Leistungsbeschreibung für das LAGA-LFP-Vorhaben L 1.20

**Entwicklung und Validierung eines parametergruppenübergreifend einheitlichen Extraktionsverfahrens für chlorierte und nicht chlorierte schwerflüchtige Kohlenwasserstoffe**

# Allgemeines

Aktuelle Normen der Abfallanalytik erlauben den Untersuchungsstellen für die Parameter­gruppen PAK, CKW und PCB unterschiedliche Extraktionsverfahren. Die Gleichwertigkeit der ver­schiedenen Extraktionen kann dabei nicht in jedem Fall als gesichert angesehen werden. Die fehlende Vereinheitlichung der Extraktionsverfahren zeigt sich bei Ringversuchen in einer gene­rell unbefriedigenden Vergleichbarkeit von Untersuchungen verschiedener Labors. Darüber hin­aus entsteht bei der parallelen Durchführung mehrerer parameterspezifischer Extraktionen ver­meidbarer Arbeitsaufwand, der sich in unnötigen Kosten bei den durchführenden Labors und letztendlich bei den Auftraggebern niederschlägt.

# Untersuchungsziel

Ziel des Projekts ist es, durch Benennung eines für die Bestimmung von

* MKW,
* EOX,
* PAK,
* PCB und anderen CKW (wie z.B. Chlorbenzolen, HCH, DDX oder Aldrin) sowie von
* lipophilen Stoffen

geeigneten einheitlichen Extraktionsverfahrens die Qualität der Feststoffanalytik zu erhöhen und gleichzeitig den Aufwand in den Labors zu senken. Das Verfahren soll dabei die Vorgaben der bestehenden Normen in Form eines Kompromisses aufgreifen, eine möglichst vollständige Extraktion gewährleisten, kosten­günstig durchzuführen sein und eine für die o.g. Untersuchungen ausreichende Extraktmenge liefern.

Die Bestimmungen von Dioxinen, Phenolen, PFC, LCKW und BTEX erfordern spezielle Verfahren der Probenaufarbeitung und sind nicht Gegenstand des geplanten Vorhabens.

# Vorgehen

Das gesamte Vorhaben soll in den folgenden vier Schritten bearbeitet werden. **Die beiden ersten Schritte sind Bestandteil der vorliegenden Leistungsbeschreibung und werden im ersten Projektjahr bearbei­tet, die letzten beiden Schritte sind Bestandteil eines eventuellen Folgeprojekts, das im darauf fol­genden Jahr stattfindet**.

## LAGA LFP-Vorhaben L1.20

In einem **ersten Schritt** sollen aus den zu Projektbeginn gültigen Extraktionsvorschriften Verfah­ren abgeleitet werden, die einen fachlich vertretbaren Kompromiss aller Arbeitsvorschriften dar­stellen. Aus diesen möglichen Verfahren werden auf Grundlage einer fachlichen Bewertung zwei Verfahren ausgewählt, die im Anschluss erprobt und optimiert werden sollen. Diese Verfahren dürfen keine herstellerspezifischen Gerätschaften voraussetzten.

In einem **zweiten Schritt** erfolgt bei den beiden favorisierten Verfahren zunächst die Optimie­rung diverser operativer Details wie z. B. der Extraktionsdauer, des Extraktionsmittels sowie ggf. der Zahl der Mehrfachextraktionen und anschließend die Formulierung der Arbeitsvorschriften.

## Folgeprojekt (nur informativ)

In einem **dritten Schritt** werdendie Verfahren in Hinblick auf die Vollständigkeit und Reprodu­zierbarkeit der Extraktion und auf die Kosteneffizienz der Arbeitsabläufe verglichen. Das leis­tungsfähigere Verfahren wird, ggf. mit abschließenden Änderungen, in eine finale Arbeits­vorschrift überführt.

In einem **vierten Schritt** wird auf dieser Basis ein Validierungsringversuch mit mindestens 10 teilnehmenden Labors und vier Probenniveaus veranstaltet.

# Untersuchungskonzept im Einzelnen

## Versuchsproben

Um einen sinnvollen Vergleich der Extraktionsverfahren zu ermöglichen, ist es erforderlich, Pro­ben in ausreichender Menge und Homogenität einzusetzen. Die Proben müssen im Rahmen des Forschungsauftrags beschafft oder hergestellt werden.

Es soll sich dabei um

# 5 kg einer undotierten hintergrundbelasteten Bodenprobe mit Mineralölkohlenwasser­stoffgehalten unter 100 mg/kg, PAK-Gehalten zwischen 5 und 20 mg/kg (Summe 16 PAK nach EPA), PCB-Gehalten unter 20 µg/kg (Summe 6 PCB nach Ballschmiter) sowie weniger als jeweils 2 µg/kg HCB, g-HCH, Aldrin und DDT,

# 5 kg einer Bodenprobe dotiert mit ungefähr 3000 mg/kg Schmieröl, 3000 mg/kg Stearin, 300 mg/kg PAK (Summe 16 PAK nach EPA), 600 µg/kg PCB6, sowie je 60 µg/kg HCB, g-HCH, Aldrin und DDT und um

# 1 kg der 0,5-2,0-mm-Fraktion eines Straßenaufbruchs, der 1000 bis 10 000 mg/kg PAK und mehr als 500 mg/kg Bitumen enthält,

handeln.

Die Bodenproben werden lufttrocken gelagert und einen Tag vor der Extraktion mit 20 Gewichts-% Wasser befeuchtet.

Mit Probe a soll die Erfassung gealterter, in die Bodenmatrix eingebetteter Stoffe überprüft wer­den und Probe b soll die Extraktionsleistung für relativ frische, weniger stark an die Boden­matrix gebundene Schadstoffphasen abbilden. Mit Probe c wird der Aufschluss grober techno­gener Matrices mit fest eingebundenen Schadstoffen überprüft.

## Analytik

Die Bestimmung der extrahierbaren lipophilen Stoffe (des organischen Extrakts, OE) erfolgt gravimetrisch, die des EOX mittels Extrakt­verbrennung und elektrochemischer Chloridbestimmung. Die übrigen Parameter werden gas­chromatographisch bestimmt. Für MKW wird dabei die Flammenionisationsdetektion angewen­det, für die übrigen Parameter kommt eine massenspektrometrische Detektion mit isotopen­markierten internen Standards zum Einsatz.

Die Methodenentwicklung erfolgt auf Grundlage der Bestimmung folgender Parameter:

1. MKW-Gesamt (c10 bis c40)
2. EOX
3. 16 PAK-Einzelstoffe nach EPA
4. 6 PCB nach Ballschmiter
5. Hexachlorbenzol (HCB)
6. g-Hexachlorcyclohexan (Lindan, g-HCH)
7. p,p-Dichlordiphenyltrichlorethan (p,p-DDT)
8. Aldrin
9. Extrahierbare lipophile Stoffe (organischer Extrakt OE)

## Methodenoptimierung

Die beiden im ersten Projektschritt erarbeiteten Methoden werden an den drei o.g. Proben getes­tet:

Ausgegangen wird bei den Proben a und b von einer Probenmenge von ca. 50 g TM. Bei Probe c werden wegen der hohen Gehalte 10 g TM eingesetzt. Ermittelt werden in Dreifachbestimmungen die Menge des erhaltenen Extrakts im Verhältnis zur eingesetzten Menge des Lösungsmittels und die Konzentration der darin enthaltenen Analyten. Weiterhin werden die Gehalte der Proben berechnet. Durch Mehrfachextraktionen der Proben b und c wird auf Vollständigkeit der Extrak­tion geprüft.

Der Parameterumfang der Probe a beschränkt sich auf die GC-MS-Bestimmungen, der der Probe c auf lipophile Stoffe, MKW und PAK. In Probe b werden alle Parameter bestimmt.

Variiert werden aufgrund fachlicher Überlegungen aussichtsreich erscheinende Verfahrenspara­meter wie z.B. die Art der verwendeten Lösungsmittel, die Dauer der Extraktion und die Art der Phasentrennung.

Ziel der Optimierung ist es, eine möglichst große Extraktmenge mit möglichst hohen Analyt­konzentrationen zu erhalten.

**Die Ergebnisse der beiden ersten Schritte werden in einem ausführlichen Bericht doku­mentiert. Die Durchführung der Schritte drei und vier erfolgt nach erneuter Ausschreibung in einem Folgeprojekt.**

# Konzept des Folgeprojektes (nur informativ)

## Methodenvergleich

Die beiden optimierten Methoden werden mit je 10 Parallelbestimmungen an allen drei Proben auf Reproduzierbarkeit überprüft. Die Ergebnisse werden statistisch ausgewertet und hinsicht­lich ihrer Extraktionsausbeute und Reproduzierbarkeit bewertet. Arbeitsaufwand, Chemikalien­kosten sowie Reinigungs- und Entsorgungsaufwand werden dokumentiert und in die Bewertung einbezogen.

## Validierungsringversuch

Die mit dem Projektauftraggeber auf Grundlage des Methodenvergleichs ausgewählte Extrak­tionsmethode wird anschließend in einem vierten Schritt einem Ringversuch getestet. Dabei soll die Anwendbarkeit des Verfahrens durch verschiedene in der Abfalluntersuchung tätige Labors demonstriert werden. Die Teilnehmer erhalten die drei o.g. Proben in zu einer Doppelbestimmung ausreichender Menge. Der Untersuchungsumfang entspricht den Vorgaben aus Abschnitt 4.3. Die Teilnahme am Ringversuch ist kostenlos.

Die Auswertung des Ringversuchs erfolgt nach einem anerkannten statistischen Verfahren, wie es z.B. im Rahmen der Bundesdeutschen Länderübergreifenden Ringversuche angewendet wird.

Das Verfahren kann als ausreichend validiert angesehen werden, wenn die relativen Vergleichs­standardabweichungen im Mittel unter 20 % liegen.

## Abschlussbericht

Die Einzelheiten der durchgeführten Arbeiten und die Ergebnisse aller vier Projektschritte werden in einem ausführlichen Abschlussbericht dokumentiert.

# Weitere Vorgehensweise

Die Abgabe eines konkreten Angebotes mit Kostenkalkulation zur Projektdurchführung auf Basis dieser Leistungsbeschreibung wird zum **30. April 2020** erbeten. Nach fach­licher Prüfung und Bewertung der Unterlagen erfolgt die Auftragserteilung durch die Verga­be­stelle.

Das Projekt ist auf eine Laufzeit von 12 Monaten auszulegen. Der Projektbeginn ist für den **01. August 2020** vorgesehen.

Ein aussagekräftiger Zwischenbericht ist mit der Projektbetreuung des LAGA Forums Abfalluntersuchung abzustimmen und der LAGA-Geschäftsstelle sowie der Geschäftsstelle des Länderfinanzierungsprogramms „Wasser, Boden, Abfall“ (LFP) zum **15. Februar 2021** vorzulegen.

Der Bericht für das erste Projektjahr ist nach vorheriger Vorlage gegenüber der Projektbetreuung des LAGA Forums Abfalluntersuchung der LFP-Geschäftsstelle zum **31. Juli 2021** vorzulegen.

Unter Berücksichtigung der vorab genannten Kriterien wird um die Abgabe eines Angebotes zur Projektdurchführung an die LFP-Geschäftsstelle gebeten.