



Merkblatt Nr. 3.8/5

Stand: 21. April 2017

alte Nummer: 3.8/5 vom 17. Mai 2002

Ansprechpartner: Referat 96

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

Inhaltsverzeichnis

1	Allgemeine Hinweise	3
1.1	Anwendungsbereich	3
1.2	Hinweise zur Qualitätssicherung	4
2	Probenvorbehandlung und -konservierung, Haltbarkeit	4
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	8
2.2.3	Schwerflüchtige organische Stoffe	9
3	Analytik	11
3.1	Allgemeines	11
3.2	Untersuchungsrelevante Parameter	11
3.2.1	Physikalisch-chemische Kenngrößen	12
3.2.2	Anorganische Stoffe	12
3.2.3	Organische Stoffe	13
3.3	Untersuchung von Bodenluftproben	18
4	Elutions- und Säulenverfahren	19
4.1	Allgemeines	19
4.2	Verfahrensauswahl	19

4.2.1	Festlegungen der BBodSchV	20
4.2.2	Ergänzende Hinweise zu den Elutionsverfahren	21
5	Literaturverzeichnis	24
ANHANG 1:	Abkürzungsverzeichnis	27
ANHANG 2:	Checkliste zur Qualitätssicherung von Bodenproben (Laborproben)	28
ANHANG 3:	Kurzbeschreibung der Verfahren zur Herstellung von Eluaten	29

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1:	Teilschritte bei der Entnahme und Untersuchung von Proben	3
Abb. 2:	Vereinfachtes Schema der Probenvorbehandlung von Böden (Laborprobe) für die Bestimmung anorganischer Stoffe und physikalisch-chemischer Kenngrößen (in Anlehnung an DIN 19747)	7
Abb. 3:	Vereinfachtes Schema der Probenvorbehandlung von Böden (Laborprobe) für die Bestimmung organischer Stoffe (in Anlehnung an DIN 19747 und gemäß Kap. 2.2)	10
Abb. 4:	Vereinfachtes Schema zur Probenvorbereitung für die Elution von Feststoffen mittels Perkulations- bzw. Schüttelverfahren nach DIN 19528 und DIN 19529	30
Abb. 5:	Schematischer Versuchsaufbau des Perkulationsverfahrens zur Untersuchung des Elutionsverhaltens entsprechend DIN 19528	31

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Metalle, Metalloide und sonstige Kationen	12
Tabelle 2:	Anionen	13
Tabelle 3:	Kohlenwasserstoffe und Alkylether	14
Tabelle 4:	Chlorierte Kohlenwasserstoffverbindungen	16
Tabelle 5:	PBSM – Organische Pflanzenbehandlungs- und Schädlingsbekämpfungsmittel	16
Tabelle 6:	Phenole	17
Tabelle 7:	Verfahren zur Herstellung von Eluaten mit Wasser gemäß BBodSchV	20
Tabelle 8:	Einschätzung der Elutionsverfahren hinsichtlich ihrer Vor- und Nachteile	23
Tabelle 9:	Dimensionierung des Elutionsansatzes	32

Dieses Merkblatt ersetzt das Merkblatt Nr. 3.8/5 vom 17. Mai 2002

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 fachgerechte 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.

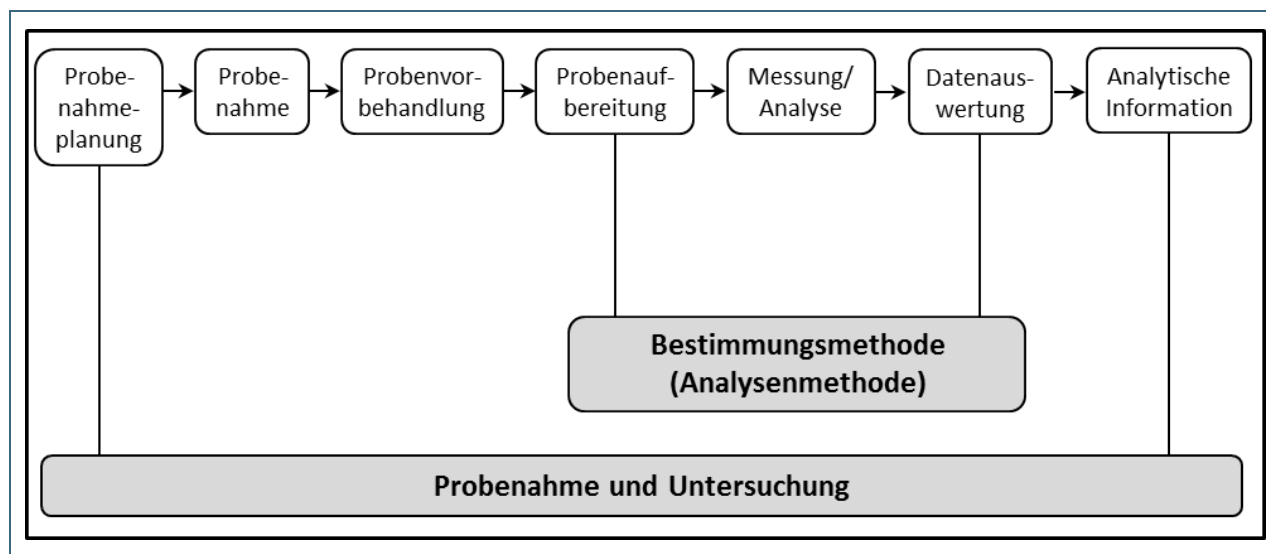


Abb. 1: Teilschritte bei der Entnahme und Untersuchung von Proben

Ziel dieses Merkblatts ist es, das Vorgehen bei Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen und die Untersuchung von Bodenproben, Bodenluftproben und Eluaten 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 somit die Bewertungssicherheit erhöht werden.

Vorgaben zur Bestimmung der Schadstoffgehalte in Böden, Bodenmaterial und sonstigen Materialien sowie zu den anzuwendenden Analyseverfahren sind in der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV) in Anhang 1 unter Nr. 3 enthalten. Hierzu gehören Vorgaben zur Probenauswahl und -vorbehandlung, zur Extraktion und Elution sowie zu Analysemethoden. Andere Verfahren können gemäß Anhang 1 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. Entsprechende alternative Referenzverfahren bzw. gleichwertige Verfahren können dem Anhang 1 des Fachmoduls Boden und Altlasten (LABO 2012), sowie der Methodensammlung Boden-/ Altlastenuntersuchung (FBU 2014) entnommen werden.

Die aktuellen Versionen der jeweiligen Methodensammlungen sind über die nachfolgend genannten Links im Internet auf den Seiten der Länderarbeitsgemeinschaft Boden (LABO) und des Umweltbundesamtes (UBA) abrufbar.

https://www.labo-deutschland.de/documents/2_Anlage_Fachmodul_Boden-Altlasten_f06.pdf

http://www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/359/dokumente/methosa_boal_v1.pdf

Die BBodSchV enthält Methoden für die Probenvorbehandlung, die Analyse und die Extraktion von Bodenproben zur Bestimmung von Gesamtstoffgehalten an anorganischen und organischen Stoffen. Die Vorgaben in den Kapiteln 2 (Probenvorbehandlung) und 3 (Analytik) 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 hier vorgegebenen bzw. im Fachmodul Boden und Altlasten (LABO 2012) und in der Methodensammlung Boden-/ Altlastenuntersuchung (FBU 2014) genannten alternativen Referenzverfahren für wässrige Lösungen und Extrakte können auch für die Untersuchung von Sickerwasserproben und Eluaten angewendet werden, soweit die Randbedingungen der Analysenvorschriften dies zulassen. Die Stoffkonzentrationen und -frachten im Sickerwasser und der Stoffeintrag in das Grundwasser am Ort der Beurteilung dürfen abgeschätzt werden (§ 2 Nr. 5 und § 4(3) BBodSchV).

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 ergänzt.

Die im Merkblatt verwendeten Abkürzungen werden im Anhang 1 erläutert.

1.2 Hinweise zur Qualitätssicherung

Sachverständige und Untersuchungsstellen, die Aufgaben nach dem Bundes-Bodenschutzgesetz (BBodSchG) wahrnehmen, müssen gemäß § 18 BBodSchG bestimmte Voraussetzungen erfüllen. Die entsprechende Zulassung nach der Verordnung über Sachverständige und Untersuchungsstellen für den Bodenschutz und die Altlastenbearbeitung in Bayern (VSU Boden und Altlasten) erfolgt durch das Bayerische Landesamt für Umwelt (LfU).

Zur Durchführung der orientierenden Untersuchung im Rahmen der Amtsermittlung sind von den Wasserwirtschaftsämtern ausschließlich nach § 18 BBodSchG zugelassene Sachverständige und Untersuchungsstellen zu beauftragen. Das LfU empfiehlt zur Gewährleistung einer hinreichenden Qualitätssicherung und damit eines effizienten und zügigen Verfahrens auch in den übrigen Verfahrensschritten (Detailuntersuchung, Sanierungsuntersuchung, Sanierungsplanung) ausdrücklich, nur nach § 18 BBodSchG zugelassene Sachverständige und Untersuchungsstellen zu beauftragen. Dies kann nach § 9 Abs. 2 Satz 2 und § 13 Abs. 2 BBodSchG von der Kreisverwaltungsbehörde (KVB) gefordert werden.

Die fachlichen Anforderungen an die Untersuchung von Feststoffen in konkreten Einzelfällen werden durch die Vorgaben dieses Merkblatts bestimmt.

Zur Überprüfung der Einhaltung der Merkblattanforderungen zur Probenvor- und -aufbereitung für die Untersuchung von Bodenproben und Eluaten dient die im Anhang 2 aufgeführte Checkliste.

Hinweise für die Vergabe von Leistungen durch die Verwaltung im Rahmen der Amtsermittlung bei der Orientierenden Untersuchung enthält das LfU-Merkblatt 3.8/2.

2 Probenvorbehandlung und -konservierung, Haltbarkeit

Vor Ort entnommene Bodenproben werden für die Untersuchung in der Regel in eine Untersuchungsstelle transportiert. Bei großen Probenmengen ist eine Teilung bzw. Einengung der Feldprobe entsprechend den Vorgaben der DIN 19747 bzw. des LfU-Merkblatts 3.8/4 (Kap. 5.3) erforderlich. Die

Übergabe der entnommenen Bodenproben an das Labor (Laborprobe), eine ggf. erforderliche Extraktion mit Lösungsmitteln oder eine anderweitige Probenvorbehandlung und die Analytik sollten generell zeitnah erfolgen. Hinsichtlich Transport, ggf. Konservierung und Lagerung von Bodenproben sind die Regelungen des Anhangs 1 Nr. 3.1.3, Tabellen 3 bis 7 BBodSchV bzw. die im Fachmodul Boden und Altlasten (LABO 2012) und in der Methodensammlung Boden-/ Altlastenuntersuchung (FBU 2014) genannten gleichwertigen oder vergleichbaren Untersuchungs- und Analysenvorschriften (alternative Referenzverfahren) zu beachten. Bei fehlenden Vorgaben sind die Empfehlungen zur maximalen Lagerungsdauer ab dem Zeitpunkt der Probenahme von Bodenproben bei unterschiedlichen Bedingungen und Untersuchungsparametern nach DIN ISO 5667-1 bzw. DIN EN ISO 5667-3 zu beachten. Probenlagerung, Probentransport und Art der Probengefäße sind im Probenahmeprotokoll zu dokumentieren.

Prinzipiell sind Rückstellproben für Wiederholungsmessungen oder für bestimmte Fragestellungen (z. B. für die Analyse der für die Staubbildung relevanten Feinfraktion < 63 µm) aufzubewahren. Für getrocknete Feststoffproben (Rückstellproben) sind in der DIN 19747 die maximal empfohlenen Lagerungsdauern angegeben.

Um aus der in der Untersuchungsstelle angelieferten Bodenprobe eine für die jeweilige chemisch-analytische Untersuchung repräsentative Analysenprobe zu gewinnen, ist zunächst eine Probenvorbehandlung erforderlich. Die notwendige Vorbehandlung von Bodenproben unterscheidet sich grundsätzlich nach den zu untersuchenden Inhaltsstoffen.

Zu beachten ist, dass jegliche Art der Probenvorbehandlung (und auch Probenvorbereitung) Einfluss auf die Aussagekraft der chemischen, physikalischen oder biologischen Prüfverfahren sowie die Bodeneigenschaften haben kann.

In Kapitel 3 sind Verweise auf die aktuell gültigen Normen aufgelistet, aus denen die jeweiligen Vorgaben und Hinweise zur Probenvorbehandlung, -konservierung und -haltbarkeit zu entnehmen sind. Ergänzend zu den in der BBodSchV genannten Normen können zur Untersuchung von Bodenproben, Bodenluftproben und Eluaten die im Fachmodul Boden und Altlasten (LABO 2012) sowie die in der Methodensammlung des Fachbeirats Bodenuntersuchung (FBU 2014) als alternative Referenzverfahren aufgeführten Analysemethoden zur Anwendung kommen.

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

Vorgaben zur maximalen Lagerungsdauer von Bodenproben ab dem Zeitpunkt der Probenahme bei unterschiedlichen Bedingungen und Untersuchungsparametern sind der DIN ISO 18512 zu entnehmen. Probenlagerung, -transport und Art der Probengefäße sind im Probenahmeprotokoll zu dokumentieren.

2.1 Physikalisch-chemische Kenngrößen und anorganische Stoffe

Die für chemische und physikalische Untersuchungen erforderliche **Probenvorbehandlung** von Bodenproben erfolgt nach DIN 19747. Die parameterspezifische Probenvorbereitung ist notwendig, um eine Abtrennung oder Anreicherung der zu bestimmenden Stoffe aus der Analysenprobe (z. B. durch Extraktion oder Derivatisierung) zu ermöglichen. Die notwendige Vorbehandlung von Bodenproben unterscheidet sich grundsätzlich nach den zu untersuchenden Inhaltsstoffen und den jeweiligen Analyseverfahren.

Die **homogenisierte** Bodenprobe wird gemäß DIN 19747 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 sind zu bestimmen. Ergänzend zu den Vorgaben der DIN 19747 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 bis 2 mm) wird unter Verwendung von **Kunststoff- oder Edelstahlsieben** (2 mm Maschenweite) abgesiebt. In der abgesiebten Grobkornfraktion sind ggf. erkennbare Bodenagglomerate zu zerstoßen und der Feinkornfraktion zuzuordnen. Dabei ist sicherzustellen, dass möglichst wenig feines Material an der Grobfraction (Korngröße über 2 mm) anhaftet. Anschließend werden die **Massenanteile** der Grob- (Korngröße über 2 mm) und Feinkornfraktion (bis 2 mm) bestimmt. Die Grobkornfraktion (über 2 mm) wird ggf. gesondert untersucht. Im Regelfall wird eine repräsentative Teilprobe der Feinkornfraktion bis 2 mm in einer geeigneten Mühle kontaminationsfrei auf eine gemäß DIN 19747 vorgegebene **Korngröße < 250 µm** gemahlen und analytisch untersucht.

Ein Aliquot der Fraktion bis 2 mm wird zur Ermittlung der **Trockensubstanz** gemäß BBodSchV nach DIN ISO 11465 bei 105 °C getrocknet.

Anmerkungen:

Für die Bestimmung der meisten physikalisch-chemischen Kenngrößen (vgl. Kap. 3.2.1) 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 Material aus Altlasten können größere Anteile an belastetem Fremdmaterial (z. B. Schlacke Beimengungen) der Fraktion über 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 über 2 mm erforderlich sein. Zu Beginn einer Untersuchungsserie ist deshalb grundsätzlich stichprobenartig die Grobfraction nach geeigneter Zerkleinerung der analytischen Untersuchung zuzuführen, um eine eventuelle Belastung der Grobfraction erkennen zu können. Basierend auf dem Vergleich der Analyseergebnisse für die Fein- und Grobfraction ist festzulegen, wie häufig für eine definierte Serie die Grobfraction zu untersuchen ist. Gegebenenfalls ist mit der Fachbehörde abzustimmen, inwieweit eine Siebung der Bodenprobe auf eine Korngröße bis 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 bis 63 µm aus speziell für diesen Zweck entnommenen Rückstellproben zu analysieren (s. auch Kapitel 4, LfU-Merkblatt Altlasten 1, 2002). Dazu ist zunächst die Feinfraktion bis 63 µm mittels Trockensiebung abzutrennen. Die anschließende Aufbereitung und Analytik erfolgt gemäß den Standardverfahren.

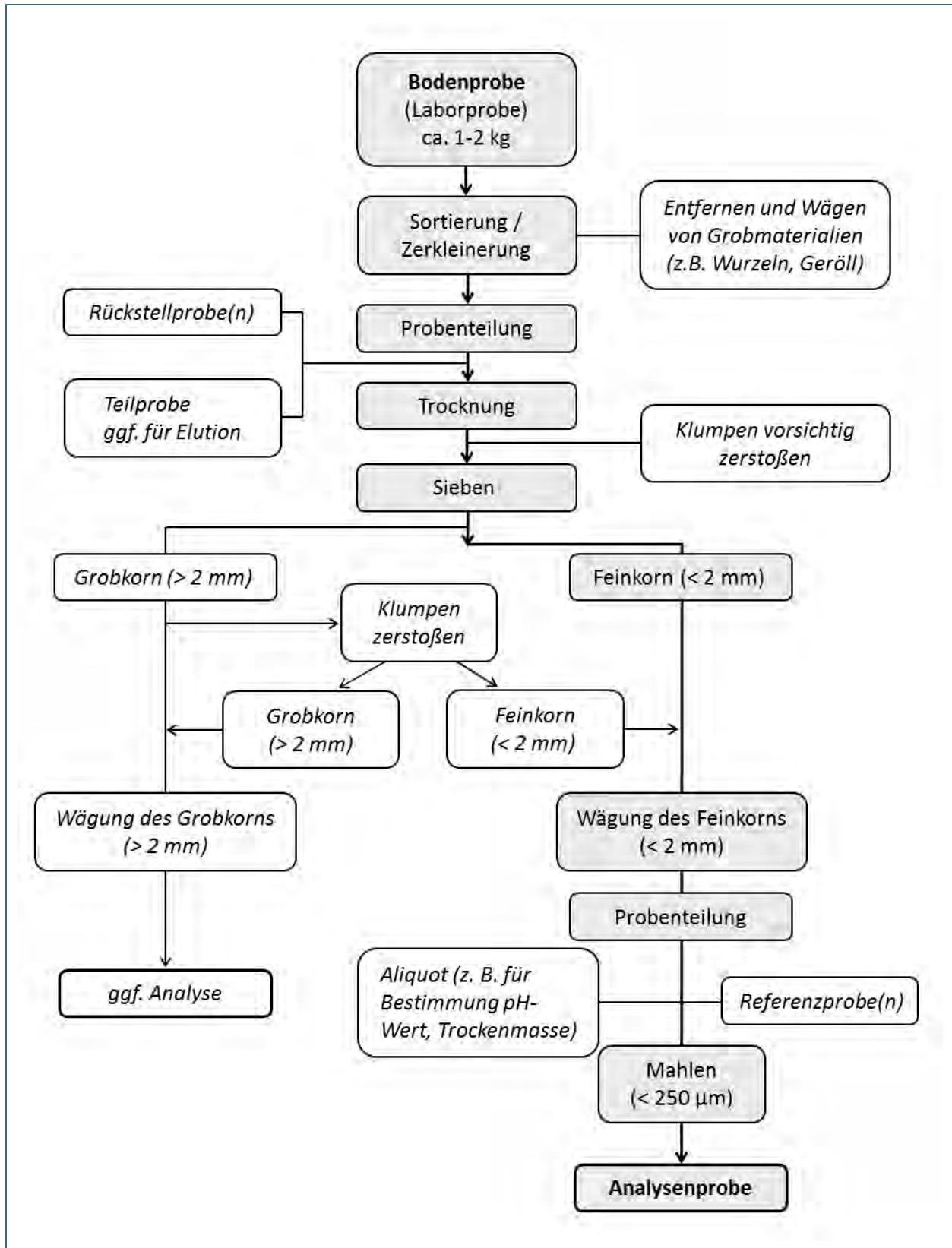


Abb. 2: Vereinfachtes Schema der Probenvorbereitung von Böden (Laborprobe) für die Bestimmung anorganischer Stoffe und physikalisch-chemischer Kenngrößen (in Anlehnung an DIN 19747)

2.2 Organische Stoffe

Die für chemische und physikalische Untersuchungen erforderliche **Probenvorbehandlung** von Bodenproben erfolgt nach DIN 19747.

Grundsätzlich ist bei der Vorbehandlung der Proben zwischen **leicht-, mittel- und schwerflüchtigen organischen Stoffen** zu unterscheiden. Bei der Probenvorbehandlung ist darauf zu achten, dass Verdampfungsverluste organischer Stoffe sowie Querkontaminationen vermieden werden.

Für organische Stoffe sind entsprechend vorgereinigte und ausgeheizte Glas- oder Edelstahlgefäße zu verwenden. Probenlagerung und -transport müssen dunkel und kühl erfolgen.

2.2.1 Leichtflüchtige organische Stoffe

Die Untersuchung auf **leichtflüchtige organische Stoffe (z. B. LHKW, BTEX)** erfolgt aus einer bereits unmittelbar nach der Probenahme vor Ort mit Lösungsmittel überschichteten Bodenprobe, die möglichst ungestört, z. B. aus dem frischen Bohrkern einer Rammkernsonde oder frisch abgeschälten Schurfwand, entnommen wird. Das Probenmaterial darf nicht verrührt werden. Die Proben werden dunkel, gekühlt bei $< 10\text{ °C}$ und aufrecht stehend in die Untersuchungsstelle transportiert und dort unmittelbar analysiert.

Bei leichtflüchtigen organischen Schadstoffen sind entsprechend vorgereinigte und ausgeheizte gasdichte Gefäße zu verwenden. Die Proben sind spätestens am darauffolgenden Tag der Probenentnahme bei der Untersuchungsstelle abzugeben. Es muss sichergestellt sein, dass während des Transports und der Lagerung keine Substanzverluste auftreten. Die Zeit zwischen Probenahme, Extraktionsschritt und Analysenbeginn ist zu dokumentieren. Es ist sicherzustellen, dass die Analyse zeitnah, bei der Analyse auf leichtflüchtige organische Schadstoffe spätestens bis 24 h Stunden nach Probeneingang erfolgt (siehe auch LfU-Merkblatt 3.8/4 (Kap. 5.3), HLUG 2000 und DIN EN ISO 22155). Vorgaben zur maximalen Lagerungsdauer ab dem Zeitpunkt der Probenahme von Bodenproben bei unterschiedlichen Bedingungen und Untersuchungsparametern sind der DIN ISO 18512 zu entnehmen. Probenlagerung, -transport und Art der Probengefäße müssen im Probenahmeprotokoll dokumentiert sein.

Bei der Bestimmung von leichtflüchtigen organischen Substanzen hat jegliche Trocknung bzw. sonstige Probenvorbehandlung (z. B. Siebung) zu unterbleiben. Der Feuchtegehalt wird in einer Parallelprobe gesondert bestimmt.

Bei nicht bindigen Böden ist die Entnahme und Untersuchung von Bodenluftproben der Bestimmung von Gesamtstoffgehalten leichtflüchtiger organischer Verbindungen in Bodenproben vorzuziehen. Hinweise zur Entnahme und Untersuchung von Bodenluftproben enthält die VDI Richtlinie 3865 bzw. das LfU-Merkblatt Altlasten 2 und das LfU-Merkblatt 3.8/4.

2.2.2 Mittelflüchtige organische Stoffe

Für die Untersuchung der Bodenprobe auf **mittelflüchtige organische Stoffe (z. B. Naphthalin, Acenaphthylen, Methylnaphthaline; Mono-, Di- und Trichlorbenzole, Mono- und Dichlorphenole, Heizöl, Terpene)** wird nicht bindiges, 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 Edelstahlsieb mit einer Maschenweite von 2 mm gegeben. Das Verhältnis der zwei Fraktionen ist zu dokumentieren.

Bei bindigem feldfrischem Probenmaterial muss die Korngröße bis 2 mm abgetrennt werden. Dies kann z. B. dadurch geschehen, dass das Probenmaterial nacheinander durch gröbere Edelstahlsiebe mit abnehmender Maschenweite gedrückt wird. Sehr bindiges Probenmaterial kann z. B. mit einem Wiegemesser auf einer festen Unterlage zerteilt werden.

Falls eine Siebung auf die Korngröße von bis zu 2 mm aufgrund der Eigenschaften der Probe nicht möglich ist, wird die Probe über ein **10 mm-Edelstahlsieb** getrennt (Vorgehensweise im Analysenbericht angeben und begründen).

Ein repräsentativer Anteil des Feinbodens bis 2 mm bzw. der Fraktion < 10 mm ist möglichst unmittelbar nach der Homogenisierung zu analysieren. Ist dies nicht möglich, kann das Probenmaterial gemäß DIN ISO 18512 bis zu vier Tage 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 sind zu dokumentieren. Der Feuchtegehalt wird in einer Parallelprobe gesondert bestimmt.

Falls entsprechend der jeweiligen Analysevorschrift erforderlich, erfolgt eine Trocknung der Probe durch Verreiben mit wasserfreiem Natriumsulfat.

2.2.3 Schwerflüchtige organische Stoffe

Für die Untersuchung auf **schwerflüchtige organische Stoffe (z. B. polychlorierte Dioxine und Furane, PCB, Penta- und Hexachlorbenzol, Pentachlorphenol, per- und polyfluorierte Chemikalien)** erfolgt die **Homogenisierung** der Bodenprobe analog der Probenvorbereitung für mittelflüchtige Stoffe (Kap. 2.2.2). Die Proben werden für die weitere Probenvorbereitung **gefriergetrocknet**. Bei der Gefrier Trocknung der Bodenproben nach DIN 38414-22 ist sicherzustellen, dass keine Substanzverluste sowie Querkontaminationen auftreten. Anschließend erfolgt für die Analyse eine **Siebung** des Bodens auf **bis 2 mm**.

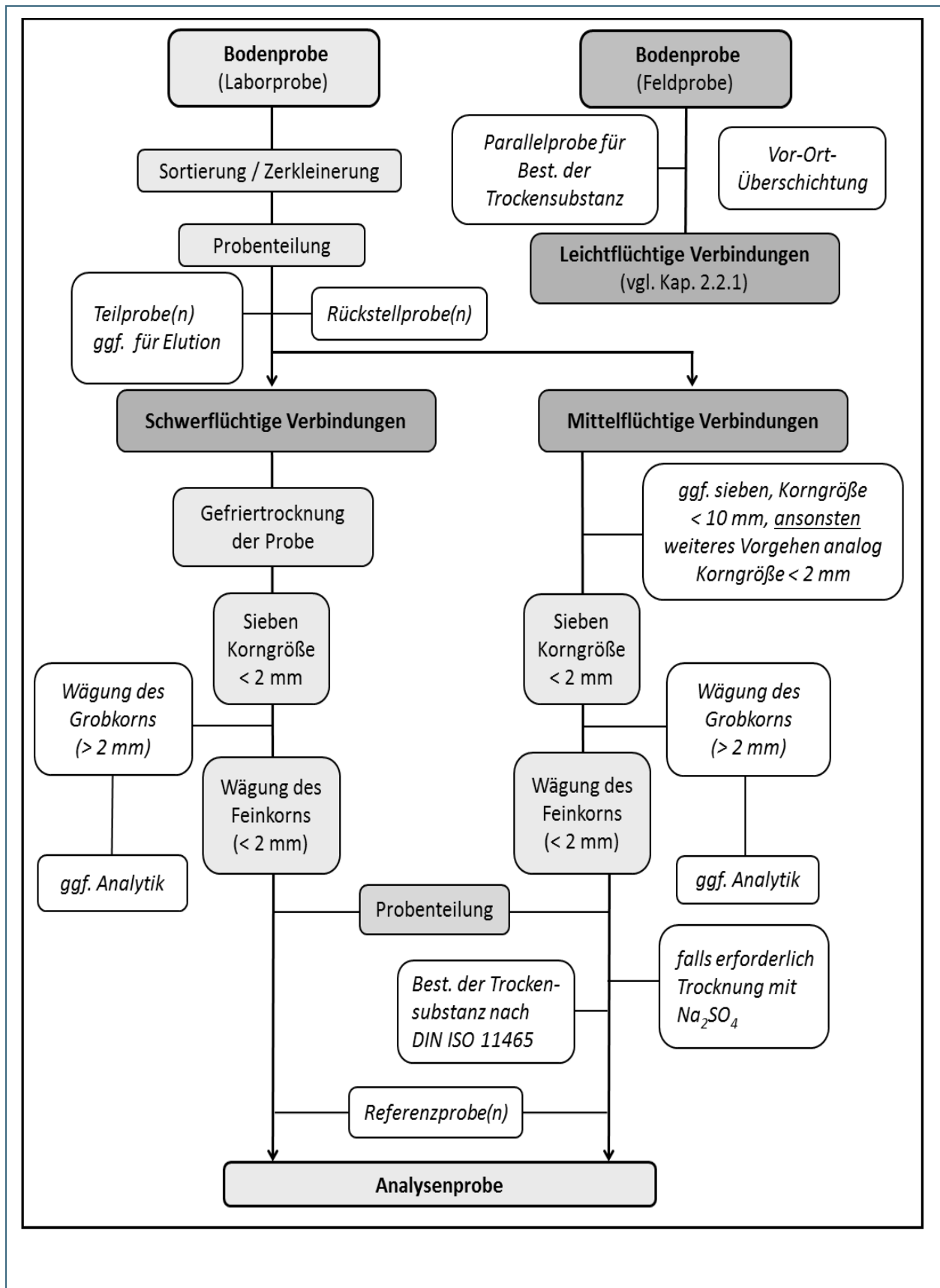


Abb. 3: Vereinfachtes Schema der Probenvorbereitung von Böden (Laborprobe) für die Bestimmung organischer Stoffe (in Anlehnung an DIN 19747 und gemäß Kap. 2.2)

3 Analytik

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. Für die Untersuchung von Bodenproben, Bodenluftproben und Eluaten können auch die im **Fachmodul Boden und Altlasten (LABO 2012)** genannten bzw. die in der **Methodensammlung des Fachbeirats Bodenuntersuchung (FBU 2014)** als alternative Referenzverfahren aufgeführten Analysenmethoden zur Anwendung kommen. Die dort aufgeführten Bestimmungsmethoden beruhen auf dem neuesten Stand der nationalen und internationalen Normung der Wasser- und Feststoffanalytik.

In der nachfolgenden **Zusammenstellung** sind **physikalisch-chemische Kenngrößen, Schwer-, Halbmetalle und sonstige Kationen, Anionen, summarische Wirkungs- und Stoffgrößen sowie gemeinsam erfassbare organische Stoffgruppen und organische Einzelparameter**, die bei Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen von Relevanz sein können, gruppenspezifisch zusammengefasst. **Abweichungen von den Vorgaben der BBodSchV** werden in den Anmerkungen zu den folgenden Tabellen kurz begründet.

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.

Es ist zu empfehlen, zu Beginn einer Untersuchung sowie an ausgewählten Proben im Laufe der weiteren Untersuchungen, nach Absprache mit dem Labor fallbezogene Übersichtsanalysen (ICP-MS- bzw. GC-MS-Screening) durchzuführen. Auf diese Weise können mögliche branchenspezifische Verunreinigungen ermittelt, bzw. ein Überblick über den zu berücksichtigenden Parameterumfang der Belastung erhalten werden.

3.2 Untersuchungsrelevante Parameter

Die Analyse der nach entsprechender Probenvorbereitung erhaltenen wässrigen Lösungen und Lösungen im organischen Lösungsmittel (Extrakt) erfolgt nach den Normen der Wasseranalytik.

Unter Berücksichtigung der Randbedingungen in den Analysenvorschriften sind die Bestimmungsmethoden für wässrige Lösungen auch bei der Untersuchung von Eluat- und Sickerwasserproben anzuwenden (Vorgaben zur Erstellung von wässrigen (Säulen)-Eluaten enthält Kap. 4.).

Weitere Analysenmethoden, die in der BBodSchV bzw. im Fachmodul Boden und Altlasten (LABO 2012) nicht enthalten bzw. in der Methodensammlung des Fachbeirats Bodenuntersuchung (FBU 2014) nicht als alternative Referenzverfahren bezeichnet sind, können im Einzelfall angewandt werden, falls sie zu vergleichbaren Ergebnissen führen. Grundsätzlich ist in diesen Fällen die alternative Methode mit der zuständigen Fachbehörde abzustimmen und die Gleichwertigkeit der alternativen Methode nachzuweisen.

Die für die Untersuchung von Böden, Bodenmaterial und sonstigen Materialien in der BBodSchV vorgegebenen anorganischen und organischen Parameter sind in den nachfolgenden Tabellen unterstrichen.

Im Anschluss an die jeweiligen Tabellen werden, insbesondere für die Untersuchung auf organische Stoffe, zusätzliche Hinweise und Ergänzungen zu den relevanten Normen gegeben. Die Anwendungsgrenzen der jeweiligen Normverfahren können den Einzelnormen bzw. der Methodensammlung Boden-/ Altlastenuntersuchung (FBU 2014) entnommen werden.

3.2.1 Physikalisch-chemische Kenngrößen

Für die Untersuchung der physikalisch-chemischen Kenngrößen sind die nachstehenden Hinweise zu beachten.

- **Elektrische Leitfähigkeit**
Das Ergebnis der Leitfähigkeitsmessung ist auf die Bezugstemperatur 25°C anzugeben.
- **Glühverlust bei 550 ° C**
Die Bestimmung erfolgt mittels gravimetrischer Verfahren.
- **Organischer Kohlenstoff und Gesamtkohlenstoff nach trockener Verbrennung (TOC)**
Die Bestimmung erfolgt mit einer luftgetrockneten Bodenprobe.
- **Korngrößenverteilung**
Die Bestimmung kann mittels Siebung, Dispergierung, Pipett-Analyse oder die Aräometer-Methode erfolgen.
- **pH-Wert**
Die Bestimmung erfolgt an einer feldfrischen oder luftgetrockneten Bodenprobe mit einer Calciumchlorid-lösung (c(CaCl₂): 0,01 mol/l).
- **Rohdichte**
Eine volumengerecht entnommene Bodenprobe wird bei 105°C getrocknet und dann zurückgewogen.
- **Trockenmasse und Wassergehalt**
Die Bestimmung erfolgt mittels gravimetrischer Verfahren.

3.2.2 Anorganische Stoffe

Tabelle 1: Metalle, Metalloide und sonstige Kationen

Parameter	Parameter
Ammonium-Stickstoff (NH ₄ -N)	<u>Kupfer (Cu)</u>
<u>Antimon (Sb)</u>	Magnesium (Mg)
<u>Arsen (As)</u>	Mangan (Mn)
Barium (Ba)	<u>Molybdän (Mo)</u>
Beryllium (Be)	Natrium (Na)
<u>Blei (Pb)</u>	<u>Nickel (Ni)</u>
Bor (B)	<u>Quecksilber (Hg)</u>
<u>Cadmium (Cd)</u>	<u>Selen (Se)</u>
Calcium (Ca)	<u>Thallium (Tl)</u>
<u>Chrom, gesamt (Cr, ges.)^{*)}</u> (Chromat s. Tabelle 2)	Vanadium (V)
Eisen (Fe) ^{**)}	<u>Zink (Zn)</u>
Kalium (K)	<u>Zinn (Sn)</u>
<u>Kobalt (Co)</u>	

*) Chrom wird bei mineralischen Feststoffen mittels Königswasseraufschluss zu 30 % bis 70 % nicht aufgeschlossen.

**) Hochgeglühte Fe-Oxide werden mittels Königswasseraufschluss nicht vollständig aufgeschlossen.

Hinweise zur Untersuchung von Metallen, Metalloiden und sonstigen Kationen:

Gemäß BBodSchV erfolgt die Bestimmung der anorganischen Schadstoffe in Bodenproben im Allgemeinen nach Aufschluss mittels Königswasser analog DIN ISO 11466 aus gemahlten 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.

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 HNO₃/H₂O₂-Aufschluss gemäß DIN ISO 20279 durchzuführen.

Es wird empfohlen, die Elemente Antimon, Arsen und Zinn bevorzugt mittels Atomabsorptionsspektrometrie nach DIN EN ISO 11969 bzw. Plasma-Massenspektrometrie nach DIN EN ISO 17294-2 zu bestimmen.

Tabelle 2: Anionen

Parameter	Parameter
Chlorid (Cl⁻)	Nitrat (NO₃⁻)
Chromat (Cr VI)	Nitrit (NO₂⁻)
Cyanid (CN⁻) – <u>gesamt</u> – <u>leicht freisetzbar</u>	Sulfat (SO₄²⁻)
Fluorid (F⁻)	Sulfid (S²⁻) – gelöst – leicht freisetzbar

Hinweise zur Untersuchung von Anionen:

Die Anwendung der DIN 19528 (Perkolationsverfahren) und DIN 19529 (Schüttelverfahren) erfasst nur die löslichen Verbindungen dieser Ionen (vgl. Anhang 3). Ist die Bestimmung schwerlöslicher Verbindungen erforderlich, ist in Abstimmung mit der Fachbehörde ein geeignetes Verfahren festzulegen.

Die Bestimmung von Cr (VI) in Bodenproben nach DIN EN 15192 erfasst nur die wasserlöslichen Chromate, während das schwerlösliche Blei- oder Calciumchromat nicht erfasst wird.

Für die Überprüfung des bisher 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.

3.2.3 Organische Stoffe

In der Regel erfolgt die Untersuchung von Böden auf organische Schadstoffe nach entsprechender Extraktion der zu bestimmenden Parameter mit geeigneten Lösemitteln und Reinigung der Extrakte. Die Probenvorbereitung und Extraktreinigung sind jedoch aufwändiger als für Wasserproben und z. T. noch nicht standardisiert. 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.

Tabelle 3: Kohlenwasserstoffe und Alkylether

Parameter	Parameter
<u>MKW</u> C ₁₀ – C ₄₀	<u>Naphthalin</u> und Methylnaphthaline (Summe)
MKW C ₅ – C ₉	<u>PAK</u>
<u>BTEX</u>	Alkylether (MTBE, ETBE, TAME)

Hinweise zur Untersuchung von Kohlenwasserstoffen und Alkylethern:

MKW:

Bei Untersuchungen auf Vergaserkraftstoffe können zusätzlich auch kurzkettige Mineralölkohlenwasserstoffe (C₅ – C₉-Kohlenwasserstoffe) beurteilungsrelevant sein. Analytisch können die C₅ – C₉-Aliphaten nach den Verfahren der BTEX-Analytik bestimmt werden. Bei Anwendung einer GC-MS-Methode ist vorher festzulegen, ob nur die n-Alkane oder alle C₅ – C₉-Aliphaten (n-Alkane, Isoalkane, Cycloalkane, Alkene) zu bestimmen sind. Danach richten sich die Auswahl der Quantifizierungsmassen und die Kalibrierungsmethode.

Bodenproben

Bei der gravimetrischen Bestimmung von MKW nach DIN EN 14345 ist zu beachten, dass durch Verdampfen der niedrigsiedenden Anteile Minderbefunde auftreten können, gleichzeitig erfasst diese Methode auch KW > C₄₀.

Eluate und Bodensickerwasser

Das GC-Verfahren nach DIN EN ISO 9377-2 ermöglicht, neben der Summenauswertung, zusätzlich die Identifizierung von Einzelstoffen und ggf. die Bestimmung der Art des technischen Produktes. Wenn im Chromatogramm einzelne Messsignale auftreten, die üblicherweise in Mineralölgemischen nicht vorkommen, dann ist durch Wiederholung der Extraktreinigung zu prüfen, ob es sich bei diesen Signalen um Kohlenwasserstoffe handelt.

BTEX:

Bodenproben

Hierzu wird auf die Ausführungen in Kap. 2.2.1 verwiesen.

Eluate und Bodensickerwasser

Um bei der Bestimmung von BTEX die notwendige Bestimmungsgrenze im Hinblick auf den Prüfwert der BBodSchV bzw. von 1 µg/l für Benzol in Eluaten und Bodensickerwasser zu erreichen, wird die Anwendung des empfindlicheren Purge-and-Trap-Verfahren gemäß DIN EN ISO 15680 bzw. die Headspace-Festphasenmikroextraktion (HS-SPME) nach DIN 38407-41 mit GC-MS bzw. das Headspace-GC-MS-Verfahren nach DIN 38407-43 empfohlen. Mit diesen Verfahren sind ggf. auch aliphatische C₅ – C₉-Kohlenwasserstoffe bestimmbar.

PAK, Naphthalin und Methylnaphthaline:

Bodenproben

Die Liste der 16 Einzelstoffe gemäß US-EPA umfasst auch leichter flüchtige PAK. Deshalb ist bei der Probenvorbereitung und Extraktion sicherzustellen, dass Verluste der leichter flüchtigen PAK vermieden bzw. minimiert werden. Bei der Extraktion nach DIN ISO 13877 werden in Abhängigkeit des Kontaminationsgrades zwei verschiedene Probenvorbereitungsverfahren empfohlen:

- Soxhlet-Extraktion mit Toluol für hochbelastete Böden
- Kaltextraktion mit Aceton/Petrolether für gering belastete Böden

Die Extraktreinigung mit Aluminiumoxid führt zu quantitativen Verlusten der PAK. Acenaphthylen kann nicht mittels Fluoreszenzdetektor bestimmt werden. Der Extrakt ungetrockneter Proben mit einem Gemisch aus Aceton/Wasser/Petrolether (HLUG, 1998) ist auch für die Bestimmung der schwerflüchtigen Halogenkohlenwasserstoffe (SHKW, s. Tabelle 4: Chlorierte Kohlenwasserstoffverbindungen

bzw. der Organochlorpestizide (s. Tabelle 5) verwendbar.

Eluate und Bodensickerwasser

Gemäß den Vorgaben der BBodSchV kann die Bestimmung der PAK_{gesamt} in Eluaten und Bodensickerwasser auch mittels DIN 38407-8 durchgeführt werden. Da diese Norm nur die Bestimmung sechs ausgewählter PAK vorsieht, ist sie für die Untersuchung auf die 16 PAK nach US-EPA-Liste nicht anwendbar. Die Bestimmung der PAK in Eluaten und Bodensickerwasser erfolgt daher nach DIN 38407-39 bzw. DIN EN ISO 17993.

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 Analysenergebnis jeder Einzelsubstanz anzugeben. Zur Quellenidentifizierung und Gefährdungsabschätzung kann neben der Bestimmung der 16 PAK nach US-EPA zusätzlich der Nachweis von Alkylnaphthalinen sowie von NSO-Heterocyclen (z. B. Chinoline und Benzofurane) notwendig sein.

NSO-Heterocyclen, die neben Kohlenstoff auch Stickstoff (N), Schwefel (S) oder Sauerstoff (O) im Ringsystem enthalten, können insbesondere in Teerölen mit einem Gewichtsanteil von bis zu 15 % in Feststoffproben vorhanden sein (KORA 2008), in der wasserlöslichen Fraktion (Eluat oder Bodensickerwasser) kann dieser Anteil deutlich höher liegen. Deshalb sollten ab der Detailuntersuchung im Grundwasser von kontaminierten Standorten ausgewählte Proben auf NSO-Heterocyclen untersucht werden. Altlastenbezogene Bewertungs- und Analyseverfahren sind in DVGW 2011 enthalten.

Alkylether:

Eluate und Bodensickerwasser

Mit dem Verfahren nach DIN 38407-41 sind Alkylether unterhalb der Geringfügigkeitsschwellenwerte (GFS) der LAWA bestimmbar.

Tabelle 4: Chlorierte Kohlenwasserstoffverbindungen

Parameter	Parameter
<u>LHKW</u>	<u>Hexachlorbenzol</u>
Chlorethen (Vinylchlorid)	<u>PCB</u>
<u>Mono-, Di- und Trichlorbenzole</u>	<u>PCDD/F</u> und <u>dl-PCB</u>
<u>Tri- bis Hexachlorbenzole</u>	PFC

Hinweise zur Untersuchung von chlorierten Kohlenwasserstoffverbindungen:

PCB:

Gemeinsam mit den PCB können in Bodenproben Organochlorpestizide und Tri- bis Hexachlorbenzole bestimmt werden.

Bei Anwendung einer Soxhlet-Extraktion gemäß DIN 38414-20 ist, durch die Gefriertrocknung und beim Einengen des Extraktes, mit Verlusten von niedrigchlorierten PCB, der Tri- bis Hexachlorbenzole und der flüchtigeren Organochlorpestizide (z. B. HCH) zu rechnen.

PFC:

Die Stoffgruppe der PFC umfasst eine Vielzahl verschiedener Einzelsubstanzen. Im Routinefall sind die in den aktuellen DIN-Normen genannten perfluorierten Carbon- und Sulfonsäuren zu analysieren. Ergänzende Ausführungen zur Bewertung von PFC-Verunreinigungen in Wasser und Boden können den Leitlinien des LfU entnommen werden (LfU-Leitlinien PFC, 2017).

Tabelle 5: PBSM – Organische Pflanzenbehandlungs- und Schädlingsbekämpfungsmittel

Parameter
PBSM (allgem.) Organochlorpestizide (z. B. Aldrin, DDT und HCH)
Organische Stickstoff- und Phosphorverbindungen (z. B. Triazinherbizide)
Phenoxyalkancarbonsäureherbizide
Phenylharnstoffherbizide

Hinweise zur Untersuchung von PBSM – Organische Pflanzenbehandlungs- und Schädlingsbekämpfungsmittel (PBSM):

Organochlorpestizide:

Die Analyse der Organochlorpestizide ist gemeinsam mit den PCB und den Tri- bis Hexachlorbenzolen möglich.

Tabelle 6: Phenole

Parameter
<u>Phenole</u>
Phenolindex
<u>Chlorphenole</u>
Summe Nonylphenol *)

*) Nonylphenol (CAS-Nr. 25154-52-3, EU-Nr. 246-672-0) einschließlich der Isomere 4-Nonylphenol (104-40-5, EU-Nr. 203-199-4) und 4-Nonylphenol (verzweigt) (CAS-Nr. 84952-15-3, EU-Nr. 284-325-5)

Hinweise zur Untersuchung von Phenolen:

Phenole – Phenolindex:

Das in der BBodSchV vorgegebene Verfahren ISO 8165-2 ist für die Bestimmung von Phenolen in Eluaten und Bodensickerwasser nicht ausreichend validiert. Zudem kann durch diese Methode nur ein sehr begrenztes Phenolkomponentenspektrum erfasst werden. Zu Screeningzwecken ist deshalb der Phenolindex mittels anderer Verfahren (z.B. nach DIN EN ISO 14402 oder DIN 38409-H16-2) zu bestimmen. Liegen z.B. aufgrund der historischen Erkundung Hinweise auf Produktion oder Verwendung von konkreten phenolischen Produkten vor, ist eine Bestimmung der relevanten Einzelstoffe unter Anwendung der DIN 38407-27 durchzuführen.

Hinweise zur Untersuchung von Sprengstofftypischen Verbindungen (STV):

Bezüglich des Parameterumfangs wird auf die Arbeitshilfe zur Untersuchung von Sprengplätzen (LfU 2009) bzw. die DIN EN ISO 22478 verwiesen. Bei der Analyse nach DIN ISO 11916-1 kann es in Wasser oder Methanol zu Zersetzungsreaktionen für Tetryl kommen. Aufgrund der geringeren Löslichkeit von Oktogen (HMX), Hexyl und Nitropenta (PETN) in Methanol sollte bei Anwesenheit dieser Verbindungen bevorzugt mit Acetonitril extrahiert werden.

Die gaschromatographische Bestimmung nach DIN ISO 11916-2 bzw. DIN 38407-17 ist für die Analyse von Hexogen (RDX), Oktogen (HMX), Tetryl, Hexyl und Nitropenta (PETN) nicht geeignet.

Bei Verdacht auf STV sind immer auch Eluatuntersuchungen durchzuführen. Detaillierte Ausführungen hierzu sind in der „Arbeitshilfe für die Untersuchung von Sprengplätzen“ (LfU 2009) enthalten.

Prinzipiell sind die Normen zur STV-Analytik in Bodenproben, Eluaten und Bodensickerwasser auch für andere, in den Normen nicht explizit genannte, jedoch ähnlich strukturierte Nitroaromaten oder Nitratester geeignet. Die Anwendbarkeit des jeweiligen Verfahrens ist im Einzelfall zu prüfen.

3.3 Untersuchung von Bodenluftproben

Die Bestimmung von leichtflüchtigen organischen Stoffen in Bodenluftproben (z. B. BTEX, LHKW) erfolgt gaschromatographisch entweder nach aktiver oder passiver Anreicherung auf geeigneten Adsorbentien sowie anschließender Extraktion mit organischen Lösemitteln bzw. Thermodesorption gemäß VDI-Richtlinie 3865 Blatt 3 oder durch direkte Injektion der Bodenluft mittels einer Gasspritze (Autosampler oder von Hand) bzw. über eine Probenschleife in den Einlass des Gaschromatographen. Als Direkt-Gassammelgefäße kommen v. a. in Frage (vgl. LfU-Merkblatt 3.8/4):

- Beidseitig abgeschmolzene Pasteur-Pipetten („Glaspipetten“),
- Minican-Aluminium-Gefäße,
- Headspace-Glasgefäße mit Septum-Kappe.

Bodenluft sollte nicht mit wechselnden Probenahme- und Analyseverfahren gewonnen und untersucht werden. Eine enge Abstimmung zwischen Probenehmer und Analyzelabor ist zwingend notwendig.

Grundsätzlich sind Feldblindproben mit zu untersuchen. Wird die Anreicherungstechnik auf Aktivkohle gewählt ist zu beachten, dass die Extraktion mittels Kohlenstoffdisulfid (CS₂) durchgeführt und die Durchbruchsschicht getrennt untersucht wird, um einen eventuellen Durchbruch von Analyten durch die Adsorbens-Packung feststellen zu können. Proben auf Aktivkohle sind mindestens eine Woche haltbar.

Bodenluftproben in Headspace-Gefäßen sind nur begrenzt lagerfähig. Sie müssen mit PTFE-beschichteten Butylkautschuk-Septen verschlossen (verbördelt) werden. Durch geeignete Absprachen zwischen dem Analyzelabor und dem Probenehmer im Vorfeld ist sicherzustellen, dass die Proben in solche Gefäße abgefüllt werden, die für den speziellen Autosampler des Gaschromatographen des Analyzelabors geeignet sind (hinsichtlich Größe und Form, aber auch beispielsweise im Hinblick auf die Ausstattung mit einer speziellen Kappe, die es dem Autosampler erlaubt, das Gefäß unter Ausnutzung des Magnet-Effektes anzuheben). Ein Umfüllen einer Bodenluftprobe, aus einem Headspace-Gefäß in ein anderes, ist unter allen Umständen zu vermeiden.

Anmerkung zum Minicanverfahren:

Die Minicantentechnik bietet Vorteile bei der Lagerfähigkeit der Proben und der Möglichkeit zur Durchführung von Wiederholungsuntersuchungen. Dabei sind Laborvorgaben zur Befüllung der Minican zu befolgen. Das Analyseverfahren erfordert neben einer verfahrensangepassten Kalibrierung eine gesonderte Validierung des Transferschritts vom Probengefäß in den Gaschromatographen. Nachweise hierzu sind dem Auftraggeber vorzulegen.

4 Elutions- und Säulenverfahren

4.1 Allgemeines

Die Abschätzung der von schädlichen Bodenveränderungen und Altlasten ausgehenden oder zu erwartenden Schadstoffeinträge über das Sickerwasser in das Grundwasser erfolgt gemäß der BBodSchV anhand einer Sickerwasserprognose. Die Sickerwasserprognose basiert auf Untersuchungsergebnissen und deren gutachterlicher Bewertung. In Anhang 1 Nr. 3.3 BBodSchV ist kein bestimmtes Verfahren zur Durchführung der Sickerwasserprognose vorgeschrieben. Da das Sickerwasser i. d. R. nicht direkt am 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 LfU-Merkblatt Nr. 3.8/1 beschrieben. Hinweise zur Entnahme und Untersuchung von Grundwasser enthält LfU-Merkblatt Nr. 3.8/6.

In vielen Fällen ist der Weg über **Materialuntersuchungen** die einzige Möglichkeit, Grundlagen für die **Sickerwasserprognose** zu erhalten. Dabei wird u. a. anhand von **Elutions-, Säulen- bzw. Lysimeterversuchen** eine Emissionsabschätzung (Quelltermbestimmung) für den Ort der Probenahme erstellt und im nächsten Schritt unter Berücksichtigung der Untergrundverhältnisse (Transportprognose) die derzeitige und künftige Sickerwasserkonzentration am Ort der Beurteilung abgeschätzt. Zu beachten ist dabei, dass zwischen den Standortbedingungen am Ort der Probenahme (d. h. auf der verunreinigten Fläche) und den Randbedingungen der Elutionsversuche ein wesentlicher Unterschied besteht. Insgesamt werden durch die Elutionsversuche die Standortbedingungen am Ort der Probenahme (i. d. R. in der ungesättigten Bodenzone) nur eingeschränkt nachgebildet. Für die Emissionsabschätzung ist deshalb grundsätzlich auch der Gesamtstoffgehalt zu ermitteln.

Die nachfolgenden Kapitel enthalten Vorgaben zu den im Rahmen der Emissionsabschätzung durchzuführenden Elutions-, Säulen- bzw. Lysimeterversuchen. Die Elution mit Wasser durch Schüttel- und/oder Säulenschnellverfahren ist grundsätzlich mit repräsentativen Bodenproben durchzuführen, die gemäß dem LfU-Merkblatt Nr. 3.8/4 entnommen wurden. Hinsichtlich der Lagerung und Konservierung von Eluaten (und Bodensickerwasser) sind die Regelungen der in Anhang 1 Nr. 3.1.3 Tabelle 6 und Tabelle 7 der BBodSchV genannten Methoden bzw. die Vorgaben der gleichwertigen oder vergleichbaren Untersuchungs- und Analysenvorschriften zu beachten. Bei fehlenden Vorgaben sind die allgemeinen Empfehlungen der DIN EN ISO 5667-3 zu berücksichtigen. Die Bestimmung von Stoffen in den erhaltenen wässrigen (Säulen)Eluaten erfolgt mit den in der BBodSchV genannten Verfahren oder zulässigen Alternativverfahren.

Abweichungen von den Vorgaben können zu Minderbefunden führen und sind zu begründen sowie zu dokumentieren.

Hinsichtlich des Wirkungspfades Boden – Mensch kann es im Rahmen der Detailuntersuchung ziel führend sein, ergänzend zu den Feststoffgehalten auch die mobilen und mobilisierbaren, resorptionsverfügbaren Anteile der organischen und anorganischen Schadstoffparameter zu ermitteln. Dies erfolgt entsprechend den Vorgaben der DIN 19738 mit den geeigneten Analyseverfahren. Weitere Ausführungen zur Resorptionsverfügbarkeit sind im LfU-Merkblatt Altlasten 1 enthalten.

4.2 Verfahrensauswahl

Prinzipiell ist es nicht möglich, die reale Sickerwasserkonzentration naturgetreu mit einem Laborverfahren nachzubilden. Es muss daher auf standardisierte Verfahren zurückgegriffen werden, die mit Erfolg bei praktischen Fragestellungen angewendet worden sind und die reproduzierbare Ergebnisse liefern.

4.2.1 Festlegungen der BBodSchV

Die gemäß Anhang 1 Nr. 3.3 BBodSchV üblicherweise angewandten bzw. die vom Fachbeirat Bodenuntersuchung als gleichwertig empfohlenen Verfahren zur Herstellung von Eluaten für die Sickerwasserprognose sind in Tabelle 7 zusammengestellt. Die BBodSchV gibt für anorganische und organische Stoffe unterschiedliche Verfahren vor. Neben den nachstehend genannten Verfahren können gemäß BBodSchV auch weitere Extraktionsverfahren angewandt werden. Diese dienen entweder zur Abschätzung der Stoffkonzentrationen im Sickerwasser, z. B. wenn ein Eindringen von sauren Sickerwässern, von Lösevermittlern bzw. eine Änderung des Redoxpotenzials zu erwarten sind, oder zur Bewertung des Wirkungspfades Boden – Mensch, z. B. wenn die resorptionsverfügbaren Schadstoffanteile ermittelt werden sollen.

Für die Bewertung des Wirkungspfades Boden – Nutzpflanze ist der Ammoniumnitratextrakt nach DIN ISO 19730 zur Bestimmung von pflanzenverfügbaren Nährstoffen und Schwermetallen (Anhang 1 Nr. 3.1.2 BBodSchV) anzuwenden. Als Beurteilungsgrundlage für die Emissionsabschätzung beim Wirkungspfad Boden – Grundwasser ist der Ammoniumnitratextrakt nicht geeignet.

Tabelle 7: Verfahren zur Herstellung von Eluaten mit Wasser gemäß BBodSchV

Stoffgruppe	
Anorganische Stoffe	<ul style="list-style-type: none"> • DIN EN 12457-4 (Ersatz für DIN 38414-4, „S4-Verfahren“) Verfahren zur Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4); Schüttelverfahren mit einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 10 l/kg • DIN 19528 Perkulationsverfahren zur gemeinsamen Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen (Sammlung des Säuleneluats bis zu einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg; für Materialien bis zu einer Korngröße von 32 mm; schwer perkulierbare Feststoffe werden mit einem Anteil von 80 % Quarzsand vermischt, eingebaut und perkoliert) • DIN 19529 Schüttelverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen mit einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg (für Materialien mit einer Korngröße ≤ 32 mm)
Organische Stoffe	<ul style="list-style-type: none"> • DIN 19528 Perkulationsverfahren zur gemeinsamen Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen (Sammlung des Säuleneluats bis zu einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg; für Materialien bis zu einer Korngröße von 32 mm; schwer perkulierbare Feststoffe werden mit einem Anteil von 80% Quarzsand vermischt, eingebaut und perkoliert) • DIN 19529 Schüttelverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen mit einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg; (für Materialien mit einer Korngröße ≤ 32 mm)
Sonstige	<ul style="list-style-type: none"> • DIN 19730 Extraktion mit Ammoniumnitratlösung • DIN 19738 Resorptionsverfügbarkeit von organischen und anorganischen Schadstoffen aus kontaminiertem Bodenmaterial

4.2.2 Ergänzende Hinweise zu den Elutionsverfahren

Die Emissionsabschätzung für anorganische Stoffe (z. B. Säuren, Laugen, Alkalisalze, Chromat, Schwer- oder Halbmetallverbindungen) und hydrophile organische Stoffe (z. B. Phenole, Alkohole, Carbonsäuren) soll in Bayern bis auf weiteres anhand der Stoffkonzentration im Eluat nach DIN EN 12457-4 (**Ersatz für DIN 38414-4, „S4-Verfahren“**) erfolgen. Das ursprüngliche Einsatzgebiet des „S4-Verfahrens“ ist zwar die Bestimmung leichtlöslicher Salze in Materialien/Abfällen zur Beurteilung der Gefährdung von Gewässern. Das „S4-Verfahren“ ist jedoch ein bewährtes Routineverfahren, dessen Einsatzgebiet u. a. auf Bodenuntersuchungen im Altlastenbereich erweitert wurde und sich hier bewährt hat. Die Elution ist gemäß den Modifikationen der BBodSchV bzw. den Vorgaben im Anhang E der DIN EN 12457-4 zum Filtrationsschritt bei anorganischen und hydrophilen organischen Stoffen durchzuführen.

Bezüglich des zu untersuchenden Materials ist gemäß den Festlegungen der DIN EN 12457-4 vorzugehen.

- Grundsätzlich ist die Elution mit der ungetrockneten Originalprobe durchzuführen. Lufttrocknung (< 40°C) darf nur bei Bedarf für die Siebung und Probenteilung erfolgen.
- Bei der Durchführung der Prüfungen muss die Korngröße von mindestens 95 % des Materials kleiner 10 mm sein. Wenn das Überkorn 5 % überschreitet, ist der gesamte Überkornanteil zu zerkleinern und anschließend der Probe beizumischen. Auf keinen Fall darf das Material fein gemahlen werden.
- Ca. 90 g Probe bezogen auf die Trockenmasse werden in einer Weithalsflasche (1000 ml) mit einer entsprechenden Menge destilliertem Wasser versetzt, so dass sich ein Flüssigkeits- / Feststoffverhältnis von 10 l/kg ergibt, und für 24 h über Kopf gedreht oder geschüttelt.

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.

Da das Säulenschnellverfahren nach DIN 19528 bislang nur für PAK validiert ist, wird für alle anderen organischen Stoffe die Anwendung des Schüttelverfahrens nach DIN 19529 empfohlen. Das Verfahren nach DIN 19529 ist jedoch nicht geeignet für leichtflüchtige Stoffe oder biologisch sehr leicht abbaubare Stoffe (z. B. LHKW, BTEX).

Die Durchführung der Elutions- und Säulenverfahren nach DIN EN 12457-4 sowie nach DIN 19528 und DIN 19529 ist im Anhang 3 verkürzt beschrieben. Dort ist auch eine vereinfachte Darstellung der Bearbeitungsschritte für die Probenvorbereitung nach DIN 19528 und DIN 19529 gegeben.

Die verfahrensbedingten Unterschiede der Schüttel- und Perkolationsverfahren können die Höhe der Schadstoffkonzentration im jeweiligen Eluat beeinflussen. Entsprechend den Ergebnissen eines vom LfU durchgeführten Ergebnisvergleichs verschiedener Elutionsverfahren ist bei der 2:1-Schüttel- elution zu berücksichtigen, dass durch die höhere mechanische Belastung oft artefaktbedingt höhere Schadstoffkonzentrationen erhalten werden; das Verfahren gleicht demnach eher einer Worst Case Abschätzung. Im Gegensatz dazu kann bei einer Untersuchung mittels 10:1-Schüttelverfahren die relevante Schadstoffkonzentration unter Umständen „unterschätzt“ werden. Eine Umrechnung zwischen den beiden Verfahren ist aufgrund der im Rahmen der Untersuchungen nachgewiesenen Variationsbreite nicht sinnvoll möglich.

Eluatuntersuchungen allein sind deshalb für die Beurteilung der Grundwassergefährdung nicht ausreichend, diese muss immer unter Berücksichtigung der Schadstoffgehalte im Boden, des Rückhalte- und Abbauvermögens des Bodens sowie der hydrogeologischen Verhältnisse erfolgen. Der Vergleich

des Schadstoffgesamtgehalts im Boden mit den Eluatuntersuchungen erlaubt eine näherungsweise Abschätzung der mobilen Schadstoffanteile.

Mehrfachelution

Bei bestimmten Fragestellungen (z. B. Bestimmung der maximalen Eluierbarkeit) kann die ggf. mehrfache Wiederholung (Mehrfachelution, Kaskadentest) des Schüttelverfahrens hilfreich sein. Folgende zwei Varianten sind möglich:

1. Die Bodenprobe aus der ersten Elution wird erneut, ggf. mehrfach, mit destilliertem Wasser versetzt und für 24 Stunden 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 Stunden über Kopf gedreht oder geschüttelt. Hier kann die maximal erreichbare Konzentration des Stoffes bestimmt werden.

Um zusätzliche Beurteilungshilfen zu erhalten, können im Einzelfall weitere Elutionsverfahren wie z. B. das statische Elutionsverfahren (2:1-Rührelutionsverfahren) eingesetzt werden. Bei dieser Methode werden die Materialproben mit Reinstwasser im Verhältnis 1:2 versetzt und für 24 Stunden abgedeckt bei Raumtemperatur stehen gelassen, wobei in zeitlich größeren Abständen insgesamt 4-mal eine Durchmischung zu erfolgen hat: Unmittelbar nach der Herstellung der Feststoff/Wasser-Mischung, zweimal im Abstand von einigen Stunden und ca. eine halbe Stunde vor Ende der Elutionszeit. Die viermalige Durchmischung mit einem Edelstahlöffel/-spatel (bei grobstückigen Materialien auch mittels eines Schwingtisches) erfolgt jeweils für 1 Minute und dient dem Konzentrationsausgleich mit der überstehenden Lösung. Eine übermäßige mechanische Beanspruchung des Feststoffmaterials ist dabei zu vermeiden.

Eine Einschätzung der jeweiligen Vor- und Nachteile der vorgestellten Elutionsverfahren ist der Tabelle 8 zu entnehmen.

Die Herstellung von Eluaten mit Wasser zur Abschätzung von Schadstoffkonzentrationen im Sickerwasser hat gemäß Anhang 1 Nr. 3.3 BBodSchV zu erfolgen. Aussagen zur Anwendung von **Lysimeterversuchen** für die Emissionsabschätzung finden sich in der BBodSchV nicht.

Lysimeterversuche sind jedoch u. a. aus der bodenkundlichen Feld- und Laborforschung bekannt und werden vornehmlich zur Untersuchung der Wasser- und Stoffflüsse im weitgehend ungestörten Boden konzipiert. Mit Hilfe von Lysimetern können standortbezogene Verhältnisse der ungesättigten Bodenzone realitätsnah untersucht werden, allerdings sind die Versuche sehr aufwändig und langwierig.

Entsprechende Ausführungen zum Aufbau und Betrieb von Lysimetern sowie zur Bestimmung des Elutionsverhaltens finden sich in der DIN EN ISO 18772 und im DWA-Merkblatt 905 (DWA, 2012). Die Durchführung solcher Versuche kann allerdings nur als ergänzende Maßnahme bei speziellen Fragestellungen empfohlen werden.

Tabelle 8: Einschätzung der Elutionsverfahren hinsichtlich ihrer Vor- und Nachteile

Verfahren		
10:1-Schüttelelution (DIN EN 12457-4)	<ul style="list-style-type: none"> - geringer Arbeitsaufwand - geringer Personalaufwand - mittlerer Zeit-/Kostenaufwand - geringe, variable Ansatzgröße 	<ul style="list-style-type: none"> - hohe mechanische Beanspruchung des Materials - meist Minderbefunde im Vergleich mit anderen Verfahren - Zerkleinerung von größerem Material notwendig
2:1-Säulenelution (DIN 19528)	<ul style="list-style-type: none"> - realitätsnah (der Theorie nach) - zeitliche Entwicklung der Stofffreisetzung dokumentierbar - Eigenfiltration (d. h. meist kein fest/flüssig-Trennungsschritt für Organik) - gute Reproduzierbarkeit - DIN 19528 für anorganische und organische Schadstoffe - kaum mechanische Beanspruchung des Materials 	<ul style="list-style-type: none"> - hoher Arbeitsaufwand - hoher Personalaufwand - hoher Zeit-/Kostenaufwand - Ansatzgröße und Eluatmenge materialabhängig - wenig geeignet für undurchlässiges oder stückiges Material
2:1-Schüttelelution (DIN 19529)	<ul style="list-style-type: none"> - geringer Arbeitsaufwand - geringer Personalaufwand - mittlerer Zeit-/Kostenaufwand - variable Ansatzgröße 	<ul style="list-style-type: none"> - hohe mechanische Beanspruchung des Materials - meist Höherbefunde im Vergleich mit anderen Verfahren - Zerkleinerung von größerem Material notwendig
„2:1-Rührelution“ Nur in Ergänzung zu den o.g. Verfahren anwendbar!	<ul style="list-style-type: none"> - <i>einfache Handhabung</i> - <i>geringer Arbeitsaufwand</i> - <i>geringer Personalaufwand</i> - <i>geringer Zeit-/Kostenaufwand</i> - <i>(grobes) Originalmaterial einsetzbar</i> - <i>geringe mechanische Beanspruchung</i> - <i>variable Ansatzgröße</i> - <i>gute Reproduzierbarkeit</i> 	<ul style="list-style-type: none"> - <i>bisher kein DIN-Verfahren</i>

5 Literaturverzeichnis

Bei den hier angegebenen Verordnungen und Regelwerken gilt grundsätzlich die aktuelle Fassung. Die angegebenen LfU-Merkblätter können im Internet unter

<http://www.lfu.bayern.de/wasser/merkblattsammlung/index.htm> heruntergeladen werden.

BayBodSchG (1999): Bayerisches Gesetz zur Ausführung des Bundes-Bodenschutzgesetzes (Bayerisches Bodenschutzgesetz – BayBodSchG) vom 23.02.1999; GVBL. Nr. 5/1999, S. 36 ff; zuletzt geändert am 05.04.2006, GVBL 7/2006, S. 178 f.

BBodSchG (1998): Gesetz zum Schutz vor schädlichen Bodenveränderungen und zur Sanierung von Altlasten (Bundes-Bodenschutzgesetz - BBodSchG) vom 17.03.1998; BGBl. I Nr. 16 vom 24.03.1998, S. 502; zuletzt geändert durch Art. 101 Verordnung vom 31.8.2015, BGBl. I S. 1474.

BBodSchV (1999): Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV) vom 12. Juli 1999, BGBl. I Nr. 36 vom 16.07.1999, S. 1554 ff; zuletzt geändert durch Artikel 102 der Verordnung vom 31.08.2015, BGBl. I S. 1474.

Bodenkundliche Kartieranleitung KA 5 (2005): Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe in Zusammenarbeit mit den Staatlichen Geologischen Diensten (Hrsg.), Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung, Auflage 2005, Stuttgart.

DVGW (2011): Altlastenbezogene Bewertungs- und Analyseempfehlungen für kurzkettige Alkylphenole (SCAP) und NSO-Heterocyclen (NSO-HET) – Modul 2 (Projekt-Nr. B 2.10); DVGW-Technologiezentrum Wasser (TZW), Karlsruhe und Geowissenschaftliches Zentrum der Universität Göttingen, Karlsruhe / Göttingen (2011)

http://www.laenderfinanzierungsprogramm.de/cms/WaBoAb_prod/WaBoAb/Vorhaben/LABO/B_2.10/index.jsp (Abruf 21. April 2017).

DWA (2012): Merkblatt DWA-M 905: Gewinnung von Bodenlösung – Beprobungssysteme und Einflussgrößen.

FBU (2014): Fachbeirat Bodenuntersuchung: Methodensammlung Boden- /Altlastenuntersuchung; 06/2014

http://www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/359/dokumente/methosa_boal_v1.pdf (Abruf 21. April 2017).

HLUG (1998): Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie: Analysenverfahren – Fachgremium Altlastenanalytik: Bestimmung von Polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen in Feststoffen aus dem Altlastenbereich, Wiesbaden (1998).

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. 7 Teil 3 Analysenverfahren – Fachgremium Altlastenanalytik: Bestimmung von Mineralölkohlenwasserstoffen mittels Kapillargaschromatographie in Feststoffen aus dem Altlastenbereich, Wiesbaden (2001).

HLUG (2002): Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie: Handbuch Altlasten Bd. 3 Teil 3 Untersuchung und Beurteilung des Wirkungspfadef Boden-Grundwasser / Sickerwasserprognose, Wiesbaden (2002).

KORA (2008): Leitfaden: Natürliche Schadstoffminderung bei Teerölaltlasten, KORA-Themenverbund 2 „Gaswerke, Kokereien, Teerverarbeitung, (Holz-)Imprägnierungen“; Technische Universität Dresden (2008).

LABO (2012): Bund-/Länderarbeitsgemeinschaft Bodenschutz: Notifizierung und Kompetenznachweis von Untersuchungsstellen im bodenschutzrechtlich geregelten Umweltbereich – Fachmodul Boden und Altlasten; https://www.labo-deutschland.de/documents/2_Anlage_Fachmodul_Boden-Altlasten_f06.pdf (Abruf 21. April 2017).

LfU-Leitlinien PFC (2017): Leitlinien zur vorläufigen Bewertung von PFC-Verunreinigungen in Wasser und Boden; http://www.lfu.bayern.de/analytik_stoffe/loeschschaeume/doc/pfc_bewertungsleitlinien_03_2013.pdf (Abruf 21. April 2017).

LfW-Merkblatt 3.8/1 (2001): Untersuchung und Bewertung von Altlasten, schädlichen Bodenveränderungen und Gewässerverunreinigungen – Wirkungspfad Boden – Wasser. Bayerisches Landesamt für Wasserwirtschaft, 54 S., München.

LfU-Merkblatt 3.8/2 (2009): Hinweise zur Ausschreibung und Vergabe von Leistungen im Rahmen der Amtsermittlung. – Bayerisches Landesamt für Umwelt, Augsburg.

LFU-Merkblatt 3.8/4 (2010): Probenahme von Boden und Bodenluft bei Altlasten und schädlichen Bodenveränderungen für die Wirkungspfade Boden – Mensch und Boden – Gewässer. – Bayerisches Landesamt für Umwelt, 52 S., Augsburg.

LfU-Merkblatt 3.8/6 (2010): Entnahme und Untersuchung von Wasserproben bei Altlasten, schädlichen Bodenveränderungen und Gewässerverunreinigungen. Bayerisches Landesamt für Umwelt, 66 S., Augsburg.

LfU VerfO (2002): Bayer. Landesamt für Umwelt: Verfahrensordnung zur Überprüfung und Bekanntgabe von Sachverständigen und Untersuchungsstellen nach § 18 BBodSchV vom 12.06.2002; zuletzt geändert am 02.06.2008. – Bayerisches Landesamt für Umwelt, Augsburg.

VDI-Richtlinie 3865 Blatt 1 (2005): Messen organischer Bodenverunreinigungen – Messen leichtflüchtiger halogenierter Kohlenwasserstoffe; Messplanung für Bodenluft-Untersuchungsverfahren. – Verein Deutscher Ingenieure (06/2005).

VDI-Richtlinie 3865 Blatt 2 (1998): Messen organischer Bodenverunreinigungen – Techniken für die aktive Entnahme von Bodenluftproben. – Verein Deutscher Ingenieure (01/1998).

VDI-Richtlinie 3865 Blatt 3 (1998): Messen organischer Bodenverunreinigungen – Gaschromatographische Bestimmung von niedrigsiedenden organischen Verbindungen in Bodenluft nach Anreicherung an Aktivkohle oder XAD-4 und Desorption mit organischem Lösungsmittel. – Verein Deutscher Ingenieure (06/1998).

VDI-Richtlinie 3865 Blatt 4 (2000): Messen organischer Bodenverunreinigungen – Gaschromatographische Bestimmung von niedrigsiedenden organischen Verbindungen in Bodenluft durch Direktmessung. – Verein Deutscher Ingenieure (12/2000).

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), GVBI 25/2001S. 938 ff, zuletzt geändert am 21. Dezember 2010, GVBI 1/2011 S. 20 f.

WHO-TEF (2005) VAN DEN BERG et al.: The 2005 World Health Organization Re-evaluation of Human and Mammalian Toxic Equivalency Factors for Dioxins and Dioxin-like Compounds; Toxicol. Sci. 2006 Oct; 93(2): 223–241; <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC2290740/> (Abruf 21. April 2017).

Impressum:

Herausgeber:

Bayerisches Landesamt für Umwelt (LfU)
Bürgermeister-Ulrich-Straße 160
86179 Augsburg

Telefon: 0821 9071-0

Telefax: 0821 9071-5556

E-Mail: poststelle@lfu.bayern.de

Internet: <http://www.lfu.bayern.de>

Bearbeitung:

Ref. 96

Bildnachweis:

LfU

Stand:

21. April 2017

Postanschrift:

Bayerisches Landesamt für Umwelt
86177 Augsburg

Diese Publikation wird kostenlos im Rahmen der Öffentlichkeitsarbeit der Bayerischen Staatsregierung herausgegeben. Sie darf weder von den Parteien noch von Wahlwerbern oder Wahlhelfern im Zeitraum von fünf Monaten vor einer Wahl zum Zweck der Wahlwerbung verwendet werden. Dies gilt für Landtags-, Bundestags-, Kommunal- und Europawahlen. Missbräuchlich ist während dieser Zeit insbesondere die Verteilung auf Wahlveranstaltungen, an Informationsständen der Parteien sowie das Einlegen, Aufdrucken und Aufkleben parteipolitischer Informationen oder Werbemittel. Untersagt ist gleichfalls die Weitergabe an Dritte zum Zweck der Wahlwerbung. Auch ohne zeitlichen Bezug zu einer bevorstehenden Wahl darf die Publikation nicht in einer Weise verwendet werden, die als Parteinahme der Staatsregierung zugunsten einzelner politischer Gruppen verstanden werden könnte. Den Parteien ist es gestattet, die Publikation zur Unterrichtung ihrer eigenen Mitglieder zu verwenden. Bei publizistischer Verwertung – auch von Teilen – wird um Angabe der Quelle und Übersendung eines Belegexemplars gebeten.

Das Werk ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte sind vorbehalten. Die Broschüre wird kostenlos abgegeben, jede entgeltliche Weitergabe ist untersagt. Diese Broschüre wurde mit großer Sorgfalt zusammengestellt. Eine Gewähr für die Richtigkeit und Vollständigkeit kann dennoch nicht übernommen werden. Für die Inhalte fremder Internetangebote sind wir nicht verantwortlich.



BAYERN | DIREKT ist Ihr direkter Draht zur Bayerischen Staatsregierung. Unter Tel. 089 122220 oder per E-Mail unter direkt@bayern.de erhalten Sie Informationsmaterial und Broschüren, Auskunft zu aktuellen Themen und Internetquellen sowie Hinweise zu Behörden, zuständigen Stellen und Ansprechpartnern bei der Bayerischen Staatsregierung.

ANHANG 1: Abkürzungsverzeichnis

1. Gerätespezifische Abkürzungen

AAS	Atom-Absorptions-Spektrometrie
GC	Gaschromatographie
ICP	Induktiv gekoppeltes Plasma
MS	Massenspektrometrie

2. Abkürzungen für organische Stoffgruppen und Summenparameter

BTEX	Leichtflüchtige aromatische Kohlenwasserstoffe (von: <u>B</u> enzol, <u>T</u> oluol, <u>E</u> thylbenzol, <u>X</u> ylol, Styrol, Cumol (Definition s. LfU-Merkblatt Nr. 3.8/1))
DOC	Gelöster organischer Kohlenstoff
LHKW	Leichtflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe (Definition s. LfU-Merkblatt Nr. 3.8/1)
MKW	Mineralölkohlenwasserstoffe (Definition s. LfU-Merkblatt Nr. 3.8/1)
PAK	Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (Definition s. LfU-Merkblatt Nr. 3.8/1)
PCB	Polychlorierte Biphenyle (Definition für den Wirkungspfad Boden – Gewässer s. LfU-Merkblatt Nr. 3.8/1; Definition für den Wirkungspfad Boden – Mensch s. LfU-Merkblatt Altlasten 1, 2002)
dl-PCB	dioxinähnliche polychlorierte Biphenyle
PCDD/F	Polychlorierte Dibenzodioxine und Dibenzofurane
SHKW	Schwerflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe
STV	Sprengstofftypische Verbindungen
TOC	Gesamter organischer Kohlenstoff

3. Sonstige Abkürzungen

BayBodSchG	Bayerisches Bodenschutzgesetz
BBodSchG	Bundes-Bodenschutzgesetz
BBodSchV	Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung
EPA	Environmental Protection Agency (amerikanische Umweltbehörde)
FNU	Formacin Nephelometric Unit (Trübungsmaß)
LfW	ehem. Bayerisches Landesamt für Wasserwirtschaft
LfU	Bayerisches Landesamt für Umwelt

ANHANG 2: Checkliste zur Qualitätssicherung von Bodenproben (Laborproben)

Checkliste zur Überprüfung der Einhaltung der Anforderungen bei der Probenvor- und Probenaufbereitung. Die parameterspezifischen Vorgaben in Kap. 2 sind zu berücksichtigen.

	ja	nein	Bemerkungen
1. Probenanlieferung			
• Ordnungsgemäße Probenanlieferung, Übergabeprotokoll	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Probenahmeprotokoll vorhanden	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Datum und Uhrzeit der Probenanlieferung			
• Nummer der Laborprobe			
2. Sind folgende Punkte dokumentiert:			
2.1 Feststoffanalytik			
• Sortierung / Zerkleinerung durchgeführt	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Probenteilung			
- Rückstellprobe(n)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
- Teilprobe(n) für Elution	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Trocknung	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Siebung (bis 2 mm)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Wägung Feinkorn / Grobkorn	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Mahlen	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Analytik Grobkorn	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
2.2 Eluatanalytik			
• Siebung und Brechen der Kornfraktion > 10 mm (10:1-Elution)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Siebung und Brechen der Kornfraktion > 32 mm (2:1-Elution)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Schüttelverfahren	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Perkulationsverfahren	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Filtration	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
• Zentrifugation	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

ANHANG 3: Kurzbeschreibung der Verfahren zur Herstellung von Eluaten

1. Elution nach DIN EN 12457-4 - Verfahren zur Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser

Die DIN EN 12457-4 beschreibt ein Schüttelverfahren zur Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser bei einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 10 l/kg. Beim Ansatz gemäß DIN EN 12457-4 wird zur Verringerung des Luftvolumens ein Gefäßvolumen von 1 l in Verbindung mit der Probenmasse von 90 g gewählt.

Kurzbeschreibung des Elutionsversuchs gemäß DIN EN 12457-4

Ca. 90 g Probe bezogen auf die Trockenmasse werden in einer Weithalsflasche (1000 ml) mit einer entsprechenden Menge destilliertem Wasser versetzt, so dass sich ein Flüssigkeits-/ Feststoffverhältnis von 10 l/kg ergibt, und für 24 h über Kopf gedreht oder geschüttelt. 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 bzw. Anhang E, DIN EN 12457-4

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

„Nach dem Schütteln ist die Suspension ca. 15 min zur Sedimentation der gröberen Partikel stehen zu lassen. 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 den 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 den 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).

2. Elution nach DIN 19528 Perkolationsverfahren zur gemeinsamen Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen

Die DIN 19528 beschreibt ein Perkolationsverfahren im Aufwärtsstrom zur Bestimmung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen aus Feststoffen (Böden, Bodenmaterialien, Sedimenten, mineralischen Abfällen und mineralischen Sekundärrohstoffen) bei einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg. Es können Materialien bis 32 mm (ggf. nach Zerkleinerung) eingesetzt werden. Die Untersuchung von nicht bis sehr schwach durchlässigen Materialien wird ermöglicht, indem der Feststoff mit einem Anteil von 80 % Quarzsand vermischt, eingebaut und perkoliert wird.

Kurzbeschreibung des Elutionsversuchs gemäß DIN 19528

Die Probe ist grundsätzlich unverändert im Original zu untersuchen. Der Massenanteil > 32 mm ist durch Siebung abzutrennen und zu dokumentieren. Die Feststoffe > 32 mm werden gebrochen und anschließend die Körnungsfraction 16/32 mm dem Gemisch 0/32 mm in dem Mengenanteil zugegeben, in dem der Anteil > 32 mm in der Ausgangsprobe vorlag.

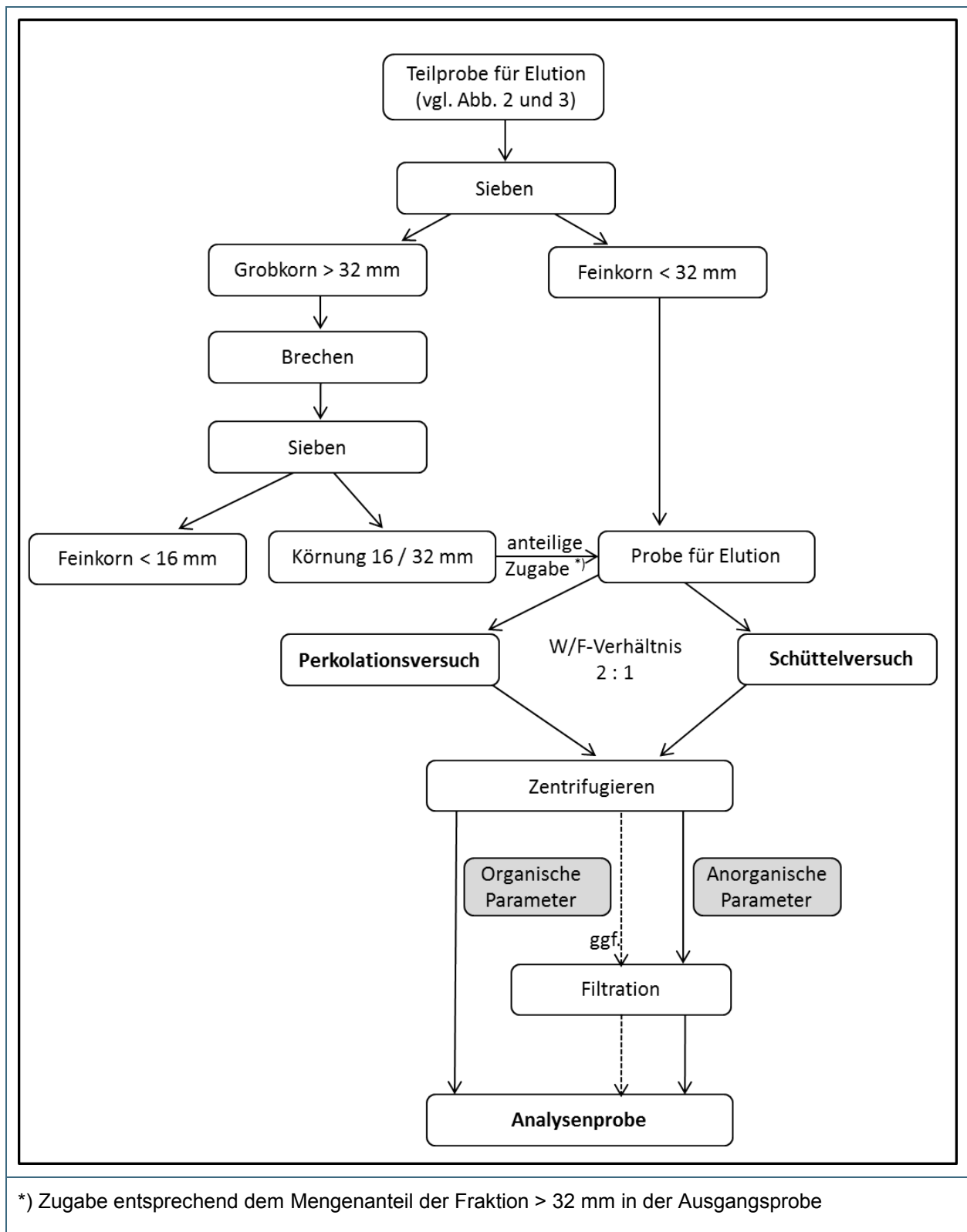


Abb. 4: Vereinfachtes Schema zur Probenvorbereitung für die Elution von Feststoffen mittels Perkulations- bzw. Schüttelverfahren nach DIN 19528 und DIN 19529

Anmerkung:

Werden Kontaminationen überwiegend an der Oberfläche der Feststoffe erwartet, wird empfohlen, nach der Zerkleinerung auch Korngrößen < 16 mm anteilig mit zu analysieren.

Ist eine Siebung aufgrund des Wassergehalts nicht möglich, darf eine Lufttrocknung der Probe bei < 40 °C durchgeführt werden.

Der zu untersuchende Feststoff wird entgegen der Fließrichtung des Elutionsmittels in die Perkolationsssäule gefüllt. Vor die Ableitungsöffnung wird zunächst etwas Quarzwolle und dann ein Quarzsandbett von ca. 2 cm eingebracht. Anschließend wird der Feststoff in Lagen von ca. 5 cm eingefüllt und jede Lage leicht verdichtet. Nach der Bestimmung der eingebauten Feststoffmenge wird bis zur Kante der Säule Quarzsand als untere Filter- bzw. Anströmschicht eingebaut und die Säule anschließend verschlossen und um 180° gedreht.

Vor Beginn der Perkolation wird die Säule zunächst von unten nach oben mit Wasser gesättigt. Nach einer Sättigungsdauer von 2 h beginnt die eigentliche Perkolation. Der Durchfluss durch die Säule ist auf eine Kontaktzeit von 5 h auszulegen. Das gesamte Eluat ist bis zum Erreichen des vorgegebenen Wasser/Feststoff-Verhältnisses von 2:1 in einer Glassammelflasche aufzufangen.

Anmerkung:

Für spezielle Fragestellungen können auch zeitlich engere Eluatentnahmen oder spätere Entnahmezeitpunkte mit anderen W/F-Verhältnissen zielführend sein.

Ein schematischer Versuchsaufbau entsprechend DIN 19528 ist in Abb. 5 dargestellt.

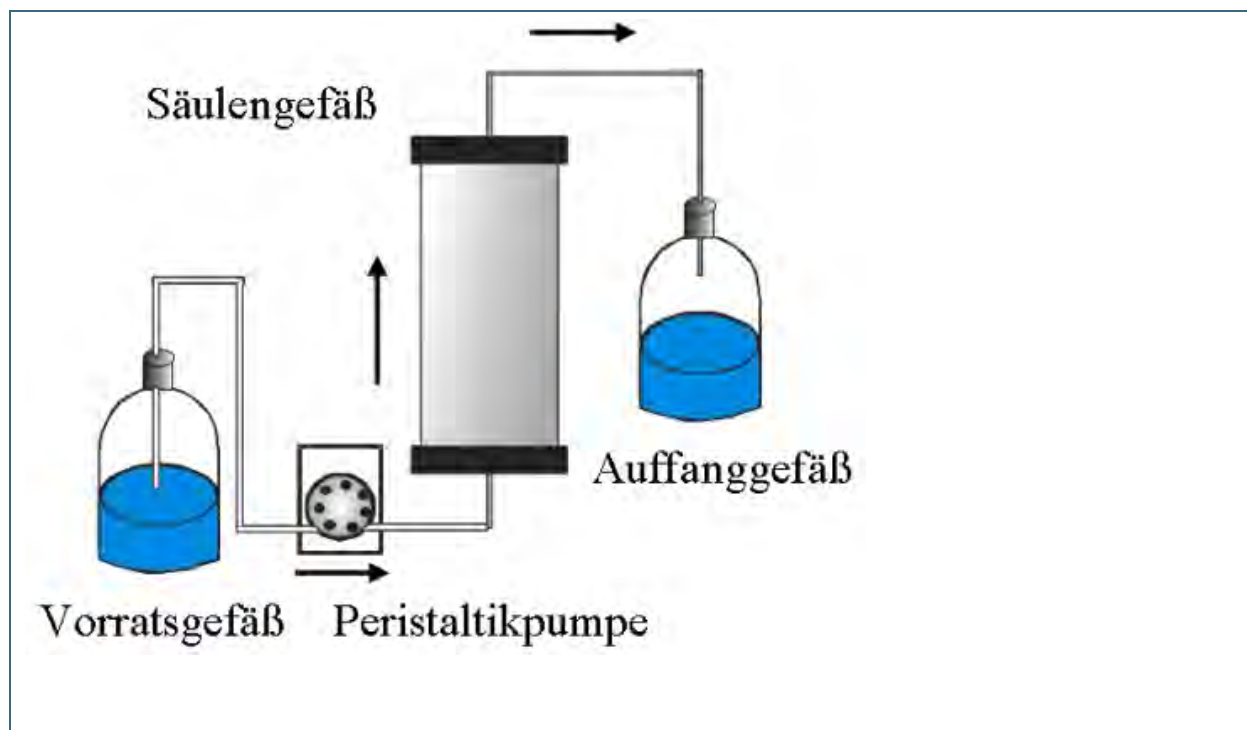


Abb. 5: Schematischer Versuchsaufbau des Perkulationsverfahrens zur Untersuchung des Elutionsverhaltens entsprechend DIN 19528

Perkolatbehandlung gemäß DIN 19528

Das im Sammelgefäß aufgefangene Perkolat ist für die Bestimmung von organischen Stoffen grundsätzlich ohne weitere Filtrationsschritte zu analysieren. Sofern Trübungen > 100 FNU vorliegen, ist das Perkolat bei mindestens 2000 g zu zentrifugieren, bis FNU < 100 erreicht sind.

Für die Bestimmung anorganischer Stoffe sollte das Perkolat bei Trübungen > 100 FNU ebenfalls zentrifugiert werden, um die anschließende Filtration über einen Membranfilter (0,45 µm) unter Verwendung einer Druckfiltrationseinheit zu erleichtern. Nach dieser Vorbehandlung werden die chemischen Analysen durchgeführt oder das Eluat ggf. konserviert.

Anmerkung:

Da das Säulenschnellverfahren bislang nur für PAK validiert ist, wird für alle anderen organischen Stoffe die Anwendung des Schüttelverfahrens empfohlen.

3. Elution nach **DIN 19529** Schüttelverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen

Die DIN 19529 beschreibt ein Schüttelverfahren zur Bestimmung der Eluierbarkeit von anorganischen und organischen Stoffen aus Feststoffen bei einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg Trockenmasse. Es können Feststoffe mit einer Korngröße bis 32 mm eingesetzt werden. Feststoffe mit einer Korngröße > 32 mm werden zerkleinert

Kurzbeschreibung Elutionsversuch gemäß DIN 19529

Die Probe ist grundsätzlich unverändert im Original zu untersuchen. Der Massenanteil > 32 mm ist durch Siebung abzutrennen und zu dokumentieren. Die Feststoffe > 32 mm werden gebrochen und anschließend die Körnungsfraction 16/32 mm dem Gemisch 0/32 mm in dem Mengenanteil zugegeben, in dem der Anteil > 32 mm in der Ausgangsprobe vorlag. Ist eine Siebung aufgrund des Wassergehalts nicht möglich, darf eine Lufttrocknung der Probe bei < 40 °C durchgeführt werden.

Aus der Laborprobe ist in Abhängigkeit vom Größtkorn der Originalkörnung und entsprechend der Trockenmasse eine repräsentative Probe (Untersuchungsprobe) für die Elution gemäß Tabelle 9 zu erstellen.

Tabelle 9: Dimensionierung des Elutionsansatzes

Größtkorn [mm]	Trockenmasse [g]	Gefäßgröße [l]
≤ 2	100 ± 5	0,5
> 2 bis 10	250 ± 12,5	1,0
> 10 bis 22,4	1000 ± 50	5,0
> 22,4 bis 32	2500 ± 125	10,0

Der Untersuchungsprobe wird in einem Glasgefäß die entsprechende Menge deionisiertes Wasser zugegeben und das verschlossene Gefäß in einem Überkopfschüttler 24 h bei 5 bis 10 Umdrehungen pro Minute geschüttelt.

Flüssig/Fest-Trennung zur Untersuchung der mobilisierbaren anorganischen Stoffanteile

Die suspendierten Feststoffe sind ca. 15 min absetzen zu lassen und die überstehende Flüssigkeit ist möglichst vollständig zu dekantieren. Zur Erleichterung der Filtration wird empfohlen, die dekantierete Eluatlösung zu zentrifugieren (z. B. 30 min bei 2000 g, möglichst gekühlt). Anschließend ist das dekantierete und ggf. zentrifugierte Eluat durch einen Membranfilter (0,45 µm, Durchmesser 142 mm) unter Verwendung einer Druckfiltrationsvorrichtung zu filtrieren. Es wird empfohlen, den Druck im Verlauf der Filtration langsam zu erhöhen. Das Verhältnis des Filtrationsvolumens zur Filteroberfläche von 6,33 ml/cm² ist zwingend einzuhalten; dies entspricht z. B. 1000 ml bei 142 mm Filterdurchmesser. Weiterhin ist eine Filtrationsgeschwindigkeit von mindestens 30 ml/cm² x h einzuhalten, dies entspricht 79 ml/min. Sind die Randbedingungen nicht einhaltbar, so sind die Abweichungen und das nach 15 min erhaltene Eluatvolumen zu dokumentieren.

Sofern größere Flüssigkeitsmengen benötigt werden, sind ggf. mehrere Aliquote durch die Verwendung eines frischen Filters zu filtrieren. Die so gewonnenen Filtrate aus der gleichen Elution werden vereinigt.

Flüssig/Fest-Trennung zur Untersuchung der mobilisierbaren organischen Stoffanteile

Die suspendierten Feststoffe sind, wie oben beschrieben, ca. 15 min absetzen zu lassen und die überstehende Flüssigkeit ist möglichst vollständig zu dekantieren. Das dekantierete Eluat wird in einer Kühlzentrifuge bei 20 °C (± 2 °C) zentrifugiert und anschließend durch ein Glasfasermikrofilter (≤ 0,7 µm, Durchmesser 142 mm) unter Verwendung einer Druckfiltrationsvorrichtung filtriert. Das Volumen des Filtrats ist zu bestimmen und es ist die Trübung nach DIN EN ISO 7027 zu messen. Sofern eine Trübung < 20 FNU nicht erreicht wird, ist die Probe dennoch ohne weitere Zentrifugation zu verwenden, ein entsprechender Vermerk im Prüfbericht ist erforderlich.