**Leistungsbeschreibung für das LAGA LFP-Vorhaben L1.18**

**Ermittlung des Einflusses der Stückigkeit/Körnigkeit von Materialien auf das Analysenergebnis von Elutionsversuchen**

**- Ermittlung fachlicher Grundlagen -**

**I. Allgemeines**

Die Beurteilung des Stoffinventars von Abfällen beruht maßgeblich auf der Ermittlung der mobilisierbaren Stoffanteile. Die Charakterisierung fester Abfälle (Feststoffe) erfolgt im Wesentlichen anhand von Eluatuntersuchungen mit anschließender atomspektroskopischer Elementbestimmung der umweltrelevanten Spezies (Schwermetalle) im akkreditierten und/oder notifizierten Labor.

Zu untersuchende Abfälle werden i.d.R. auf Basis der LAGA-Richtlinie PN 98[[1]](#footnote-1) beprobt und die Feststoffe im Anschluss gemäß DIN 19747[[2]](#footnote-2) mechanisch vorbereitet, um Prüf- bzw. Untersuchungsprobenmaterial2 für abfalltechnische Untersuchungen in geeigneter Form zu erhalten. Die Ermittlung der mobilisierbaren Stoffanteile (Eluatgewinnung) erfolgt gemäß den in den jeweiligen untergesetzlichen Regelwerken zum KrWG zitierten Verfahren. Hierbei handelt es sich i.d.R. um Elutionsmethoden, denen das Feststoff-/Flüssigkeitsverhältnis mit s/l=1:10 zu Grunde liegt. Nach Durchführung eines 24-stündigen Elutionsversuchs erfolgt i.d.R. die atomspektroskopische Elementbestimmung mittels ICP-OES und/oder ICP-MS.

Die Entscheidung bzgl. einer geeigneten Verwertung oder der Beseitigung der Materialien auf einer entsprechenden Deponie hängt maßgeblich vom Gehalt der ermittelten mobilisierbaren anorganischen Stoffanteile im Eluat ab. Die Höhe der Eluatgehalte hängen einerseits von der anzutreffenden Prüfmerkmalsträger-Anzahl in der Untersuchungsprobe2 und andererseits auch von der Stückigkeit/Körnigkeit des Materials ab. An frisch gebrochenen Materialien hingegen werden vergleichsweise höhere mobilisierbare Stoffanteile (Eluatgehalte) beobachtet. Auch experimentell bedingter Abrieb steht in Verdacht, solche Effekte hervorzurufen.

**II. Untersuchungsziele**

An ausgewählten sortenreinen Materialien von **streng definierter** Stückigkeit/Körnigkeit soll der Einfluss auf die Höhe der Konzentration des Eluatgehaltes und die damit verbundene Reproduzierbarkeit, ausgedrückt als Variationskoeffizient, ermittelt werden. Hierfür sollen die Prozesse der Kinetik des Löseverhaltens systematisch untersucht werden, wobei auch der Einfluss der spezifischen Oberfläche des Untersuchungsprobenmaterials auf die Kinetik der Löseprozesse mit in die systematischen Untersuchungen einzubeziehen ist. Als Elutionsverfahren sind Methoden mit einem Feststoff-Flüssigkeitsverhältnis von s/l=1:10 und s/l=1:2 heranzuziehen. Als Materialtypen sind Schlacke (z.B. Rostschlacke aus HMVA[[3]](#footnote-3)), Ziegel- und Betonbruch sowie Recyclingbaustoff Bunte Ware zu verwenden, wobei die Untersuchungen an Korngrößen von 32 mm, 10 mm, 2 mm und 0,25 mm durchzuführen sind.

Als Elutionsmethoden sind die DIN EN 12457-4[[4]](#footnote-4) (s/l=1:10), die DIN 19902[[5]](#footnote-5)(s/l=1:10; s/l=1:2), sowie die DIN 19529[[6]](#footnote-6) (s/l=1:2) im Methodenvergleich anzuwenden. Wobei die DIN 19902 sowohl mit s/l=1:10 als auch mit s/l=1:2 Anwendung finden soll und die zeitabhängigen Untersuchungen hier methodisch bedingt entfallen.

Um zu belastbaren und statistisch auswertbaren Ergebnissen zu gelangen sind jeweils Untersuchungen an acht Parallelen durchzuführen.

Die Elementanalytik ist auf Basis der DIN ISO 22036[[7]](#footnote-7) bzw. DIN EN ISO 17294-2[[8]](#footnote-8) durchzuführen. Hierbei sind die Elemente As, Sb, Pb, Cd, Cr, Cu, Mo, Ni, V, W und Zn zu analysieren. Neben der Elementanalytik sind auch Chlorid und Sulfat mittels Ionenchromatographie auf Basis der DIN 10304-1[[9]](#footnote-9) zu bestimmen. Die Bestimmung des pH-Wertes (DIN EN ISO 10523) und der elektrischen Leitfähigkeit (DIN EN 27888) ist in den Eluaten ebenfalls durchzuführen.

Um zu vergleichbaren naturwissenschaftlich gesicherten Aussagen zu kommen, ist es erforderlich die einzusetzenden Untersuchungsprobenmassen bei allen durchzuführenden Versuchen konstant zu halten. Hierbei bestimmt die kleinste Materialmenge aus dem Versuch der DIN 19902 bei dem jeweiligen s/l-Verhältnis die einzusetzende Materialmasse (90g), die der der DIN EN 12457-4 auch entspricht. Eine weitere Randbedingung für die Vergleichbarkeit von Untersuchungsergebnissen muss für den Recyclingbaustoff Bunte Ware getroffen werden. Hier ist reales Material auf seine Zusammensetzung (Ziegelbruch; Betonbruch) durch Sortieren zu „analysieren“ und gemäß der ermittelten Zusammensetzung als „Modelluntersuchungsmaterial“ nach Abtrennen von Fremdanteilen in seiner Zusammensetzung zu „rekonfigurieren“. Dieses rekonfigurierte Material ist dann für alle systematischen Untersuchungen in dieser „definierten Zusammensetzung“ einzusetzen.

**III. Untersuchungskonzept im Einzelnen**

III.1a Untersuchungen auf Gleichgewichtsbedingungen

Für jeden der v. g. Materialtypen und der jeweils unten aufgeführten Stückigkeiten/Körnigkeiten sind zwecks Aufzeigen der Kinetik des Löseprozesses über einen Zeitraum von mindestens t=0,25h über t=24h bis t=264h (11d) Elutionsuntersuchungen mit acht Parallelen durchzuführen. Die v. g. Versuchsdauer soll gewährleisten, „steady-state-conditions“ für jedes Element und jeden Materialtyp experimentell aufzeigen zu können. Hierbei stehen zwei wesentliche Dinge im Vordergrund. Einerseits sind die durch die „Steady-state-conditions“ zu erwartenden Konzentrations-Konvergenzbereiche mit ihrem zugehörigen Verlauf möglichst gut aufzuzeigen und andererseits sind die zu Beginn des Versuchs ebenfalls zu erwartenden steilen Konzentrations-Zeitverlaufsentwicklungen der „ansteigenden Flanken“ detailliert experimentell zu ermitteln. Letzteres erfordert eine enge zeitliche „Taktfrequenz“ bei der Versuchsplanung, so dass unterhalb und oberhalb von t=0,25 h Untersuchungen (Messpunkte) im fünfminütigen Takt erforderlich sein werden.

III.1b Untersuchungen zum Einfluss der Körnigkeit/Stückigkeit

Zur Untersuchung des Einflusses der Stückigkeit ist sortenreines und definiertes grobstückiges/körniges Material von:

1. 32 mm auf 10 mm,
2. 10 mm auf 2mm,
3. 2 mm auf 0,25mm,

einzusetzen und ggf. zu brechen.

ANMERKUNG: Das „Ausgangsmaterial“ vom „Typ 32mm“ ist ausschließlich durch Siebung und ggf. durch Sortierung, ohne zu brechen herzustellen.

Entsprechende Kontrollsiebungen sind so durchzuführen, dass Material von möglichst einheitlicher Körnigkeit bei sehr engem Kornspektrum für die unter III.1a beschriebenen Vorgehensweise zur Verfügung steht, wobei zu erwartende Konzentrationsunterschiede über die Elutionsdauer tx aufgezeigt werden sollen.

Hierfür ist das Anfangsintervall der Zeitabhängigkeit in der Form zu verdichten, dass der zu erwartende steile Anstieg des Konzentrationsverlaufs bestens dokumentiert, ausgewertet und interpretiert werden kann (vgl. III.1a). Vor und nach den Elutionsversuchen ist von jedem Untersuchungsprobenmaterial nach der jeweiligen Zeitspanne tx die spezifische Oberfläche des Feststoffes nach BET[[10]](#footnote-10) in [m²/g] zusätzlich zu ermitteln. Hierdurch soll evtl. Abrieb (Veränderung in der Kornverteilung) quantifizierbar werden und für die Ergebnisauswertung einbeziehbar werden.

III.2 Spezielle verfahrenstechnische Untersuchungen

Materialien mit einer Stückigkeit von 32 mm sind zu brechen und anschließend daraus die Körnung 16/32 mm abzutrennen und in dem Mengenverhältnis zu untersuchen, wie der Anteil 32 mm als Ausgangsmenge zugrunde lag.

Als Elutionsmethoden sind auch hier die DIN EN 12457-4[[11]](#footnote-11) (s/l=1:10), die DIN 19902[[12]](#footnote-12)(s/l=1:10; s/l=1:2), sowie die DIN 19529[[13]](#footnote-13) (s/l=1:2) im Methodenvergleich anzuwenden. Wobei die DIN 19902 sowohl mit s/l=1:10 als auch mit s/l=1:2 Anwendung finden soll.

Um zu belastbaren und statistisch auswertbaren Ergebnissen zu gelangen sind wieder Untersuchungen an acht Parallelen durchzuführen.

Die Elementanalytik sollte auf Basis der DIN ISO 22036[[14]](#footnote-14) bzw. DIN EN ISO 17294-2[[15]](#footnote-15) erfolgen. Hierbei sind die Elemente As, Sb, Pb, Cd, Cr, Cu, Mo, Ni, V, W und Zn zu analysieren.

Zwecks Aufzeigen der Kinetik des Löseprozesses sind über einen Zeitraum von t=0,5 h bis t=264h Elutionsuntersuchungen an acht Parallelen für die v. g. Stückigkeit/Körnigkeit durchzuführen; wobei die Untersuchungen gemäß DIN 19902 jedoch ohne Zeitabhängigkeit durchzuführen ist. Die v. g. Versuchsdauer soll gewährleisten, dass auch hier die „steady-state-conditions“ für jedes Element und jedes Material nachgewiesen werden kann.

Vor und nach den Elutionsversuchen ist auch hier von jedem Untersuchungsprobenmaterial nach der jeweiligen Zeitspanne tx die spezifische Oberfläche des Feststoffes nach BET[[16]](#footnote-16) in [m²/g] zu ermitteln, um evtl. Abrieb (Veränderung im Kornspektrum) quantifizierbar aufzeigen und mit in die Ergebnisauswertung einbeziehen zu können.

**IV. Weitere Vorgehensweise**

Die Abgabe eines konkreten Angebotes mit Kostenkalkulation zur Projektdurchführung auf Basis dieser Leistungsbeschreibung (II. und III.) wird zum **09. Mai 2018** erbeten. Nach fachlicher Prüfung und Bewertung der Unterlagen erfolgt bei Zuschlag die Auftragserteilung durch die Vergabestelle.

Das Projekt ist auf eine Laufzeit von 12 Monaten auszulegen. Der Projektbeginn ist für den **01.06.2018** vorgesehen. Ein aussagekräftiger Zwischenbericht ist mit dem Projektbetreuer abzustimmen und der LFP-Geschäftsstelle zum **15. Januar 2019** vorzulegen.

Der Abschlussbericht ist nach vorheriger Vorlage gegenüber den Projektbetreuern des LAGA-Forums der Geschäftsstelle des Länderfinanzierungsprogramms „Wasser, Boden, Abfall“ zum **31. Mai 2019** vorzulegen.

1. LAGA PN 98 (12/2001) Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen, chemischen und biologischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Verwertung/Beseitigung von Abfällen [↑](#footnote-ref-1)
2. DIN 19747 (07/2009) Untersuchung von Feststoffen – Probenvorbehandlung, -vorbereitung und –aufarbeitung für chemische, biologische und physikalische Untersuchungen [↑](#footnote-ref-2)
3. HMVA: Hausmüllverbrennungsanlagen [↑](#footnote-ref-3)
4. DIN EN 12457-4 (01/2003) **Charakterisierung von Abfällen - Auslaugung; Übereinstimmungsuntersuchung für die Auslaugung von körnigen Abfällen und Schlämmen - Teil 4: Einstufiges Schüttelverfahren mit einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von 10 l/kg für Materialien mit einer Korngröße unter 10 mm (ohne oder mit Korngrößenreduzierung)** [↑](#footnote-ref-4)
5. DIN 19902 (03/2018) **Elution von Feststoffen - Vor-Ort-Elutionsverfahren zur Ermittlung der mobilisierbaren anorganischen Stoffanteile** [↑](#footnote-ref-5)
6. DIN 19529 (12/20015) **Elution von Feststoffen - Schüttelverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von an-**

**organischen und organischen Stoffen mit einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg** [↑](#footnote-ref-6)
7. DIN ISO 22036 (06/2009) **Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen in Bodenextrakten mittels Atom-emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)** [↑](#footnote-ref-7)
8. DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) **Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope (ISO 17294-2:2016)** [↑](#footnote-ref-8)
9. DIN 10304-1 (07/2009) Bestimmung von gelösten Anionen mittels Flüssigkeits-Ionenchromatographie –Teil 1: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Phosphat und Sulfat [↑](#footnote-ref-9)
10. BET: Brunauer, Emmett, Teller; Adsorption of Gases in Multimolecular Layers*. In:* Journal of the American Chemical Society*; Band 60, Nr. 2, Februar 1938, S. 309–319* [↑](#footnote-ref-10)
11. DIN EN 12457-4 (01/2003) **Charakterisierung von Abfällen - Auslaugung; Übereinstimmungsuntersuchung für die Auslaugung von körnigen Abfällen und Schlämmen - Teil 4: Einstufiges Schüttelverfahren mit einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von 10 l/kg für Materialien mit einer Korngröße unter 10 mm (ohne oder mit Korngrößenreduzierung)** [↑](#footnote-ref-11)
12. DIN 19902 (03/2018) **Elution von Feststoffen - Vor-Ort-Elutionsverfahren zur Ermittlung der mobilisierbaren anorganischen Stoffanteile** [↑](#footnote-ref-12)
13. DIN 19529 (12/20015) **Elution von Feststoffen - Schüttelverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von an-**

**organischen und organischen Stoffen mit einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg** [↑](#footnote-ref-13)
14. DIN ISO 22036 (06/2009) **Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen in Bodenextrakten mittels Atom-emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)** [↑](#footnote-ref-14)
15. DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) **Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope (ISO 17294-2:2016)** [↑](#footnote-ref-15)
16. BET: Brunauer, Emmett, Teller; Adsorption of Gases in Multimolecular Layers*. In:* Journal of the American Chemical Society*; Band 60, Nr. 2, Februar 1938, S. 309–319* [↑](#footnote-ref-16)