) abgesiebt. In der abgesiebten Grobkornfraktion sind ggf. nun erkennbare Bodenagglomerate zu zerstoßen und der Feinkornfraktion zuzuordnen. Dabei ist sicherzustellen, dass möglichst wenig feines Material an der Grobfraktion (Korngröße  $> 2$  mm) anhaftet. Anschließend werden die **Massenanteile** der Grob- (Korngröße  $> 2$  mm) und Feinkornfraktion ( $< 2$  mm) bestimmt. Die Grobkornfraktion ( $> 2$  mm) wird ggf. gesondert untersucht.

Ein Aliquot der Fraktion  $< 2$  mm wird zur Ermittlung der **Trockensubstanz** gemäß BBodSchV nach DIN ISO 11465 bei  $105^{\circ}$  C getrocknet. Im Regelfall wird eine repräsentative Teilprobe der **Feinkornfraktion**  $< 2$  mm in einer geeigneten Mühle kontaminationsfrei auf eine gemäß BBodSchV vorgegebene **Korngröße**  $< 150 \mu\text{m}$  gemahlen und analytisch untersucht.

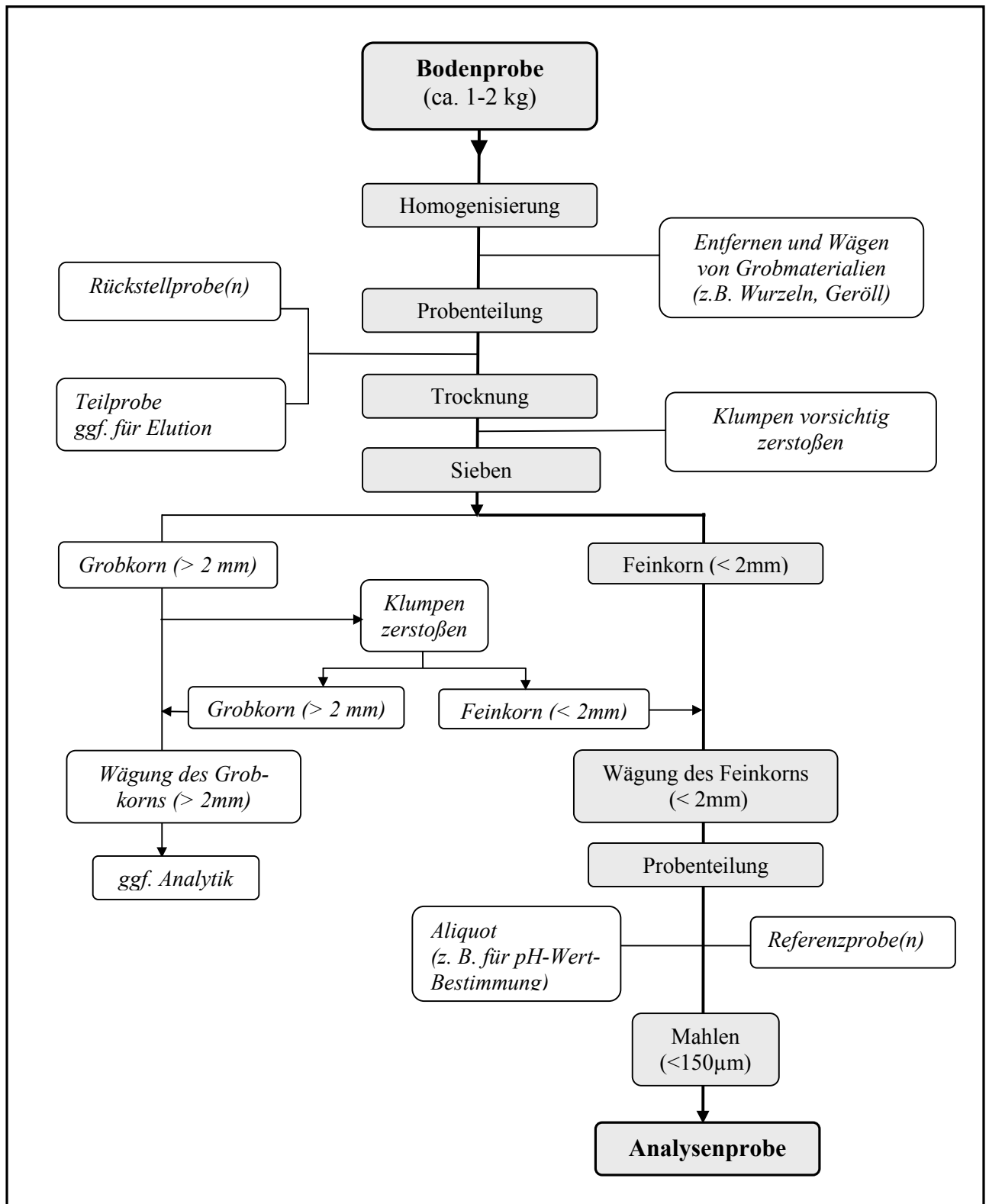
Anmerkungen:

Für die Bestimmung einiger physikalisch-chemischer Kenngrößen darf die Probe nicht gemahlen werden.

Soweit in der Bodenprobe elementares Quecksilber zu erwarten ist, muss aufgrund des hohen Dampfdruckes die Bestimmung an der Originalprobe (feldfrische Probe) vorgenommen werden.

Böden, künstliche Auffüllungen oder Altlasten können größere Anteile an belastetem Fremdmaterial (z. B. Schlackebeaufschlagungen) der Fraktion  $> 2$  mm enthalten oder überwiegend aus diesen zusammengesetzt sein. Daher kann für die Zielsetzung der Untersuchung zusätzlich (z. B. bei Verwertungsfragen) eine chemische Analyse der **Grobkornfraktion**  $> 2$  mm erforderlich sein. Zu Beginn einer Untersuchungsserie ist deshalb grundsätzlich stichprobenartig die Grobfraktion nach geeigneter Zerkleinerung der analytischen Untersuchung zuzuführen, um eine evtl. Belastung der Grobfraktion erkennen zu können. Basierend auf dem Vergleich der Analysenergebnisse für die der Fein- und Grobfraktion ist festzulegen, wie häufig für eine definierte Serie die Grobfraktion zu untersuchen ist. Gegebenenfalls ist mit der Fachbehörde abzustimmen, inwieweit eine Siebung der Bodenprobe auf eine Korngröße  $< 2$  mm unterbleiben soll. In diesem Fall wird die entsprechend getrocknete Originalprobe bzw. ein geeigneter gröberer Korngrößenschnitt nach Zerkleinerung verarbeitet. Bei Verwendung von Backenbrechern ist auf die Kontaminationsgefahr durch Chrom bzw. Nickel zu achten.

Sind Schadstoffe zu beurteilen, für die sich der **inhalative Pfad** nach den Ableitungsmaßstäben gemäß § 4 Abs. 5 BBodSchV als ausschlaggebend für die Festlegung des Prüfwertes für den Wirkungspfad Boden-Mensch erwiesen hat, wie z. B. Chrom (bzw. Chromat) oder Nickel, so ist die **Feinfraktion**  $< 63 \mu\text{m}$  aus speziell für diesen Zweck entnommenen Rückstellproben zu analysieren (s. auch Kapitel 4 des LfU-Merkblatts zur Bewertung und Untersuchung hinsichtlich des Wirkungspfads Boden-Mensch [LfU-Merkblatt, 2002]). Dazu ist zunächst die Feinfraktion  $< 63 \mu\text{m}$  mittels Trockensiebung abzutrennen. Die anschließende Aufbereitung und Analytik erfolgt gemäß den Standardverfahren.



**Abbildung 2:** Schema der Probenvorbehandlung von Böden für die Bestimmung anorganischer Stoffe und physikalisch-chemischer Kenngrößen (in Anlehnung an DIN ISO 11464)



## 2.2 Organische Stoffe

Gemäß BBodSchV ist für die Probenvorbehandlung von organischen Stoffen E DIN ISO 14507 anzuwenden. Das in diesem Normentwurf beschriebene Verfahren zur Probenvorbehandlung ist sehr aufwendig (z. B. Stickstoffkühlung) und berücksichtigt nicht die Effekte, die durch die Oberflächenvergrößerung bei der Zerkleinerung der Bodenprobe auftreten. Aufgrund der analytischen Erfahrung der Landesämter für Umweltschutz und Wasserwirtschaft wird daher ein anderes Vorgehen zur Vorbehandlung von Bodenproben vorgegeben:

Grundsätzlich ist bei der Vorbehandlung der Proben wegen verschiedener Flüchtigkeit zwischen zu bestimmenden **leichtflüchtigen-, mittelflüchtigen und schwerflüchtigen organischen Kontaminanten** zu unterscheiden. Bei der Probenvorbehandlung ist darauf zu achten, dass Verdampfungsverluste organischer Stoffe sowie Querkontaminationen vermieden werden.

Da die Prüfwerte der BBodSchV und des [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1]) sich auf die Feinfraktion beziehen, erfolgt die Bestimmung mittel- und schwerflüchtiger Stoffe i. d. R. in der Kornfraktion < 2 mm bzw. falls nicht anders möglich in der Kornfraktion < 10 mm (vgl. Kap. 2.2.2 bzw. 2.2.3) Vor Beginn einer Untersuchungsserie ist analog Kap. 2.1 auf jeden Fall zu prüfen, inwieweit die Fraktion > 2 mm bzw. > 10 mm mit den jeweiligen Stoffen belastet ist. Basierend auf dem Vergleich der Stoffgehalte in der Fraktion < 2 mm bzw. < 10 mm ist festzulegen, wie häufig die Kornfraktion > 2 mm bzw. > 10 mm im weiteren Verlauf zu untersuchen ist. Gegebenenfalls kann nach Abstimmung mit der Fachbehörde eine Siebung der Bodenprobe auf eine Korngröße < 2 mm bzw. < 10 mm unterbleiben. In diesem Fall erfolgt die Untersuchung aus der Originalprobe bzw. aus einem geeigneten gröberen Korngrößenschnitt nach Zerkleinerung.

Bei der Bestimmung von leichtflüchtigen organischen Substanzen in bindigen Bodenproben hat jegliche Trocknung bzw. sonstige Probenvorbehandlung (z. B. Siebung) zu unterbleiben.

### 2.2.1 Leichtflüchtige organische Stoffe

Obwohl bei leichtflüchtigen organischen Stoffen eine Vorbehandlung der Bodenproben nicht vorgenommen wird, kann auch die Untersuchung von in der Untersuchungsstelle angelieferten, feldfrischen Bodenproben zu unkontrollierbaren Minderbefunden führen. Die Untersuchung auf **leichtflüchtige organische Stoffe (z. B. LHKW, BTEX)** erfolgt daher aus einer bereits unmittelbar nach der Probennahme vor Ort mit Methanol überschichteten Bodenprobe, die möglichst ungestört z. B. aus einer Rammkernsonde oder frisch abgeschälten Schurfwand entnommen wird. Das Probenmaterial darf nicht verrührt werden. Die Proben werden dunkel, gekühlt bei < 10° C und aufrecht stehend in die Untersuchungsstelle transportiert und dort unmittelbar analysiert. Dieses Vorgehen ist im Handbuch Altlasten, Band 7, Teil 4 des Hessischen Landesamtes für Umwelt und Geologie [HLUG, 2000] beschrieben.

Ist eine sofortige Analyse der Probe nicht möglich, kann eine Zwischenlagerung bei mindestens –20° C für wenige Tage erfolgen. Es muss sichergestellt sein, dass bei der Lagerung keine Substanzverluste auftreten. Die Zeit zwischen Probennahme, Extraktionsschritt und Analysenbeginn ist zu dokumentieren. Der Feuchtegehalt der Probe wird gesondert bestimmt.

Bei nichtbindigen Böden ist die Entnahme und Untersuchung von Bodenluftproben der o. g. Bestimmung von Gesamtstoffgehalt leichtflüchtiger organischer Verbindungen in Bodenproben vorzuziehen. Hinweise zur Entnahme und Untersuchung von Bodenluftproben enthält [VDI Richtlinie 3865] bzw. [LfU/LfW, 2001].





### 2.2.2 Mittelflüchtige organische Stoffe

Für die Untersuchung der Bodenprobe auf **mittelflüchtige organische Stoffe (z. B. einige PAK, einige Chlorbenzole, -phenole und -pestizide, Heizöl, Terpene)** wird nichtbindiges, feldfrisches Probenmaterial in einem größeren Gefäß kontaminationsfrei **homogenisiert**. Ggf. in der Bodenprobe vorhandene größere Steine und Wurzeln werden herausgelesen (Art und Masse des **Grobmaterials** sind zu dokumentieren). Anschließend wird die Probe zur Gewinnung des Feinbodens **ohne Trocknung** durch ein Edstahlsieb mit einer Maschenweite von 2 mm gegeben. Das Verhältnis der zwei Fraktionen ist zu dokumentieren.

Bindiges feldfrisches Probenmaterial muss auf eine Korngröße < 2 mm zerteilt werden. Dies kann z. B. dadurch geschehen, dass das Probenmaterial nacheinander durch größere Edstahlsiebe mit abnehmender Maschenweite gedrückt wird. Sehr bindiges Probenmaterial kann z. B. mit einem Wiegemesser auf einer festen Unterlage zerteilt werden.

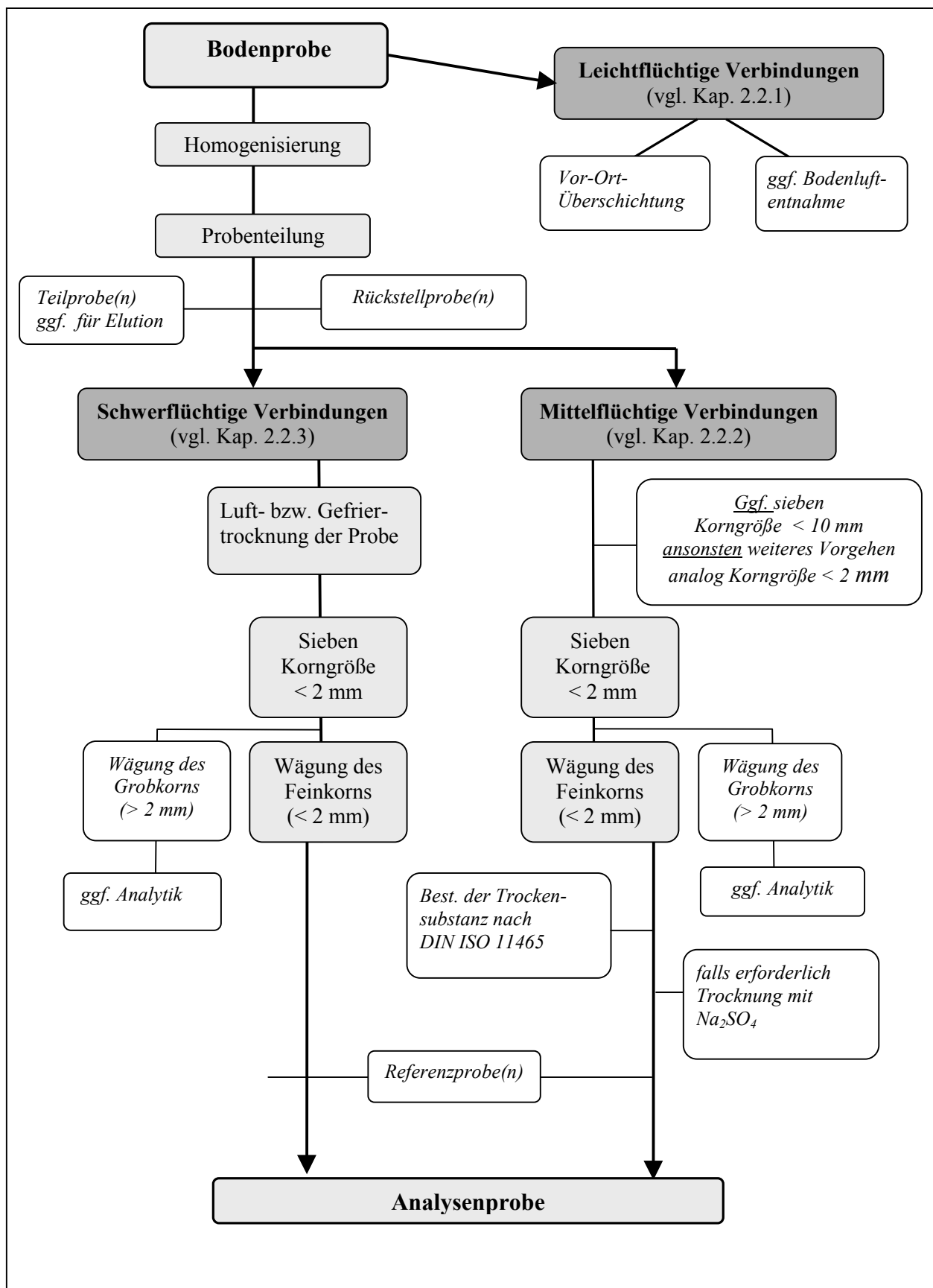
Falls Verdampfungsverluste bei der Siebung (Korngröße < 2 mm) zu erwarten sind oder eine Siebung auf diese Korngröße aufgrund der Eigenschaften der Probe nicht möglich ist, wird die Probe über ein **10 mm-Edstahlsieb** getrennt (im Analysenbericht angeben und begründen).

Ein repräsentativer Anteil des Feinbodens < 2 mm bzw. der Fraktion < 10 mm ist möglichst unmittelbar nach der Homogenisierung zu analysieren. Ist dies nicht möglich, kann das Probenmaterial bis zu fünf Tagen im Kühlschrank bei Temperaturen unter + 4° C zwischengelagert werden. Bei längerer Aufbewahrung muss die Probe bei – 20° C oder kälter konserviert werden. Art und Dauer der Lagerung ist zu dokumentieren. Der Feuchtegehalt der Probe wird gesondert bestimmt.

Falls für die Analyse erforderlich, erfolgt eine Trocknung der Probe durch Verreiben mit wasserfreiem Natriumsulfat.

### 2.2.3 Schwerflüchtige organische Substanzen

Für die Untersuchung auf **schwerflüchtige organische Stoffe (z. B. polychlorierte Dioxine und Furane, PCB, PAK, einige Organochlorpestizide, einige Chlorbenzole und -phenole)** erfolgt die **Homogenisierung** der Bodenprobe analog der Probenvorbehandlung für mittelflüchtige Stoffe (Kap. 2.2.2). Die Proben werden für die weitere Probenvorbereitung nach der derzeit gültigen Klärschlammverordnung (AbfKlärV) **gefrier- oder luftgetrocknet**. Bei der Gefrietrocknung der Bodenprobe nach DIN 38414-22 ist sicherzustellen, dass keine Substanzverluste sowie Querkontaminationen auftreten. Anschließend erfolgt für die Analyse eine **Siebung** des Bodens auf < **2 mm**.



**Abbildung 3:** Vereinfachtes Schema der Probenvorbereitung von Böden für die Bestimmung organischer Stoffe (gemäß Kap. 2.2)



## 3 Analysenmethoden

### 3.1 Allgemeines

Im Anhang 1 Nr. 3.1.3 Tabellen 3 bis 7 BBodSchV sind Analysenmethoden für die Bestimmung von anorganischen und organischen Stoffen in Böden, Eluaten und (Boden)Sickerwasser sowie von physikalisch-chemischen Kenngrößen in Bodenproben vorgegeben.

In diesem Merkblatt wurden in der nachfolgenden **Zusammenstellung** von Analysenmethoden für Bodenproben die in der BBodSchV vorgegebenen Methoden berücksichtigt, soweit sie für die Untersuchung von schädlichen Bodenveränderungen und Altlasten für die **Wirkungspfade Boden-Mensch und Boden-Gewässer** anwendbar bzw. für die entsprechenden Parameter validiert sind. Insbesondere für organische Parameter werden über die Vorgaben der BBodSchV hinaus z. T. andere bzw. zusätzliche Bestimmungsmethoden vorgegeben. **Abweichungen von den Vorgaben der BBodSchV** werden in den Anmerkungen zu den folgenden Tabellen kurz begründet. Soweit die in diesem Merkblatt angegebenen Methoden angewendet werden, die i. S. v. Anhang 1 Nr. 3.1.3 BBodSchV als „andere Verfahren“ zu bezeichnen sind, gilt als nachgewiesen, dass deren Ergebnisse mit den in den dortigen Tabellen 3 bis 7 angegebenen Verfahren gleichwertig oder vergleichbar sind.

Die **Auswahl der Bestimmungsmethoden** beruhen auf den Vorgaben der BBodSchV, auf dem neuesten Stand der nationalen und internationalen Normung der Wasser- und Feststoffanalytik, auf Erfahrungen des Bayer. Landesämter für Umweltschutz und Wasserwirtschaft im engen Austausch mit staatlichen Untersuchungsstellen anderer Bundesländer und der Mitarbeit in analytischen Arbeitskreisen.

Für weitere bei Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen relevante Parameter (s. [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1]), die in der BBodSchV nicht berücksichtigt wurden, sind in den nachfolgenden Tabellen ebenfalls analytische Bestimmungsmethoden zusammengestellt. Bei Belastungen mit Parametern, die nicht in den Tabellen dieses Merkblattes aufgeführt sind oder bei spezifischen Matrixverhältnissen sind in Abstimmung mit der zuständigen Behörde die anzuwendenden Analysenmethoden im Einzelfall festzulegen.

Die interne und externe Qualitätssicherung sind ein wesentlicher Bestandteil der Analyse. Nähere Hinweise zur QS-Anforderungen für Untersuchungsstellen enthält Kap. 1.2.

### 3.2 Zusammenstellung der Analysenmethoden

Zu den nachfolgenden Tabellen 2-13 ist Folgendes anzumerken:

- Die in der BBodSchV vorgegebenen Parameter und Bestimmungsmethoden (teilweise in aktualisierter Fassung) sind in den Tabellen **unterstrichen** dargestellt. Abweichungen von den Vorgaben der BBodSchV werden in den Anmerkungen im Anschluss an jede Tabelle kurz begründet.
- Bei den aufgelisteten Analysenmethoden handelt es sich vorwiegend um DIN-, DIN ISO- bzw. DIN EN ISO-Verfahren bzw. entsprechende in Entwürfen vorliegende Normen.
- In den nachfolgenden Tabellen 2 – 13 sind (falls vorhanden) Analysenmethoden für Bodenproben oder/und Methoden für eine zunächst erforderliche Probenvorbereitung (z. B. Aufschluss- oder Extraktionsverfahren) angegeben. Die Analyse der nach entsprechender Probenvorbereitung erhaltenen wässrigen Lösungen und Lösungen im organischen Lö



sungsmittel (Extrakt) erfolgt nach den in den Tabellen ebenfalls angegebenen Normen der Wasseranalytik.

- Unter Berücksichtigung der Randbedingungen in den Analysenvorschriften (i. d. R. Normen für die Wasseranalytik) sind die hier vorgegebenen Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen auch bei der Untersuchung von Eluat- und Sickerwasserproben anzuwenden. Nähere Vorgaben zur Erstellung von wässrigen (Säulen)Eluaten enthält das Kap. 4.
- Sind in den Tabellen mehrere Analysenmethoden angegeben, kann anhand der ergänzenden Angaben in den Tabellen (untere Anwendungsgrenze, Methodenhinweise) die jeweils für die Untersuchung geeignete Analysenmethode ausgewählt werden. Zur Bestimmung des auf die Bodenprobe bezogenen unteren Anwendungsbereiches ist auch die Probeneinwaage zu berücksichtigen. Der Wert für die untere Anwendungsgrenze kann matrixbedingt bei Bodenproben sowie bei wässrigen Lösungen und Extrakten (z. B. durch Verdünnungseffekte) höher liegen.
- Im Anschluss an die jeweiligen Tabellen werden, insbesondere für die Untersuchung auf organische Stoffe, zusätzliche Hinweise und Ergänzungen zu den angegebenen Normen gegeben.
- Die in den Tabellen und im Text dieses Kapitels zitierten Normen und sonstige Analysenvorschriften sind im Anhang 2 dieses Merkblatts zusammengestellt. Die im gesamten Merkblatt verwendeten Abkürzungen werden im Anhang 1 erläutert.



## 3.2.1 Physikalisch-chemische Kenngrößen und anorganische Stoffe

**Tabelle 1: Physikalisch-chemische Kenngrößen**

Parameter	Bestimmungsmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen	Bemerkungen	untere Anwendungsgrenze
<b>Elektrische Leitfähigkeit</b>	DIN ISO 11265	DIN EN 27888 LfW, Handb. tGewA, EA 4.1.3	Messung im Filtrat einer Bodensuspension *) LF-Elektrode **) LF-Elektrode (Bezugstemperatur 20° C)	10 µS/cm 1µS/cm 1µS/cm
<b>Glühverlust bei 550° C</b>	DIN 19684-3		Gravimetrisches Verfahren	-
<b>Korngrößenverteilung</b>	Bodenkundl. Kartieranleitung **) bzw. DIN 19682-2 E DIN ISO 11277 bzw. DIN 19683-2 DIN 18123 bzw. E DIN ISO 11277		„Fingerprobe“ im Gelände  Siebung, Dispergierung, Pipett-Analyse  Siebung, Dispergierung, Aräometermethode	-  -  -
<b>pH-Wert</b>	DIN ISO 10390	DIN 38404-5	Messung in einer Suspension von Boden und Calciumchloridlösung (pH-CaCl <sub>2</sub> ) pH-Elektrode	(± 0,01)
<b>Rohdichte</b>	DIN ISO 11272, DIN 19683-12		Trocknung bei 105° C, zurückwiegen	-
<b>Trockenmasse und Wassergehalt</b>	DIN ISO 11465		Gravimetrie	-

\*) Das Ergebnis der Leitfähigkeitsmessung ist bezogen auf 20° C anzugeben.

\*\*) Die BBodSchV empfiehlt für die Bestimmung der Korngrößenverteilung bevorzugt die „Fingerprobe“ nach der Bodenkundlichen Kartieranleitung im Gelände durchzuführen.

**Tabelle 2: Metalle, Metalloide und sonstige Kationen**

Parameter	Bestimmungs- sowie Aufschlussmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen und Extrakte	Methodenhinweise	untere Anwendungsgrenze
<b>Ammonium-Stickstoff (NH<sub>4</sub>-N)</b>	DIN 38 414-4	DIN 38 406-5-1 DIN 38 406-5-2 DIN EN ISO 11732	Wässrige Elution; Filtration gemäß BBodSchV Spektralphotometrie Maßanalyse nach Destillation Fließanalysenverfahren	0,03 mg/l 0,5 mg/l 0,01 mg/l
<b><u>Antimon (Sb)</u></b>	DIN ISO 11466	<u>analog DIN EN ISO 11969</u>  DIN 38405-32-2 DIN 38405-32-1 <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	Königswasseraufschluss <sup>*)</sup> AAS-Hydridtechnik AAS-Hydridtechnik Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,001 mg/l 0,001 mg/l 0,002 mg/l 0,1 mg/l 0,0002 mg/l
<b><u>Arsen (As)</u></b>	<u>analog E DIN ISO 11047</u>  <u>DIN ISO 11466</u>	  <u>DIN EN ISO 11969</u> <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	Graphitrohr AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss AAS-Hydridtechnik ICP-OES ICP-MS	0,002 mg/l  0,001 mg/l 0,1 mg/l 0,001 mg/l
<b>Barium (Ba)</b>	DIN ISO 11466	DIN EN ISO 11885 DIN 38406-28 analog DIN EN ISO 5961 DIN 38406-29	Königswasseraufschluss <sup>*)</sup> ICP-OES Flammen-AAS Graphitrohr-AAS ICP-MS	0,01 mg/l 0,1 mg/l 0,5 mg/l 0,0005 mg/l
<b><u>Blei (Pb)</u></b>	<u>E DIN ISO 11047</u> <u>DIN ISO 11466</u>	  <u>DIN 38406-6-1</u> <u>DIN 38406-6-2</u> <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss Flammen-AAS Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,005 mg/l  0,5 mg/l 0,002 mg/l 0,1 mg/l 0,0002 mg/l
<b>Bor (B)</b>	DIN ISO 11466	DIN 38405-17 DIN EN ISO 11885 DIN 38406-29	Königswasseraufschluss Spektralphotometrie (mit Azomethin-H) ICP-OES ICP-MS	0,05 mg/l  0,05 mg/l 0,01 mg/l
<b><u>Cadmium (Cd)</u></b>	<u>E DIN ISO 11047</u> <u>DIN ISO 11466</u>	  <u>DIN EN ISO 5961-HA2</u> <u>DIN EN ISO 5961-HA3</u> <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss Flammen-AAS Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,0003 mg/l  0,05 mg/l 0,0003 mg/l 0,01 mg/l 0,0005 mg/l
<b>Calcium (Ca)</b>	DIN ISO 11466	DIN EN ISO 7980 DIN EN ISO 11885 DIN 38406-29	Königswasseraufschluss Flammen-AAS ICP-OES ICP-MS	0,2 mg/l 0,02 mg/l 0,05 mg/l

\*) BaSO<sub>4</sub> wird nicht vollständig aufgeschlossen



Fortsetzung Tab. 2

Parameter	Bestimmungs- sowie Aufschlussmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen und Extrakte	Methodenhinweise	untere Anwendungsgrenze
<b>Chrom, gesamt (Cr, ges.)</b>  (Chromat s. Tab. 3)	<u>E DIN ISO 11047</u> <u>DIN ISO 11466</u>	<u>DIN EN 1233-HA3</u> <u>DIN EN 1233-HA4</u> <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss*) Flammen-AAS Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,001 mg/l 0,5 mg/l 0,002 mg/l 0,01 mg/l 0,001 mg/l
<b>Eisen (Fe)</b>	DIN ISO 11466	DIN 38406-32-1 DIN 38406-32-2 DIN EN ISO 11885 DIN 38406-29	Königswasseraufschluss**) Flammen-AAS Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,1 mg/l 0,005 mg/l 0,02 mg/l 0,01 mg/l
<b>Kalium (K)</b>	DIN ISO 11466	DIN ISO 9964-3 DIN EN ISO 11885 DIN 38 406-13 DIN 38406-29	Königswasseraufschluss Flammenphotometrie ICP-OES Flammen-AAS ICP-MS	0,1 mg/l 0,1 mg/l 1 mg/l 0,05 mg/l
<b>Kobalt (Co)</b>	<u>E DIN ISO 11047</u> DIN ISO 11466	<u>DIN 38 406-24-1</u> <u>DIN 38 406-24-2</u> <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss Flammen-AAS Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,002 mg/l 0,2 mg/l 0,002 mg/l 0,01 mg/l 0,0002 mg/l
<b>Kupfer (Cu)</b>	<u>E DIN ISO 11047</u> <u>DIN ISO 11466</u>	<u>DIN 38 406-7-1</u> <u>DIN 38 406-7-2</u> <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss Flammen-AAS Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,002 mg/l 0,1 mg/l 0,002 mg/l 0,01 mg/l 0,001 mg/l
<b>Magnesium (Mg)</b>	DIN ISO 11466	DIN EN ISO 7980 DIN EN ISO 11885 DIN 38406-29	Königswasseraufschluss Flammen-AAS ICP-OES ICP-MS	0,1 mg/l 0,0005 mg/l 0,001 mg/l
<b>Mangan (Mn)</b>	<u>E DIN ISO 11047</u> DIN ISO 11466	DIN 38406-33-2 DIN 38406-33-1 DIN EN ISO 11885 DIN 38406-29	AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss Graphitrohr-AAS Flammen-AAS ICP-OES ICP-MS	0,0003 mg/l 0,001 mg/l 0,1 mg/l 0,002 mg/l 0,003 mg/l
<b>Molybdän (Mo)</b>	DIN ISO 11466	analog DIN EN ISO 5961 <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	Königswasseraufschluss Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,001 mg/l 0,03 mg/l 0,0003 mg/l

\*) Chrom wird bei mineralischen Feststoffen zu 30-70% nicht aufgeschlossen

\*\*) hochgeglühte Fe-Oxide werden nicht vollständig aufgeschlossen



Fortsetzung Tab. 2

Parameter	Bestimmungs- sowie Aufschlussmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen und Extrakte	Methodenhinweise	untere Anwendungsgrenze
<b>Natrium (Na)</b>	DIN ISO 11466	DIN ISO 9964-3 DIN 38 406-14 DIN EN ISO 11885 DIN 38406-29	Königswasseraufschluss Flammen-Photometrie Flammen-AAS ICP-OES ICP-MS	1 mg/l 0,1 mg/l 0,1 mg/l 0,01 mg/l
<b>Nickel (Ni)</b>	<u>E DIN ISO 11047</u> <u>DIN ISO 11466</u>	<u>DIN 38 406-11-1</u> <u>DIN 38 406-11-2</u> <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss Flammen-AAS Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	2 µg/l 0,2 mg/l 0,005 mg/l 0,002 mg/l 0,001 mg/l
<b>Quecksilber (Hg)</b>	<u>E DIN ISO 16772</u> <u>DIN ISO 11466</u>	DIN EN 12338  <u>DIN EN 1483</u>	Kaltdampf-AAS Königswasseraufschluss Kaltdampf-AAS nach Anreicherung durch Amalgamtechnik Kaltdampf-AAS	0,01 mg/kg 0,00001mg/l 0,0001mg/l
<b>Selen (Se)</b>	DIN ISO 11466	<u>DIN 38 405-23-1</u> <u>DIN 38 405-23-2</u> <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	Königswasseraufschluss Graphitrohr-AAS AAS-Hydridtechnik ICP-OES ICP-MS	0,005 mg/l 0,001 mg/l 0,1 mg/l 0,01 mg/l
<b>Thallium (Tl)</b>	<u>E DIN ISO 20279</u> <u>analog E DIN ISO 11047</u> <u>DIN ISO 11466</u>	DIN 38 406-26 <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	AAS nach HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -Aufschluss AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,005 mg/l 0,05 mg/l 0,001 mg/l
<b>Vanadium (V)</b>	DIN ISO 11466	analog DIN EN ISO 5961 analog DIN EN ISO 5961 DIN EN ISO 11885 DIN 38406-29	Königswasseraufschluss Flammen-AAS Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	1 mg/l 0,005 mg/l 0,01 mg/l 0,0001 mg/l
<b>Zink (Zn)</b>	<u>E DIN ISO 11047</u> <u>DIN ISO 11466</u>	<u>E DIN 38 406-8</u> <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	AAS nach Aufschluss Königswasseraufschluss Flammen-AAS ICP-OES ICP-MS	0,05–10 µg/l 0,05 mg/l 0,01 mg/l 0,001 mg/l
<b>Zinn (Sn)</b>	DIN ISO 11466	analog DIN EN ISO 11969 analog DIN EN ISO 5961 <u>DIN EN ISO 11885</u> DIN 38406-29	Königswasseraufschluss AAS-Hydridtechnik Graphitrohr-AAS ICP-OES ICP-MS	0,005 mg/l 0,01 mg/l 0,1 mg/l 0,001 mg/l





### **Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 2:**

Gemäß BBodSchV erfolgt die Bestimmung der Schwermetallgehalte in Bodenproben im allgemeinen nach Aufschluss mittels Königswasser analog DIN ISO 11466 aus gemahlene Proben (Korngröße < 150 µm). Dabei ist zu berücksichtigen, dass gegenüber einem Totalaufschluss bei den Elementen Aluminium, Antimon, Arsen, Beryllium, Chrom, Eisen, Kalium, Molybdän, Natrium, Technetium, Titan, Vanadium, Wismut und Zinn i. d. R. Minderbefunde auftreten.

Die im Anhang 1 Nr. 3 Tabelle 4 und 6 BBodSchV genannten Methoden für die Bestimmung von Schwermetallen in Boden-, Sickerwasser und Eluaten wurden in dieser Tabelle berücksichtigt. Die Bestimmung der einzelnen Schwermetalle in den Aufschlusslösungen erfolgt gemäß BBodSchV in Anlehnung an die entsprechenden DIN-Normen der Wasseranalytik mit der optischen Plasma-Spektrometrie (ICP-OES), der Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) oder mit den verschiedenen Methoden der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS mit Flamme, Graphitrohr oder Hydridtechnik). Bei der Analyse von Thallium mittels Graphitrohr-AAS (DIN 38406-26) nach Königswasseraufschluss treten bei zu hohen Veraschungstemperaturen Minderbefunde durch flüchtige Thalliumhalogenide auf. Es wird daher empfohlen, die Thalliumbestimmung aus einem HNO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Aufschluss gemäß E DIN ISO 20279 durchzuführen.

Bei Anwendung der auch in der BBodSchV vorgegebenen E DIN ISO 11047 erfolgt die Bestimmung einiger Schwermetalle in Bodenproben mittels AAS-Verfahren nach einem Aufschluss (i. d. R. mit Königswasser).

Es wird empfohlen, die Elemente Antimon, Arsen und Zinn bevorzugt mittels Atomabsorptionsspektrometrie nach DIN EN ISO 11969 bzw. Plasma-Massenspektrometrie nach DIN 38406-29 zu bestimmen.



Tabelle 3: Anionen

Parameter	Bestimmungs- sowie Aufschluss- bzw. Extraktionsmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen und Extrakte	Methodenhinweise	untere Anwendungsgrenze
<b>Chlorid (Cl<sup>-</sup>)</b>	DIN 38414-4*)	DIN 38 405-1-1	Wässrige Elution	5 mg/l
		DIN 38 405-1-2	Maßanalyse	7 mg/l
		DIN 38 405-1-3	Potentiometrische Titration mit Silbernitrat	10 mg/l
		DIN EN ISO 10304-1/2	Coulorimetrische Titration mit Silberionen Ionenchromatographie	0,1 mg/l
<b>Chromat (Cr VI)</b>	DIN 19734		Spektralphotometrie nach Extraktion	1 mg/kg
		DIN 38 405-24	Spektralphotometrie	0,05 mg/l
		DIN EN ISO 10304-3	Ionenchromatographie	0,05 mg/l
<b>Cyanid (CN<sup>-</sup>)</b> - <u>gesamt</u>  - <u>leicht freisetzbar</u>	E DIN ISO 11262		Spektralphotometrisch und Volumetrisch	< 0,5 mg/kg
		E DIN EN ISO 14403	Fließanalyseverfahren	0,02 mg/l
		DIN 38 405-13-1	Spektralphotometrie	0,02 mg/l
		DIN 38 405-14-1	Spektralphotometrie (gering belastetes Wasser)	0,05 mg/l
		DIN 38 405-13-2	Spektralphotometrie	0,02 mg/l
		DIN 38 405-14-2	Spektralphotometrie (gering belastetes Wasser)	0,02 mg/l
<b>Fluorid (F<sup>-</sup>)</b>	DIN 38414 -4*)		Wässrige Elution	
		DIN EN ISO 10304-1/2	Ionenchromatographie	0,1 mg/l
		DIN 38 405-4-1	Fluorid-Ionenselektive Elektrode	0,1 mg/l
		DIN 38 405-4-2	Bestimmung nach Aufschluss und Destillation des gesamten anorganisch gebundenen Fluorides	0,2 mg/l
<b>Nitrat (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)</b>	DIN ISO 14255 DIN 38414 -4**)		Fließanalytik	
			Wässrige Elution	
		DIN 38405-9-2	Spektralphotometrie	0,2 mg/l
		LfW, Handb. tGewA, EA 4.1.5	Spektralphotometrie mittels Salicylatmethode	1 mg/l
		DIN EN ISO 13395	Fließanalysenverfahren	0,02 mg/l
DIN EN ISO 10304-1/2	Ionenchromatographie	0,1 mg/l		
<b>Nitrit (NO<sub>2</sub><sup>-</sup>)</b>	DIN ISO 14255 DIN 38 414-4*)		Fließanalytik	
			Wässrige Elution	
		DIN EN 26777	Spektralphotometrie	0,005 mg/l
DIN EN ISO 10304-1/2	Ionenchromatographie	0,1 mg/l		
<b>Sulfat (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)</b>	DIN ISO 11048		Maßanalyse	
		DIN 38405-5-1,-2	Gravimetrie (wasser- und säurelösliches Sulfat)	10 mg/l
		DIN EN ISO 10304-1/2	Ionenchromatographie	0,1 mg/l
<b>Sulfid (S<sup>2-</sup>)</b> – gelöst - leicht freisetzbar	DIN 19684-9	DIN 38405-26	Spektralphotometrie	0,04 mg/l
		DIN 38405-27	Spektralphotometrie	0,04 mg/l

\*) Bei der Herstellung von Eluaten gemäß DIN 38414-4 sind in jedem Fall die zusätzlichen Hinweise zur Filtration gemäß BBodSchV zu beachten (s. a. Kap. 4.3.2). Die Anwendung der DIN 38414-4 erfasst nur die löslichen Verbindungen dieser Ionen. Ist die Bestimmung schwerlöslicher Verbindungen erforderlich, ist in Abstimmung mit der Fachbehörde ein geeignetes Verfahren festzulegen.



### **Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 3:**

Die gemäß Anhang 1 Nr. 3 Tabellen 4 und 6 BBodSchV vorgegebenen Bestimmungsmethoden für Cr (VI) und Cyanide in Bodenproben sowie für Cr (VI), Cyanide und Fluorid in Sickerwässern und Eluaten sind anzuwenden.

Die wässrige Elution von Bodenproben nach DIN 19734 für Cr (VI) erfasst nur die wasserlöslichen Chromate, während das schwerlösliche Blei- oder Calciumchromat nicht erfasst wird.

Für die Überprüfung des in der BBodSchV angegebenen Prüfwertes für Chromat (Cr VI) von 8 µg/l im Sickerwasser existiert derzeit keine genormte Analysenmethode mit ausreichend niedriger Bestimmungsgrenze. Die Bestimmung von Chromat in wässrigen Proben sollte deshalb nach chromatographischer Abtrennung von Chrom (III) mittels atomspektrometrischer Methoden erfolgen.

#### **3.2.2 Organische Parameter**

Für die Analytik organischer Stoffe in Bodenproben aus schädlichen Bodenveränderungen und Altlasten gibt es derzeit nur wenige standardisierte Untersuchungsverfahren. Die im folgenden aufgelisteten Analysenmethoden dienen der Vereinheitlichung der bisherigen Praxis.

In der Regel erfolgt die Untersuchung von Böden auf organische Stoffe nach entsprechender Extraktion der zu bestimmenden Parameter mit geeigneten Lösemitteln und Reinigung der Extrakte. Die Probenvorbereitung und Extraktreinigung ist jedoch schwieriger als für Wasserproben und häufig noch nicht standardisiert. Die Detektion der jeweiligen Parameter erfolgt in der Regel nach gaschromatographischer Trennung (GC) mittels Flammen-Ionisations-Detektor (FID), Elektronen-Einfang-Detektor (ECD) bzw. Massenspektrometrie (MS). Die Massenspektrometrie (MS) kann häufig alternativ zum ECD bzw. FID eingesetzt werden und ist bei komplexen Chromatogrammen für eine eindeutige Identifizierung der Substanzen in jedem Falle erforderlich. Für den Nachweis von PAK und einigen Herbiziden stehen zusätzlich Hochleistungsflüssigkeitschromatographie-Verfahren (HPLC) zur Verfügung.

Die Quantifizierung der jeweiligen Parameter erfolgt über externe Standards. Die Extraktions-/Aufreinigungsverluste werden über einen geeigneten internen Standard korrigiert. Bei Verwendung von GC-MS-Systemen sind möglichst isopenmarkierte interne Standards einzusetzen. Die Wiederfindungsraten des Gesamtverfahrens sind zu dokumentieren.

#### Anmerkung:

Die absolute Extraktionsausbeute ist bei festen Proben grundsätzlich nicht bestimmbar!

Die Wirksamkeit des eingesetzten Extraktionsverfahrens ist bei nicht normierten Verfahren für die jeweils vorliegende Matrix, z. B. durch wiederholte Extraktion mit anderen Lösemitteln, zu überprüfen. Die maximal erreichbare Extraktionskonzentration wird als "vollständig erschöpfende Extraktion" (Extraktionsausbeute 100 %) betrachtet.

Zu beachten sind die Erläuterungen bzw. Ergänzungen zu Methodenhinweisen für die in den Tabellen angegebenen Analysenmethoden im Anschluss an jede Tabelle.

#### Untersuchung von Bodenluftproben

In den Tabellen ist die Bestimmung von leichtflüchtigen organische Stoffen in Bodenluftproben (z. B. BTEX, LHKW) nicht berücksichtigt. Diese Bestimmung erfolgt gaschromatographisch entweder nach Anreicherung auf geeignete Adsorber sowie anschließender Ex



traktion mit organischen Lösungsmitteln bzw. Thermodesorption gemäß VDI-Richtlinie 3865 Blatt 3 oder durch direkte Injektion der Bodenluft (z. B. nach Probennahme mit einem Gas-sammelgefäß) nach VDI-Richtlinie 3865 Blatt 4.

**Tabelle 4: BTEX – Leichtflüchtige aromatische Kohlenwasserstoffe<sup>\*)</sup>**

Parameter	Bestimmungs- sowie Extraktionsmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen und Extrakte	Anmerkungen	untere Anwendungsgrenze
<b><u>BTEX</u></b>	HLUG, Handbuch Altlasten Bd. 7, Teil 4	DIN 38 407-9-1 bzw. ISO 11423-1 DIN 38 407-9-2 bzw. ISO 11423-2 E DIN EN ISO 15680	Vor-Ort-Stabilisierung mit Methanol; Analyse mit GC-MS bzw. GC-FID Dampfraum-GC-FID als Screeningverfahren Extraktion z. B. mit Pentan, GC-FID-Analyse Purge- und Trap-Verfahren mit GC-MS- oder GC-FID (ggf. GC-PID) - Analyse	1-10 mg/kg 5 µg/l 5 µg/l 0,02-0,05 µg/l

\*) Definition gemäß [Lfw-Merkblatt Nr. 3.8/1]

#### **Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 4:**

##### Bodenproben

Aufgrund der hohen Flüchtigkeit von Benzol und der homologen monocyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (z. B. Ethylbenzol, Toluol, Xylole) ist es gemäß Handbuch Altlasten, Band 7, Teil 4 der HLUG notwendig, eine Bodenprobe bereits bei der Probennahme durch Überschichten mit Methanol zu stabilisieren (s. a. Kap. 2.2.1). Nach Zurückwiegen der Probengefäße in der Untersuchungsstelle werden die Proben geschüttelt (30 Minuten, bei ca. 125 U / min auf einem Horizontalschüttler) und nach dem Absetzen der Feststoffphase ein definiertes Volumen (ca. 1 bis 2 ml) entnommen sowie mit GC-MS bzw. GC-FID bestimmt. Die Analyse des Extraktes kann alternativ auch nach den in Spalte 2 der Tabelle 4 vorgegebenen Methoden für wässrige Lösungen bzw. Extrakte erfolgen.

##### Wässrige Lösungen, Extrakte, Sickerwasser und Eluate

Gemäß Anhang 1 Nr. 3 Tabelle 7 BBodSchV soll die Bestimmung der BTEX und von Benzol als Einzelstoff im Sickerwasser nach DIN 38407-9 mittels GC-FID erfolgen. Um jedoch die notwendige Bestimmungsgrenze im Hinblick auf den Prüfwert der BBodSchV von 1 µg/l für Benzol in Sickerwasser zu erreichen, ist abweichend von der BBodSchV bei Analyse nach DIN 38407-9-1/-2 bzw. ISO 11423-1/-2 die Massenspektrometrie (MS) statt eines Flammenionisationsdetektor (FID) einzusetzen. Alternativ ist das empfindlichere Purge-and Trap-Verfahren gemäß E DIN EN ISO 15680 mit GC-MS oder GC-PID anzuwenden. Diese methodischen Abweichungen von der BBodSchV werden auch bei der Analyse der Summe BTEX empfohlen.

Die Messung mit einem Flammenionisationsdetektor (FID) wird nur dann empfohlen, wenn sichergestellt ist, dass keine Störungen durch andere leichtflüchtige Kohlenwasserstoffe auftreten. Eine eindeutige Zuordnung der Messsignale (Peaks) zu einzelnen Aromaten gibt es nur durch Messung mit einem Massenspektrometer (MS) oder (richtig eingestelltem) Photoionisationsdetektor (PID).

**Tabelle 5: Chlorbenzole**

Parameter	Bestimmungs- sowie Extraktionsmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen und Extrakte	Bemerkungen	untere Anwendungsgrenze
<b>Mono- bis Trichlorbenzole</b>	analog HLOG, Handbuch Altlasten Bd. 7, Teil 4	DIN EN ISO 10301	Überschichtung der Bodenprobe vor Ort mit Methanol; Bestimmung mit GC-ECD bzw. GC-MS Flüssigextraktion mit GC-ECD-Analyse bzw. GC-MS	5 µg/kg 0,1 µg/l
<b>Tri- bis Hexachlorbenzole</b>	analog SHKW (s. Tab. 9)	DIN EN ISO 6468	Extraktion mit Petrolether, chromatograph. Reinigung, Quantifizierung mit GC-ECD oder GC-MS	5 µg/kg 0,01 µg/l
<b><u>Hexachlorbenzol</u></b>	<u>E DIN ISO 10382</u> bzw. VDLUFA-Methodenbuch, Band VII	<u>DIN 38407-2</u> bzw. DIN EN ISO 6468	Extraktion mit Wasser/ Aceton/ Petrolether, Chromatograph. Reinigung, Quantifizierung mit GC-ECD oder GC-MS Flüssigextraktion; ggf. Vorreinigung Bestimmung mit GC-ECD	10 µg/kg 0,01 µg/l

**Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 5:**

In Abhängigkeit von ihrem Siedepunkt werden die Mono- bis Trichlorbenzole entsprechend den LHKW oder BTEX-Aromaten extrahiert und bestimmt. Die Analyse auf Tri- bis Pentachlorbenzole und Hexachlorbenzol wird analog den SHKW (s. Tab. 9) durchgeführt. Die im Anhang 1 Nr. 3 Tabellen 5 und 7 BBodSchV vorgegebenen Analysemethoden für Hexachlorbenzol in Bodenproben bzw. Chlorbenzol in Sickerwasser wurden in der Zusammenstellung von Analysemethoden für Hexachlorbenzol in dieser Tabelle berücksichtigt.


**Tabelle 6: LHKW- Leichtflüchtige halogenierte Kohlenwasserstoffe<sup>\*)</sup>**

Parameter	Bestimmungs- sowie Extraktionsmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen und Extrakte	Bemerkungen	untere Anwendungsgrenze
<b>LHKW</b>	HLUG, Handbuch Altlasten Bd. 7, Teil 4		Überschichtung einer Bodenprobe vor Ort mit Methanol, Analyse mit GC-ECD/ GC-MS	1-10 mg/kg
		<u>DIN EN ISO 10301</u>	Extraktion mit Pentan o. Hexan, GC-ECD-Analyse	0,01-5 µg/l
		DIN 38407-5	Dampfraumanalyse mit GC-ECD (zulässig ist auch GC-MS)	0,01-5 µg/l
		analog E DIN EN ISO 15680 (analog E DIN 38407-19)	Purge- and Trap-Analyse mit GC-ECD oder auch GC-MS	0,01-1 µg/l

\*) Definition gemäß [Lfw-Merkblatt Nr. 3.8/1]. Weitere Einzelsubstanzen sind der Tabelle 1 der DIN 38 407- 5 zu entnehmen.

### Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 6:

#### Bodenproben

Die Bestimmung der LHKW in Bodenproben erfolgt gemäß Handbuch Altlasten, Band 7, Teil 4 des HLUG nach Stabilisierung der Bodenprobe bei der Probennahme mittels Methanol (analog den BTEX-Aromaten) mit Kapillargaschromatographie (GC) gekoppelt mit einem Massenspektrometer (MS) bzw. mit einem Elektroneneinfangdetektor (ECD). Die Analyse des Extraktes kann alternativ auch nach den in der Tabelle 6 vorgegebenen Methoden für wässrige Lösungen bzw. Extrakte erfolgen.

#### Wässrige Lösungen, Extrakte, Sickerwasser und Eluate

Gemäß Anhang 1 Nr. 3 Tabelle 7 BBodSchV erfolgt die Bestimmung von LHKW im Sickerwasser nach DIN EN ISO 10301. Alternativ kann auch die Dampfraumanalyse (bzw. Head-space-Technik) gemäß DIN 38407-5 bzw. die Purge- and Trap-Bestimmung analog E DIN EN ISO 15680 mittels GC- ECD bzw. GC-MS eingesetzt werden. Bei Verwendung eines ECD ist die eindeutige Identifizierung der LHKW durch Verwendung von zwei Kapillarsäulen unterschiedlicher Polarität, abzusichern. Bei gleichzeitiger Bestimmung der LHKW und BTEX erfolgt die Detektion bevorzugt durch MS.

**Tabelle 7: MKW – Mineralölkohlenwasserstoffe\*)**

Parameter	Bestimmungs- sowie Extraktionsmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen und Extrakte	Bemerkungen	untere Anwendungsgrenze
<b>MKW</b>	E DIN ISO 16703 bzw. HLUG, Handbuch Altlasten Bd. 7, Teil 3 <u>nach ISO/TR 11046</u>	DIN EN ISO 9377-2	Extraktion mit Aceton / Petrolether, Entfernung des Acetons, GC-FID-Analyse  Extraktion mit Petrolether, Analyse mit GC-FID  Extraktion mit Aceton/ Petrolether, chromatographische Reinigung, GC-FID-Analyse	100 mg/kg  75 mg/kg  100 mg/kg  0,1 mg/l

\*) Definition gemäß [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1]

### **Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 7:**

Zur Stoffgruppe der Mineralölkohlenwasserstoffe gehören gemäß BBodSchV bzw. den präzisierenden Angaben im [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1] diejenigen, integrativ erfassbaren KW, deren Retentionszeit bei gaschromatographischer Analyse zwischen den Messsignalen der n-Alkane C<sub>10</sub> und C<sub>40</sub> (Kohlenwasserstoffindex) liegen.

#### Bodenproben

Zur gaschromatographischen Bestimmung der MKW in Bodenproben ist die E DIN ISO 16703 bzw. die Bestimmungsmethode nach dem Handbuch Altlasten, Band 7, Teil 3 der HLUG anzuwenden.

#### Wässrige Lösungen, Extrakte, Sickerwasser und Eluate

Die im Anhang 1 Tabelle 7 BBodSchV vorgegebene Analysenmethode für MKW im Sickerwasser nach ISO/TR 11046 wurde eigentlich für die Bestimmung von MKW in Bodenproben entwickelt. Für wässrige Lösungen, Extrakte, Sickerwasserproben und Eluate ist daher das gaschromatographische Verfahren der DIN EN ISO 9377-2 einzusetzen. Als GC-Verfahren ermöglicht es neben der Summenauswertung zusätzlich die Identifizierung von Einzelstoffen und ggf. die Bestimmung der Art des technischen Produktes.

#### Hinweis:

Wenn im Chromatogramm einzelne Messsignale auftreten, die üblicherweise in Mineralölgemischen nicht vorkommen, dann ist durch Wiederholung der Reinigung mit Florisil zu prüfen, ob es sich bei diesen Signalen um KW handelt. Im Falle von KW müssen die Signalintensitäten im Verhältnis zu den übrigen KW gleich bleiben. Bei verhältnismäßiger Abnahme der Signale ist die Reinigung ggf. mehrfach zu wiederholen.

Höhere KW-Konzentrationen (> 50 mg/l) können gravimetrisch nach E DIN EN ISO 9377-1 quantifiziert werden, wobei durch Verdunstung der niedersiedenden Anteile Minderbefunde in Betracht zu ziehen sind. Gleichzeitig erfasst diese Methode auch die höhersiedenden KW > C<sub>40</sub>.

**Tabelle 8: PAK - Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe**

Parameter	Bestimmungs- sowie Extraktionsmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen sowie Extrakte	Methodenhinweise	untere Anwendungsgrenze
<b>PAK</b>	<u>DIN ISO 13877</u>		Kaltextraktion mit Aceton bzw. Soxhlet-Extraktion mit Toluol, Analyse mit GC-MS bzw. HPLC-FLD	0,01 mg/kg
	<u>HLUG, Handbuch Altlasten Band 7, Teil 1</u> bzw. <u>VDLUFA-Methodenbuch, Band VII</u> <u>LUA-NRW, Merkblatt Nr. 1</u>		Kaltextraktion mit Wasser/ Aceton/ Petrolether (Schüttelmethode)	
		DIN 38407-18 bzw. ISO FDIS 17993	Soxhlet-Extraktion mit Toluol (Anmerkung: ggf. Minderbefunde !) Hexan-Extraktion, HPLC-FLD/UV-Analyse	je 0,01 µg/l

**Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 8:**Bodenproben

Für die Bestimmung von Schadstoffgehalten gibt die BBodSchV im Anhang 1, Nr. 3, Tabelle 5 vier Analysenmethoden für Benzo(a)pyren und für die Summe von 16 PAK nach Liste der US-EPA vor. Die in der Tabelle 5 der BBodSchV angegebene Methode Nr. 2 gemäß Merkblatt Nr. 1 des LUA-NRW wurde in diesem Merkblatt nicht berücksichtigt, da das als Extraktionsmittel eingesetzte Tetrahydrofuran Peroxide enthalten kann, die in der Probe anwesende PAK zerstören. Alle anderen in der BBodSchV vorgegebenen Analysenmethoden für die Bestimmung von PAK in Bodenproben wurden in Tabelle 8 übernommen. Hierzu ist Folgendes anzumerken:

Die Liste der 16 Einzelstoffe gemäß US-EPA umfasst auch leichter flüchtige PAK. Demzufolge sind bei der Probenvorbereitung Schritte zu vermeiden, die zu Verlusten der leichter flüchtigen PAK (z. B. bei Anwendung des Gefriertrocknungsverfahrens, durch Wärmeentwicklung beim Mahlen in einer Kugelmühle, durch Einengen bis zur Trockene nach Soxhletextraktion) führen. Weiterhin wird die Bestimmung der zwei- und dreikernigen PAK mittels HPLC bei Verwendung von Toluol als Extraktionsmittel gestört.

Bei Anwendung der DIN ISO 13877 wird die ungetrocknete Bodenprobe mit Aceton im Ultraschallbad extrahiert. Bei dieser schonenden Extraktion treten keine Verluste leichtflüchtiger PAK auf, die Bestimmung der 16 PAK nach US-EPA-Liste ist also möglich. Falls nur die Bestimmung schwerflüchtiger PAK in Böden für die Problemstellung relevant ist, empfiehlt die DIN ISO 13877 eine Soxhletextraktion mit Toluol. Bei beiden Alternativen erfolgt die Analyse der Extrakte nach entsprechender Vorreinigung mit HPLC bzw. GC-MS.

Intensiv geprüft und validiert ist auch die Extraktion der ungetrockneten Probe durch Schütteln mit einem Gemisch aus Aceton/Wasser/Petrolether gemäß Handbuch Altlasten Bd. 7, Teil 1 der Hessischen Landesamt für Umwelt und Geologie (HLUG), weiterentwickelt aus dem Verfahren der VDLUFA.





Bei Bestimmung der PAK nach dem LUA NRW-Verfahren, ist bei leichtflüchtigen Stoffen (u. a. Naphthalin) durch die Gefriertrocknung und beim Einengen des Toluolextraktes mit Minderbefunden zu rechnen.

#### Wässrige Lösungen, Extrakte, Sickerwasser und Eluate

Im Sickerwasser sind gemäß Anhang 1 Nr. 3 Tabelle 7 BBodSchV Bestimmungsmethoden für Naphthalin und für PAK<sub>gesamt</sub> (15 PAK nach US-EPA-Liste ohne Naphthalin, ggf. unter Berücksichtigung weiterer relevanter PAK) vorgegeben.

Gemäß den Vorgaben der BBodSchV ist die Bestimmung der PAK<sub>gesamt</sub> in Sickerwasserproben mittels DIN 38407-8 durchzuführen. Da diese Norm nur die Bestimmung der 6 PAK nach der derzeit gültigen Trinkwasserverordnung vorsieht, ist sie für die Untersuchung auf die 16 PAK nach US-EPA-Liste nicht anwendbar. Die Bestimmung der PAK im Extrakt bzw. in Sickerwasserproben und Eluaten erfolgt daher mittels HPLC analog DIN 38 407-18 bzw. ISO FDIS 17993 (Gradientenelution und Detektion mit einem wellenlängenprogrammierbaren Fluoreszenzdetektor). Aus Gründen der Praktikabilität kann bei Einsatz der HPLC-Methode auf die Bestimmung von Acenaphtylen, das vom Fluoreszenzdetektor nicht erfasst wird, verzichtet werden, soweit durch die Untersuchung repräsentativer Proben mittels GC-MS nachgewiesen wurde, dass dieser Stoff im vorliegenden Fall keine Rolle spielt.

Die für die Untersuchung von Naphthalin im Sickerwasser in der BBodSchV vorgegebene Methode DIN 38407-9 ist nicht für diesen Stoff validiert. Daher wird die Anwendung gemäß DIN 38407-18 analog der Bestimmung von PAK<sub>gesamt</sub> empfohlen.

Alternativ gewinnt der Nachweis mittels Kapillargaschromatographie gekoppelt mit einem Massenspektrometer (GC-MS) unter Einsatz deuterierter interner Standardsubstanzen zunehmend an Bedeutung. Zur Absicherung der HPLC-Befunde z. B. bei "gestörten" Chromatogrammen (unzureichende Trennung, Mineralölbelastung, Peaküberlagerungen) und zur Identifizierung von PAK-haltigen technischen Produkten und sonstigen branchenspezifischen Stoffen ist die Anwendung der Massenspektrometrie an einzelnen repräsentativen Proben unverzichtbar.

Die dünn-schichtchromatographische Bestimmung von 6 PAK nach DIN 38407-7 ist als Vor-test auch für Extrakte von Bodenproben geeignet.

#### Hinweise zur Bestimmung der Art des technischen Produkts

Über die Anteile einzelner PAK an der Summe ergeben sich Hinweise auf die Herkunft (technisches Produkt) bzw. Genese der PAK. Deshalb ist im Untersuchungsbericht das Analyseergebnis jeder Einzelsubstanz anzugeben. Zur Quellenidentifizierung und Gefährdungsabschätzung kann neben der Bestimmung der 16 PAK nach US-EPA zusätzlich der Nachweis von Alkylnaphthalinen sowie ggf. von heterozyklischen polyzyklischen Aromaten (Chinoline und Isochinoline) notwendig sein.

Zu einem z. B. für Teeröl typischen Bild sind als Hauptkomponenten Naphthalin, 1-Methyl- und 2-Methylnaphthalin, Acenaphthen, Fluoren, Phenanthren, Anthracen, Fluoranthren und Pyren zu zählen. Die intensivsten Messsignale (Peaks) bei Teer sind Fluoranthren, Pyren, Phenanthren, Anthracen und Benzo(a)anthracen.



**Tabelle 9: PBSM – Organisch-chemische Stoffe zur Pflanzenbehandlung und Schädlingsbekämpfung sowie SHKW – schwerflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe**

Parameter	Bestimmungs- sowie Extraktionsmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen und Extrakte	Bemerkungen	untere Anwendungsgrenze
<b>Organochlorpestizide (z. B. Aldrin, DDT und HCH)</b> bzw. <b>Schwerflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe (SHKW)</b>	E DIN ISO 10382  <u>VDLUFÄ-Methodenbuch, Band VII</u> bzw. HLUG, Bd. 7, Teil 1	DIN EN ISO 6468  <u>DIN 38407-2</u> *)	Trocknen mit Natriumsulfat, Extraktion mit Petrolether, chromatograph. Reinigung, Analyse mit GC-ECD bzw. GC-MS  Extraktion mit Wasser/ Aceton/ Petrolether  Extraktion z. B. mit Hexan, Analyse mit GC-ECD  Extraktion mit n-Hexan oder Pentan, Analyse mit GC-ECD bzw. ggf. mit GC-MS	10 µg/kg    0,001-0,01 µg/l  0,001-0,01 µg/l
<b>Organische Stickstoff- und Phosphor-Verbindungen (z. B. Triazinherbizide)</b>	z.B. Probe mit Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> verreiben und Säule z.B. mit Methanol eluieren oder Soxhletextraktion	DIN EN ISO 11369  DIN EN ISO 10695-1	Analyse mit HPLC-UV-DAD  Analyse mit GC-PND	0,02 – 0,1 µg/l  0,05 – 0,1 µg/l
<b>Phenoxyalkan-carbonsäureherbizide</b>	s.o.	E DIN 38407-20 bzw. DIN ISO 15913	Derivatisierung mit Diazomethan, Trennung und Bestimmung mit GC-MS	0,05 µg/l
<b>Phenylharnstoffherbizide</b>	s.o.	DIN EN ISO 11369	Analyse mit HPLC-UV-DAD	0,02 µg/l

\*) Die DIN 38407-2 enthält detailliertere Informationen.

### Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 9:

Die im Anhang 1 Nr. 3 Tabelle 5 und 7 BBodSchV vorgegebenen Bestimmungsmethoden für die Organochlorpestizide Aldrin, DDT und HCH in Bodenproben und im Sickerwasser wurden in diese Tabelle 9 übernommen.



### Schwerflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe (SHKW) und Organochlorpestizide

Zu den schwer flüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen (SHKW) gehören verschiedene Organochlorpestizide, polychlorierte Biphenyle (PCB) und Chlorbenzole mit drei und mehr Chloratomen. Die Bestimmung der Organochlorpestizide (z. B.) einschließlich Hexachlorbenzol (s. Tab. 5) in Bodenproben erfolgt nach E DIN ISO 10382 bzw. nach dem Methodenbuch, Band VII des VDLUFA. Die Analyse ist gemeinsam mit den PCB (s. Tab. 10) möglich. Der Extrakt wird nach Reinigung, z. B. durch fraktionierte Elution an Kieselgel analog der im Anhang 1 Nr. 3 Tabelle 7 BBodSchV für die Bestimmung von Aldrin und DDT im Sickerwasser vorgegebenen DIN 38 407-2 bzw. alternativ nach DIN EN ISO 6468 analysiert. Der für die PAK-Bestimmung erhaltene Extrakt gemäß HLOG, Handbuch Altlasten Bd. 7 bzw. VDLUFA-Methodenbuch, Band VII Teil 1 ist auch für die Bestimmung der SHKW verwendbar. Die Detektion erfolgt nach gaschromatographischer Trennung mittels Elektroneneinfangdetektor (GC-ECD) bzw. massenspektrometrisch (GC-MS). Die Absicherung von Positivbefunden sollte mittels GC-MS durchgeführt werden.

### Organische Stickstoff- und Phosphorverbindungen:

Die Extraktion einer emissionsarm getrockneten Probe (ca. 10 - 25 g) kann mittels Methanol oder Dichlormethan im Soxhlet (3h), Soxtec (1h) oder Ultraschallbad (1h) erfolgen. Die Reinigung und Aufbereitung der Extrakte erfolgt durch fraktionierte Elution an Kieselgel.

Die Bestimmung organischer Stickstoff- und Phosphorverbindungen (z. B. Triazinherbizide) sollte analog DIN EN ISO 10695-1 mittels Gaschromatographie und Stickstoff (N)-Phosphor(P)-Detektor bzw. analog DIN EN ISO 11369 mittels Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC) und Diodenarray-Detektoren (DAD) durchgeführt werden.

### Phenylharnstoffherbizide:

Nach Extraktion der Bodenprobe und Reinigung des Extraktes gemäß der Stoffgruppe Organischer Stickstoff- und Phosphorverbindungen erfolgt die Bestimmung der Phenylharnstoffherbizide analog DIN EN ISO 11369 mittels Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC) und Diodenarray-Detektor (DAD).

### Phenoxyalkancarbonsäure-Herbizide:

Nach Extraktion der Bodenprobe und Reinigung des Extraktes gemäß der Stoffgruppe organischer Stickstoff- und Phosphorverbindungen erfolgt nach Derivatisierung mit Diazomethan o. ä. zu Methylestern die gaschromatographische Bestimmung der Phenoxyalkancarbonsäureherbizide mittels massenselektivem Detektor (GC-MS) analog DIN 38 407-20 bzw. DIN ISO 15913.

**Tabelle 10: PCB - Polychlorierte Biphenyle<sup>\*)</sup>**

Parameter	Bestimmungs- sowie Extraktionsmethode für Bodenproben	Bestimmungsmethode für wässrige Lösungen und Extrakte	Bemerkungen	untere Anwendungsgrenze
<b>PCB</b>	E DIN ISO 10382		Extraktion mit Petrolether nach chem. Trocknung	10 µg/kg
	<u>VDLUFA-Methodenbuch, Band VII</u>		Extraktion mit Wasser/ Aceton/ Petrolether	
	DIN 38 414-20		Soxhlet-Extraktion mit Pentan, Hexan o. Heptan, Analyse mit GC-ECD ggf. mit GC-MS	
	analog Anhang 1 Kap.1.3.3.1 AbfKlärV		Soxhlet-Extraktion mit Hexan	
		<u>DIN EN ISO 6468, bzw. DIN 38407-2 bzw. DIN 38407-3-1</u>	Analyse mit GC-ECD	je 0,01 µg/l
	<u>DIN 38407-3-2</u>	Analyse mit GC-ECD, Peakmustererkennung (Similarity-Index)	0,1-1 µg/l je technisches Gemisch	
	<u>DIN 38407-3-3</u>	Analyse mit GC-MS	0,01-0,05µg/l	

\*) Definition gemäß [LFW-Merkblatt Nr. 3.8/1]

### Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 10:

Im Anhang, Nr. 3 Tabelle 5 und 7 BBodSchV sind Bestimmungsmethoden für PCB in Bodenproben und im Sickerwasser vorgegeben, die – mit einer Ausnahme – in dieser Tabelle 10 berücksichtigt wurden. Nicht in diese Tabelle 10 übernommen worden ist die in der BBodSchV für die Bestimmung von PCB in Sickerwasser angegebene DIN 51527-1 (Altölverordnung), da diese ausschließlich für Altöl entwickelt wurde und somit für wässrige Lösungen und Sickerwasserproben nicht anwendbar ist.

#### Bodenproben

Bei dem in der E DIN ISO10382 beschriebenen Verfahren wird nach chemischer Trocknung der Bodenprobe mit wasserfreiem Natriumsulfat eine Kaltextraktion mit Petrolether durchgeführt.

Nach dem VDLUFA-Verfahren nach Methodenbuch, Band VII, wird zunächst der Wassergehalt der Probe gesondert bestimmt (Trockenschrankmethode bei 105° C). Für die Extraktion der ungetrockneten Probe mit einem Wasser/Aceton/Petrolether-Gemisch von 1:2:1 unter Zugabe von Natriumchlorid wird der Wassergehalt entsprechend eingestellt.

Bei Anwendung einer Soxhlet-Extraktion gemäß DIN 38414-20 bzw. dem sehr ähnlichen Verfahren nach AbfKlärV ist, durch die Gefriertrocknung und beim Einengen des Extraktes, mit Verlusten von niederchlorierten PCB zu rechnen.

#### Wässrige Lösungen, Extrakte, Sickerwasser und Eluate

Die Analyse der Extrakte bei allen Verfahren – ebenso die Bestimmung in Sickerwasserproben und Eluaten - erfolgt nach säulenchromatographischer Vorreinigung mit GC-MS oder GC-ECD. Bei Verwendung eines GC-ECD ist die Bestimmung an zwei Kapillarsäulen unterschiedlicher Polarität analog DIN 38 407-2 abzusichern. Die Quantifizierung einzelner Kon



genere erfolgt nach der Methode des internen Standards (z. B. Dekachlorbiphenyl; isotonenmarkierte Standards bei GC-MS). Bei komplexen PCB-Mustern oder schwierigen Matrices ist bei Verwendung eines ECD zusätzlich eine GC-MS-Analyse empfehlenswert. Grundsätzlich sind mit dem ECD erhaltene Ergebnisse kritisch auf ihre Plausibilität zu überprüfen (Konzentrationsverhältnis der PCB-Einzelkongenere).

Zur Identifizierung und Quantifizierung von PCB als technische Gemische (z. B. Clophen A60) mit GC-ECD (Similarity Index) oder zur Bestimmung der Chlorierungsstufen mit GC-MS ist die für Wasserproben vorgesehene DIN 38 407-3 anwendbar.

**Tabelle 11: PCDD/F - Polychlorierte Dibenzodioxine und Dibenzofurane**

Parameter	Bestimmungsmethode für Bodenproben	Bestimmungsmethode für wässrige Lösungen und Extrakte	Bemerkungen	untere Anwendungsgrenze
PCDD/F	analog Anhang 1 Kap. 1.3.3.2 AbfKlärV bzw. DIN 38414-24 <sup>*)</sup>	DEV F33	Zugabe von <sup>13</sup> C-markierten Standards, Soxhlet-Extraktion mit Toluol, säulenchromatographische Reinigung, Analyse mit GC-MS  Zugabe von <sup>13</sup> C-markierten Standards, Extraktion mit Dichlormethan, säulenchromatographische Reinigung, Analyse mit GC-MS	0,1 ng/kg  1 pg/l

\*) die beiden angegebenen Methoden sind sehr ähnlich

### Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 11:

#### Bodenproben

Bei dem gemäß der BBodSchV empfohlenen Vorgehen in Anlehnung an die Klärschlammverordnung (AbfKlärV) und nach der DIN 38414-24 werden Bodenproben mit Toluol nach Versetzen mit <sup>13</sup>C-markierten internen Standards (mindestens einer je Isomerengruppe mit Chlorsubstitution in 2,3,7,8-Stellung) im Soxhlet extrahiert. Nach mehreren säulenchromatographischen Reinigungsschritten werden die PCDD/F-Kongenere kapillargaschromatographisch aufgetrennt und massenspektrometrisch detektiert.

Die Probentrocknung erfolgt emissionsarm; in der Regel wird eine Gefriertrocknung durchgeführt.

Die Quantifizierung umfasst die siebzehn 2,3,7,8-substituierten tetra- bis octachlorierten Verbindungen als Einzelsubstanzen. Die Angabe des Ergebnisses erfolgt nach Berechnung der 2,3,7,8-TCDD-Toxizitätsäquivalente unter Zugrundelegung der internationalen Äquivalentfaktoren (NATO/CCMS 1988) ohne Einrechnung der Bestimmungsgrenzen der nicht bestimmbareren Kongenere. Für Bodenproben muss dabei eine Bestimmungsgrenze von 0,1 ng/kg TS für die Tetra- und PentaCDD/CDF, von 0,2 ng/kg TS für die HexaCDD/CDF und von 0,5 ng/kg TS für die Hepta- und OctaCDD/CDF sichergestellt werden. Die tatsächlichen Bestimmungsgrenzen sind im Analysenbericht anzugeben. Die Ermittlung der Bestimmungsgrenzen erfolgt in Anlehnung an die DIN EN 1948-3 als das Zehnfache des mittleren Rauschens der zur Quantifizierung verwendeten nativen Massenspur in unmittelbarer Nähe des zu erwartenden Peaks in einem Retentionsbereich der das Zehnfache der Peakbreite des korrespondierenden <sup>13</sup>C-Standards bei halber Signalhöhe umfasst.



Die zudem im Anhang 1 Tabelle 5 BBodSchV genannte Untersuchungsmethode gemäß VDI-Richtlinie 3499, Blatt 1 gilt für Filterstäube und ist wegen der unterschiedlichen Probenvorbereitung nicht für Böden geeignet.

**Tabelle 12: Phenole**

Parameter	Bestimmungs- sowie Extraktionsmethode für Bodenproben	Bestimmungsmethode für wässrige Lösungen und Extrakte	Methodenhinweise	untere Anwendungsgrenze
<b>Phenol-index</b>	Aufschlammung mit Wasser (s. Anmerkungen)	DIN 38 409-16-2	Spektralphotometrie nach Destillation und Farbstoffextraktion	0,01 mg/l
		DIN EN ISO 14402	Fließanalytik	0,01 mg/l
<b>Chlorphenole</b>	E DIN ISO 14154		Ultraschall-Extraktion mit Aceton/Hexan; Clean-up im alkalischen, Derivatisierung mit Essigsäureanhydrid; Quantifizierung mit GC-ECD oder GC-MS	0,1 mg/kg
		DIN EN 12673	Extraktion mit Toluol, Derivatisierung mit Acetanhydrid, GC-ECD- oder GC-MS-Analyse	0,05 – 5 µg/l

### Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 12:

#### Phenolindex

Das in der BBodSchV vorgegebene Verfahren ISO 8165-2 für Sickerwasser (s. Anhang 1 Tabelle 7 BBodSchV) ist für die Bestimmung von Phenolen nicht ausreichend validiert. Zudem kann durch diese Methode nur ein sehr begrenztes Phenolkomponentenspektrum erfasst werden. Zu Screeningzwecken ist deshalb zuerst der Phenolindex zu bestimmen. Gibt es aufgrund der historischen Erkundung Hinweise auf Produktion oder Verwendung von Phenolen sind bei einer Überschreitung des Prüfwertes bzw. des Hilfwerts 1 (s. [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1] die Einzelkomponenten mittels GC-MS zu bestimmen

Die Bestimmung des Phenolindex in Bodenproben erfolgt nach Aufschlammern der Bodenprobe im Verhältnis 1:10 (z. B. 50 g Boden mit 500 ml destilliertem Wasser) und Wasserdampfdestillation analog den in der Tabelle vorgegebenen DIN-Normen für die Wasseranalytik.



### Chlorphenole

Die Bestimmung von Chlorphenolen in Bodenproben erfolgt gemäß Anhang 1 Nr. 3 Tabelle 5 BBodSchV nach E DIN ISO 14154 durch Extraktion mit Aceton/Hexan-(1:1) nach Ansäuern der feldfrischen Probe. Das anschließende Ausschütteln des organischen Extraktes mit NaOH- sowie K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lösung dient der Abtrennung neutraler bis basischer organischer Verunreinigungen (Clean-up). Die Derivatisierung der Chlorphenole wird mit Acetanhydrid nach DIN EN 12673 bzw. E DIN ISO 14154 in der wässrigen Lösung durchgeführt.

Sowohl Extraktions- und Derivatisierungsausbeute sind mit geeigneten internen Standards (z. B. für GC-MS: 2,4,6-Trichlorphenol-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>) zu prüfen. Die gaschromatographische Bestimmung erfolgt über zwei Säulen unterschiedlicher Polarität unter Einsatz eines ECD. Alternativ oder zur Absicherung der Ergebnisse kann eine GC-MS-Analyse durchgeführt werden.

Die im Anhang 1 Nr. 3 Tabelle 7 BBodSchV vorgegebene Methode ISO 8165-2 für Sickerwasser ist für die Bestimmung von Chlorphenolen in wässrigen Lösungen, Extrakten, Sickerwasserproben und Eluaten extrem störanfällig und deshalb ungeeignet. Daher wird die Anwendung von DIN EN 12673 (GC-Analyse) empfohlen. Diese Norm wurde speziell für Chlorphenole entwickelt. Das Verfahren ist auch für Alkylphenole anwendbar.

**Tabelle 13: Sonstige organische Wirkungs- und Stoffgrößen**

Parameter	Bestimmungs- sowie Extraktionsmethoden für Bodenproben	Bestimmungsmethode für wässrige Lösungen und Extrakte	Bemerkungen	untere Anwendungsgrenze
<b>EOX</b>	DIN 38414-17	DIN 38409 – 8	Soxhlet-Extraktion mit n-Hexan Verbrennung und Mineralisierung zum Halogenid nach Extraktion, Mikrocoulometrie	0,2-1 mg/kg 0,02 mg/l
<b>AOX</b>	DIN 38 414-18	DIN EN 1485	Elution des anorgan. Chlorids mit salpetersaurer Lösung; Verbrennung des eluierten Rückstandes mit Aktivkohle Adsorption auf Aktivkohle, Verbrennung,	1 mg/kg 0,01 mg/l
<b><u>TOC</u></b>	<u>DIN ISO 10694</u>	DIN EN 1484	Austreiben des Carbonat mit Salzsäure, Kohlenstoffbestimmung nach Oxidation, Detektion z. B. mit IR-Spektroskopie Oxidation zu Kohlendioxid, Detektion z. B. mit IR-Spektroskopie	10 mg /kg 0,1 mg/l

### **Anmerkungen zu den aufgelisteten Bestimmungsmethoden in Tabelle 12:**

Die im Anhang 1 Nr. 3 Tabelle 3 der BBodSchV vorgegebene Methode für die Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffgehaltes (TOC) in Bodenproben wurde auch in dieser Tabelle 12 berücksichtigt.



## 4 Elutions- und Säulenverfahren

### 4.1 Allgemeines

Bei schädlichen Bodenveränderungen und Altlasten erfolgt gemäß der BBodSchV die Gefahrenbeurteilung für den Wirkungspfad Boden-Gewässer anhand einer Sickerwasserprognose. Die Sickerwasserprognose basiert auf den Untersuchungsergebnissen und der gutachterlichen Bewertung. In Anhang 1 Nr. 3.3 BBodSchV ist kein bestimmtes Verfahren zur Durchführung der Sickerwasserprognose vorgeschrieben. Es wird lediglich darauf hingewiesen, dass praxiserprobte Verfahren bevorzugt anzuwenden sind. Da das Sickerwasser i. d. R. nicht direkt am zu betrachtenden Eintrittsort in das Grundwasser erfasst werden kann, basiert die Abschätzung der Sickerwasserbeschaffenheit am Ort der Beurteilung auf Grundwasser-, in-situ- oder Materialuntersuchungen (Bodenproben). Die einzusetzenden Untersuchungsverfahren richten sich nach den Gegebenheiten des Einzelfalls, nach der Untersuchungsphase sowie nach der Art der Stoffe. Die Vorgehensweise ist im Detail im [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1] beschrieben. Hinweise zur Entnahme und Untersuchung von Grundwasser enthält [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/6].

In vielen Fällen ist der Weg über **Materialuntersuchungen** die einzige Möglichkeit für die Sickerwasserprognose. Dabei wird u. a. anhand von **Elutions-, Säulen- bzw. Lysimeterversuchen** eine Emissionsabschätzung (Quelltermbestimmung) für den Ort der Probennahme erstellt und im nächsten Schritt unter Berücksichtigung der Untergrundverhältnisse (Transportprognose) die derzeitige und künftige Sickerwasserkonzentration am Ort der Beurteilung abgeschätzt. Bei der Emissionsabschätzung ist immer auch der Gesamtstoffgehalt zu bestimmen, da dieser wichtige Rückschlüsse zulässt (z. B. Beurteilung der Mobilität aus dem Verhältnis eluierbarer Anteil/Gesamtstoffgehalt).

Die nachfolgenden Kapitel enthalten detaillierte Vorgaben zu den im Rahmen der Emissionsabschätzung durchzuführenden Elutions-, Säulen- bzw. Lysimeterversuchen. Zudem sind in den Tabellen 16, 17 und 18 am Ende des Kapitels 4 typische Merkmale der vorgestellten Verfahren und Hinweise zur Anwendbarkeit zusammengefasst. Eine übersichtliche Darstellung der für die Sickerwasserprognose relevanten Elutions- und Säulenverfahren ist auch im Anhang 2.1 des Hessischen Handbuchs Altlasten (Bd. 3, Teil 3) „Untersuchung und Beurteilung des Wirkungspfades Boden-Grundwasser / Sickerwasserprognose“ [HLUG, 2001] zu finden. Elutions- und Säulenversuche sind grundsätzlich mit repräsentativen Bodenproben durchzuführen, die gemäß dem Merkblatt [LfU/LfW, 2001] entnommen wurden. Die Bestimmung von Stoffen in den erhaltenen wässrigen (Säulen)Eluaten erfolgt gemäß den im Kapitel 3 dieses Merkblattes aufgelisteten Analysenverfahren.

### 4.2 Verfahrensauswahl

Prinzipiell ist es kaum möglich, die reale Sickerwasserkonzentration naturgetreu mit einem Laborverfahren nachzubilden, da sie von zahlreichen Standortparametern, wie z. B. Sickerwasserrate, Bodenart (insbesondere Gehalt an Ton und  $C_{org}$ ), Korngrößenverteilung, pH-Wert, Redoxpotenzial, mikrobiologische Aktivität sowie den Stoffeigenschaften abhängt. Zudem ist die Sickerwasserkonzentration sowohl räumlich als auch zeitlich variabel. Es muss daher auf standardisierte Verfahren zurückgegriffen werden, die mit Erfolg bei praktischen





Fragestellungen angewendet worden sind und reproduzierbare Ergebnisse liefern, auch wenn sie jeweils nicht für alle Stoffgruppen und Fragestellungen geeignet sind.

#### 4.2.1 Festlegungen der BBodSchV

Die gemäß Anhang 1 Nr. 3.3 BBodSchV anzuwendenden Verfahren zur Herstellung von wässrigen Eluaten für die Sickerwasserprognose sind in Tab.14 zusammengestellt. Die BBodSchV gibt für anorganische und organische Stoffe unterschiedliche Verfahren vor.

#### Anorganische Stoffe

In der BBodSchV werden drei Elutionsverfahren explizit genannt, mit denen die Stoffkonzentration anorganischer Schadstoffe im Sickerwasser abgeschätzt werden kann:

- Bodensättigungsextrakt (BoSE)
- DEV S4-Verfahren nach DIN 38414-4 (kurz S4-Elution)
- Ammoniumnitrat-Extrakt nach DIN 19730

Laut BBodSchV kommt die im BoSE bestimmte Schadstoffkonzentration der realen Konzentration im Sickerwasser am Ort der Probennahme am nächsten. Neben dem BoSE-Verfahren lässt die BBodSchV für anorganische Stoffe auch andere Elutionsverfahren zur Abschätzung der Stoffkonzentrationen im Sickerwasser zu, falls die Gleichwertigkeit der Ergebnisse zum Bodensättigungsextrakt sichergestellt ist.

#### Organische Stoffe

Im Gegensatz zu den anorganischen Stoffen gibt die BBodSchV für die Elution organischer Stoffe dynamische Verfahren, wie Säulen- bzw. Lysimeterversuche für die Abschätzung der Sickerwasserkonzentration vor, ohne jedoch nähere Hinweise zur Versuchsdurchführung zu liefern.

#### Sonstiges

Gemäß der BBodSchV können weitere Elutionsverfahren angewendet werden, wenn der Zutritt von sauren Sickerwässern, von Lösevermittlern bzw. eine Änderung des Redoxpotenzials zu erwarten ist.

**Tabelle 14: Elutionsverfahren zur Sickerwasserprognose gemäß BBodSchV**

Stoffgruppe	Methode
<b>Anorganische Stoffe</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Bodensättigungsextrakt (BoSE)</b> (Gewinnung gemäß den Vorgaben der BBodSchV)</li> <li>• Elution mit Wasser gemäß <b>DIN 38414 – 4 (S4)</b> modifiziert durch die Vorgaben der BBodSchV</li> <li>• Elution mit Ammoniumnitratlösung nach <b>DIN 19730</b></li> </ul>
<b>Organische Stoffe</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Säulen- oder Lysimeterversuche</b></li> </ul>
<b>Sonstiges</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• bei Zutritt von sauren Sickerwässern, Lösevermittlern bzw. bei einer Änderung des Redoxpotenzials <b>ggf. weitere Verfahren</b></li> </ul>



#### 4.2.2 Hinweise zu den Vorgaben der BBodSchV

Die Vorgaben der BBodSchV zur Durchführung von Elutions- bzw. Säulenversuchen bedürfen aus nachfolgenden Gründen einer Konkretisierung.

Das **BoSE-Verfahren** wurde in den USA für die Bestimmung der Gehalte von leichtlöslichen Salzen in Salzböden entwickelt. Dieses Verfahren ist für die Untersuchung von verunreinigtem Material wegen fehlender Erfahrungen im Zusammenhang mit schädlichen Bodenveränderungen und Altlasten sowie wegen schlechter Handhabbarkeit als Regelverfahren derzeit nicht einsetzbar. Bei grobkörnigen (z. B. Kiese) oder heterogenen Materialien ist darüber hinaus die Methode verfahrensbedingt nicht anwendbar. Außerdem ist die Versuchsdurchführung relativ aufwändig (lange Wartezeiten bis zur Gleichgewichtseinstellung, zwei Abtrennschritte, Unterdruckfiltration), verschiedene Teilschritte sind von der subjektiven Einschätzung des Laboranten abhängig (z. B. die Wasserzufuhr bis zum Erreichen der Fließgrenze) und nur eine geringe Eluatmenge ist gewinnbar (Analytikproblem).

Die Forderung der BBodSchV beim Einsatz anderer Verfahren (z. B. DIN 19730 oder DIN 38414-4) als des BoSE die Gleichwertigkeit mit BoSE sicherzustellen, beruht auf einer Umrechnung der Konzentration gemäß der Vornorm DIN V 19735. Diese Umrechnung von Elutionsergebnissen aus S4- und Ammoniumnitrat-Eluaten in Konzentrationen im BoSE ist jedoch nach neuesten Untersuchungsergebnissen aufgrund hoher statistischer Unsicherheiten mit starken Fehlern behaftet und nicht sinnvoll anwendbar [GÄBLER, 2000], [LICHTFUSS, 2000], [FHH, 1999]. Darüber hinaus ist die in Nr. 3.3 Anh. 1 BBodSchV postulierte ansatzweise Gleichsetzung der BoSE-Konzentration mit der realen in-situ-Sickerwasserkonzentration umstritten [FHH, 1999]. In Kürze wird deshalb die DIN V 19735 zurückgezogen.

Der ursprüngliche Einsatzbereich des **Ammoniumnitrat-Extraktes** nach DIN 19730 ist die Bestimmung von pflanzenverfügbaren Nährstoffen und Schwermetallen in Böden. Bisher wurde der Ammoniumnitrat-Extrakt bei der Untersuchung von Altlasten bzw. schädlichen Bodenveränderungen nur selten angewendet und ist daher als Beurteilungsgrundlage für die Emissionsabschätzung für den Wirkungspfad Boden-Grundwasser vorerst nicht zu empfehlen.

Die BBodSchV lässt offen, wie **Säulen- bzw. Lysimeterversuche** zur Emissionsabschätzung für organische Stoffe durchzuführen sind. Ferner fehlt in der BBodSchV bei den vorgegebenen Verfahren zur Emissionsabschätzung die unerlässliche Differenzierung nach lipophilen und hydrophilen organischen Stoffen und die Beschränkung von Säulenversuchen auf nicht flüchtige Stoffe (wegen versuchstechnisch unvermeidlichen Verlusten für leichtflüchtige Stoffe ungeeignet). Die Durchführung von Säulenversuchen zur Bestimmung organischer Stoffe im Sickerwasser bei Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen wird u. a. in der Vornorm DIN V 19736 und in einem Merkblatt des Landesumweltamtes Nordrhein-Westfalen [LUA NRW, 2000] beschrieben. Allerdings ist die Vornorm DIN V 19736 in der vorliegenden Form (Stand: Oktober 1998) nicht anwendbar (s. Kap. 4.2.4). Im Hinblick auf Lysimeterversuche existieren derzeit keine allgemein anerkannten Verfahrensbeschreibungen.

#### 4.2.3 Konkretisierung der BBodSchV für Bayern

Aus den in Kap. 4.2.2 genannten Gründen müssen die Vorgaben der BBodSchV zu Elutions- bzw. Säulenversuchen für den Vollzug konkretisiert werden. In Ergänzung der BBodSchV ist daher auch eine stärkere Differenzierung nach den zu untersuchenden Stoffgruppen nötig. So ist bei anorganischen bzw. hydrophilen organischen Stoffen und organischen lipophilen Stoffen unterschiedlich vorzugehen. In Tab.15 sind die in Bayern einzusetzenden Elutions- und



Säulenverfahren für die Emissionsabschätzung aufgeschlüsselt nach Stoffgruppen zusammengestellt (s. a. [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1]). Für die Bewertung der Elutions- und Säulenversuche sowie für die darauf basierende Emissionsabschätzung ist es übrigens immer erforderlich, auch die Gesamtstoffgehalte der Bodenproben zu ermitteln (s. [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1]).

### **Anorganische und hydrophile organische Stoffe**

Mangels anderer normierter, validierter und allgemein anwendbarer Elutionsverfahren ist in Bayern die Emissionsabschätzung für anorganische Stoffe (z. B. Säuren, Laugen, Alkalisalze, Chromat, Schwer- oder Halbmetallverbindungen) und hydrophile organische Stoffe (z. B. Phenole, Alkohole, Carbonsäuren) vorerst auf die Ermittlung der Stoffkonzentration im Eluat nach **DIN 38414-4** zu stützen. Das ursprüngliche Einsatzgebiet des S4-Verfahrens ist zwar die Bestimmung leichtlöslicher Salze in Materialien/Abfällen zur Beurteilung der Gefährdung von Gewässern. Mittlerweile ist das S4-Verfahren jedoch ein bewährtes Routineverfahren, dessen Einsatzgebiet u.a. auf Bodenuntersuchungen im Altlastenbereich erweitert wurde und sich hier bewährt hat. Außerdem weist es mit Ausnahme von Blei eine vergleichsweise gute Reproduzierbarkeit auf (vgl. [FHH, 1999] und Anhang 2.1 in [HLUG, 2001]). Zwar lassen sich die mittels S4-Elution erhaltenen Stoffkonzentrationen nicht in BoSE-Konzentration umrechnen (s.o.), allerdings liegen sie i. d. R. in etwa der gleichen Größenordnung wie die Ergebnisse des BoSE (meist sind wegen des geringeren Wasser-/Feststoff-Verhältnis die Konzentrationen in realen Sickerwässern und in BoSE größer als beim S4-Verfahren; vgl. auch Tab.15).

Das **BoSE-Verfahren** oder **Mehrfachelutionen** können gemäß [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1] in Einzelfällen als zusätzliche Hilfe zur Beurteilung der Mobilisierbarkeit eingesetzt werden.

Um den Einfluss von sauren Sickerwässern zu berücksichtigen, ist bei schwerer löslichen anorganischen Stoffen (insb. Verbindungen von Schwer- oder Halbmetallen) in bestimmten Fällen (näheres s. [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1]) das **pH<sub>stat</sub>-Verfahren** einzusetzen. Dabei wird der Boden i. d. R. bei pH = 4 (ggf. auch bei pH = 11) eluiert und die Säureneutralisationskapazität nach 24 Stunden (SNK<sub>24</sub>) bestimmt.

### **Organische lipophile Stoffe**

Die in der BBodSchV für organische Stoffe genannten **Säulen- oder Lysimeterversuche** (dynamische Verfahren) bieten zwar im Vergleich zu den o. g. statischen Elutionsverfahren (S4-, pH<sub>stat</sub>-Elution) einige Vorteile (s. Tab. 17), allerdings sind diese Versuche mit einem großen Arbeitsaufwand und Zeitbedarf (mehrtägige bis mehrmonatige Laufzeiten) verbunden. Zusätzlich existieren derzeit mit Ausnahme für PAK keine einheitlichen Vorgaben zur Durchführung solcher Versuche.

Verschiedene Untersuchungen haben gezeigt, dass die o. g. DIN V 19736 (Stand: Oktober 1998) zur Bestimmung organischer Stoffe mittels **Säulenversuch** keine ausreichend reproduzierbaren Ergebnisse ergeben, [Pfeifer, 1999], [LUA NRW, 1998]. Eine der wesentlichen Schwachstellen der DIN V 19736 ist die geforderte Unterscheidung zwischen Gleichgewichts- und Nicht-Gleichgewichtsbedingungen (schwierig, z. T. nicht möglich, ggf. aufwändige Zusatzversuche), die für die Auswertung der Säulenversuche von entscheidender Bedeutung ist. Aus diesen Gründen ist die DIN V 19736 (Stand Oktober 1998) derzeit nicht praktikabel.

Für **PAK** hat das Landesumweltamt Nordrhein-Westfalen auf der Grundlage der DIN V 19736 und verschiedener Untersuchungsvorhaben eine Empfehlung für den Versuchsaufbau, die Durchführung und die Auswertung von Säulenversuchen erarbeitet [LUA NRW, 2000].



Zu beachten ist, dass zwischen den Standortbedingungen am Ort der Probennahme (d.h. auf der verunreinigten Fläche) und den Bedingungen während des Säulenversuches ein wesentlicher Unterschied besteht, da während des Säulenversuchs wassergesättigte Bedingungen, am Ort der Probennahme jedoch i. d. R. wasserungesättigte Bedingungen vorliegen. Zudem ist der Wasserdurchsatz bei den Säulenversuchen etwa 100 bis 1000mal höher als bei der realen Versickerung am Ort der Probennahme. Insgesamt werden auch durch diesen Säulenversuch die Standortbedingungen am Ort der Probennahme (i. d. R. in der ungesättigten Bodenzone) nur eingeschränkt nachgebildet.

Die in der BBodSchV allgemein für die Untersuchung organischer Stoffe genannten Säulenversuche können deshalb aus den o. g. Gründen derzeit nur für die Stoffgruppe der PAK empfohlen werden. Für die **übrigen lipophilen organischen Stoffe** (schwer- und leichtflüchtige Stoffe) gibt es derzeit keine praxiserprobten, aussagekräftigen Säulenverfahren, welche repräsentative Ergebnisse liefern. Deshalb muss sich bei allen übrigen lipophilen organischen Stoffen (schwer- und leichtflüchtige) bis zum Vorliegen neuer Erkenntnisse und Methoden die Emissionsabschätzung in erster Linie auf die Untersuchung von Gesamtstoffgehalten und Bodenluftkonzentrationen und nur in Ausnahmefällen auf ergänzende S4-Elutionsuntersuchungen stützen (vgl. [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1]).

Anmerkung:

Das o. g. durch das Landesumweltamt Nordrhein-Westfalen modifizierte Säulenverfahren soll für weitere Stoffgruppen validiert werden. Auch die DIN V 19736 wird derzeit überarbeitet.

**Lysimeterversuche** sind u. a. aus der bodenkundlichen Feld- und Laborforschung bekannt und werden vornehmlich zur Untersuchung der Wasser- und Stoffflüsse im ungestörten Boden konzipiert. Mit Hilfe von Lysimetern können standortbezogene Verhältnisse der ungesättigten Bodenzone realitätsnah untersucht werden, allerdings sind die Versuche sehr aufwändig und langwierig. Mangels allgemein verbindlicher und genormter Vorgaben zur reproduzierbaren und repräsentativen Ermittlung des Freisetzungsverhaltens organischer Schadstoffe bei Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen kann die Durchführung solcher Versuche vorerst nicht empfohlen werden.

Anmerkung:

Derzeit werden u. a. im Rahmen des F+E-Verbundvorhabens „Prognose des Schadstoffeintrags in das Grundwasser mit dem Sickerwasser (Sickerwasserprognose)“ des BMBF sowie beim LfW und der Universität Bayreuth verschiedene Forschungsprojekte durchgeführt, um praxisgerechte Verfahren und Methoden für die Sickerwasserprognose zu entwickeln und zur Verfügung stellen zu können. Mit Ergebnissen ist ca. ab dem Jahr 2003 zu rechnen. Die in diesem Merkblatt vorgegebenen Verfahren werden zu gegebener Zeit angepasst werden.



**Tabelle 15: Zur Emissionsabschätzung einzusetzende Elutions- bzw. Säulenverfahren (Konkretisierung der BBodSchV für Bayern, vgl. [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1])**

Stoffgruppe	Elutions- bzw. Säulenverfahren
<p><b><u>Anorganische Stoffe</u></b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>leichter lösliche Stoffe</b> (z. B. Säuren, Laugen, Alkalisalze, Chromat)</li> <li>• <b>schwerer lösliche anorganische Stoffe</b> (z. B. Halb- und Schwermetalle, meist in oxidischer, hydroxidischer oder carbonatischer Form)</li> </ul>	<p><b>S4-Elution</b> (modifiziert gemäß BBodSchV), ggf. zusätzlich BoSE</p> <p><b>S4-Elution</b> (modifiziert gemäß BBodSchV), ggf. zusätzlich pH<sub>stat</sub>-Elution bzw. BoSE</p>
<p><b><u>Organische Stoffe</u></b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>hydrophile organische Stoffe</b> (z. B. Phenole, Alkohole, Carbonsäuren)</li> <li>• <b>PAK</b></li> <li>• <b>übrige lipophile organische Stoffe</b> (außer PAK)</li> </ul>	<p><b>S4-Elution</b> (modifiziert gemäß BBodSchV)</p> <p><b>Säulenversuch gemäß Merkblatt Nr. 20</b> [LUA NRW, 2000]</p> <p>derzeit <b>keine praxiserprobten Verfahren</b> vorhanden (Emissionsabschätzung gem. [LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1])</p>

### 4.3 Verfahrenshinweise

Nachfolgend wird die Durchführung der relevanten Elutions- und Säulenverfahren kurz beschrieben.

#### 4.3.1 Elution nach DIN 38414-4 modifiziert gemäß BBodSchV

Die Elution ist gemäß der Norm DIN 38414-4 (S4-Elution) mit den Modifikationen der BBodSchV zum Filtrationsschritt bei anorganischen und hydrophilen organischen Stoffen durchzuführen.

Hervorzuheben ist, dass bezüglich des zu untersuchenden Materials gemäß den folgenden Festlegungen der DIN 38414-4 vorzugehen ist:

- "I. d. R. ist das Material in dem Zustand zu untersuchen, in dem es deponiert wird." D. h. die Elution wird mit der ungetrockneten Originalprobe durchgeführt.
- "Eine Zerkleinerung ist nur insoweit vorzunehmen, wie es für die Probennahme und die Durchführung der Untersuchung notwendig ist; im allgemeinen wird ein Gut erst zerkleinert werden, wenn seine Korngröße über 10 mm liegt; auf keinen Fall soll es gemahlen werden."
- "Die Originalprobe oder die ... vorbehandelte Probe, die etwa 100 g Trockenmasse enthält, wird in einer Weithalsflasche entsprechenden Volumens auf 1 g eingewogen und anschließend mit 1 l Wasser versetzt." D. h. die Trockenmasse ist an einer Parallelprobe zu bestimmen.

Die Ergebnisse der S4-Elution beziehen sich in der Regel auf das gesamte Korngrößenspektrum der Probe. Können Probenanteile nicht auf kleiner 10 mm zerkleinert werden, muss zur besseren Interpretation des Elutionsergebnisses neben der Konzentrationsangabe der zugehörige Korngrößenschnitt angegeben werden.



### **Kurzbeschreibung der S4-Elution gemäß DIN 38414-4:**

Ca. 100 g Probe bezogen auf die Trockenmasse werden in einer Weithalsflasche (2000 ml) mit 1 l destilliertem Wasser versetzt und für 24 h über Kopf gedreht oder geschüttelt<sup>1)</sup>. Ein Abrieb muss während der andauernden Schüttelbewegung möglichst vermieden werden. Nach 24 h ist die feste von der flüssigen Phase durch Zentrifugation und Filtration zu trennen. Der pH-Wert und die elektrische Leitfähigkeit werden gemessen und protokolliert.

### **Filtrationsschritt gemäß BBodSchV:**

Es wird eine Druckfiltrationseinheit (medienführende Teile bevorzugt aus PTFE) mit einem Membranfilterdurchmesser von 142 mm und einer Porenweite von 0,45µm vorgeschrieben.

„Nach dem Schütteln ist die Suspension ca. 15 min zur Sedimentation der größeren Partikel stehenzulassen. Die überstehende Flüssigkeit ist im Zentrifugenbecher weitestgehend zu dekantieren. Die Zentrifugation erfolgt für 30 min mit 2000 g. Danach erfolgt das weitestgehend vollständige Dekantieren der überstehenden Flüssigkeit in die Membrandruckfiltrationsapparatur. 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 Eluats 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 noch unvollständig, wird sie abgebrochen und mit dem unvollständigen Filtrat weitergearbeitet. Das Volumen des Filtrats ist bei Abbruch zu dokumentieren.“ (siehe Fußnote (2) im Anhang 1 der BBodSchV).

\*) Hinweis: Der Ansatz gemäß DIN 38414-4 berücksichtigt nicht den Feuchtegehalt der Originalprobe, da die Zugabe von destilliertem Wasser zu der Teilprobe (die 100 g Trockenmasse enthält) prinzipiell auf 1 Liter festgesetzt ist. Dies bedeutet, dass für Proben mit hohem Feuchtegehalt das Feststoff-/Flüssigkeitsverhältnis nicht mehr 1:10 beträgt.

#### Anmerkung:

Es gibt auf Grundlage der DIN 38414-4 eine Weiterentwicklung auf europäischer Ebene, die **E DIN EN 12457-4** (im Vgl. zur DIN 38414-4 präzisere Verfahrensvorgaben). Es bestehen zwar formale Unterschiede (z. B. unterschiedliche Gültigkeitsbereiche: Schlamm und Sedimente ↔ körnige Abfälle u. Schlämme), aber evtl. wird es im Rahmen der nationalen Normenumsetzung gelingen, die bevorzugte Anwendung einer DIN 12457-4 vor der DIN 38414-4 festzuschreiben.

### **Mehrfachelution (Kaskadentest)**

Bei bestimmten Fragestellungen (z. B. Bestimmung der maximalen Eluierbarkeit) kann die ggf. mehrfache Wiederholung der S4-Elution hilfreich sein. Zur Anwendung kommen zwei Varianten:

#### **Mehrfachelutionen:**

1. Die Bodenprobe aus der ersten Elution wird erneut, ggf. mehrfach, mit destilliertem Wasser versetzt und für 24 h über Kopf gedreht oder geschüttelt. Die Summe der Stoffkonzentrationen aus den Einzelschritten beschreibt die maximale Eluierbarkeit (Fracht) des Stoffes in der Probe. Zu beachten ist, dass chemische Milieuveränderungen in der Elutionslösung zusätzliche Auswirkungen auf die Probe haben können.
2. Dem (jeweils) abfiltrierten Eluat wird, ggf. mehrmals wiederholt, frisches Probenmaterial zugegeben und im Gefäß für 24 h über Kopf gedreht oder geschüttelt. Hier kann die maximal erreichbare Konzentration des Stoffes bestimmt werden.



### 4.3.2 pH<sub>stat</sub>-Verfahren

Für die Beurteilung der längerfristigen Mobilisierbarkeit von schwer löslichen anorganischen Stoffen wurde im Auftrag des damaligen Landesamtes für Wasser und Abfall des Landes Nordrhein-Westfalen das sogenannte **pH<sub>stat</sub>-Verfahren** [OBERMANN, 1991] entwickelt. Die ursprünglichen Vorgaben wurden modifiziert und im Entwurf der LAGA Richtlinie EW 98p [LAGA, 2001] an die aktuellen Erkenntnisse angepasst. Die pH<sub>stat</sub>-Elution ist gemäß dieser LAGA-Richtlinie durchzuführen. Dabei wird durch die wässrige Elution i. d. R. bei pH 4 der im "ungünstigsten" Fall mobilisierbare Stoffanteil ("worst case") annähernd erfasst. Mittels der zusätzlich ermittelten **Säureneutralisationskapazität SNK<sub>24</sub>** kann abgeschätzt werden, mit welcher Wahrscheinlichkeit der "ungünstigste" Fall eintreten kann. In besonderen Fällen (z.B. Ablagerungen von basischen Schlacken) kann auch ein pH<sub>stat</sub>-Elution bis pH 11 und die Bestimmung der Baseneutralisationskapazität sinnvoll sein.

#### **Kurzbeschreibung des pH<sub>stat</sub>-Verfahrens:**

Ca. 100 g Probe bezogen auf die Trockenmasse werden in einem geeigneten Weithalsgefäß (z. B. Erlenmeyerkolben) eingewogen und mit soviel destilliertem Wasser versetzt, dass die Gesamtmasse von Teilprobe und Wasser 1100 g beträgt. Dieses Probengefäß wird 24 h lang vorzugsweise mittels Magnetrührer (mind. 400 U/min) oder geeignetem Kreisschüttler bewegt, um das Material ausreichend zu suspendieren. Während dieser Zeit wird der pH-Wert durch Zudosierung von 2 molarer Salpetersäure (bzw. Natronlauge) auf pH = 4,0 (bzw. pH = 11,0) gehalten. Zur genauen Einstellung des pH-Wertes ist eine automatische Titriereinrichtung erforderlich. Anschließend erfolgt die Filtration über einen 0,45 µm-Membranfilter (Cellulosenitrat). Aus dem Säureverbrauch (bzw. Basenverbrauch) wird die Säureneutralisationskapazität (bzw. Baseneutralisationskapazität) in mol/kg berechnet.

Untersuchungen an etwa 50 bayerischen Böden mit **geogenen Gehalten** an Metallen [SPEIERL, 1996] haben gezeigt, dass Blei, Cadmium und Nickel bei der pH<sub>stat</sub>-Elution (pH 4) besser mobilisiert werden als bei der S4-Elution. Bei Chrom, Zink und Arsen variierte das Lösungsverhalten von Probe zu Probe ohne erkennbare Systematik. Kupfer zeigte bei fast allen Bodenproben bessere Löslichkeit bei der S4- als bei der pH<sub>stat</sub>-Elution (pH 4). Hingegen findet man bei **anthropogen belasteten** Bodenproben fast immer eine bessere Löslichkeit von kationisch vorliegenden Metallen beim pH<sub>stat</sub>-Verfahren (pH 4) gegenüber der S4-Elution.

Hervorzuheben ist, dass gemäß den Vorgaben im Kapitel 5.3 "Probenvorbereitung" der o. g. LAGA-Richtlinie [LAGA, 2001] wie bei der S4-Elution der zu eluierende Boden bzw. Feststoff möglichst in unveränderter Körnung belassen bzw. bei großen Einzelpartikeln auf eine maximale Korngröße von 10 mm gebrochen werden soll.

### 4.3.3 Bodensättigungsextrakt-Verfahren (BoSE)

Tabelle 15 zeigt die charakteristischen Merkmale sowie Vor- und Nachteile des BoSE-Verfahrens. Vorgaben zur Gewinnung des BoSE Bodensättigungsextrakts finden sich in der Fußnote (1) der BBodSchV Anhang 1 Nr. 3.1.2. Da die **Vorgaben in der BBodSchV nicht hinreichend** sind (z. B. bzgl. Menge und Korngröße des zu untersuchenden Bodens), wurden sie in der folgenden Kurzbeschreibung ergänzt (z. T. in Anlehnung an Anhang A der DIN V 19735). Die BoSE-Methode ist bei grobkörnigem bzw. heterogenem Material verfahrensbedingt nicht anwendbar und auf die Erfassung von anorganischen Stoffen beschränkt.



### **Kurzbeschreibung des Bodensättigungsextrakt-Verfahren (BoSE) gemäß BBodSchV:**

Zunächst wird luftgetrockneter Boden (ca. 250 g) in ein Polyethylengefäß eingewogen und der Wassergehalt der Probe wird an einem Aliquot bestimmt. Anschließend wird die Bodenprobe mit bidestilliertem Wasser bis zur Feldkapazität vorbefeuchtet. Diese zugeführte Wassermenge ist bodenartabhängig und beträgt für sandige Proben ca. 25 %, für lehmig/schluffige Proben ca. 35 % und für tonige Proben ca. 40 % der Einwaage des luftgetrockneten Bodens. Die durchfeuchtete Bodenprobe wird gut durchmischt und unter Verdunstungsschutz bei 5° C<sup>\*)</sup> stehen gelassen. Nach 24 h Standzeit wird die Probe in Zentrifugenbecher überführt und unter ständigem Rühren wird weiteres bidestilliertes Wasser bis zur Fließgrenze zugegeben. Bei tonigen Proben ist, vor weiterer Wasserzugabe, der Abschluss der Quellung abzuwarten (ca. 15 min Wartezeit). Die Fließgrenze ist erreicht, wenn sich eine glänzende Oberfläche ausbildet und sich eine in die Bodenprobe gezogene Spachtelkerbe wieder schließt. Die Bodenpaste wird gut vermischt und unter Verdunstungsschutz zur Gleichgewichtseinstellung 24 h bei 5° C stehen gelassen. Danach wird die Probe 30 min zentrifugiert<sup>\*\*)</sup>. Anschließend wird der Überstand in die Filtrationseinheit dekantiert und mittels Unterdruck in Polyethylen-Weithalsflaschen membranfiltriert. Nach Abtrennung der wässrigen Phase erfolgt die Bestimmung der Lösungskonzentration des Extraktes. Die gewonnene Lösung ist durch Zugabe von 10 Volumenanteilen Salpetersäure (c = 5 mol/l) zu stabilisieren<sup>\*\*\*)</sup>. Die im Versuchsverlauf zugegebenen Wassermengen und die Filtratmenge werden gravimetrisch bestimmt. Für die Berechnung des Boden/Wasser-Verhältnisses wird auch der Wassergehalt der lufttrockenen Bodenprobe berücksichtigt.

\*) Es empfiehlt sich, die Proben, während der Lagerung im Kühlschrank, mit Parafilm abzudecken.

\*\*\*) Eine Kühlzentrifuge wie sie die BBodSchV vorgibt ist nur dann erforderlich, wenn im Boden chemische Reaktionen mit dem zugesetzten Wasser ablaufen, die die Suspension erwärmen. Dies findet jedoch i. d. R. nicht statt

\*\*\*\*) Unter der „Zugabe von 10 Volumenanteilen Salpetersäure“ gemäß BBodSchV ist offenbar die Zugabe von HNO<sub>3</sub> in einem Volumenanteil von 10 % des Extraktes gemeint.

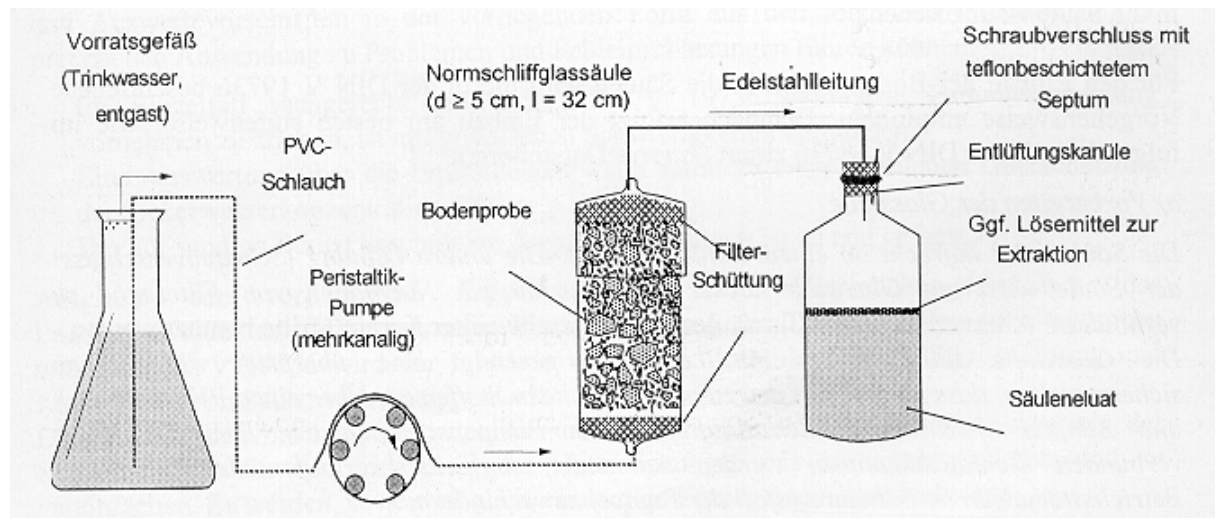
#### 4.3.4 Säulenversuche (für PAK)

Bei PAK-Verunreinigungen ist zur Emissionsabschätzung das durch das Landesumweltamt Nordrhein-Westfalen modifizierte Säulenverfahren gemäß Merkblatt Nr. 20: „Empfehlungen für die Durchführung und Auswertung von Säulenversuchen gemäß Bundes-Bodenschutz und Altlastenverordnung (BBodSchV)“ [LUA NRW, 2000] durchzuführen. Der schematische Versuchsaufbau ist in Abb. 5 dargestellt.

Wesentliche Änderungen gegenüber der ursprünglich für solche Säulenversuche entwickelten DIN V 19736 (vgl. Kap. 4.2.3) betreffen die Abmessungen der Glassäule, die Flussrate und die Kontaktzeit von Elutionsmittel/Boden.

Die Elution findet unter wassergesättigten Bedingungen statt. Nach den bisherigen Erkenntnissen ist diese Methode mindestens praktikabel für sandige und schluffige Böden sowie Anschüttungsmaterialien, wobei der Feinkornanteil  $d < 63 \mu\text{m}$  maximal 70% und der Tongehalt  $d < 2 \mu\text{m}$  maximal 5 % betragen darf [LUA NRW, 2000]. Obwohl laut LUA NRW nur eine Beprobung des Säuleneluats vorgesehen ist, kann es u.U. sinnvoll sein, mehrere Proben zu untersuchen.





**Abbildung 6: Schematischer Versuchsaufbau des Säulenversuchs für PAK**  
(aus [LUA NRW, 2000])

**Kurzbeschreibung des Säulenversuchs für PAK gemäß [LUA NRW, 2000]:**

Eine definierte Masse einer ggf. luftgetrockneten Bodenprobe (ca. 0,5 kg) wird in eine aufrecht stehende Säule eingebracht (stufenweiser Einbau unter Wasser) und kontinuierlich i. d. R. von unten nach oben meist mit entgastem Trinkwasser durchströmt. Eingesetzt werden können Bodenproben in gestörter oder ungestörter Lagerung.

Die konstante Flussrate ist so zu wählen, dass eine ausreichend lange Kontaktzeit (mind. 24 h) zwischen Elutionsmittel/Boden zur Gleichgewichtseinstellung zwischen sorbierten und gelöstem Schadstoffanteil innerhalb der Säule gegeben ist. Daher hängt die Flussrate vor allem von den Säulenabmessungen und dem Porenanteil des Einbaumaterials ab<sup>\*)</sup>. Mit der Beprobung des Eluats soll nach dem Austausch von 2 – 3 Porenvolumina begonnen werden. Falls die Trübung nach dem Austausch von 2 – 3 Porenvolumina über 10 FNU bleibt, sollen die Eluate zentrifugiert und ggf. auch zusätzlich über 0,45 µm Glasfasermikrofilter filtriert werden (evtl. Minderbefunde durch Adsorption an Filterapparat möglich). Die Versuchsdauer beträgt ca. 1 Woche.

\*) Flussrate [ml/min] = Füllvolumen [ml] \* Porenanteil [-] / (Kontaktzeit [h] \* 60 [min/h])



Tabelle 16: Typische Merkmale der S4-Elution und des BoSE-Verfahrens

Verfahren	Anwendungsziel	Art des Verfahrens	Elutionsmittel	Probenvorbereitung	Feststoff / Flüssigkeitsverhältnis	pH-Wert	Zeitbedarf	Trennungsschritt Feste/flüssige Phase	Vorteile (+) und Nachteile (-)
<b>DIN 38414-4 (S4)</b>  <b>Präzisierung der Filtration gem. BBodSchV</b>	Beurteilung der wasserlöslichen Stoffe aus pastösen und schlammigen Materialien	Schütteltest bzw. über Kopf drehen	Dest. Wasser, ggf. andere Elutionsmittel	Originalprobe mit ca. 100 g Trockenmasse (TM), i. A. Grobzerkleinerung für Korngrößen > 10 mm	1 : 10	Unkontrolliert	Elution: 24 h	Suspension 15 min stehen lassen, Überstand dekantieren u. 30 min bei 2000 g zentrifugieren, Überstand in Druckfiltrationseinheit membranfiltrieren (Porenweite 0,45 µm)	+ Standardisierung + einfach praktikabel - mechan. Beanspruchung - starke Verdünnung wegen großem Flüssigkeits-/ Feststoffverhältnis
<b>Bodensättigungsextrakt (BoSE)</b>  <b>gemäß BBodSchV</b>	Bestimmung von leichtlöslichen Salzen in Salzböden	Standtest (Aufsättigung von Bodenproben)	Bidestilliertes Wasser	Einwaage von ca. 250 g lufttrockenem Boden	ca. 2 : 1 (bodenartabhängige Fließgrenze)	Unkontrolliert	Standzeit zur GGW-Einstellung: 2 x 24 h	30 min bei 20 °C zentrifugieren, Überstand dekantieren und membranfiltrieren (Porenweite 0,45 µm)	+ kleines Feststoff-Flüssigkeitsverhältnis (realitätsnah) + keine mechan. Beanspruchung - nicht für grobkörnige Materialien geeignet - aufwändig - mangelnde Erfahrungen bei Altlasten/schädlichen Bodenveränderg. - nur geringe Extraktmenge

Tabelle 17: Typische Merkmale der pH<sub>stat</sub>-Elution

Verfahren	Anwendungsziel	Art des Verfahrens	Elutionsmittel	Probenvorbereitung	Feststoff / Flüssigkeitsverhältnis	pH-Wert	Zeitbedarf	Trennungsschritt Feste/flüssige Phase	Vorteile (+) und Nachteile (-)
<b>pH<sub>stat</sub> gemäß LAGA- Richtlinie EW 98p (Entwurf)</b>	Bestimmung der pH-abhängigen Eluierbarkeit von schwer löslichen anorganischen Stoffen aus Feststoffen (Abfälle, Böden etc.)	Rührversuch mit Titration von Salpetersäure bzw. Natronlauge	Deionisiertes Wasser	Originalprobe mit ca. 100 g Trockenmasse (TM), Grobzerkleinerung für Korngrößen > 10 mm	1 : 10	pH=4 (ggf. pH=11)	Elution: 24 h	Suspension 15 min ruhen lassen, Überstand dekantieren u. 30 min bei 2000 g zentrifugieren, Überstand in Druckfiltrationseinheit membranfiltrieren (Porenweite 0,45 µm)	+ Ergänzung anderer Elutionsverfahren („worst case“-Bedingungen) + Beurteilung des Puffervermögens von Materialien - derzeit noch kein Standardverfahren



Tabelle 18: Typische Merkmale des Säulenversuchs für PAK gemäß [LUA NRW, 2000]

Verfahren	Anwendungsziel	Art des Verfahrens	Elutionsmittel	Probenvorbereitung	Feststoff / Flüssigkeitsverhältnis	pH-Wert	Zeitbedarf	Trennungsschritt Feste/flüssige Phase	Vorteile (+) und Nachteile (-)
<b>Säulenversuch</b>  <b>gemäß [LUA NRW, 2000]</b>	Abschätzung von organischen Stoffkonzentrationen im Bodenwasser  (derzeit nur für PAK-Verunreinigungen exper. abgesichert)	Dynamische Durchströmung	Entgastes Trinkwasser, ggf. anderes Elutionsmittel	Ca. 500 mg Probenmaterial (Feinkornanteil $d < 63 \mu\text{m}$ maximal 70% und Tongehalt $d < 2 \mu\text{m}$ maximal 5%), Bestimmung der TM an einer Teilprobe	$> 1 : 3$	Unkontrolliert	$\geq 7$ Tage	Bei Trübung im Eluat $> 10 \text{ FNU}$ : Zentrifugation u. ggf. Filtration	+ relativ gute Simulation natürlicher Verhältnisse - hoher Aufwand u. lange Versuchsdauer - in der Realität oft andere Fließvorgänge u. Lagerungsbedingungen, etc. als in-situ - nicht für schluffige u. tonige Materialien  - nicht für leichtflüchtige Stoffe



## 5 Literatur

Bei den hier angegebenen Gesetzen und Regelwerken gilt grundsätzlich die aktuelle Fassung. Die angegebenen LfW-Merkblätter können im Internet unter <http://www.lfw.bayern.de> heruntergeladen werden.

### **[BBodSchV, 1999]**

Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung vom 12. Juli 1999, BGBl. I Nr. 36 vom 16.07.1999, S. 1554 ff

### **[FHH, 1999]**

Freie und Hansestadt Hamburg, Umweltbehörde: Ringversuch Bodensättigungsextrakt 1999, unveröffentlichtes Manuskript (1999)

### **[GÄBLER, 2000]**

GÄBLER, H.-E., UTERMANN, J., HINDEL, R., KUES, J., MEDERER, J., PLUQUET, E.: Schwermetallgehalte im Bodenwasser – Ein Vergleich von drei Extraktionsverfahren; BEW Fachgespräch Feststoffuntersuchung 2000, Essen (2000)

### **[HLUG, 2000]**

Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie: Handbuch Altlasten Bd. 7 Teil 4 Analysenverfahren – Fachgremium Altlastenanalytik: Bestimmung von BTEX/LHKW in Feststoffen aus dem Altlastenbereich, Wiesbaden (2000)

### **[HLUG, 2001]**

Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie: Handbuch Altlasten Bd. 3 Teil 3 Untersuchung und Beurteilung des Wirkungspfades Boden-Grundwasser / Sickerwasserprognose, Wiesbaden (2001)

### **[LAGA, 2001]**

Länderarbeitsgemeinschaft Abfall: Entwurf der Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen von Abfällen, verunreinigten Böden und Materialien aus dem Altlastenbereich, Teil A: Bestimmung der Eluierbarkeit mit wässrigen Medien bei konstantem pH-Wert, EW 98p (2001)

### **[LfU-Merkblatt, 2002]**

Bayer. Landesamt für Umweltschutz: Untersuchung und Bewertung von Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen - Wirkungspfad Boden-Mensch (direkter Kontakt) – , Merkblatt Altlasten 1, Augsburg (2002)

### **[LfU/LfW, 2001]**

Bayer. Landesämter für Umweltschutz und Wasserwirtschaft: Qualitätssicherung bei der Entnahme von Boden- und Bodenluftproben im Rahmen der Untersuchung von Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen (Merkblatt-Entwurf 2001)

### **[LfW-Merkblatt Nr. 3.8/1]**

Bayer. Landesamt für Wasserwirtschaft: Untersuchung und Bewertung von Altlasten, schädlichen Bodenveränderungen und Gewässerunreinigungen - Wirkungspfad Boden-Wasser, Slg LfW Teil 3 Nr. 3.8/1, München (2001)

**[LfW-Merkblatt Nr. 3.8/6]**

Bayer. Landesamt für Wasserwirtschaft: Errichtung von Grundwassermessstellen, Entnahme und Untersuchung von Wasserproben bei Gewässerverunreinigungen, schädlichen Bodenveränderungen und Altlasten, Slg LfW- Merkblatt, Teil 3 Nr. 3.8/6, München, 2001

**[LICHTFUSS, 2000]**

LICHTFUSS, R.: Verfahren zur Abschätzung von anorganischen Stoffkonzentrationen im Sickerwasser nach der BBodSchV, Mitteilungen der Deutschen Bodenkundlichen Gesellschaft, 2000, Band 92, S. 43 - 46

**[LUA NRW, 1998]**

Landesumweltamt Nordrhein-Westfalen, Materialien zur Altlasten-Sanierung und zum Bodenschutz, Band 6: Versuche mit PAK-belasteten Böden in 4 Großlysimetern zur Beurteilung der Grundwassergefährdung sowie Vergleich mit Elutionsmethoden, 1998

**[LUA NRW, 2000]**

Landesumweltamt Nordrhein-Westfalen, Merkblatt 20: Empfehlungen für die Durchführung und Auswertung von Säulenversuchen gemäß Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV), Essen 2000

**[OBERMANN, 1991]**

OBERMANN, P., CREMER, S.: Mobilisierung von Schwermetallen in Porenwässern von belasteten Böden und Deponien: Entwicklung eines aussagekräftigen Elutionsverfahrens - Materialien zur Ermittlung und Sanierung von Altlasten, Band 6 (1991), Landesamt für Wasser und Abfall, Nordrhein-Westfalen, Düsseldorf

**[PFEIFER, 1999]**

PFEIFER, F., ODENSASS, M., SCHROERS, S.: Abschätzung des Stoffeintrags in das Grundwasser nach Bodenschutz- und Altlastenverordnung, Altlasten Spektrum 3/99, S. 144 - 154

**[SPEIERL, 1996]**

SPEIERL, K.: Wäßrige Elution von Schwermetallen und Arsen aus anthropogen unbelasteten bayerischen Böden - Bestimmung und Vergleich der Eluatgehalte nach DIN 38 414-S4 und dem pH<sub>stat</sub>- Verfahren - Diplomarbeit, Fachhochschule München / Bayer. Landesamt für Wasserwirtschaft, 1996

**[VSU, 2001]**

Verordnung über Sachverständige und Untersuchungsstellen für den Bodenschutz und die Altlasten in Bayern (VSU Boden und Altlasten) vom 03.12.2001 (in Kraft seit 01.01.2002), GVBl Nr. 25 vom 15.12.2001

Weitere Literaturhinweise:**Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung**

Amts- und Mitteilungsblatt, Sonder heft 2/2001; Anforderungen an Probenahme, Probenvorbehandlung und chemisch Untersuchungsmethoden auf Bundesliegenschaften, Berlin 2001

**DIN, Handbuch der Bodenuntersuchung**

Terminologie, Verfahrensvorschriften und Datenblätter; physikalische, chemische, biologische Untersuchungsverfahren; gesetzliche Regelwerke, Beuth-Verlag, Berlin, Wien, Zürich 2000



## Anhang 1 Abkürzungsverzeichnis

### 1. Gerätespezifische Abkürzungen

AAS	Atom Absorbtions Spektrometrie
DAD	Dioden-Array-Detektor
ICP/OES	Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
GC	Gaschromatographie
MS	Massenspektrometrie
FIA	Fließ-Injektionsanalyse
CFA	Kontinuierliche Fließanalyse
FID	Flammen-Ionisations-Detektor
ECD	Elektronen-Einfang-Detektor
IR	Infrarot-Detektor
HPLC	Hochleistungsflüssigkeitschromatographie
UV	Ultraviolett-Detektor
HPTLC	Hochleistungs-Dünnschichtchromatographie
FLD	Fluoreszenzdetektor
PND	Stickstoff- und phosphorspezifischer Detektor

### 2. Abkürzungen für organische Stoffgruppen und Summenparameter

AOX	Adsorbierbare organisch gebundene Halogene (X= Cl, Br, I)
BTEX	Leichtflüchtige aromatische Kohlenwasserstoffe (von: <u>B</u> enzol, <u>T</u> oluol, <u>E</u> thylbenzole, <u>X</u> ylol; genaue Definition s. [Lfw-Merkblatt Nr. 3.8/1])
DOC	Gelöster organischer Kohlenstoff
EOX	Extrahierbare organische Halogenverbindungen (X= Cl, Br, I)
LHKW	Leichtflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe (Definition s. [Lfw-Merkblatt Nr. 3.8/1])
MKW	Mineralölkohlenwasserstoffe (Definition s. [Lfw-Merkblatt Nr. 3.8/1])
PAK	Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (Definition s. [Lfw-Merkblatt Nr. 3.8/1])
PCB	Polychlorierte Biphenyle (Definition für den Pfad Boden-Gewässer s. [Lfw-Merkblatt Nr. 3.8/1]; Definition für den Pfad Boden-Mensch s. [Lfu-Merkblatt, 2002])
PCDD/F	Polychlorierte Dibenzodioxine und Dibenzofurane
SHKW	Schwerflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe
TOC	gesamter organischer Kohlenwasserstoff



### 3. Sonstige Abkürzungen

BBodSchG	Bundes-Bodenschutzgesetz
BBodSchV	Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung
BoSE	Bodensättigungsextrakt
CaCl <sub>2</sub>	Calciumchlorid
EPA	Environmental Protection Agency, (amerikanische Umweltbehörde)
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Wasserstoffperoxid
HNO <sub>3</sub>	Salpetersäure
FNU	Formacin Nephelometric Unit (Trübungsmaß)
LF	Leitfähigkeit
LfW	Landesamt für Wasserwirtschaft
pH <sub>stat</sub> -Verfahren	Elution bei konstantem pH-Wert gemäß LAGA-Richtlinie EW 98p
S4-Elution	Elution gemäß DIN 38414-4 mit den Modifikationen der BBodSchV
TM	Trockenmasse





## Anhang 2 Normen, Technische Regeln und Methodenvorschriften

In diesem Anhang sind die Titel der im Text und den Tabellen dieses Merkblattes angegebenen Normen, Normentwürfe, Richtlinien und sonstigen Analysenvorschriften zusammengestellt.

### 1. Normen und Normentwürfe

**DIN 18123**; Ausgabe 11/1996:

Baugrund – Untersuchung von Bodenproben – Bestimmung der **Korngrößenverteilung**

**DIN 19682**

Bodenuntersuchungsverfahren im Landwirtschaftlichen Wasserbau – Felduntersuchungen –  
**Teil 2**; Ausgabe 4/1997: Bestimmung der **Bodenart**

**DIN 19683**

Bodenuntersuchungsverfahren im Landwirtschaftlichen Wasserbau – Physikalische Laboruntersuchungen –

**Teil 3**; Ausgabe 4/1973: Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung nach Vorbehandlung mit Wasser

**Teil 12**; Ausgabe 4/1973: Bestimmung der **Rohdichte**

**DIN 19684**

Bodenuntersuchungsverfahren im Landwirtschaftlichen Wasserbau – Chemische Laboruntersuchungen –

**Teil 3**; Ausgabe 8/2000: Bestimmung des Glühverlusts und des Glührückstands

**Teil 9**; Ausgabe 8/2000: Bestimmung des Gehaltes an pflanzenschädlichen Sulfiden und Polysulfiden im Boden

**DIN 19734**; Ausgabe 1/1999:

Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von **Chrom(VI)** in phosphatgepufferter Lösung

**DIN 19735 (Vornorm)**; Ausgabe 2/1999:

Bodenbeschaffenheit – Ableitung von Konzentrationen im Bodenwasser aus ammoniumnitratextrahierbaren Gehalten oder Eluatgehalten

**DIN 19736 (Vornorm)**; Ausgabe 10/1998:

Bodenbeschaffenheit – Ableitung von Konzentrationen organischer Stoffe im Bodenwasser

**DIN 38404**

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

**Teil 5**; Ausgabe 1/1984: Bestimmung des **pH-Wertes**

**DIN 38405**

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Anionen (Gruppe D)

**Teil 1**; Ausgabe 12/1985: Bestimmung der **Chlorid-Ionen**

**Teil 4**; Ausgabe 07/1985: Bestimmung von **Fluorid**

**Teil 5**; Ausgabe 01/1985: Bestimmung der **Sulfat-Ionen**

**Teil 9**; Ausgabe 05/1979: Bestimmung des **Nitrat-Ions**



(Fortsetzung DIN 38405)

- Teil 13**; Ausgabe 02/1981: Bestimmung von **Cyaniden**  
**Teil 14**; Ausgabe 12/1988: Bestimmung von **Cyaniden** in Trinkwasser, gering belasteten Grund- und Oberflächenwasser  
**Teil 17**; Ausgabe 03/1981: Bestimmung von **Borat-Ionen**  
**Teil 23**; Ausgabe 10/1994: Bestimmung von **Selen** mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)  
**Teil 24**; Ausgabe 05/1987: Photometrische Bestimmung von **Chrom(VI)** mittels 1,5-Diphenylcarbazid  
**Teil 26**; Ausgabe 04/1989: Photometrische Bestimmung des **gelösten Sulfids**  
**Teil 27**; Ausgabe 07/1992: Photometrische Bestimmung von **leicht freisetzbarem Sulfid**  
**Teil 32**; Ausgabe 05/2000: Bestimmung von **Antimon** mittels AAS

### DIN 38406

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Kationen (Gruppe E);

- Teil 5**; Ausgabe 10/1983: Bestimmung des **Ammonium-Stickstoffs**  
**Teil 6**; Ausgabe 07/1998: Bestimmung von **Blei** mittels AAS  
**Teil 7**; Ausgabe 09/1991: Bestimmung von **Kupfer** mittels AAS  
**Teil 8 (Entwurf)**; Ausgabe 10/12001: Bestimmung von **Zink** mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Luft-Ethin-Flamme  
**Teil 11**; Ausgabe 9/1991: Bestimmung von **Nickel** mittels AAS  
**Teil 13**; Ausgabe 7/1992: Bestimmung von **Kalium** mittels AAS) in der Luft-Acetylen-Flamme  
**Teil 14**; Ausgabe 7/1992: Bestimmung von **Natrium** mittels AAS) in der Luft-Acetylen-Flamme  
**Teil 24**; Ausgabe 3/1993: Bestimmung von **Cobalt** mittels AAS  
**Teil 26**; Ausgabe 7/1997: Bestimmung von **Thallium** mittels AAS im Graphitrohrföfen  
**Teil 28**; Ausgabe 5/1998: Bestimmung von **gelöstem Barium** mittels AAS  
**Teil 29**; Ausgabe 5/1999: Bestimmung von **61 Elementen** durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma  
**Teil 32**; Ausgabe 5/2000: Bestimmung von **Eisen** mittels AAS  
**Teil 33**; Ausgabe 6/2000: Bestimmung von **Mangan** mittels AAS

### DIN 38407

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F);

- Teil 2**; Ausgabe 2/1993: Gaschromatographische Bestimmung von **schwerflüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen**  
**Teil 3**; Ausgabe 7/1998: Gaschromatographische Bestimmung von **polychlorierten Biphenylen**  
**Teil 5**; Ausgabe 11/1995: Bestimmung von **leichtflüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen (LHKW)** durch gaschromatographische Dampf-raumanalyse  
**Teil 7**; Ausgabe 9/2000: Bestimmung von **6 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK)** in Trink- und Mineralwasser mittels Hochleistungs-Dünnschicht-Chromatographie (HPTLC)  
**Teil 9**; Ausgabe 5/1991: Bestimmung von Benzol und einigen Derivaten mittels Gaschromatographie



(Fortsetzung DIN 38407)

**Teil 18**; Ausgabe 5/1999: Bestimmung von **15 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK)** durch Hochleistungsflüssigchromatographie mit Fluoreszenzdetektion

**Teil 19 (Entwurf)**: Gaschromatographische Bestimmung von **ausblasbaren organischen Verbindungen (AOV)** nach vorheriger Anreicherung auf einer Falle

(Anmerkung: Norm wurde zurückgezogen)

**Teil 20**; Ausgabe 9/2000: Bestimmung von **Bentazon, Bromoxynil und 8 ausgewählten Phenoxyalkancarbonsäuren** mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion nach Fest-Flüssig-Extraktion und Derivatisierung

#### **DIN 38409;**

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Summari-sche Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

**Teil 8**; Ausgabe 9/1984: Bestimmung der **extrahierbaren organisch gebundenen Halogene (EOX)**

**Teil 16**; Ausgabe 6/1984: Photometrische Bestimmung des **Phenolindex**

#### **DIN 38414;**

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

**Teil 4**; Ausgabe 10/1984: Bestimmung der **Eluierbarkeit** mit Wasser

**Teil 17**; Ausgabe 11/1989: Bestimmung von ausblasbaren und extrahierbaren, organisch gebundenen Halogenen

**Teil 18**; Ausgabe 1/1996: Bestimmung von adsorbierbaren, organisch gebundenen Halogenen (**AOX**)

**Teil 20**; Ausgabe 1/1996: Bestimmung von **6 polychlorierten Biphenylen (PCB)**

**Teil 24**; Ausgabe 10/2000: Bestimmung von **polychlorierten Dibenzodioxinen (PCDD) und polychlorierten Dibenzofuranen (PCDF)**

**DIN 51527-1**; Ausgabe 05/1987:

Prüfung von Mineralölerzeugnissen; Bestimmung **polychlorierter Biphenyle (PCB)** - Flüssigchromatographische Vortrennung und Bestimmung 6 ausgewählter PCB mittels eines Gaschromatographen mit Elektronen-Einfang-Detektor (ECD)

**DIN EN 1233**; Ausgabe 8/1996:

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von **Chrom** - Verfahren mittels Atomabsorptions-spektrometrie

**DIN EN 1483**; Ausgabe 8/1997:

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von **Quecksilber**

**DIN EN 1484**; Ausgabe 8/1997:

Wasserbeschaffenheit – Anleitung zur Bestimmung des **gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)**



**DIN EN 1485**; Ausgabe 11/1996:

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung **adsorbierbarer organisch gebundener Halogenen (AOX)**

**DIN EN 12338**; Ausgabe 10/1998:

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von **Quecksilber** – Verfahren nach Anreicherung durch Amalgierung

**DIN EN 12457-4 (Entwurf)**; 2/2000

Charakterisierung von Abfällen – Eluierung – Deklarationstest für die **Auslaugung** von körnigen Abfällen und Schlämmen –

**Teil 4**: Einstufiges **Schüttelverfahren** mit einem Flüssigkeits/Feststoffverhältnis von 10 l/kg und einer Korngröße unter 10 mm (ohne oder mit Korngrößenreduzierung)

**DIN EN 12673**; Ausgabe 5/1999:

Wasserbeschaffenheit – Gaschromatographische Bestimmung **einiger ausgewählter Chlorphenole** in Wasser

**DIN EN 26777**; Ausgabe 4/1993:

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von **Nitrit** – Spektrometrisches Verfahren

**DIN EN 27888**; Ausgabe 11/1993:

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung der **elektrischen Leitfähigkeit**

**DIN EN ISO 5667-3**: Ausgabe 4/1996: Wasserbeschaffenheit - Probennahme - Teil 3: Anleitung zur **Konservierung und Handhabung** von Proben

**DIN EN ISO 5961**; Ausgabe 5/1995:

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von **Cadmium** durch Atomabsorptionsspektrometrie

**DIN EN ISO 6468**; Ausgabe 2/1997:

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung ausgewählter **Organoinsektizide, Polychlorbiphenyle und Chlorbenzole**; Gaschromatographisches Verfahren nach Flüssig-Flüssig-Extraktion

**DIN EN ISO 7980**; Ausgabe 7/2000:

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von **Calcium und Magnesium** – Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie

**DIN EN ISO 9377**

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index

**Teil 1 (Entwurf)**; Ausgabe 05/2000: Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gravimetrie

**Teil 2**; Ausgabe 07/2001: Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie

**DIN EN ISO 10301**; Ausgabe 8/1997:

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung leichtflüchtiger Kohlenwasserstoffe – Gaschromatographische Verfahren

**DIN EN ISO 10304**:

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie

**Teil 1**; Ausgabe 4/1995: Bestimmung von **Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat** – Verfahren für gering belastetes Wasser

**Teil 2**; Ausgabe 11/1996: Bestimmung von **Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Ortho-**

**phosphat und Sulfat in Abwässern****Teil 3; Ausgabe 11/1997: Bestimmung von Chromat, Iodid, Sulfit, Thiocyanat und Thiosulfat****DIN EN ISO 10695**; Ausgabe 11/2000:Wasserbeschaffenheit – Bestimmung ausgewählter **organischer Stickstoff- und Phosphorverbindungen** – Gaschromatographisches Verfahren**DIN EN ISO 11369**; Ausgabe 11/1997:Wasserbeschaffenheit – Bestimmung **ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel** – Verfahren mit der Hochauflösungs-Flüssigchromatographie mit UV-Detektion und Festflüssig-Extraktion**DIN EN ISO 11732**; Ausgabe 9/1997:Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von **Ammoniumstickstoff** mit der Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion**DIN EN ISO 11885**; Ausgabe 4/1998:Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von **33 Elementen** durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionspektrometrie**DIN EN ISO 11969**; Ausgabe 11/96:Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von **Arsen** - Atomabsorptionsspektrometrie (Hydridverfahren)**DIN EN ISO 13395**; Ausgabe 12/1996:Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von **Nitritstickstoff, Nitratstickstoff** und der Summe von beiden mit der Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrische Detektion**DIN ISO 10382 (Entwurf)**; Ausgabe 02/1998:Bodenbeschaffenheit – Gaschromatographische Bestimmung des Gehaltes an **polychlorierten Biphenylen (PCB) und Organochlorpestiziden (OCP)****DIN EN ISO 14402**; Ausgabe 12/1999:Wasserbeschaffenheit – Bestimmung des **Phenolindex** mit der Fließanalytik (FIA und CFA)**DIN EN ISO 14403 (Entwurf)**; Ausgabe 5/1998:Wasserbeschaffenheit - Bestimmung des **gesamten Cyanids und des freien Cyanids** mit der kontinuierlichen Fließanalytik**DIN EN ISO 15680 (Entwurf); Ausgabe 9/2001**Wasserbeschaffenheit – Gaschromatographische Bestimmung einer Anzahl von **monocyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen, Naphthalen und einiger chlorierter Bestandteile** mittels Purge und Trap und thermischer Desorption**DIN ISO 9964-3**; Ausgabe 8/1996:Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von **Natrium und Kalium** – Teil 3: Bestimmung von **Natrium und Kalium** mittels Flammenphotometrie**DIN ISO 10381-1 (Entwurf)**; Ausgabe 02/1996:Bodenbeschaffenheit – Probennahme – Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von **Probennahmeprogrammen****DIN ISO 10390**; Ausgabe 5/1997:



## Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des **pH-Wertes**



**DIN ISO 10694**; Ausgabe 8/1996:  
Bodenbeschaffenheit – Bestimmung von **organischem Kohlenstoff und Gesamtkohlenstoff** nach trockener Verbrennung

**DIN ISO 11047 (Entwurf)**; Ausgabe 6/1995:  
Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von **Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink** - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren

**DIN ISO 11048**; Ausgabe 5/1997:  
Bodenbeschaffenheit – Bestimmung von wasser- und säurelöslichem **Sulfat**

**DIN ISO 11262 (Entwurf)**; Ausgabe 6/1994:  
Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von **Cyaniden**

**DIN ISO 11265**; Ausgabe 6/1997:  
Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der **spezifischen elektrischen Leitfähigkeit**

**DIN ISO 11272**; Ausgabe 1/2001:  
Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der **Trockenrohichte**

**DIN ISO 11277 (Entwurf)**; Ausgabe 6/1994:  
Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der **Partikelgrößenverteilung** in Mineralböden - Verfahren durch Sieben und Sedimentation nach Entfernen der löslichen Salze, der organischen Substanz und der Carbonate

**DIN ISO 11464**; Ausgabe 12/1996:  
Bodenbeschaffenheit - **Probenvorbereitung** für **physikalisch-chemische Untersuchungen**

**DIN ISO 11465**; Ausgabe 12/1996:  
Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des **Trockenrückstandes und des Wassergehalts** auf Grundlage der Masse - Gravimetrisches Verfahren

**DIN ISO 11466**; Ausgabe 6/1997:  
Bodenbeschaffenheit - **Extraktion in Königswasser** löslicher Spurenelemente

**DIN ISO 13877**; Ausgabe 01/2001  
Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von **polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK)** - Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie- (HPLC) Verfahren

**DIN ISO 14154 (Entwurf)**; Ausgabe 6/1998  
Bodenbeschaffenheit – Bestimmung von ausgewählten **Chlorphenolen** in Böden

**DIN ISO 14255**; Ausgabe 11/1998:  
Bodenbeschaffenheit – Bestimmung von **Nitrat-Stickstoff, Ammonium-Stickstoff und löslichem Gesamt-Stickstoff** in lufttrockenen Böden nach Extraktion mit Calciumchlorid-lösung

**DIN ISO 14507 (Entwurf)**; Ausgabe 2/1996:  
Bodenbeschaffenheit - **Probenvorbereitung** für die Bestimmung von **organischen Verunreinigungen** in Böden

**DIN ISO 15913**; Ausgabe 4/2000:

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung **ausgewählter phenoxyalkanischer Herbizide, Bentazon, Hydroxynitrilen** mittels Gaschromatographie und Massenspektrometrie nach Fest-Flüssig-Extraktion und Derivatisierung

**DIN ISO 16703 (Entwurf)**; Ausgabe 03/2002

Bodenbeschaffenheit – Gaschromatographische Bestimmung des Gehaltes an **Mineralölkohlenwasserstoffen**

**DIN ISO 16772 (Entwurf)**; Ausgabe 3/2002

Bodenbeschaffenheit – Bestimmung von **Quecksilber** in Königswasser-Extrakten von Boden durch Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie oder Kaltdampf-Atomfluoreszenzspektrometrie

**DIN ISO 20279 (Entwurf)**; Ausgabe 5/2002

Bodenbeschaffenheit - Extraktion von Thallium aus Böden und Bestimmung durch elektrophotometrische Atomabsorptionsspektrometrie

**ISO 11423**; 1997

Water-quality – Determination of **benzene and some derivative**

**Part 1:** Head-space gas chromatographic method

**Part 2:** Method using extraction and gas chromatography

**ISO FDIS 17993**; Ausgabe 2/2002

Water quality - Determination of **15 polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH)** in water by HPLC with fluorescence detection

**ISO/TR 11046**; Ausgabe 6/1994:

Soil quality - Determination of **mineral oil content** by infrared spectrometry and gas chromatographic method





## 2. Technische Richtlinien und sonstige Methoden

### **AbklärV,**

Klärschlammverordnung vom 15. 4.1992, BGBII 1992, 912

Anhang 1, Kap. 1.3.3.1 Bestimmung der **polychlorierten Biphenyle**

Anhang 1, Kap. 1.3.3.2 Bestimmung der **polychlorierten Dibenzodioxine und der polychlorierten Dibenzofurane**

### **Bodenkundliche Kartieranleitung;** 4. Auflage; berichtigte Ausgabe 1996

Arbeitsgruppe Bodenkunde der Geologischen Landesämter und der Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe, E. Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung Stuttgart

### **DEV F33;** 53. Lieferung, Januar 2002

Deutsche Einheitsverfahren – Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) Teil 33: Bestimmung von **polychlorierten Dibenzodioxinen (PCDD) und polychlorierten Dibenzofuranen (PCDF)**

### **HLUG,**

Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie

Analysenverfahren - Fachgremium Altlastenanalytik, Handbuch Altlasten, Band 7,

- Teil 1:** Bestimmung von **Polycyclischen Aromatischen Kohlenwasserstoffen** in Feststoffen aus dem Altlastenbereich, Wiesbaden (1998)
- Teil 3:** Bestimmung von **Mineralölkohlenwasserstoffen** mittels Kapillargaschromatographie in Feststoffen aus dem Altlastenbereich, Wiesbaden (2001)
- Teil 4:** Bestimmung von **BTEX / LHKW** in Feststoffen aus dem Altlastenbereich, Wiesbaden (2000)

### **Nato/CCMS**

Scientific Basis for the development of international Toxicity Equivalency Factor Method of Risk assesment for complex mixtures of dioxins and related compounds.

NATO Pilot Study on International Infomation Exchange on Dioxins and related Compounds Report Nr. 178, NATO/CCMS (1988)

### **LfW, Handb. tGewA**

Bayer. Landesamt für Wasserwirtschaft; Handbuch technische Gewässeraufsicht; Ausgabe 2002; Teil 4,

Einzelanweisung 4.1.3: Bestimmung der **elektrischen Leitfähigkeit**

Einzelanweisung 4.1.5: Bestimmung des **Nitratgehalts**

### **VDI, Verband Deutscher Ingenieure**

#### **Richtlinie 3865** Messen organischer Bodenverunreinigungen

**Blatt 1;** Ausgabe 10/1992: Messen **leichtflüchtiger halogenierter Kohlenwasserstoffe**, Meßplanung für Bodenluft-Untersuchungsverfahren

**Blatt 2;** Ausgabe 01/1998: Techniken für die **aktive Entnahme von Bodenluftproben**

**Blatt 3 (Entwurf);** Ausgabe 11/1996: Gaschromatographische Bestimmung von **niedrigsiedenden organischen Verbindungen** in Bodenluft nach Anreicherung an Aktivkohle oder XAD-4 und Desorption mit organischen Lösungsmitteln

**Blatt 4;** Ausgabe 12/2000: Gaschromatographische Bestimmung von **niedrigsiedenden organischen Verbindungen** in Bodenluft durch Direktmessung



**VDLUFA**, Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten, Methodenbuch, Band VII Umweltanalytik, Darmstadt (1996)