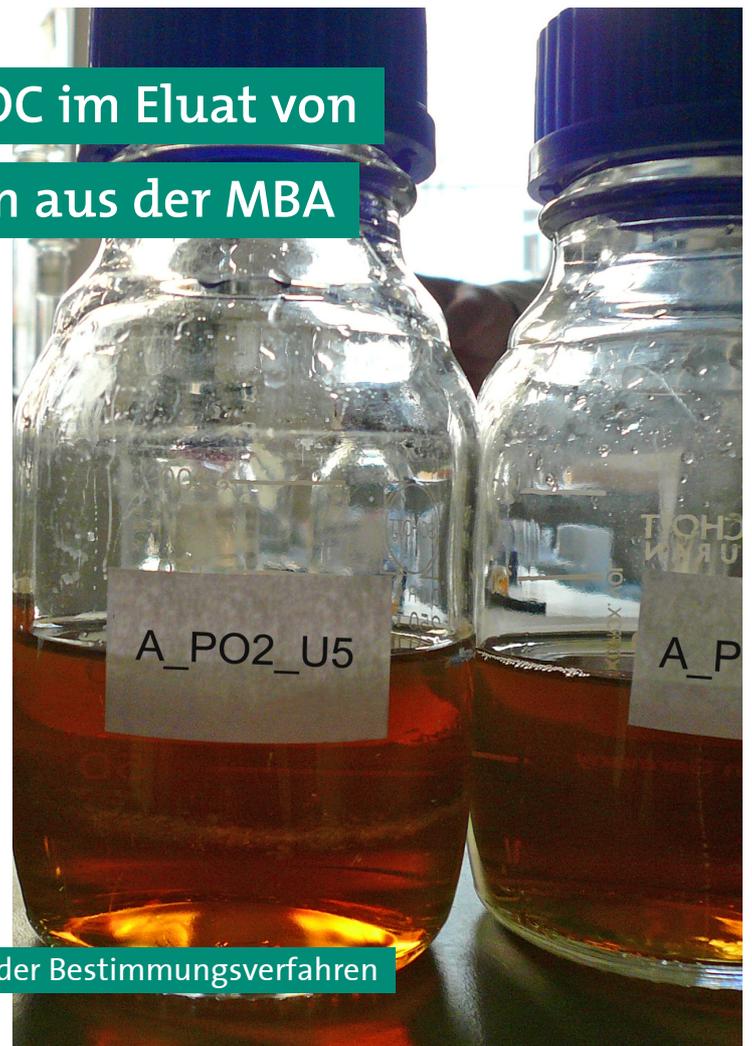


DOC/TOC im Eluat von
Abfällen aus der MBA



Evaluierung der Bestimmungsverfahren



DOC/TOC IM ELUAT VON ABFÄLLEN AUS DER MBA

Evaluierung der Bestimmungsverfahren

Sebastian Köppel
Monika Denner



Projektleitung

Monika Denner

AutorInnen

Sebastian Köppel

Monika Denner

Probenahme

Agrolab Laborgruppe, Umweltlabor Dr. Axel Begert GmbH

Aufbereitung & Chemische Analytik

Umweltbundesamt, Stoffe & Analysen, Abt. Anorganische Analysen

Agrolab Laborgruppe, Umweltlabor Dr. Axel Begert GmbH

Übersetzung

Brigitte Read, Umweltbundesamt

Korrektorat

Maria Deweis, Umweltbundesamt

Andrea Hanus-Illnar, Umweltbundesamt

Satz/Layout

Ute Kutschera, Umweltbundesamt

Umschlagbild

© Sebastian Köppel/Umweltbundesamt

Diese Publikation wurde im Auftrag des Bundesministeriums für Land- und Forstwirtschaft, Umwelt- und Wasserwirtschaft erstellt.

Weitere Informationen zu Umweltbundesamt-Publikationen unter: <http://www.umweltbundesamt.at/>

Impressum

Medieninhaber und Herausgeber: Umweltbundesamt GmbH
Spittelauer Lände 5, 1090 Wien/Österreich

Diese Publikation erscheint ausschließlich in elektronischer Form auf <http://www.umweltbundesamt.at/>.

© Umweltbundesamt GmbH, Wien, 2010

Alle Rechte vorbehalten

ISBN 978-3-99004-100-0

INHALT

	ZUSAMMENFASSUNG	11
	SUMMARY	12
1	EINLEITUNG	13
2	LITERATURRECHERCHE – RECHTSNORMEN	14
2.1	Ratsentscheid 2003/33/EG	14
2.2	Deponieverordnung	14
2.2.1	Begriffsdefinitionen der Deponieverordnung 2008 (Österreich) und Abfallablagerungsverordnung (Deutschland).....	14
2.2.2	Methodischer Ansatz zur Bestimmung des organischen Kohlenstoffs im Eluat	16
2.2.3	Begrenzung der Stabilitätsparameter, TOC_{Eluat}/DOC in den Verordnungen (Ö, D) für MBA-Abfälle	18
2.3	Analytisch relevante Normen	19
2.3.1	Eluatherstellung	19
2.3.2	Bestimmung des organischen Kohlenstoffs.....	21
2.4	Analysemethoden zur Bestimmung des organischen Kohlenstoffs	22
2.4.1	Allgemeines zur Messung des organischen Kohlenstoffs	22
3	LITERATURRECHERCHE – RELEVANZ VON TOC_{ELUAT} BZW. DOC ZUR BEURTEILUNG VON MBA-ABFÄLLEN	24
3.1	Allgemeines	24
3.1.1	Dissolved organic matter (DOM) und water extractable organic matter (WEOM)	24
3.2	Gelöster organischer Kohlenstoff im Laborvergleich	25
3.3	Grenzwerte für den organischen Kohlenstoff im Eluat	25
3.4	DOC bzw. TOC_{Eluat} als Indikator für Abfallreife und Stabilität	26
3.4.1	Der organische Kohlenstoff im Eluat als Parameter zur Beurteilung der Abfallreife und -stabilität	26
3.4.2	Verlauf des DOC mit der Zeit	27
3.4.3	Zusammensetzung und Entwicklung von gelöstem, organisch gebundenem Material	27
3.5	Korrelationen des DOC mit anderen Parametern	30
3.6	Wechselwirkung der DOM mit anorganischen und organischen Abfallinhaltsstoffen	30
3.6.1	Wechselwirkung mit Schwermetallen	30
3.6.2	Wechselwirkung mit organischen Stoffen	31
4	VERSUCHSDURCHFÜHRUNG	32
4.1	Material und Methoden	32
4.1.1	Probenmaterial	32
4.1.2	Geräte und Methoden	33

4.2	Untersuchte Einflussgrößen auf DOC und TOC_{Eluat}	37
4.2.1	Erläuterungen zur Probenbezeichnung.....	37
4.2.2	Phase 1	38
4.2.3	Phase 2	38
4.2.4	Phase 3	41
4.3	Untersuchungen zu AT₄ und GB₂₁	43
5	DARSTELLUNG UND DISKUSSION DER ERGEBNISSE	44
5.1	Phase 1	44
5.1.1	Aufbereitung und Analytik des DOC	44
5.1.2	Aufbereitung und Analytik des TOC _{Eluat}	45
5.1.3	Vergleich Filtration und Zentrifugation	46
5.1.4	Untersuchung des Einflusses der Zentrifugationsdauer auf den TOC _{Eluat}	47
5.1.5	Einfluss der relativen Zentrifugalbeschleunigung (RZB) auf den TOC _{Eluat}	48
5.2	Phase 2	48
5.2.1	Phase 2, Teil 1	49
5.2.2	Phase 2, Teil 2	57
5.3	Phase 3	63
5.3.1	Phase 3, Teil 1	63
5.3.2	Phase 3, Teil 2	64
5.4	Gegenüberstellung von DOC und TOC_{Eluat}	66
5.5	Stabilitätsparameter und organischer Kohlenstoff	69
5.5.1	Einfluss der Probenaufbereitung auf AT ₄ und GB ₂₁	69
5.5.2	Gegenüberstellung AT ₄ mit GB ₂₁	71
5.5.3	Gegenüberstellung der Stabilitätsparameter mit DOC und TOC _{Eluat}	73
5.6	Fazit	77
5.6.1	Analytik von DOC und TOC _{Eluat}	77
5.6.2	Gegenüberstellung der Stabilitätsparameter mit dem organischen Kohlenstoff im Eluat	80
5.7	Ausblick	81
6	LITERATURVERZEICHNIS	82
7	ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	85
8	ANHANG	88
8.1	Projektmethode zur Bestimmung von DOC und TOC_{Eluat}	88
8.2	Analysenergebnisse	89
8.2.1	Phase 1	89
8.2.2	Phase 2	92
8.2.3	Phase 3	120
8.3	Grafiken zu AT₄ und GB₂₁	131
8.4	Ergebnisse der Untersuchungen zur grundlegenden Charakterisierung der untersuchten Proben	143

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Entwicklung des DOC während 100 Tagen Biostabilisation von kommunalem Abfall. Quelle: SHAO et al. (2008).....	27
Abbildung 2: Einteilung der organischen Substanz. Quelle: BERTHE et al. (2007)	28
Abbildung 3: Entwicklung der Molmassenverteilung im gelösten organischen Material während 100 Tagen Biostabilisation von kommunalem Abfall. Quelle: SHAO et al. (2008).....	29
Abbildung 4: Komplexbildung von Cd, Ni und Zn als Quotient von Gesamtmetallkonzentration (M+MDOC) und unkomplexierter Metallkonzentration (M) in Abhängigkeit von pH-Wert und DOC. Quelle: CHRISTENSEN & CHRISTENSEN (2000).	31
Abbildung 5: Vergleich der DOC-Werte Umweltbundesamt und Fa. Agrolab..	44
Abbildung 6: Vergleich der TOC _{Eluat} -Werte Umweltbundesamt und Fa. Agrolab.	45
Abbildung 7: Vergleich Filtration und Zentrifugation, Umweltbundesamt.	46
Abbildung 8: Vergleich Filtration und Zentrifugation, Fa. Agrolab.....	46
Abbildung 9: Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC _{Eluat} , Probe A_001.	47
Abbildung 10: Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC _{Eluat} , Probe A_002 (Fa. Agrolab).	48
Abbildung 11: Vergleich Phase 1 mit Phase 2, Teil 1 (Mittelwerte über Labormittelwerte), A_P01 ± 2 SD.....	50
Abbildung 12: Vergleich Phase 1 mit Phase 2, Teil 1 (Mittelwerte über Labormittelwerte), A_P02 ± 2 SD.....	50
Abbildung 13: Einfluss der RZB auf den TOC _{Eluat} , A_P01, Mittelwerte ± 2 SD. .	55
Abbildung 14: Einfluss der RZB auf den TOC _{Eluat} , A_P02, Mittelwerte ± 2 SD. .	55
Abbildung 15: Phase 3, Teil 1, DOC und TOC _{Eluat} , Mittelwerte ± 2 SD.....	63
Abbildung 16: Phase 3, Teil 2, DOC und TOC _{Eluat} , Mittelwerte ± 2 SD.....	65
Abbildung 17: Gegenüberstellung DOC und TOC _{Eluat} , Phase 3, Teil 1 und Teil 2.....	68
Abbildung 18: Gegenüberstellung AT ₄ (grundlegende Charakterisierung) und AT ₄ modifiziert.	71
Abbildung 19: Gegenüberstellung GB ₂₁ (grundlegende Charakterisierung) und GB ₂₁ modifiziert.	71
Abbildung 20: Gegenüberstellung AT ₄ und GB ₂₁ (Grundlegende Charakterisierung), beide Anlagen.....	72
Abbildung 21: Gegenüberstellung AT ₄ und GB ₂₁ modifiziert, beide Anlagen.....	72
Abbildung 22: Gegenüberstellung AT ₄ (Grundlegende Charakterisierung) und DOC, beide Anlagen.	74

Abbildung 23: Gegenüberstellung GB ₂₁ modifiziert und TOC _{Eluat} , beide Anlagen.	74
Abbildung 24: Gegenüberstellung AT ₄ modifiziert und TOC _{Eluat} , Anlage A.	75
Abbildung 25: Gegenüberstellung GB ₂₁ (Grundlegende Charakterisierung) und DOC, Anlage A.	76
Abbildung 26: Gegenüberstellung AT ₄ (Grundlegende Charakterisierung) und TOC _{Eluat} , Anlage B.	76
Abbildung 27: Gegenüberstellung GB ₂₁ modifiziert und DOC, Anlage B.	77
Abbildung 28: Bestimmung der AT ₄ , Probe A_P04. (Quelle...)	131
Abbildung 29: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe A_P04.....	131
Abbildung 30: Bestimmung der AT ₄ , Probe A_P05.....	132
Abbildung 31: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe A_P05.....	132
Abbildung 32: Bestimmung der AT ₄ , Probe A_P06.....	133
Abbildung 33: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe A_P06.....	133
Abbildung 34: Bestimmung der AT ₄ , Probe A_P07-1.....	134
Abbildung 35: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe A_P07-1.	134
Abbildung 36: Bestimmung der AT ₄ , Probe A_P07-2.....	135
Abbildung 37: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe A_P07-2.	135
Abbildung 38: Bestimmung der AT ₄ , Probe A_P07-3.....	136
Abbildung 39: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe A_P07-3.	136
Abbildung 40: Bestimmung der AT ₄ , Probe B_P03-1.....	137
Abbildung 41: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe B_P03-1.	137
Abbildung 42: Bestimmung der AT ₄ , Probe B_P03-2.....	138
Abbildung 43: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe B_P03-2.	138
Abbildung 44: Bestimmung der AT ₄ , Probe B_P03-3.....	139
Abbildung 45: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe B_P03-3.	139
Abbildung 46: Bestimmung der AT ₄ , Probe B_P04.....	140
Abbildung 47: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe B_P04.....	140
Abbildung 48: Bestimmung der AT ₄ , Probe B_P05.....	141
Abbildung 49: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe B_P05.....	141
Abbildung 50: Bestimmung der AT ₄ , Probe B_P06.....	142
Abbildung 51: Bestimmung der GB ₂₁ , Probe B_P06.....	142

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Grenzwertauswahl Österreich und Deutschland für Abfälle aus der MBA.....	18
Tabelle 2:	Beschreibung Hausmethoden.....	33
Tabelle 3:	Details Filtration.....	34
Tabelle 4:	Details Zentrifugation.....	36
Tabelle 5:	Erläuterung der Probenbezeichnung (Beispiele).....	37
Tabelle 6:	Vergleich Phase 1 mit Phase 2, Teil 1, Proben der Anlage A (Mittelwerte über Labormittelwerte).....	51
Tabelle 7:	Versuche zur Säurezugabe, A_P01.....	53
Tabelle 8:	Versuche zur Säurezugabe, A_P02.....	53
Tabelle 9:	Versuche zur Aufstockung von jeweils 2000 mg/kg TM IC und OC zur Probe A_P01.....	54
Tabelle 10:	Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC_{Eluat} , Proben der Anlage A (Mittelwerte der Labormittelwerte).....	54
Tabelle 11:	Einfluss der Filterkombination auf den DOC, Proben Anlage A, Mittelwerte über die Labormittelwerte der jeweiligen Filterkombination.....	56
Tabelle 12:	Vergleich Phase 1 mit Phase 2, Teil 2, Proben der Anlage B (Mittelwerte über Labormittelwerte).....	58
Tabelle 13:	Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC_{Eluat} , Proben der Anlage B (Mittelwerte über Labormittelwerte).....	58
Tabelle 14:	Einfluss der Filterkombination auf den DOC, Proben Anlage B, Mittelwerte über die Labormittelwerte der jeweiligen Filterkombination.....	59
Tabelle 15:	Einfluss der Probenverdünnung auf TOC_{Eluat} an je einem Eluat jeder Probe.....	59
Tabelle 16:	Einfluss der Ausblasmethode auf TOC_{Eluat}	60
Tabelle 17:	Einfluss der Ausblasmethode auf DOC.....	62
Tabelle 18:	Einfluss der Tiefkühlagerung auf DOC.....	62
Tabelle 19:	Gegenüberstellung DOC und TOC_{Eluat} , Phase 3, Teil 1 und Teil 2.....	66
Tabelle 20:	Gegenüberstellung AT_4 und GB_{21} nach der Methode der Grundlegenden Charakterisierung und der modifizierten Methode.....	69
Tabelle 21:	Gegenüberstellung von AT_4 und GB_{21} (Grundlegende Charakterisierung) und der modifizierten Methode mit DOC und TOC_{Eluat}	73
Tabelle 22:	Analysenergebnisse Hausmethoden Proben der Anlage A.....	89
Tabelle 23:	Analysenergebnisse Hausmethoden Proben der Anlage B.....	90

Tabelle 24:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 1 Probe A_P01.	92
Tabelle 25:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 1 Probe A_P02, Eluatansatz durch Umweltbundesamt.	95
Tabelle 26:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 1 Probe A_P02, Eluatansatz durch Fa. Agrolab.	97
Tabelle 27:	Analysenergebnisse Effekt der Ansäuerungsmethode.	100
Tabelle 28:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe A_P01.	102
Tabelle 29:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe A_P02.	104
Tabelle 30:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe B_P01, Eluatansätze Umweltbundesamt.	106
Tabelle 31:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe B_P01, Eluatansätze Fa. Agrolab.....	108
Tabelle 32:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe B_P02, Eluatansätze Umweltbundesamt.	110
Tabelle 33:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe B_P02, Eluatansätze Fa. Agrolab.....	112
Tabelle 34:	Analysenergebnisse Verdünnungsversuche.	115
Tabelle 35:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe B_P03.	120
Tabelle 36:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe A_P03.	121
Tabelle 37:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe A_P04.	122
Tabelle 38:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe A_P05.	123
Tabelle 39:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe A_P06.	124
Tabelle 40:	Analysenergebnisse Phase 3, Teil 1 – Vergleich mit Agrolab Deutschland.....	125
Tabelle 41:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 2 Probe B_P04.	126
Tabelle 42:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 2 Probe B_P05.	127
Tabelle 43:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 2 Probe B_P06.	128
Tabelle 44:	Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 2 Probe A_P07.	129
Tabelle 45:	Analysenergebnisse Phase 3, Teil 2 – Vergleich mit Agrolab Deutschland.....	130

Tabelle 46:	Grundlegende Charakterisierung der Proben von Phase 1, Eluatuntersuchungen.	143
Tabelle 47:	Grundlegende Charakterisierung der Proben von Phase 1, Feststoffuntersuchungen.	144
Tabelle 48:	Grundlegende Charakterisierung der Proben von Phase 3, Eluatuntersuchungen.	146
Tabelle 49:	Grundlegende Charakterisierung der Proben von Phase 3, Feststoffuntersuchungen.	148

ZUSAMMENFASSUNG

Die Bestimmung des organischen Kohlenstoffs in Abfalleluaten in Form der Summenparameter DOC oder $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ wird in der Regel als relativ unkompliziert wahrgenommen.

Diverse Studien und die Erfahrung haben allerdings gezeigt, dass es bei der Eluataufbereitung sowie bei der Analytik verschiedene, zum Teil nicht normierte Faktoren gibt, die sich mehr oder weniger stark auf die Messergebnisse auswirken können.

Im Zuge der hier vorgestellten, im Auftrag des Bundesministeriums für Land- und Forstwirtschaft, Umwelt und Wasserwirtschaft durchgeführten Arbeiten wurden mögliche Einflussfaktoren auf die Analytik von DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ von Abfällen aus der MBA schrittweise vom Eluatansatz bis zur instrumentellen Analytik untersucht.

Ausgewählte Realproben unterschiedlicher Rottegrade wurden dafür in zwei Labors unabhängig aufgearbeitet und analysiert.

Während die untersuchten, zur Deponierung vorgesehenen bzw. bereits deponierten Proben die österreichischen Ablagerungskriterien voll erfüllten, lag das Konzentrationsniveau von DOC bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ wie schon in früheren Studien beobachtet, deutlich oberhalb der in Deutschland zugelassenen Grenzwerte für den DOC von 300 mg/l. Eine Einhaltung des deutschen DOC-Grenzwertes scheint für österreichische MBA-Anlagen derzeit nicht ohne Weiteres möglich.

Durch schrittweisen Methodenabgleich zwischen den beteiligten Labors und anschließende Parallelbestimmungen der Proben konnten verschiedene, im Vorfeld vermutete Einflussgrößen auf DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ überprüft bzw. neue Einflussgrößen identifiziert werden.

Unter den untersuchten Einflussgrößen zeigten sich vor allem die Zentrifugationsdauer sowie die Wahl des Filtermaterials als ergebnisrelevant.

Bei der Entfernung des anorganischen Kohlenstoffs vor der Messung scheint weniger der pH-Wert der Probe als vielmehr die zeitliche Nähe des Ansäuerns zum Ausblasen desselben ausschlaggebend zu sein. Außerdem sind zur Entfernung des anorganischen Kohlenstoffs aus den untersuchten Proben im Vergleich zu anderen Matrices deutlich drastischere Bedingungen notwendig.

Einflüsse durch die relative Zentrifugalbeschleunigung bei der Zentrifugation, die Probenverdünnung und die Tiefkühlagerung von Eluatlösungen konnten hingegen weitestgehend ausgeschlossen werden.

Eine Gegenüberstellung von DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ hat gezeigt, dass das Verhältnis zwischen gesamtem und gelöstem organischem Kohlenstoff weitestgehend konstant ist. Im Mittel lag der gelöste Anteil (DOC) bei rund 87 % des gesamten organischen Kohlenstoffs ($\text{TOC}_{\text{Eluat}}$).

Eindeutige Zusammenhänge zwischen organischem Kohlenstoff und den im Zuge des Projekts ebenfalls ermittelten Stabilitätsparametern AT_4 und GB_{21} konnten für bereits deponiertes Material nicht gefunden werden. Eine Beurteilung der Abfallreife allein auf Basis von DOC- bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Untersuchungen scheint daher nicht möglich.

SUMMARY

Determination of organic carbon in waste eluates through the bulk parameters DOC or TOC (eluate) is, in general, understood as a relatively uncomplicated process.

Some studies and experiences, however, have shown that there are several factors (some of which not standardised) influencing eluate treatment and analysis which can have a major or minor impact on the measurement results.

In the course of the work presented here, carried out on behalf of the Federal Ministry of Agriculture, Forestry, Environment and Water Management, factors with a potential influence on analytical measurements of DOC and TOC (eluate) in wastes from MBT were examined in a step-by-step process from eluate preparation to instrumental analytical chemistry.

For this purpose, selected real life samples at different stages of fermentation were processed and analysed independently in two laboratories.

While the analysed samples intended for landfilling or already landfilled were in full compliance with the Austrian criteria for disposal, the levels of DOC and TOC (eluate) concentrations were – as already observed in previous studies – clearly above the applicable limit value for DOC in Germany of 300 mg/l. Compliance with the German DOC limit value seems not possible for Austrian MBT facilities at the moment without taking further measures.

By comparing the methods of the participating laboratories in a step-by-step approach and subsequently performing parallel sample tests, a variety of parameters previously presumed to have an influence on DOC und TOC (eluate) were verified, and new parameters identified.

Among the analysed parameters, the duration of centrifugation and choice of the filter material proved to be particularly relevant.

When removing inorganic carbon prior to measurement it appears that the temporal proximity between acidification and purging is of relevance, rather than the pH value of the sample. Moreover, the removal of inorganic carbon from the analysed samples requires conditions considerably more drastic than those needed for other matrices.

Influences from the relative centrifugal acceleration during centrifugation, sample dilution and deep-freeze storage of eluate solutions could largely be excluded.

A comparison between DOC and TOC (eluate) showed that the ratio of total and dissolved organic carbon remained mostly constant. On average, the percentage of dissolved organic carbon (DOC) in relation to total organic carbon (TOC (eluate)) was approximately 87 %.

No clear correlations were found for already landfilled material between organic carbon and the stability parameters AT_4 and GB_{21} which were also determined as part of this project. It appears therefore that assessments of the maturity stage of wastes on the basis of DOC and TOC (eluate) analysis alone are not possible.

1 EINLEITUNG

In der Ratsentscheidung Deponien wird der Parameter DOC im Eluat als ein wesentliches Kriterium für die Beurteilung der Zulässigkeit der Ablagerung von Abfällen festgeschrieben. Für die Bestimmung des $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ bzw. DOC im Eluat werden in der Praxis unterschiedliche Methoden der Eluataufbereitung eingesetzt.

In Österreich wird die Bestimmung des sog. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ nach Zentrifugierung des Eluates gem. Deponieverordnung 2008 (DVO 2008) durchgeführt. In Deutschland erfolgt die Bestimmung des organischen Kohlenstoffgehaltes im Eluat nach einer Filtration (DOC). Der DOC wird in der deutschen Deponie- bzw. Abfallablagerversordnung für Abfälle aus der MBA mit 300 mg/l beschränkt.

Vorangegangene Untersuchungen des organischen Kohlenstoffgehaltes im Eluat (gemäß DVO 2008) für Abfälle aus der MBA in Österreich zeigen Gehalte, die deutlich über dem deutschen Grenzwert lagen (vergleiche Studie AMBA, UMWELTBUNDESAMT 2007).

Gemäß Anhang 1 Tabelle 10 der DVO 2008 gilt der Grenzwert für den $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ im Eluat der Massenabfalldeponie (2.500 mg/kg TM) nicht für mechanisch-biologisch behandelte Abfälle.

Da jedoch zu erwarten ist, dass der Parameter auch bei Abfällen aus der MBA von Bedeutung ist, ist er in Österreich zu bestimmen und in die Beurteilung des Deponieverhaltens mit einzubeziehen.

Im Rahmen des gegenständlichen Vorhabens soll daher eine vergleichende Gegenüberstellung der in Österreich und Deutschland eingesetzten Herstellungsmethoden für Eluate aus der MBA erarbeitet werden.

Nach Durchführung einer Literaturrecherche ist die Aussagekraft der jeweiligen Methodik bezüglich des Deponieverhaltens der Abfälle zu bewerten.

Auf Basis von Eluatuntersuchungen in zwei Labors sollen die Streuungen der Methoden innerhalb und zwischen den Labors ermittelt werden und Vorschläge betreffend die Eluataufbereitung für die Parameter $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ und DOC erarbeitet werden.

2 LITERATURRECHERCHE – RECHTSNORMEN

In den nachfolgenden Kapiteln werden die in den beiden Ländern derzeit gültigen Verordnungen und Normen zur Eluataufbereitung und zur Bestimmung des organischen Kohlenstoffs im Eluat beleuchtet sowie weitere gebräuchliche Bestimmungsmethoden behandelt.

2.1 Ratsentscheid 2003/33/EG

In der Entscheidung des Rates vom 19. Dezember 2002 zur Festlegung von Kriterien und Verfahren für die Annahme von Abfällen auf Abfalldeponien wird der Parameter DOC im Eluat als Kriterium für die Beurteilung der Zulässigkeit der Ablagerung von Abfällen festgeschrieben.

2.2 Deponieverordnung

2.2.1 Begriffsdefinitionen der Deponieverordnung 2008 (Österreich) und Abfallablagerungsverordnung (Deutschland)

2.2.1.1 Deponieverordnung 2008, Österreich

Gemäß DVO 2008 (BGBl. II Nr. 39/2008 i.d.F. BGBl. II Nr. 178/2010) ist eine mechanisch-biologische Behandlung zum Zweck der Deponierung eine verfahrenstechnische Kombination mechanischer und biologischer Prozesse zur Behandlung von Siedlungsabfällen und ähnlichen Gewerbeabfällen. Klärschlämme und weitere für eine mechanisch-biologische Behandlung entsprechend dem Stand der Technik geeignete Abfälle können gemeinsam mit diesen Abfällen mitbehandelt werden. Die biologische Behandlung kontaminierter Böden auch nach vorheriger Siebung oder ähnlicher mechanischer Behandlung stellt keine mechanisch-biologische Behandlung dar. Ziel der mechanischen Prozesse ist insbesondere die Separierung von für eine biologische Behandlung wenig geeigneten Stoffen, von Störstoffen und Schadstoffen oder eine Optimierung des biologischen Abbaus der verbleibenden Abfälle durch Erhöhung der Verfügbarkeit und Homogenität. Ziel der biologischen Prozesse ist der Abbau organischer Substanzen (Ab- und Umbau biologisch abbaubarer Bestandteile) durch die Anwendung aerober Verfahren oder anaerober mit nachfolgenden aeroben Verfahren. Die mechanisch-biologische Behandlung führt zu einer deutlichen Reduzierung der biologisch abbaubaren Anteile, des Volumens, des Wassergehaltes, des Gasbildungspotenzials und der Atmungsaktivität der Abfälle und zu einer deutlichen Verbesserung des Auslaugverhaltens und des Setzungsverhaltens der Abfälle.

Abfälle aus der mechanisch-biologischen Behandlung sind Abfälle, welche die für den jeweiligen Abfallinput erforderlichen mechanischen Verfahrensschritte und alle Verfahrensschritte für eine vollständige biologische Behandlung – d. h. bei einer mehrstufigen biologischen Behandlung sämtliche Teilschritte der biologi-

schen Behandlung, z. B. Hauptrotte und Nachrotte – durchlaufen haben; sofern die Kriterien für eine zulässige Ablagerung nachweislich bereits nach der Hauptrotte erreicht werden, sind nachfolgende Teilschritte für eine vollständige biologische Behandlung (z. B. in einer Nachrotte) nicht erforderlich; im Zuge der mechanischen Behandlung abgetrennte Abfälle, z. B. Störstoffe, heizwertreiche Fraktionen und Eisen- oder Nichteisenmetalle, zählen nicht zu den Abfällen aus der mechanisch-biologischen Behandlung.

2.2.1.2 Abfallablagerungsverordnung, Deutschland

Die Abfallablagerungsverordnung (AbfAbIV; BGBl. I S. 305) in der Fassung vom 13. Dezember 2006 definiert für mechanisch-biologische Behandlung:

Aufbereitung oder Umwandlung von Siedlungsabfällen und Abfällen im Sinne von § 2 Nr. 2 mit biologisch abbaubaren organischen Anteilen durch eine Kombination mechanischer und anderer physikalischer Verfahren (zum Beispiel Zerkleinern, Sortieren) mit biologischen Verfahren (Rotte, Vergärung).

2.2.1.3 Verordnung zur Vereinfachung des Deponierechts

Die Verordnung zur Vereinfachung des Deponierechts trat mit 16.07.2009 in Kraft. Die Verordnung ist als Artikelverordnung angelegt. Mit Artikel 1 werden die bestehenden drei Verordnungen (die Deponieverordnung, die Abfallablagerungsverordnung und die Deponieverwertungsverordnung) sowie die drei Verwaltungsvorschriften (TA Abfall, TA Siedlungsabfall, erste allgemeine Verwaltungsvorschrift zum Grundwasserschutz) kodifiziert, in einem Regelwerk zusammengeführt und als Deponieverordnung neu erlassen. Das bedeutet, dass die neue Deponieverordnung nicht nur die alte Deponieverordnung ersetzt, sondern zugleich die Anforderungen der Abfallablagerungsverordnung und der Deponieverwertungsverordnung integriert. Mit dem Inkrafttreten der Verordnung am 16.07.2009 werden die genannten Rechtsverordnungen sowie die drei Verwaltungsvorschriften aufgehoben.

Die Verordnung zur Vereinfachung des Deponierechts enthält folgende Definitionen in Bezug auf die MBA:

Behandlung: Mechanische, physikalische, thermische, chemische oder biologische Verfahren oder Verfahrenskombinationen, die das Volumen oder die schädlichen Eigenschaften der Abfälle verringern, ihre Handhabung erleichtern, ihre Verwertung oder Beseitigung begünstigen oder die Einhaltung der Zuordnungskriterien nach Anhang 3 gewährleisten.

Mechanisch-biologisch behandelte Abfälle: Abfälle aus der Aufbereitung oder Umwandlung von Haushaltsabfällen und ähnlichen gewerblichen und industriellen Abfällen mit hohem biologisch abbaubarem Anteil in Anlagen, die unter den Anwendungsbereich der Verordnung über Anlagen zur biologischen Behandlung von Abfällen fallen.

2.2.2 Methodischer Ansatz zur Bestimmung des organischen Kohlenstoffs im Eluat

2.2.2.1 Österreich

Eluataufbereitung gemäß DVO 2008

Die Elution hat gemäß

- ÖNORM S 2115 „Bestimmung der Eluierbarkeit von Abfällen mit Wasser“, ausgegeben am 1. Juli 1997
- ÖNORM EN 12457-4 „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)“, ausgegeben am 1. Jänner 2003
- ÖNORM CEN/TS 15364 „Charakterisierung von Abfällen – Untersuchung des Auslaugverhaltens – Prüfung der Säure- und Base-Neutralisierungskapazität“, ausgegeben am 1. Juni 2006

aus der Gesamtfraktion des Abfalls zu erfolgen.

Falls die Korngröße des Abfalls über 10 mm liegt, ist das Überkorn zu zerkleinern. Der Abfall darf jedoch nicht gemahlen werden. Das beim Zerkleinern anfallende Feinkorn ist der Probe beizumischen.

Trennung von Feststoff und Flüssigkeit

Für die Bestimmung organischer Inhaltsstoffe im Eluat (einschließlich $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$) hat die Trennung von Feststoff und Flüssigkeit ausschließlich durch Zentrifugieren zu erfolgen. Dabei ist so lange zu zentrifugieren, bis ein möglichst klarer Überstand erhalten wird (DVO 2008).

Diese Vorgehensweise weicht von der ÖNORM EN 12457-4 ab: Zur Trennung von Feststoff und Flüssigkeit ist ausdrücklich eine Filtration durch einen $0,45 \mu\text{m}$ Membranfilter vorgegeben. Des Weiteren wird darauf hingewiesen, dass eine Eignung der normierten Eluataufbereitung für die Analyse organischer Parameter nicht vorausgesetzt werden kann.

Bestimmung des organisch gebundenen Kohlenstoffes

In DVO 2008, Anhang 4, Teil 1, Kapitel 2. Parameterumfang, ist betreffend den organischen Kohlenstoff im Eluat folgender Parameter angeführt: „gelöster organischer Kohlenstoff (TOC) (als C)“.

Fachlich ist die Bezeichnung „gelöster organischer Kohlenstoff“ in Zusammenhang mit der Abkürzung „TOC“ nicht korrekt. Tatsächlich handelt es sich bei dem zu bestimmenden Parameter, wie aus den Vorgaben zur Eluataufbereitung (keine Filtration der Proben) eindeutig hervorgeht, um den gesamten organischen Kohlenstoff (TOC – Total Organic Carbon).

Die zutreffende Abkürzung für den gelösten organischen Kohlenstoff wäre DOC (Dissolved Organic Carbon).

Zur Bestimmung des $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ wird in der DVO 2008 auf folgende Norm verwiesen:

ÖNORM EN 13370 „Charakterisierung von Abfällen – Chemische Analyse von Eluaten – Bestimmung von Ammonium, AOX, Leitfähigkeit, Hg, Phenolindex, TOC, leicht freisetzbarem CN-, F-“, ausgegeben am 1. August 2003.

Aufgrund der Bedingungen und Verfahrensweise bei der Eluataufbereitung wird bei der Messung der gesamte organische Kohlenstoff ($\text{TOC}_{\text{Eluat}}$) erfasst.

2.2.2.2 Deutschland

Eluataufbereitung

Die Elution hat gemäß

- DIN EN 12457-4 (Ausgabe Januar 2003)

zu erfolgen (Abfallablagerversordnung).

Die TA Siedlungsabfall (TASi), auf die in der Abfallablagerversordnung mehrfach Bezug genommen wird, führt als Bezugsnorm für die Eluataufbereitung die DIN 38414-S4 mit folgenden Ergänzungen bzw. Abweichungen an:

- Die Originalstruktur der einzusetzenden Probe sollte weitestgehend erhalten bleiben. Grobstückige Anteile sind zu „zerkleinern“¹.
- Es soll eine Weithals-Gasflasche (10 cm Durchmesser) verwendet werden.
- Einmal pro Minute über Kopf drehen
- Zentrifugieren
- Anschließend einmaliges Filtrieren über Membranfilter (Porenweite 0,45 µm), ggf. Druckfiltration.

Trennung von Feststoff und Flüssigkeit

Wie in DIN EN 12457-4 beschrieben, erfolgt die Trennung von Feststoff und Flüssigkeit mittels Filtration durch einen 0,45 µm Membranfilter (Abfallablagerversordnung).

Bestimmung des organisch gebundenen Kohlenstoffes

Zur Bestimmung des DOC wird in der Abfallablagerversordnung auf folgende Normen verwiesen:

- DIN EN 1484 (Ausgabe August 1997) Wasseranalytik – Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC).

Alternativ Untersuchung bei einem pH-Wert zwischen 7,5 und 8:

- DIN CEN/TS 14429 (Vornorm, Ausgabe Januar 2006) Charakterisierung von Abfällen Untersuchung des Auslaugungsverhaltens – Einfluss des pH-Wertes unter vorheriger Säure/Base Zugabe (Abfallablagerversordnung).

Aufgrund der Bedingungen und Verfahrensweise bei der Eluataufbereitung wird bei der Messung der gelöste organische Kohlenstoff (DOC) erfasst.

¹ In der TA Siedlungsabfall ist nach dem Wort „zu“ kein weiterer Text vorhanden – gemeint ist aller Wahrscheinlichkeit nach, dass grobstückige Anteile zu zerkleinern sind.

2.2.3 Begrenzung der Stabilitätsparameter, $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ /DOC in den Verordnungen (Ö, D) für MBA-Abfälle

Bei der Annahme von Abfällen aus der MBA werden in Deutschland und Österreich ergänzend zu anderen Parametern Untersuchungen zur Stabilität der Abfälle gefordert:

- Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT_4) (aus dem Feststoff),
- Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB_{21}) (aus dem Feststoff) (DVO 2008, Abfallablagerungsverordnung) oder Gasspendensumme im Inkubationsversuch nach 21 Tagen (GS_{21}) (DVO 2008).

Grenzwerteinhaltung (Unterschied Ö/D)

Während in Österreich MBA-Abfälle zur Deponierung sowohl die Grenzwerte für AT_4 als auch GB_{21} oder GS_{21} einhalten müssen, reicht in Deutschland die Bestimmung eines der beiden Stabilitätsparameter (Atmungsaktivität oder Gasbildung) aus.

Tabelle 1: Grenzwertauswahl Österreich und Deutschland für Abfälle aus der MBA.

Parameter	Österreich	Deutschland
DOC bzw. TOC (als C) im Eluat	$\text{TOC}_{\text{Eluat}}$: kein Grenzwert (ist jedoch zu bestimmen und in die Beurteilung des Deponieverhaltens mit einzubeziehen)	DOC: 300 mg/l (entspricht bei einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von 10 l/kg einem DOC von 3.000 mg/kg TM)
AT_4 im Feststoff	7 mg O_2 /g TM	5 mg O_2 /g TM
GB_{21} im Feststoff	20 NI/kg TM (f. GB_{21} oder GS_{21})	20 NI/kg TM (f. GB_{21})

2.3 Analytisch relevante Normen

2.3.1 Eluatherstellung

2.3.1.1 ÖNORM EN 12457-4

Die ÖNORM EN 12457 „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)“ besteht aus 4 Teilen, die jeweils ein- bzw. mehrstufige Verfahren zur Auslaugung von Materialien, basierend auf unterschiedlichen Flüssigkeits-/Feststoffverhältnissen sowie unterschiedlichen Korngrößen beschreiben. Diese Parameter spielen bei der Auslaugung eine wichtige Rolle.

Der Teil 4 der EN-Serie wird sowohl in Österreich als auch in Deutschland als Norm (jeweils als nationale Norm) für die Eluatherstellung angegeben.

Der Inhalt dieser Norm lässt sich sinngemäß wie folgt zusammenfassen:

- Anwendungsbereich: Untersuchung vorwiegend **anorganischer** Bestandteile von körnigen Abfällen und Schlämmen (mikrobiologische Prozesse sowie unpolare Eigenschaften organischer Bestandteile sind nicht berücksichtigt).
- Korngröße des eingesetzten Materials: 95 % (m/m) < 10 mm.
- Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis: 10 l/kg Trockenmasse ± 2 %.
- Auslaugungsmittel: Wasser mit einer Leitfähigkeit < 0,5 mS/m und einem pH-Wert > 5 und < 7,5 (Grad 3 EN ISO 3696).
- Dauer der Auslaugung: 24 h ± 0,5 h.
- Temperatur bei Auslaugung: 20 °C ± 5 °C.
- Durchführung der Auslaugung:
 - Zerkleinerung des Überkorns auf < 10 mm, falls Anteil über 10 mm größer als 5 % (m/m).
 - Bestimmung des Feuchtegehalts der Analysenprobe gemäß ISO 11465.
 - Einwaage von 0,090 kg, bezogen auf die Trockenmasse und Zugabe einer entsprechenden Menge (Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis: 10 l/kg TM) Auslaugungsmittel.
 - 24-stündige Auslaugphase auf einem Überkopfschüttler bei 5 U/min–10 U/min.
 - Flüssig/Fest-Trennungsschritt: Filtration durch 0,45 µm Membranfilter nach 15-minütiger Absetzphase. Zur Phasentrennung sind Methoden wie Absetzen, Vorfiltration, Zentrifugation und Druckfiltration (auch mit ansteigenden Drücken) zulässig. Anhang E der Norm beschreibt ein Beispiel einer Phasentrennung (verschiedene Absetz-, Zentrifugier- und Filtrationsschritte), deren Maximaldauer bei 120 Minuten liegt.
 - Unverzögliche Bestimmung von Leitfähigkeit, Temperatur und pH-Wert des Eluats (ÖNORM EN 12457-4).

Während diese Norm in Deutschland laut Abfallablagereungsverordnung, ungeachtet der angegebenen Einschränkungen für organische Bestandteile, ohne Änderungen zum Einsatz kommt, schreibt die DVO 2008 für alle organischen Inhaltsstoffe statt der in der Norm beschriebenen Filtration eine Zentrifugation zur Phasentrennung vor.

2.3.1.2 ÖNORM S 2115

Die ÖNORM S 2115 „Bestimmung der Eluierbarkeit von Abfällen mit Wasser“, auf die in der DVO 2008 Bezug genommen wird, beschreibt eine Eluataufbereitung nach folgenden Rahmenbedingungen:

- Korngröße des eingesetzten Materials: Originalzustand bzw. < 10 mm.
- Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis: 10 l/kg Trockenmasse.
- Auslaugungsmittel: destilliertes Wasser oder Wasser gleicher Reinheit.
- Dauer der Auslaugung: 24 h.
- Temperatur bei Auslaugung: Raumtemperatur.
- Durchführung der Auslaugung:
 - Zerkleinerung des Überkorns auf < 10 mm, falls Abfall > 10 mm vorliegt.
 - Bestimmung der Trockenmasse der Analysenprobe gemäß ÖNORM M 6270.
 - Einwaage von 0,100 kg, bezogen auf die Trockenmasse und Zugabe einer entsprechenden Menge Auslaugungsmittel (Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis: 10 l/kg TM).
 - 24-stündige Auslaugphase auf einem Überkopfschüttler bei ca. 6 U/min.
 - Flüssig/Fest-Trennungsschritt für die Bestimmung organischer Inhaltsstoffe: Zentrifugation bis zu einem möglichst klaren Überstand
 - Flüssig/Fest-Trennungsschritt für die Bestimmung anorganischer Inhaltsstoffe und des Abdampfrückstands: Filtration durch 0,45 µm Membranfilter nach Absetzphase (Zentrifugation und Vorfiltration sind zulässig).
 - Unverzögliche Bestimmung von Leitfähigkeit, Temperatur und pH-Wert des Eluats.

Neben einem Verweis auf die ÖNORM EN 12457 enthält die ÖNORM S 2115 einen Verweis auf die DIN 38414-4 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4).

2.3.1.3 DIN 38414-4

Die Parameter der Eluataufbereitung nach DIN 38414-4 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4)“ sind in vielen Bereichen (Elutionsdauer, eingesetzte Korngrößen etc.) deckungsgleich mit denen der oben beschriebenen ÖNORM S 2115.

Als wesentliche Unterschiede müssen hier angeführt werden:

- Einwaage von 100 g, bezogen auf die Trockenmasse und Zugabe von 1.000 ml Auslaugmittel; dadurch ist das **Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis nicht konstant bei 10 l/kg** Trockenmasse sondern hängt vom Feuchtigkeitsgehalt der Probe ab.
- Umdrehungen pro Minute: „Die Flasche wird langsam über Kopf gedreht oder geschüttelt, so dass die Probe dauernd in Bewegung bleibt, eine weitere Zerkleinerung jedoch, zum Beispiel durch Abrieb, möglichst vermieden wird.“
- Es erfolgt für die Phasentrennung keine Festlegung auf Zentrifugation oder Filtration, als Vorgabe gilt ein völlig klares Eluat. „Feste und flüssige Phase sind, soweit wie unter den Bedingungen möglich, zu trennen.“

2.3.1.4 ÖNORM CEN/TS 15364

Die in der DVO 2008 angeführte Vornorm ÖNORM CEN/TS 15364 „Charakterisierung von Abfällen – Untersuchung des Auslaugungsverhaltens – Prüfung der Säure- und Base-Neutralisierungskapazität“, ausgegeben am 1. Juni 2006, beschreibt ein Verfahren zur Ermittlung der Säure- und Base-Neutralisierungskapazität eines Abfalls durch Ansatz mehrerer Eluate eines Abfalls unter Zugabe jeweils verschiedener Säure- bzw. Basemengen. Am Ende der Extraktionszeit von 48 Stunden werden stationäre pH-Werte (zwischen pH 4 und pH 12) erreicht.

2.3.1.5 DIN CEN/TS 14429 (Vornorm, Ausgabe Januar 2006)

Die sowohl in der deutschen Abfallablagereungsverordnung als auch zutreffendenfalls in der DVO 2008 angeführte Vornorm DIN CEN/TS 14429 „Charakterisierung von Abfällen Untersuchung des Auslaugungsverhaltens – Einfluss des pH-Wertes unter vorheriger Säure/Base Zugabe“ beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Einflusses des pH-Werts auf die Auslaugbarkeit anorganischer Bestandteile aus einem Abfall. Hierzu werden verschiedenen Eluatansätzen jeweils unterschiedliche Mengen an Säure bzw. Base hinzugefügt, um endgültige stationäre pH- Werte zwischen pH 4 und pH 12 zu erreichen.

In jedem Eluat werden die gefragten Parameter analysiert und die Ergebnisse in Bezug auf den jeweiligen stationären pH-Wert des Eluats interpretiert.

2.3.2 Bestimmung des organischen Kohlenstoffs

2.3.2.1 ÖNORM EN 13370

Die DVO 2008 verweist zur Bestimmung des organischen Kohlenstoffs im Eluat auf die Norm ÖNORM EN 13370 „Charakterisierung von Abfällen – Chemische Analyse von Eluaten – Bestimmung von Ammonium, AOX, Leitfähigkeit, Hg, Phenolindex, TOC, leicht freisetzbarem CN-, F-“.

Sie enthält normative Verweisungen zu Messverfahren für die im Titel angeführten Parameter.

In Hinblick auf die Eluatherstellung wird auf die in Kapitel 2.3.1.1 bereits beschriebene ÖNORM EN 12457 verwiesen, für die Bestimmung des organischen Kohlenstoffs auf die ÖNORM EN 1484 „Wasseranalytik – Anleitung zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)“.

2.3.2.2 ÖNORM EN 1484

Die ÖNORM EN 1484 „Wasseranalytik – Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)“ wird sowohl in der DVO 2008 (über den Umweg des Verweises auf die ÖNORM EN 13370) als auch in der Abfallablagereungsverordnung (Bezuggenommen wird hier auf die inhaltlich idente EN 1484) als Vorgabe für die Messung des organischen Kohlenstoffs herangezogen.

Der Inhalt der Norm lässt sich sinngemäß wie folgt zusammenfassen:

- Anwendungsgebiet: Bestimmung des OC in Trink-, Grund-, Oberflächen-, See- und Abwasser mit einem Gehalt an OC von 0,3 mg/l bis 1.000 mg/l. Diese Bestimmung kann entweder direkt erfolgen oder indirekt nach Bestimmung und Differenzbildung zwischen gesamtem Kohlenstoff (TC) und anorganischem Kohlenstoff (TIC).

$$\text{TOC} = \text{TC} - \text{TIC}$$
- Begriffsbestimmungen:
 - TOC: Im Wasser enthaltener, organisch gebundener Kohlenstoff, gebunden an gelösten und suspendierten Stoffen. Cyanat, Thiocyanat und elementarer Kohlenstoff werden auch erfasst.
 - DOC: Im Wasser enthaltener, organisch gebundener Kohlenstoff aus Verbindungen, die ein Membranfilter der Porenweite 0,45 µm passieren, Cyanat und Thiocyanat werden auch erfasst.
- Grundlage des Verfahrens (direkte Bestimmung):
 - Austreiben des in der Probe enthaltenen TIC durch Ansäuern und Ausblasen mit einem Inertgas.
 - Oxidation von organischem Kohlenstoff in der Probe zu CO₂ durch Verbrennung nach Zugabe eines geeigneten Oxidationsmittels, mittels UV- oder einer anderen energiereichen Strahlung.
 - Bestimmung des entstandenen CO₂ (evtl. nach Reduktion zu CH₄) mittels geeigneter Detektoren.

2.4 Analysemethoden zur Bestimmung des organischen Kohlenstoffs

2.4.1 Allgemeines zur Messung des organischen Kohlenstoffs

Zur Messung des gelösten und gesamten organischen Kohlenstoffs in wässrigen Lösungen stellen mehrere Herstellergeräte (sowohl klassische Labor- als auch Online-Messgeräte) mit unterschiedlichen Methoden zur DOC- bzw. TOC_{Eluat}-Erfassung zu Verfügung.

Neben diesen Labor- und Online-Messgeräten existieren außerdem einige Küvetten-Schnelltests unterschiedlicher Hersteller, deren Nachweis- und Bestimmungsgrenzen in der Regel allerdings deutlich über denen der Analysengeräte liegen.

Wie aus den vorangegangenen Kapiteln zu entnehmen ist, beruht die Unterscheidung zwischen DOC und TOC_{Eluat} einzig auf der Art des Flüssig/Fest-Trennungsschritts bei der Eluataufbereitung. Bei der Messung selbst kann zwischen DOC und TOC_{Eluat} keine Unterscheidung getroffen werden.

2.4.1.1 Analysengeräte – Funktionsweise

Analysengeräte zur TOC_{Eluat}- bzw. DOC-Messung funktionieren in der Regel nach dem Prinzip der Oxidation des organischen Kohlenstoffs zu CO₂ und einer darauf folgenden Detektion dieses Gases.

Der Oxidation und Detektion des organischen Kohlenstoffs muss immer eine vollständige Elimination des anorganischen Kohlenstoffs vorausgehen.

Dies geschieht durch ein Ansäuern der Probe auf einen pH-Wert < 2 . Der anorganische Kohlenstoff wird hierbei zu CO_2 umgewandelt und kann mittels eines CO_2 -freien Gases ausgetrieben werden.

Die Erfahrungen im Labor des Umweltbundesamt haben gezeigt, dass die Zeit die für das Austreiben des anorganischen Kohlenstoffs aufgewendet wird, einen kritischen Faktor darstellt. Wählt man die Zeit nämlich zu kurz, kann bei Proben mit einem hohen Gehalt an anorganischem Kohlenstoff dieser nicht zur Gänze ausgetrieben werden. In der Folge wird der verbleibende anorganische Kohlenstoff fälschlich als organischer Kohlenstoff erfasst. Die Folge sind Überbefunde bei $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ bzw. DOC.

Beim Austreiben des anorganischen Kohlenstoffs gehen auch flüchtige organische Verbindungen verloren. Es wird also im Grunde nicht der $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ bzw. DOC sondern der NPOC (**N**on-**P**urgeable **O**rganic **C**arbon), also der unter diesen Bedingungen nicht-flüchtige organische Kohlenstoff bestimmt.

Für die Oxidation des organischen Kohlenstoffs werden, abhängig von Aufgabenstellung und geforderter Bestimmungsgrenze, verschiedene Methoden eingesetzt:

- Nasschemisch: Oxidation mit Peroxodisulfat und UV-Licht oder Hitze.
- Thermisch-katalytisch: Oxidation mittels katalytischer Verbrennung. Die Verbrennungstemperaturen bewegen sich hier geräte- und herstellerabhängig in einem Bereich von ca. 700 °C bis ca. 1.000 °C .

Die Detektion des CO_2 erfolgt in den meisten Fällen mittels nicht dispersiver Infrarotspektroskopie (NDIR), ist aber prinzipiell auch mit anderen Detektionsverfahren wie z. B. Coulometrie, mittels Wärmeleitfähigkeits- oder Leitfähigkeitsmessung möglich. (vgl. Shimadzu Corporation)

2.4.1.2 Küvetten-Schnelltests – Funktionsweise

Kohlenstoffhaltige organische Verbindungen werden durch Aufschluss mit Schwefelsäure und Peroxodisulfat zu Kohlendioxid umgesetzt. Dieses reagiert mit einer Indikatorlösung, deren Verfärbung photometrisch bestimmt wird.

Anorganisch gebundener Kohlenstoff (gelöstes Kohlendioxid und Anionen der Kohlensäure) wird vorher nach Ansäuern als Gas ausgetrieben (Merck Chemicals).

3 LITERATURRECHERCHE – RELEVANZ VON $\text{TOC}_{\text{ELUAT}}$ BZW. DOC ZUR BEURTEILUNG VON MBA-ABFÄLLEN

3.1 Allgemeines

Literatur, die sich ausschließlich und gezielt mit MBA-Materialien und deren Gehalt an organischem Kohlenstoff bzw. dessen Verhalten und Wechselwirkungen beschäftigt, ist relativ schwer zu finden. Es wurden daher auch Literaturstellen, die sich in diesem Zusammenhang mit anderen Abfallarten (hauptsächlich Kompost) auseinandersetzen, in die Recherche einbezogen.

In der Literatur wird praktisch ausschließlich der gelöste organische Kohlenstoff (DOC) erwähnt.

Mögliche Gründe dafür könnten sein:

- Der DOC mit seinen relativ eindeutig normierten Rahmenbedingungen (Filtration durch $0,45 \mu\text{m}$) ist klarer definiert und normiert als der $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$.
- Die Grenzwerte im Ratsentscheid und in Deutschland beziehen sich auf den DOC.

In einigen Fällen wird zwar vom $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ gesprochen (wobei der Zusatz „Eluat“ in der Regel nicht verwendet wird), aus dem Kontext ist allerdings ersichtlich, dass tatsächlich der DOC gemeint ist. Zurückzuführen ist das auf eine fachlich falsche, in der Laborpraxis aber häufig vorkommende sprachliche Gleichsetzung der beiden Parameter. Diese war lt. KETELSEN & BAHN (2007) auch in der ursprünglichen Version der deutschen Abfallablagereverordnung (AbfAbV) von 2001 so zu finden, was mittlerweile korrigiert wurde.

Das organische Material in Abfällen ist zum einen stark von der Herkunft des Abfalls abhängig und zum anderen durch Um- und Abbauprozesse einer ständigen Veränderung unterworfen.

Die Elutionsbedingungen, was Feststoff-/Flüssigkeitsverhältnis, Elutionsdauer und Auslaugungsmittel betrifft, entsprechen in den Studien nicht immer den Vorgaben der in Österreich und Deutschland gültigen Normen zur Eluataufbereitung.

3.1.1 Dissolved organic matter (DOM) und water extractable organic matter (WEOM)

In der Literatur wird – geht es um die Zusammensetzung der organischen Substanz in Abfalleluaten oder ihrer Wechselwirkung mit anderen Abfallinhaltsstoffen – häufig von DOM oder WEOM und nicht vom DOC gesprochen.

Eine eindeutige Definition für DOM bzw. WEOM konnte in der Literatur nicht gefunden werden.

Aus dem Kontext handelt es sich bei der DOM (dissolved organic matter) um die Gesamtheit der gelösten, extrahierbaren organisch gebundenen Substanz. Als gelöst wird in der Regel jener Anteil bezeichnet, der einen $0,45 \mu\text{m}$ Filter passiert.

Im Gegensatz zum direkt analytisch erfassbaren DOC, der per Definition nur den gelösten, organisch gebundenen Kohlenstoff repräsentiert, kann die DOM nicht als analytischer Parameter gesehen werden.

Die Bezeichnung WEOM (water extractable organic matter) entspricht bedeutungsgemäß der Definition der DOM.

Der DOC kann als Messgröße für die DOM bzw. die WEOM bezeichnet werden.

3.2 Gelöster organischer Kohlenstoff im Laborvergleich

In einer Stellungnahme der ASA e.V. aus dem Jahr 2006 wird nach Auswertung der Betriebsergebnisse von 12 MBA-Anlagen in Deutschland darauf hingewiesen, dass es bei der Bestimmung des DOC zu sehr hohen Schwankungen, auch zwischen zertifizierten Labors kommen kann (ASA e.V. 2006).

BOCKREIS & STEINBERT (2006) sehen deutliche Abweichungen zwischen den Laborergebnissen gleicher Proben beim Parameter DOC. Als Hauptursache für die Abweichungen werden Probenahme, Lagerung und Probenaufbereitung identifiziert.

Auch ROHRING & BAHN (2006) beobachten zum Teil gravierende Abweichungen der DOC-Ergebnisse zwischen verschiedenen Labors. Als Ursache hierfür werden neben Probenahme, Lagerung und Probenaufbereitung beispielsweise auch der Einsatz unterschiedlicher Zentrifugations- und Filtrationsbedingungen erwähnt.

Ein im Jahr 2008 von der ASA e. V. durchgeführter Laborvergleichsversuch zu den Beurteilungsparametern für MBA-Austragsmaterial gemäß AbfAbIV, welcher nach den analytischen Vorgaben der technischen Regel RAL–RG 504 2007-07 durchgeführt wurde, führte zu deutlich besser vergleichbaren DOC-Ergebnissen.

3.3 Grenzwerte für den organischen Kohlenstoff im Eluat

Die in Deutschland eingeführte Begrenzung des DOC in MBA-Abfall-Eluaten bzw. die Höhe des Grenzwerts wurden in den vergangenen Jahren heftig diskutiert.

In der Folge wurde der ursprünglich bei 250 mg/l liegende DOC-Grenzwert auf derzeit 300 mg/l erhöht.

FRICKE & TURK (2000) halten ein Erreichen eines $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Wertes von 100 mg C/l bei entsprechend langen Rottezeiten für theoretisch möglich, halten aber bereits einen Wert von 200 mg/l $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ in der Praxis für problematisch. Aus ihrer Sicht ist ein Wert von 300 mg/l in der Praxis umsetzbar.

Auch die ASA e.V. sieht einen DOC-Grenzwert von 300 mg/l als in der Praxis erreichbar an (ASA e. V. 2006).

3.4 DOC bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ als Indikator für Abfallreife und Stabilität

3.4.1 Der organische Kohlenstoff im Eluat als Parameter zur Beurteilung der Abfallreife und -stabilität

Darüber, ob bzw. welche Aussagekraft der DOC als Einzelparameter zur Beurteilung von Abfallreife und -stabilität besitzt, gehen die Meinungen in der Fachliteratur auseinander.

Während einige AutorInnen die Messung der DOC-Konzentration als Beurteilungskriterium für die Abfallablagerung für ausreichend erachten (ZMORANAHUMA et al. 2005), sehen andere diese Vorgangsweise als nicht sinnvoll an.

Teilweise wird eine Kombination verschiedener Parameter zur Abfallbeurteilung, wie z. B. Atmungsaktivität, Leuchtbakterien-Hemmtest und DOC, vorgeschlagen (BRINKMANN et al. 1996).

Dem DOC wird, unabhängig von der untersuchten Matrix, mangelnde Aussagekraft zur Bioabbaubarkeit zugeschrieben, da nicht bzw. sehr schwer biologisch abbaubare Stoffe ebenfalls miterfasst werden (GRUBER 1999, BARRENA et al. 2009). In der Folge stufen die Autoren den DOC hinsichtlich der Beurteilung von Prozessen auf Basis von biologischen Abläufen als ungeeignet ein (BARRENA et al. 2009).

Andererseits wurden in anderen Arbeiten Korrelationen mit biologischen Parametern wie AT_4 und GB_{21} beobachtet, aufgrund derer eine Gleichstellung des DOC mit diesen vorgeschlagen wird (ASA E.V. 2006).

In ihrer Aussagekraft bezüglich der Abfallreife relativ unbestritten erscheint die Bestimmung des DOC-Gehalts in Kombination mit der (relativ aufwändigen) Analyse der Zusammensetzung des ihm zugrundeliegenden organischen Materials.

Die Betrachtung der Veränderung der Zusammensetzung des DOC während des Rotteprozesses kann Aufschluss über den Reife- bzw. Stabilisierungsgrad von Abfällen geben. Hohe Konzentrationen an löslichen, leicht abbaubaren organischen Verbindungen sind ein deutliches Zeichen für instabilen, unreifen Abfall (SAID-PULLICINO et al. 2006a, b).

3.4.2 Verlauf des DOC mit der Zeit

Die Entwicklung des DOC mit der Zeit zeigt in allen gesichteten Studien einen sehr ähnlichen Verlauf.

Der Startwert liegt in Abhängigkeit von der Abfallherkunft auf unterschiedlichem, relativ hohem Niveau, reduziert sich schnell sehr stark und stabilisiert sich in der Folge auf niedrigem Niveau (HARTLIEB et al. 2001, ZMORA-NAHUMA et al. 2005, SAID-PULLICINO et al. 2006a, b, BERTHE et al. 2007, SHAO et al. 2008).

Einige Studien beobachten direkt im Anschluss an die erste Reduktionsphase des DOC eine Phase steigender DOC-Gehalte, bevor die Werte wieder sinken und sich auf niedrigem Niveau stabilisieren. Diese Phase wird in erster Linie auf Veränderungen des Substrats und der Rottebedingungen zurückgeführt (ZMORA-NAHUMA et al. 2005, SHAO et al. 2008).

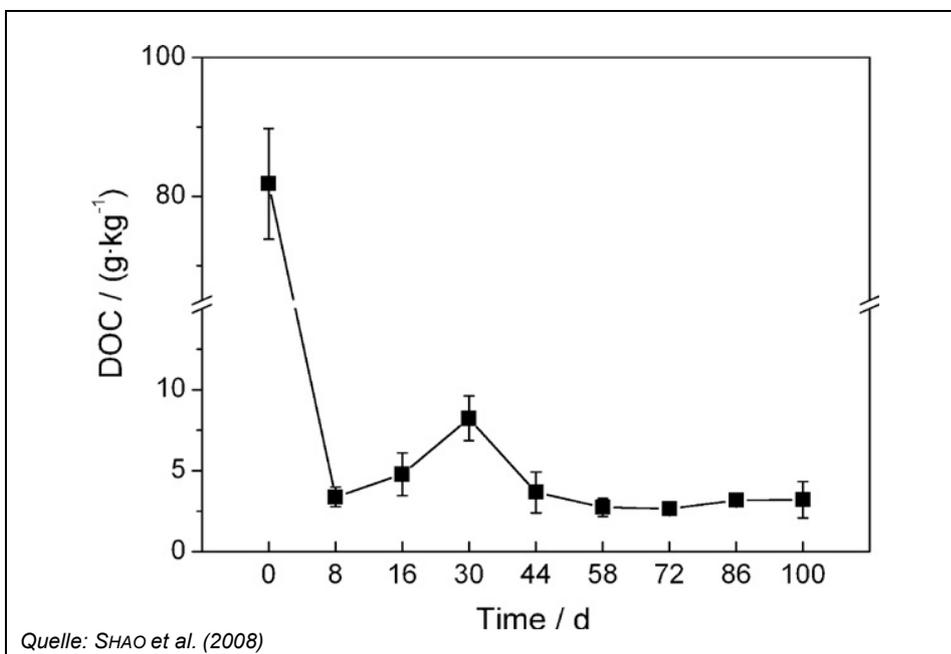


Abbildung 1: Entwicklung des DOC während 100 Tagen Biostabilisation von kommunalem Abfall.

3.4.3 Zusammensetzung und Entwicklung von gelöstem, organisch gebundenem Material

Prinzipiell ist die Zusammensetzung der in einem Abfall vorhandenen organischen Substanz von mehreren verschiedenen Faktoren abhängig und in der Folge einer ständigen Veränderung unterworfen.

Beispielhaft seien einige der Einflussfaktoren genannt:

- Herkunft und Art des Abfalls
- Alter des Abfalls
- (Vor)Behandlung des Abfalls
- Deponie- bzw. Ablagerungsbedingungen

Da eine bis zur Einzelsubstanz gehende Charakterisierung des gelösten, organisch gebundenen Materials für die Praxis zudem kaum als sinnvoll einzustufen ist, werden in der Literatur verschiedene Ansätze verfolgt, um die Gesamtheit der organischen Substanz in Gruppen ähnlicher Eigenschaften zu unterteilen und deren Entwicklung im Laufe der Deponierung zu untersuchen.

3.4.3.1 Einteilung nach Molekülgröße

Nach Christensen (zit. in BERTHE et al. 2007) lässt sich die DOM nach der Molekülgröße grob in 3 Gruppen einteilen:

- Einfache Verbindungen: Kohlenhydrate, (flüchtige) organische Säuren, Aminosäuren und Alkohole. Diese haben geringe Molmassen und sind leicht biologisch abbaubar.
- Humine und huminartige Stoffe: Hochmolekulare Abbauprodukte organischen Materials mit hohem Aromatisierungsgrad wie Humine und Huminsäuren (unlöslich bei pH < 2) sowie Fulvinsäuren (löslich bei pH < 2), welche etwas geringere molare Massen aufweisen und stärkeren sauren Charakter haben als Huminsäuren.
- Hydrophile Säuren: Nicht-huminartige Stoffe die einen wesentlichen Anteil des gelösten organischen Materials ausmachen.

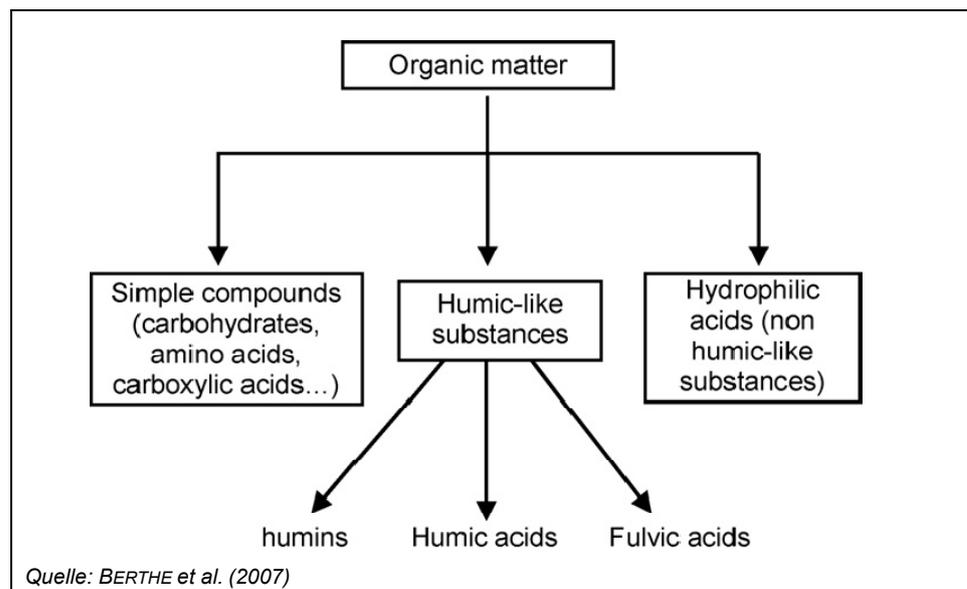


Abbildung 2: Einteilung der organischen Substanz.

3.4.3.2 Einteilung nach Stoffgruppen

Eine weitere (im Endeffekt sehr ähnliche) Möglichkeit zur Unterteilung des DOC ist die Einteilung nach Stoffgruppen. Nach dem von S. Huber (HUBER 2009) angewandten Verfahren der LC-OCD (Liquid chromatography – organic carbon detection), ergibt sich eine Einteilung des DOC in

- Huminstoffe
- Abbauprodukte der Huminstoffe

- Biopolymere
- niedermolekulare Säuren
- niedermolekulare Neutralstoffe und
- natürliche hydrophobe Stoffe.

3.4.3.3 Entwicklung der Zusammensetzung des organischen Materials mit der Zeit

Wie schon bei der Entwicklung der DOC-Werte, zeigt auch die Entwicklung der Molekülgrößenverteilung im organischen Material mit der Zeit in allen gesichteten Studien einen sehr ähnlichen, im Folgenden kurz beschriebenen Verlauf.

Die anfänglich relativ breite Molmassenverteilung entwickelt sich im Verlauf des Rotteprozesses in Richtung großer molarer Massen und damit in Richtung schwer abbaubarer huminartiger Stoffe (HARTLIEB et al. 2001, ZMORANAHUMA et al. 2005, SAID-PULLICINO et al. 2006a, b, BERTHE et al. 2007, SHAO et al. 2008, HUBER 2009).

Beispielhaft kann hier die folgende Abbildung herangezogen werden, die den Verlauf der Molmassenverteilung innerhalb des gelösten organischen Materials während 100 Tagen Biostabilisation von kommunalem Abfall wiedergibt.

Auffallend ist, dass auch nach Erreichen eines konstanten DOC-Werts ab ca. Tag 44 (siehe Abbildung 1) deutliche Änderungen in der Molmassenverteilung des Materials stattfinden.

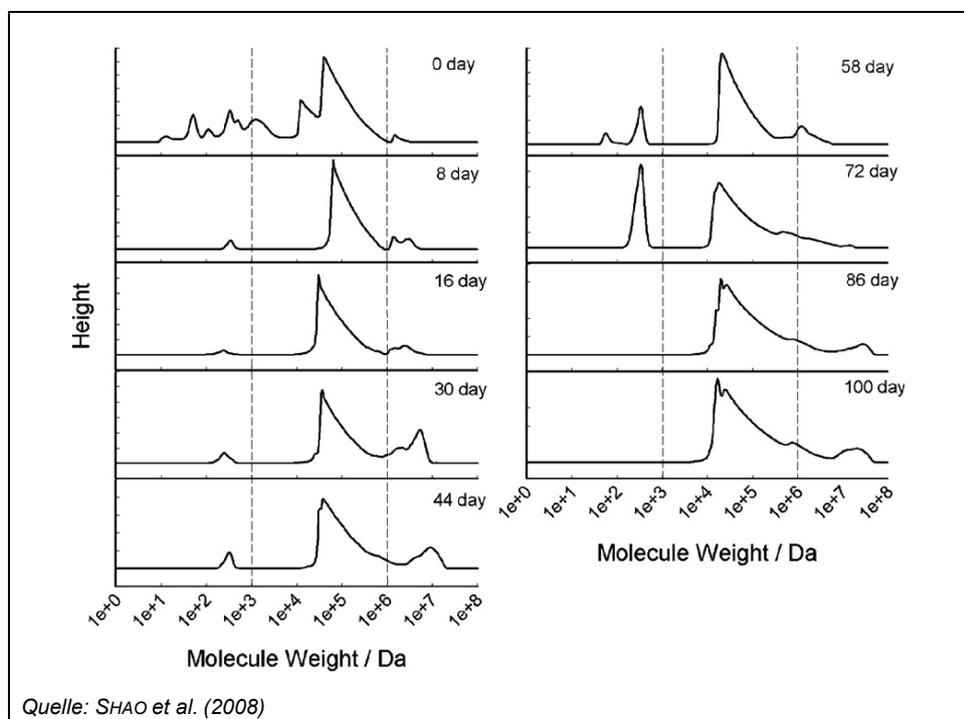


Abbildung 3: Entwicklung der Molmassenverteilung im gelösten organischen Material während 100 Tagen Biostabilisation von kommunalem Abfall.

3.5 Korrelationen des DOC mit anderen Parametern

In der gesichteten Literatur wurden verschiedene Korrelationen des DOC mit anderen, sowohl chemischen als auch biologischen Parametern beobachtet.

Eine deutliche Korrelation zwischen DOC und Absorption bei 465 nm sowie DOC und C/N-Verhältnis wurde durch Zmora-Nahuma beobachtet (ZMORA-NAHUMA et al. 2005).

In einer Stellungnahme der ASA e.V. (ASA E.V. 2006) werden Korrelationen von DOC und AT_4 und in der Folge auch mit der GB_{21} gezeigt, wobei eine relativ hohe Streuung der Werte zu beobachten ist.

Auch bei den Summenparametern CSB und BSB ergeben sich Korrelationen mit dem DOC (BRINKMANN et al. 1996).

3.6 Wechselwirkung der DOM mit anorganischen und organischen Abfallinhaltsstoffen

3.6.1 Wechselwirkung mit Schwermetallen

Sowohl die Spezies als auch die Mobilität von Schwermetallen können direkt durch das Vorliegen von gelöstem organischem Material beeinflusst werden.

Grund hierfür ist die Bildung von Organometall-Komplexen, welche über die funktionellen Gruppen des organischen Materials zustandekommen.

In mit Deponiesickerwasser verschmutztem Grundwasser wurde beispielsweise ein Anstieg der Komplexbildung von Cd, Ni und Zn mit steigendem DOC, also größerer Verfügbarkeit von organischem Material beobachtet.

Des Weiteren konnte zwischen pH 5 und pH 8 eine direkte pH-Abhängigkeit einer solchen Komplexbildung nachgewiesen werden (steigende Komplexbildung mit steigendem pH-Wert), deren Grund im Säure-Base-Verhalten der funktionellen Gruppen begründet ist.

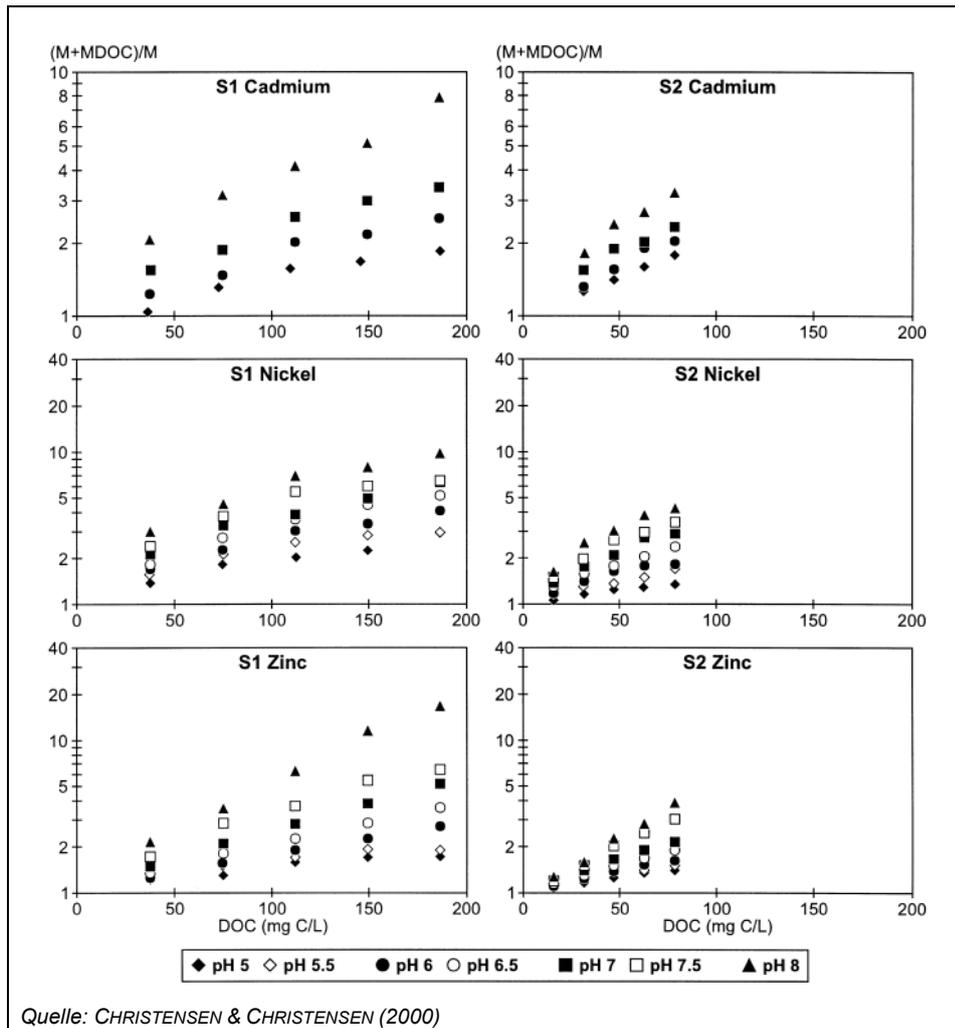


Abbildung 4: Komplexbildung von Cd, Ni und Zn als Quotient von Gesamtmetallkonzentration (M+MDOC) und unkomplexierter Metallkonzentration (M) in Abhängigkeit von pH-Wert und DOC.

Einflussgebende Faktoren für die Komplexbildung sind neben dem pH-Wert die Zusammensetzung des organischen Materials sowie Ionenstärke und Ionenzusammensetzung der Probenmatrix (CHRISTENSEN & CHRISTENSEN 2000).

Für Cu und Pb konnten ähnliche Effekte beobachtet werden (CHRISTENSEN et al. 1999).

3.6.2 Wechselwirkung mit organischen Stoffen

Extrahierbare organische Abfallinhaltsstoffe erhöhen potenziell die Mobilität hydrophober Stoffe wie beispielsweise PAHs in Abfallsickerwässern.

Grund hierfür ist die gesteigerte Wasserlöslichkeit hydrophober Stoffe durch ihre Affinität zu bereits gelöstem organischem Material, wobei diese Affinität von der Art des DOM abhängig ist (HARTLIEB et al. 2001).

4 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

4.1 Material und Methoden

4.1.1 Probenmaterial

Bei dem in den Phasen 1 und 2 analysierten Untersuchungsmaterial handelt es sich um vier, von der Fa. Agrolab Laborgruppe, Umweltlabor Dr. Axel Begert GmbH (im Folgenden Fa. Agrolab genannt) ausgewählten sowie zur Verfügung gestellten Abfallproben aus zwei verschiedenen österreichischen MBA-Anlagen (Anlage A und Anlage B).

Angemerkt sei hier, dass beide beprobten MBA-Anlagen über ein technisch ausgereiftes Konzept zur mechanisch-biologischen Abfallbehandlung auf dem Stand der Technik verfügen. Des Weiteren liegt in den beiden Anlagen ein deutlich unterschiedlicher Input vor (hohe Klärschlammanteile bei einer der Anlagen).

Um analytisch ein möglichst breites Spektrum an verschiedenen Matrices abzudecken, wurden zielgerichtet Proben in unterschiedlichen Rottestadien (von frischem Material bis hin zu bereits deponiertem Material) ausgewählt.

- Anlage A
 - Probe 1 (A_P01): Freirotte
 - Probe 2 (A_P02): Deponie
- Anlage B
 - Probe 1 (B_P01): Nachrotte
 - Probe 2 (B_P02): Deponie

In Phase 3 wurden 4 Proben aus Anlage A (A_P03–A_P06) und 5 Proben aus Anlage B (B_P03–B_P07) auf den Gehalt an organischem Kohlenstoff im Eluat hin untersucht. Dieses Material war durchwegs bis zu einem zur Deponierung zulässigen Grad gerottet. Bei diesen Proben handelt es sich um Tages- bzw. Wochensammelproben, die im Zuge der grundlegenden Charakterisierungsuntersuchung der jeweiligen MBA-Abfallfraktionen in den beiden Anlagen gezogen wurden.

4.1.1.1 Aufbereitung und Lagerung

Das Material wurde durch die Fa. Agrolab homogenisiert, und gemäß ÖNORM EN 12457-4 zur Eluataufbereitung vorbereitet. Das Probenmaterial wurde in Kunststoffkübeln portioniert (ca. 2–3 kg/Kübel) und tiefgefroren. Bis zur Eluatherstellung wurden sämtliche Proben bei der Fa. Agrolab gelagert. Zu Beginn jeder Phase bzw. Teilphase der Untersuchungen wurde jeweils ein Kübel jeder Probe pro Labor aufgetaut und zur Eluatherstellung und Analyse herangezogen.

4.1.2 Geräte und Methoden

Im Folgenden werden die Geräte und Methoden der beteiligten Laboratorien (Hausmethoden), die im Regelbetrieb sowie in Phase 1 ihre Anwendung fanden, beschrieben. Einige Einstellungen (z. B. relative Zentrifugalbeschleunigung etc.) wurden im Verlauf der Versuchsreihen aufgrund der neu gewonnenen Ergebnisse adaptiert. Die vorgenommenen Anpassungen und Auswirkungen werden im Zuge des Berichts detailliert betrachtet.

Das deutsche Labor der Agrolab Laborgruppe (im Folgenden Agrolab Deutschland genannt) führte plangemäß in Phase 3 Paralleluntersuchungen nach der eigenen Hausmethode durch.

Tabelle 2: Beschreibung Hausmethoden.

Umweltbundesamt	Agrolab Laborgruppe, Umweltlabor Dr. Axel Begert GmbH	Agrolab Deutschland
Hausmethode Filtration	Hausmethode Filtration	Hausmethode Filtration
Basisnorm ÖNORM EN 12457-4 (L/S 10/kg TM)	Basisnorm ÖNORM EN 12457-4 (L/S 10/kg TM) für Anorganik; Basisnorm DIN EN 12457-4 (L/S 10/kg TM)	Basisnorm DIN EN 12457-4 (L/S 10/kg TM)
Bestimmung der Trockenmasse 105 °C (Aliquot), ÖNORM EN 14346	Bestimmung der Trockenmasse bei 105 °C (Aliquot), ÖNORM EN 14346	Bestimmung der Trockenmasse bei 105 °C (Aliquot), EN 14346
Einwaage der Probe (150 g unter Berücksichtigung des Wassergehaltes), Zugabe von Restwasser auf 1.500 ml	Einwaage der Probe (200 g unter Berücksichtigung des Wassergehaltes), Zugabe von Restwasser auf 2.000 ml	Einwaage der Probe (200 g unter Berücksichtigung des Wassergehaltes), Zugabe von Restwasser auf 2.000 ml
Überkopfschüttler 6UJM	Überkopfschüttler 6UJM	Überkopfschüttler 6UJM
1. Zentrifugation (Aufteilung auf 3–4) Gefäße der Gesamtmenge	1. Sedimentation 15 Minuten	1. Sedimentation 15 Minuten
2. Vereinigung und Homogenisierung der abzentrifugierten Überstände	2. Zentrifugation Überstand (ca. 1.000 ml)	
3. Druckfiltration von ca. 1.200 ml des homogenen Überstandes	3. Druckfiltration von ca. 800 ml des homogenen Überstandes	2. Druckfiltration von ca. 800 ml des homogenen Überstandes
Hausmethode Zentrifugation	Hausmethode Zentrifugation	Hausmethode Zentrifugation
Basisnorm ÖNORM EN 12457-4 (L/S 10/kg TM)	Basisnorm ÖNORM S 2115 (L/S 10 I/kg TM)	Basisnorm ÖNORM S 2115 (L/S 10 I/kg TM)
Bestimmung der Trockenmasse 105 °C (Aliquot), ÖNORM EN 14346	Bestimmung der Trockenmasse bei 105 °C (Aliquot) ÖNORM EN 14346	Bestimmung der Trockenmasse bei 105 °C (Aliquot) ÖNORM EN 14346
Einwaage der Probe (150 g unter Berücksichtigung des Wassergehaltes), Zugabe von Restwasser auf 1.500 ml	Einwaage der Probe (90 g unter Berücksichtigung des Wassergehaltes), Zugabe von Restwasser auf 900 ml	Einwaage der Probe (90 g unter Berücksichtigung des Wassergehaltes), Zugabe von Restwasser auf 900 ml
Überkopfschüttler 6UJM	Überkopfschüttler 6UJM	Überkopfschüttler 6UJM
1. Zentrifugation der Gesamtmenge (Aufteilung auf 3–4 Gefäße)	1. Sedimentation 15 Minuten	1. Sedimentation 15 Minuten
2. Vereinigung und Homogenisierung der abzentrifugierten Überstände	2. Zentrifugation Überstand (ca. 800 ml)	2. Zentrifugation Überstand (ca. 800 ml)

Tabelle 3: Details Filtration.

	Umweltbundesamt	Agrolab Laborgruppe, Umweltlabor Dr. Axel Begert GmbH	Agrolab Deutschland
Schüttler			
Schüttler (Hersteller/Typ)	behr Labortechnik/behrotest Überkopfschüttler VM + ELUM 6E Drehmodul	GFL GmbH/Überkopfschüttler GFL 3040 – Drehmodul	M & L Technik & Entwicklung/Überkopfschüttler Sonderanfertigung
UPM-Bereich	1–10	1–10	6
Gefäße			
Gefäße Volumen (effektiv)	2.000 ml	2.000 ml	2.000 ml
Gefäße Material	Glas	Polyethylen	Glas
Vorreinigung Gefäße (projektbezogen)	Spülen mit Reinstwasser	Spülen mit Reinstwasser	Spülen mit Reinstwasser
Einstellungen			
UPM	6	6	6
Zeit	24 h	24 h	24 h
Einwaage	150 g (bez. auf TM); ca. 1.500 ml	200 g (bez. auf TM); ca. 2.000 ml	200 g (bez. auf TM); ca. 2.000 ml
Zentrifuge			
Zentrifuge (Hersteller/Typ)	Beckmann/S2–21	–	–
Anzahl Stellplätze	6	–	–
UPM max.	20.000	–	–
Temperaturregelung	–20 bis +40 °C	–	–
Bremse	ja (regelbar)	–	–
Gefäße			
Gefäße Volumen/effektiv Volumen	500 ml/400 ml	–	–
Gefäße Material	Polycarbonat (PC)	–	–
Vorreinigung Gefäße (projektbezogen)	Spülen mit Reinstwasser	–	–

Umweltbundesamt	Agrolab Laborgruppe, Umweltlabor Dr. Axel Begert GmbH	Agrolab Deutschland
Einstellungen		
UPM	10.000	
Zeit	20 min	
Temperatur	RT	
Bremse nach Run	auslaufen lassen	
Filtration		
Druckfiltrationseinheit (Hersteller/Type)	Sartorius/SM 16274	M & L Technik & Entwicklung/DF 4
Material	Edelstahl	Edelstahl teflonisiert
Volumen	2.120 ml	2.150 ml
Reinigung	Spülen mit Reinstwasser	Spülen mit Reinstwasser
Pumpe (Hersteller/Type)	Argon 4.6 aus Druckflasche	Luftkompressor Elmag/Superfox – Ölabscheider – Aktivkohlefilter
Druck	3 bar	3 bar
Filter		
Vorfilter	Vorfilter Glasfaserfilter (Sartorius 13400–130–K)	keine
Filter (Hersteller/Type)	Sartorius Membranfilter (Celluloseacetat)	Whatman Membranfilter (Cellulosemischester)
Porengröße	0,45 µm	0,45 µm
Durchmesser	142 mm	142 mm

Tabelle 4: Details Zentrifugation.

	Umweltbundesamt	Umweltlabor Dr. Axel Begert GmbH
Schüttler		
Schüttler (Hersteller/Typ)	behr Labortechnik/behrotest Überkopfschüttler VM + ELUM 6E Drehmodul	GFL GmbH/Überkopfschüttler GFL 3040 – Drehmodul
UPM-Bereich	1–10	1–10
Gefäße		
Gefäße Volumen (effektiv)	2.000 ml	1.000 ml
Gefäße Material	Glas	Glas
Vorreinigung Gefäße	Spülen mit Reinstwasser	Spülen mit Reinstwasser
Einstellungen		
UPM	6	6
Zeit	24 h	24 h
Einwaage	gem. Wassergehalt (Wunschvolumen ca. 1.500 ml)	90 g (bez. auf TM); ca. 900 ml
Zentrifuge		
Zentrifuge (Hersteller/Typ)	Beckmann/S2-21	Heraeus/Cryofuge 5500 i
Anzahl Stellplätze	6	4
UPM max.	20.000	10.000
Temperaturregelung	-20 bis +40 °C	-9 bis +40 °C
Bremse	ja (regelbar)	ja (regelbar)
Gefäße		
Gefäße Volumen (effektiv)	400 ml	1.000 ml
Gefäße Material	PC	Edelstahl teflonisiert
Vorreinigung Gefäße	Spülen mit Reinstwasser	Spülen mit Reinstwasser
Einstellungen		
UPM	10.000 (entspricht einer mittleren RZB von 10.976)	4.400 (entspricht einer RZB von 3.625)
Zeit	20 min	25 min
Temperatur	RT	22 °C
Bremse nach Run	auslaufen lassen	auslaufen lassen

Die Messung des DOC bzw. TOC_{Eluat} erfolgte in beiden Labors mit einem Total Organic Carbon Analyzer TOC V_{CPN} der Firma Shimadzu.

4.2 Untersuchte Einflussgrößen auf DOC und TOC_{Eluat}

Im Zuge der Projektphasen 1 und 2 wurden nachfolgende Einflussgrößen auf DOC und TOC_{Eluat} untersucht.

- Probenhomogenität
- Ergebnisstreuung
 - innerhalb der Labors
 - zwischen den Labors
- Gehalt an anorganischem Kohlenstoff
 - Zeitpunkt der Ansäuerung
 - Ausblasmethodik
- Zentrifugation
 - Zentrifugationsdauer
 - Relative Zentrifugalbeschleunigung (RZB)
- Filtration
 - Filtermaterial
 - Filterkombination (Vorfilter + Filter)
- Probenverdünnung
- Tiefkühlagerung von Eluaten

In Phase 3 wurde die am Ende von Phase 2 ausgearbeitete Projektmethode (siehe Kapitel 4.2.4.1) auf insgesamt 9 verschiedene Proben angewendet, wobei noch eine zusätzliche Änderung der Geräteeinstellungen vorgenommen wurde.

4.2.1 Erläuterungen zur Probenbezeichnung

Der Probencode setzt sich grundsätzlich folgendermaßen zusammen:

MBA-Anlage_fortlaufende Probennummer_Eluathersteller + Eluatansatz + Zusatz

Nachfolgend werden zur Erläuterung ausgewählte Beispiele betreffend Probenbezeichnung dargestellt.

Tabelle 5: Erläuterung der Probenbezeichnung (Beispiele).

Probenbezeichnung	Erklärung
A_P01_U1	Anlage A_Probe 1_Umweltbundesamt unabh. Ansatz 1
A_P01_U2 (Z)	Anlage A_Probe 1_Umweltbundesamt unabh. Ansatz 2 (RZB abweichend von Standard)
A_P01_U3 (VF/Filter A)	Anlage A_Probe 1_Umweltbundesamt unabh. Ansatz 3 (Vorfilter + Membranfilter der Fa. Agrolab)
B_P02_A1	Anlage B_Probe 2_Fa. Agrolab unabh. Ansatz 1
B_P02_A3 (Z)	Anlage B_Probe 2_Fa. Agrolab unabh. Ansatz 3 (RZB abweichend von Standard)
B_P02_A2 (VF/Filter U)	Anlage B_Probe 2_Fa. Agrolab unabh. Ansatz 2 (Vorfilter + Membranfilter von Umweltbundesamt)

4.2.2 Phase 1

In Projektphase 1 lag der Fokus der Untersuchungen in erster Linie darauf, die Eluataufbereitungs- und Analysenmethoden der beiden beteiligten Labors zu vergleichen und mögliche Quellen für Abweichungen der Analysenergebnisse zwischen den Labors zu identifizieren.

Des Weiteren wurde der Einfluss der Zentrifugationsdauer auf die Analysenergebnisse untersucht.

Die Rahmenbedingungen für die Analytik der Projektphase 1 stellten sich wie folgt dar:

- Die durch die Fa. Agrolab zur Verfügung gestellten und normgemäß für die Eluatherstellung aufbereiteten Proben wurden in beiden Labors zeitgleich aufgetaut und eluiert.
- Die Elution sowie die weiterführende Analytik erfolgten nach der im jeweiligen Labor üblichen Vorgehensweise (im folgenden Hausmethode genannt).

4.2.3 Phase 2

Die Phase 2 wurde in zwei Teile aufgeteilt:

In Phase 2, Teil 1 wurden die in Phase 1 beobachteten bzw. vermuteten Einflussgrößen (Zentrifugationsdauer, Zentrifugationsgeschwindigkeit, Filterkombination bzw. Filtermaterial) anhand von zwei Proben eingehend untersucht.

In Phase 2, Teil 2 wurden die Erkenntnisse aus den vorangegangenen Messungen auf die Analyse aller Proben angewendet.

4.2.3.1 Phase 2, Teil 1

Das bereits in Phase 1 untersuchte Probenmaterial der Anlage A wurde unter verschiedenen vorgegebenen Bedingungen neu eluiert.

Als Vorstufe zur Projektmethode wurden für die Eluataufbereitung in Phase 2, Teil 1 abweichend von bzw. ergänzend zu den jeweiligen Hausmethoden folgende gemeinsame Rahmenbedingungen festgelegt.

Bestimmung des DOC:

- Zentrifugation: 25 min, RZB nach Vorgabe
- Filtration: Vorfilter (Glasfaser) + Membranfilter 0,45 µm
 - Umweltbundesamt: Vorfilter Glasfaserfilter (Sartorius 13400-130-K) + Sartorius Membranfilter (Celluloseacetat)
 - Fa. Agrolab: Vorfilter GF6 (Machery-Nagel) + Whatman Membranfilter (Cellulosemischester)

Bestimmung des TOC_{Eluat}:

- Zentrifugationsdauer: 25 min (sofern nicht Einfluss der Zentrifugationsdauer untersucht wird), RZB nach Vorgabe

Säurezugabe:

- Aufgrund des im Zuge der Messungen festgestellten Einflusses des Zeitpunkts der Säurezugabe (siehe Kapitel 5.2.1.3) wurde diesbezüglich Folgendes festgelegt:
 - Normgemäße Stabilisierung der Proben unmittelbar nach der Filtration (DOC) bzw. der Zentrifugation ($\text{TOC}_{\text{Eluat}}$) mit 37 %iger HCl auf einen pH-Wert ≤ 2
 - Zusätzliche Ansäuerung unmittelbar vor der Messung durch Zugabe von 2 % 2 N HCl durch das Analysengerät

Zum Vergleich der DOC- bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Messungen (Einflussgröße: Labor) wurden sämtliche Proben zwischen den Labors ausgetauscht und zusätzlich zu den selbst hergestellten Eluaten analysiert.

Untersuchung des Einflusses der Zentrifugationsdauer

Die Eluate wurden nach der 24-stündigen Auslaugphase zentrifugiert und es wurden jeweils Proben nach einer Zentrifugationsdauer von 5, 15, 25 und 30 Minuten gezogen.

Umweltbundesamt: Hier wurde die Zentrifugation nach dem vorgegebenen Zeitintervall gestoppt und mittels Pipette aus jedem Zentrifugengefäß ca. 1–2 cm unterhalb der Oberfläche je ein Probenaliquot entnommen und diese wurden vereinigt.

Fa. Agrolab: Das Eluat wurde zur Zentrifugation auf mehrere Gefäße aufgeteilt. Nach Ablauf der vordefinierten Zentrifugationszeit wurde aus einem Zentrifugengefäß ca. 1–2 cm unterhalb der Oberfläche eine Probe entnommen. Aus diesem Probengefäß erfolgte keine weitere Probenentnahme.

Untersuchung des Einflusses der relativen Zentifugalbeschleunigung (RZB)

Zur Untersuchung des Einflusses der RZB wurden durch das Umweltbundesamt Eluate bei RZBs von ca. 11.000 g (maximale RZB der Zentrifuge) sowie ca. 6.000 g zentrifugiert, die Eluate der Fa. Agrolab wurden bei RZBs von ca. 6.000 g (maximale RZB der Zentrifuge) und ca. 3.500 g zentrifugiert.

Untersuchung des Einflusses der verwendeten Filterkombination

Um Einflüsse durch das verwendete Filtermaterial sowie die Verwendung von Vorfiltern zu überprüfen, wurden in Phase 2, Teil 1 von beiden beteiligten Labors neben den eigenen Filtern (immer Vorfilter + Membranfilter) auch die Filterkombination des jeweils anderen Labors eingesetzt.

Weitere festgestellte Einflussgrößen

Neben den in Phase 1 bereits beobachteten Einflussgrößen, wurde im Zuge der Phase 2, Teil 1 als weitere Einflussgröße auf den $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ bzw. DOC der Zeitpunkt der Ansäuerung der Proben (zur Stabilisierung und zum Ausblasen des anorganischen Kohlenstoffes) identifiziert und in der Folge untersucht.

4.2.3.2 Phase 2, Teil 2

In Phase 2, Teil 2 wurden alle Proben aus beiden MBA-Anlagen erneut eluiert und untersucht.

Als Resultat der Ergebnisse der vorangegangenen Untersuchungen wurden folgende Elutions- und Messbedingungen festgesetzt:

- Die Zentrifugation wurde in beiden Labors ausschließlich bei einer RZB von ca. 6.000 g durchgeführt.
- Die Zentrifugationszeit wurde sowohl für den DOC als auch für den $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ auf 30 Minuten fixiert (ausgenommen bei der nochmaligen Untersuchung des Einflusses der Zentrifugationsdauer bei den Proben der Anlage B).
- Die Proben wurden in einer Verdünnung vom mindestens 1:10 der Messung zugeführt, um ein zu starkes Schäumen und den damit einhergehenden möglichen Probenverlust beim Ausblasen der Proben zu verhindern.
- Unmittelbar nach der Zentrifugation (beim $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$) bzw. nach der Filtration (beim DOC) werden die Proben normgemäß mit 37%iger HCl auf einen $\text{pH} \leq 2$ stabilisiert. Zusätzlich erfolgte vor der Messung eine Ansäuerung der Proben mit 2 N HCl durch das Analysengerät (siehe Kapitel 5.2.1.3).
- Zur Absicherung der Messungen wurde aus Probe A_P01 durch die Fa. Agrolab eine ausreichende Menge an QC-Eluat (filtriert) hergestellt. Nach Homogenisierung des filtrierten QC-Eluates wurde die Lösung in mehreren Portionen zu je 50 ml tiefgefroren und diese unter den Labors aufgeteilt. Im Zuge jeder Messserie wurde mindestens ein QC-Eluat gemessen.
- In jeder Messserie wurden Proben mit dem in Phase 2, Teil 1 eingeführten IC/OC-Kontrollstandard (Konzentration: jeweils 1.000 mg/l anorganischer und organischer Kohlenstoff) aufdotiert und die Wiederfindungen überprüft.
- Aufgrund der bereits bekannten Filtereinflüsse auf den DOC wurden die jeweiligen Filterkombinationen aus Phase 2, Teil 1 beibehalten.

In Phase 2, Teil 2 wurden folgende Einflussgrößen untersucht:

Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den DOC

Untersucht wurden ausschließlich die beiden Proben der Anlage B.

Einfluss der Filterkombination auf den DOC

Vgl. Phase 2, Teil 1.

Einfluss der Art des Ausblasens des anorganischen Kohlenstoffes auf DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$

Eine unvollständige Entfernung des anorganischen Kohlenstoffes durch Ausblasen desselben als CO_2 im Vorfeld einer Bestimmung führt unweigerlich zu Überbefunden des ebenfalls als CO_2 erfassten DOC bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$.

Eine ausreichend lange und intensive Ausblasphase vor der Messung des organischen Kohlenstoffes ist daher unerlässlich.

Zur Überprüfung der Effektivität der automatischen Ausblasprozedur durch das Analysengerät wurde wie folgt vorgegangen.

Jeweils ein 1:10 verdünntes, mit 2 % 2 N HCl angesäuertes Eluat jeder Probe wurde manuell und über eine Gaswaschflasche mit Fritte mittels Argon für 10 Minuten ausgeblasen.

Aufgrund des größeren eingesetzten Gasvolumens sowie der sehr feinen Verteilung der Gasbläschen durch die Fritte kann angenommen werden, dass eine solche Ausblasprozedur gegenüber dem automatischen Ausblasen durch das Analysengerät zur Entfernung des anorganischen Kohlenstoffes effektiver ist.

Offen bleibt dabei, inwieweit es hierdurch zu einem stärkeren Verlust an flüchtigen organischen Kohlenstoffverbindungen kommt.

Einfluss der Probenverdünnung auf DOC und TOC_{Eluat}

Wie die Erfahrung gezeigt hat, bringt eine Verdünnung einen deutlichen Vorteil hinsichtlich des Schäumungsverhaltens der Proben mit sich.

Da die zu untersuchenden Proben durchwegs mehr oder weniger partikelhaltig waren (z. B. durch nicht abzentrifugierbare Schwebstoffe oder Konzentrationsniederschläge nach der Stabilisierung mit konzentrierter HCl) musste ein Einfluss der Probenverdünnung auf das Messergebnis ausgeschlossen werden.

Aus diesem Grund wurde ein Teil der Proben in verschiedenen Probenverdünnungen (1:10, 1:20 und 1,5:50) analysiert.

Einfluss der Tiefkühlagerung auf DOC und TOC_{Eluat}

Im Zuge der Messungen wurde festgestellt, dass nach dem Auftauen von tiefgefrorenen Eluaten (im konkreten Fall des QC-Eluats) ein zuvor nicht vorhandener Niederschlag auftritt. Dieser wird durch mehrmaliges Tieffrieren und Auftauen voluminöser.

Da ein Einfluss dieses Niederschlags auf den Messwert für DOC bzw. TOC_{Eluat} nicht ganz auszuschließen war, wurde der Effekt durch wiederholte Messungen zweier Aliquote des QC-Eluats – jeweils nach einem Tiefkühl- und Auftauprozess – überprüft.

4.2.4 Phase 3

Aufgrund der Erkenntnisse aus den Phasen 1 und 2 wurde für Phase 3 eine Projektmethode festgelegt. In Phase 3, Teil 2 wurde eine zusätzliche Ergänzung zu dieser vorgenommen. Diese betrifft die Geräteeinstellung zum Gasdurchfluss während der Ausgasphase (siehe Kapitel 5.3). Im Folgenden ist die endgültige Projektmethode inkl. Ergänzungen aus Phase 3, Teil 2 dargelegt.

4.2.4.1 Projektmethode MBA DOC/TOC_{Eluat}

Sowohl bei der Eluatherstellung als auch bei der Aufbereitung und Messung der Eluate wurden die jeweiligen Doppelansätze zeitlich getrennt voneinander abgearbeitet. Das heißt, beim Eluatansatz wurden zuerst alle Proben für den 1. Ansatz eingewogen, erst danach wurden die Proben nochmals für den 2. Ansatz eingewogen. Analog wurde bei Eluataufbereitung und Messung verfahren.

Eluatansatz

Einwaage: Mindestanforderung: ca. 90 g bezogen auf die TM

Zugabe von Reinstwasser bis Feststoff: Flüssigkeitsverhältnis = 1:10

Schütteln: 24 h Überkopf bei 6 UPM

Eluataufbereitung Zentrifugation

Eluat 15 min absetzen lassen, danach 30 min zentrifugieren bei einer mittleren RZB von ca. 6.000 g (Begründung: beide Zentrifugen sind für eine RZB von 6.000 g geeignet, 30 min Zentrifugationszeit wurden als praktikabel angesehen), auslaufen lassen.

Eluataufbereitung Filtration

Das zentrifugierte Eluat wurde durch einen 0,45 µm Membranfilter mit GF-Vorfilter bei 3 bar druckfiltriert (Ausrüstung für Umweltbundesamt + Fa. Agrolab: Whatman Membranfilter (Cellulosemischester) 142 mm + Machery-Nagel GF 6 Vorfilter 142 mm).

Stabilisierung

TOC_{Eluat}: unmittelbar nach dem Zentrifugieren wurden ca. 100 ml der Probe normgemäß mit konz. HCL auf pH < 2 angesäuert (Säurekonzentration: 1 ml 37 % pro 100 ml Eluat – Check pH).

DOC: unmittelbar nach dem Filtrieren wurden ca. 100 ml der Probe normgemäß mit konz. HCL auf pH < 2 angesäuert (Säurekonzentration: 1 ml 37 % pro 100 ml Eluat – Check pH).

QC-Samples

DOT (mind. 1 Probendotierung pro unterschiedlicher Probe)

2 ml der konzentrierten Eluatlösung (stab. auf pH < 2 wie o. a.) wurden vorgelegt, dazu 0,4 ml der Dotierlösung (TOC + TIC je 2.000 mg/l) zugesetzt und auf 20 ml aufgefüllt. Messung entsprechend Vorgangsweise bei Proben.

QC-Eluat (zu Beginn und Ende jeder Messserie)

QC-Eluatprobe:

(entspricht Eluat A_P01_Ax – Eluatherstellung Fa. Agrolab, Eluatfiltration und Stabilisierung – Tiefrieren)

Auftauen der Eluatprobe – Temperieren auf RT – weitere Vorgehensweise (Verdünnung etc.) wie bei Punkt „Messung“ nachfolgend beschrieben.

Messung

Die stabilisierten Proben wurden mit Reinstwasser 1:10 verdünnt (reduziert Schaumbildung beim Ausblasen).

Ca. 18 ml der verdünnten Eluatlösung wurden in ein Autosamplerröhrchen übergeführt und mit folgenden Methodeneinstellungen gemessen:

Anzahl Injektionen: 3/4

Anzahl Waschungen: 3

Max. SD: 0,2 mg/l

Max. VK: 2 %

Ausblaszeit: 11 Minuten

Gasdurchflussrate: ca. 150 ml/min (Ergänzung für Phase 3, Teil 2)

Säurezugabe: Einstellung Gerät 2 % (d. h. umgelegt auf ein Endvolumen von 20 ml wurden vor dem Ausblasen seitens des Gerätes 400 µl einer 2 N HCl-Lösung zudosiert). Während der Messung des $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ wurde gerührt (Magnetrührer).

Beide Labors benutzen für die Analysen die für schwebstoffhaltige Proben geeignete Ansaugnadel („breite“ Kapillare) des Autosamplers.

4.2.4.2 Untersuchungsprogramm Phase 3

Wie Phase 2 wurde auch Phase 3 in 2 Teilen analysiert. Im ersten Teil der Phase wurden 5 Proben aus den Ablagen A und B, parallel in beiden Labors jeweils im Doppelansatz untersucht.

In Teil 2 der Phase 3 wurden nach nochmaliger Evaluierung und Anpassung der Geräteeinstellungen jeweils 4 Proben der beiden Anlagen in beiden Labors parallel im Doppelansatz analysiert. Zusätzlich wurde je einer der Ansätze für die Messung mit dem Partnerlabor ausgetauscht.

In Phase 3 wurde wie schon in Phase 2 ein Teil der Proben zusätzlich in einem deutschen Labor der Agrolab Laborgruppe (Agrolab Deutschland) analysiert.

4.3 Untersuchungen zu AT_4 und GB_{21}

Die Bestimmung des AT_4 und GB_{21} im Zuge der Grundlegenden Charakterisierungsuntersuchungen durch die Fa. Agrolab erfolgte nach Absiebung bei 20 mm.

Im Rahmen des Projekts wurden zum Zeitpunkt der Grundlegenden Charakterisierungsuntersuchung zusätzliche Untersuchungen für AT_4 und GB_{21} aus den gemäß ÖNORM EN 12457-4 vorbereiteten Proben (zerkleinert < 10 mm) durchgeführt, damit im Hinblick auf die Probenvorbereitung (Korngröße) vergleichbare Ausgangsbedingungen für die Analyse der Stabilitätsparameter wie für die DOC-/ $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Untersuchungen vorlagen.

5 DARSTELLUNG UND DISKUSSION DER ERGEBNISSE

Nachfolgend werden sämtliche Ergebnisse aus den 3 Phasen der vorliegenden Arbeit eingehend diskutiert und in Form von Diagrammen werden die Effekte der durchgeführten Prüfungen veranschaulicht.

Sämtliche Analysenergebnisse der Phasen 1 bis 3, die nicht unter diesem Punkt angeführt werden sowie die Ergebnisse der grundlegenden Charakterisierung der jeweiligen Proben sind dem Anhang zu entnehmen.

5.1 Phase 1

Die Ergebnisse der Analytik zu Phase 1 können den Tabelle 22 und Tabelle 23 im Anhang entnommen werden.

5.1.1 Aufbereitung und Analytik des DOC

Bei Betrachtung der Ergebnisse der filtrierten Proben wird deutlich, dass die Analysenergebnisse der beiden Labors deutlich voneinander abweichen (RSDs für den DOC zwischen 14 und 34 %). Beim DOC liegen die Ergebnisse der Fa. Agrolab durchwegs klar unter denen des Umweltbundesamt.

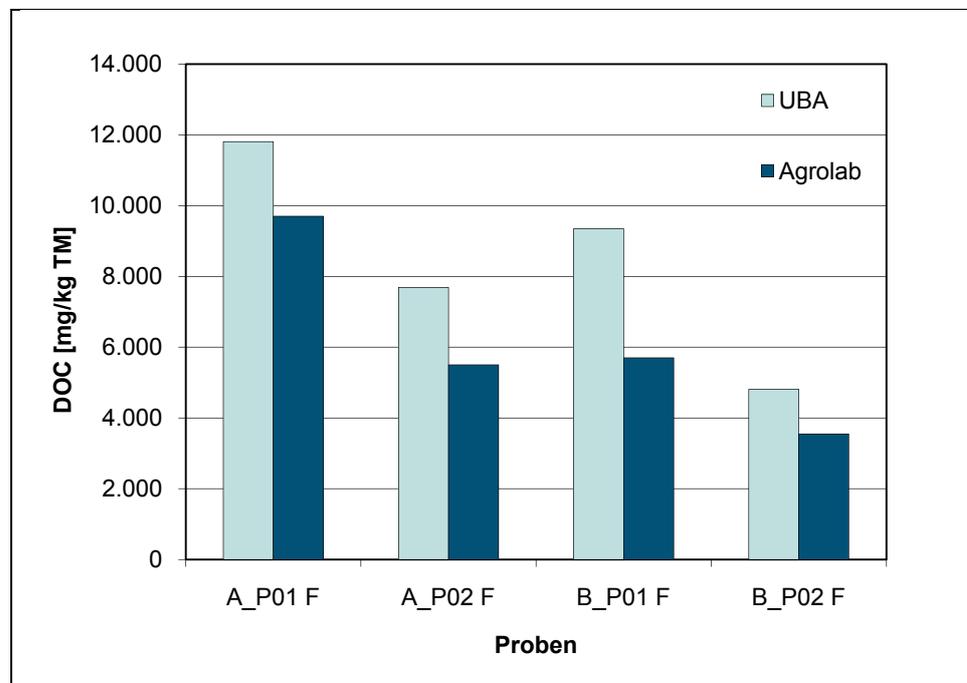


Abbildung 5: Vergleich der DOC-Werte Umweltbundesamt und Fa. Agrolab.

5.1.2 Aufbereitung und Analytik des $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$

Hier kommt es im Vergleich zur DOC-Analytik zu deutlich geringeren Schwankungen der Analysenergebnisse zwischen den Labors. Trotz stark unterschiedlicher Einstellungen der Zentrifugen schwanken die relativen Standardabweichungen des $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ zwischen den Labors zwischen 5 und 13 %.

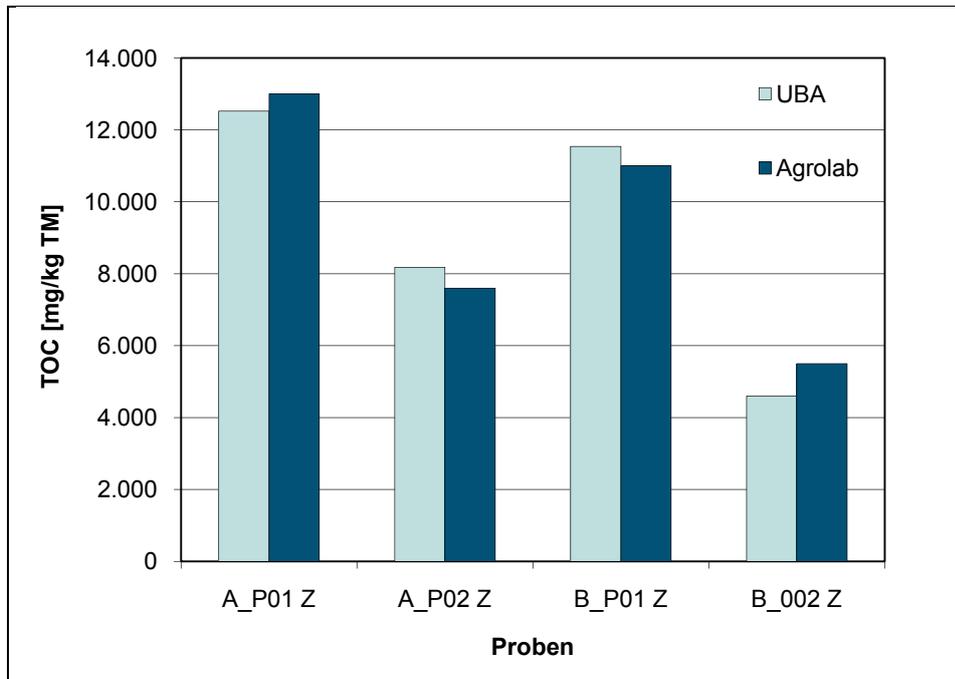


Abbildung 6: Vergleich der $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Werte Umweltbundesamt und Fa. Agrolab.

5.1.3 Vergleich Filtration und Zentrifugation

Trotz der teilweise deutlichen Unterschiede bei den Ergebnissen zwischen den Labors ergibt sich insgesamt ein konsistentes Bild im Vergleich zwischen DOC und TOC_{Eluat} .

Der Gehalt für den TOC_{Eluat} liegt im Allgemeinen höher als der DOC. Bei der Probe B_P02 sind die Ergebnisse für TOC_{Eluat} und DOC (Umweltbundesamt) vergleichbar, während bei der Fa. Agrolab deutlichere Unterschiede zwischen TOC_{Eluat} und DOC nachgewiesen werden.

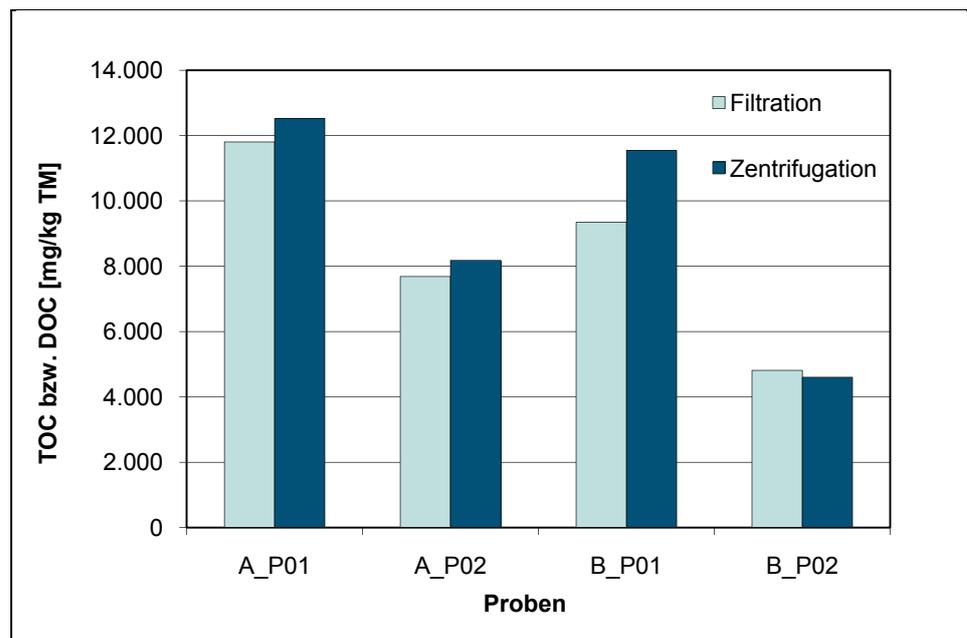


Abbildung 7: Vergleich Filtration und Zentrifugation, Umweltbundesamt.

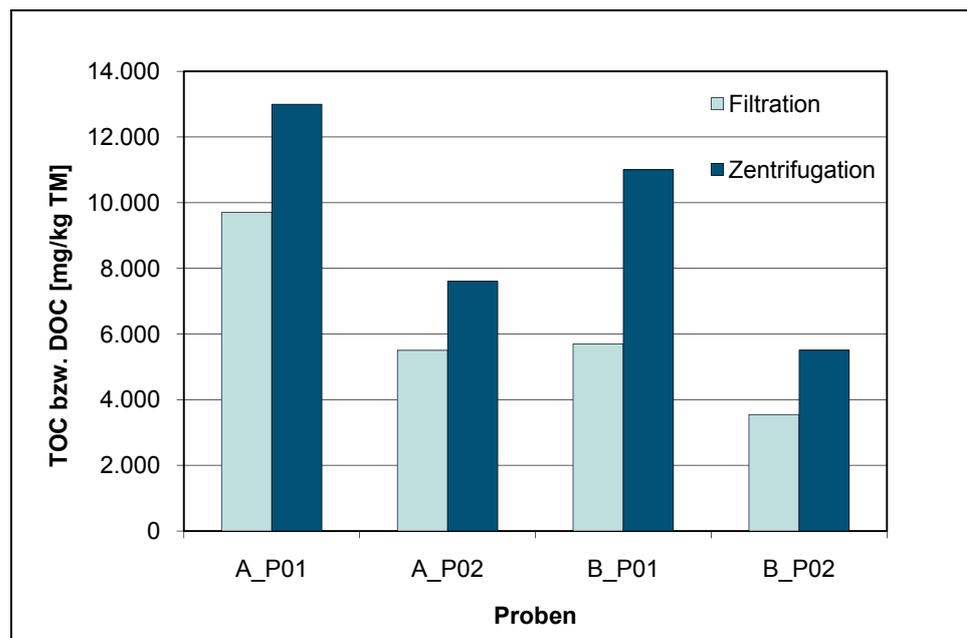


Abbildung 8: Vergleich Filtration und Zentrifugation, Fa. Agrolab.

5.1.4 Untersuchung des Einflusses der Zentrifugationsdauer auf den $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$

Der Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ wurde anhand von zwei unterschiedlichen Proben einer Anlage (unterschiedlicher Rottegrad) in einem Zentrifugationszeitraum zwischen 5 und 30 Minuten untersucht.

Der $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ nimmt bei beiden Proben erwartungsgemäß mit längerer Zentrifugationsdauer ab.

Es wird vermutet, dass die Intensität der Abnahme stark matrixabhängig ist und bei verschiedenen Rottegraden und Proben verschiedener MBA-Anlagen unterschiedlich starke Effekte der Zentrifugationsdauer nachweisbar wären.

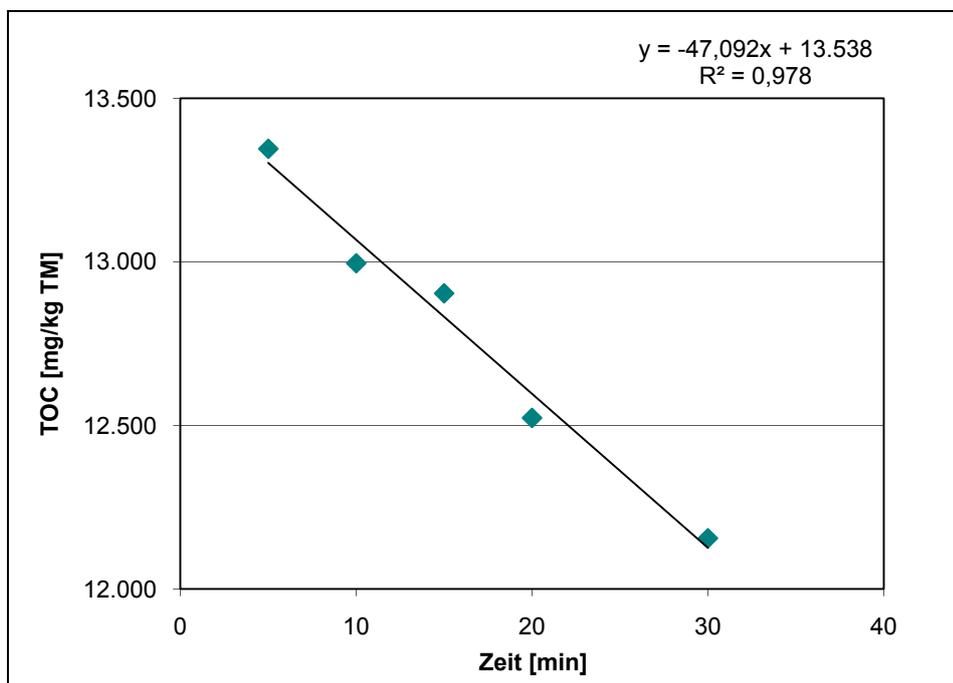


Abbildung 9: Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$, Probe A_P01.²

² Mittelwert aus zwei Messungen durch das Labor des Umweltbundesamt

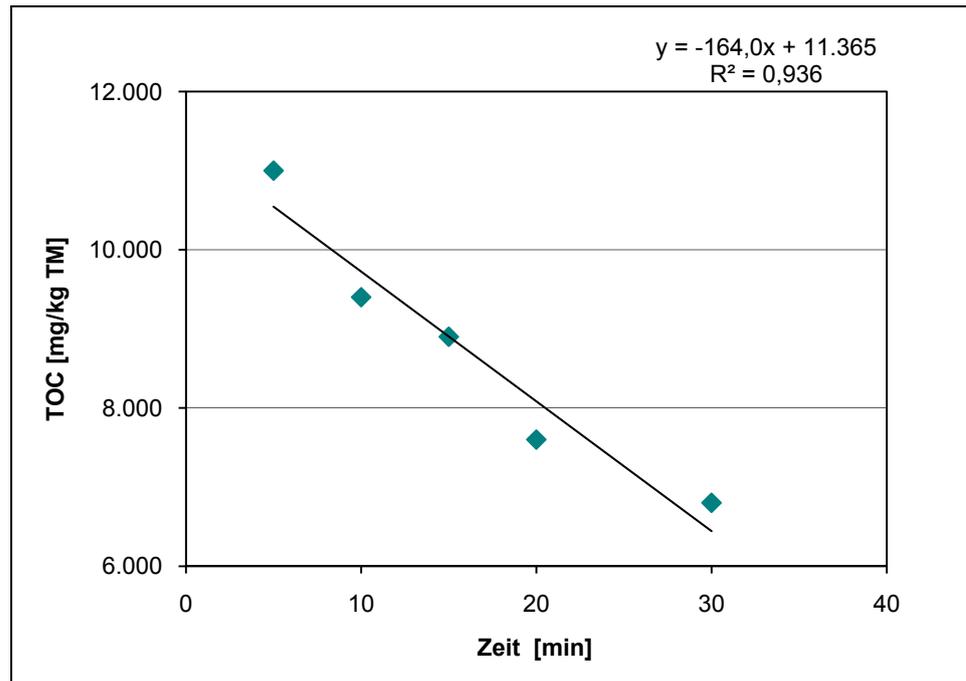


Abbildung 10: Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC_{Eluat} , Probe A_P02 (Fa. Agrolab).

5.1.5 Einfluss der relativen Zentrifugalbeschleunigung (RZB) auf den TOC_{Eluat}

Weitgehend ungeklärt bleibt in Phase 1 der Einfluss der relativen Zentrifugalbeschleunigung bei der Eluataufbereitung für den TOC_{Eluat} .

Bei der Hausmethode des Umweltbundesamt beträgt die RZB ca. 11.000 g (Einstellung 10.000 UPM), bei der der Fa. Agrolab nur etwa 3.600 g (Einstellung 4.000 UPM).

Eine weitere Untersuchung des Effekts der relativen Zentrifugalbeschleunigung erfolgte in Phase 2.

5.2 Phase 2

Aufgrund der Ergebnisse der Projektphase 1 wurde der Fokus der Projektphase 2 weiter auf die Abstimmung der Methoden beider Labors gelegt.

Hierzu wurde in erster Linie der methodische Ansatz bei der Filtration in der Form angepasst, dass beide Labors Eluate sowohl mit der eigenen Filtrationsausrüstung (Vorfilter + Membranfilter) als auch mit der Ausrüstung des anderen Labors aufbereiteten.

Es wurden zudem weitere Untersuchungen zum Einfluss der Zentrifugationsdauer und der Zentrifugationsgeschwindigkeit durchgeführt.

Die Ergebnisse der Analytik zu Phase 2 können Tabelle 24 bis Tabelle 27 (Phase 2, Teil 1) sowie Tabelle 28 bis Tabelle 34 (Phase 2, Teil 2) im Anhang entnommen werden.

5.2.1 Phase 2, Teil 1

5.2.1.1 Vergleich zwischen den Labors

Vergleich der Messung

Wie aus den Ergebnissen der Phase 2, Teil 1 ersichtlich, liegt die mittlere RSD zwischen den Labors für den DOC bei Messung derselben Probe bei rund 7 % (Maximum 23 %).

Beim $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ wird bei Messung derselben Probe ein Mittelwert der RSD von rund 4 % (Maximum 11 %) erreicht.

Vergleich der Gesamtmethode

Zum Vergleich der Gesamtmethode zwischen den Labors wurden die Mittelwerte über sämtliche durch ein Labor hergestellte und gemessene Eluate derselben Kategorie gebildet. Es wurde hierbei keine Rücksicht auf unterschiedliche Filterkombinationen oder RZBs genommen.

Es zeigt sich, dass die RSDs für die Gesamtmethode sowohl für den DOC als auch den $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ im Mittel bei ca. 5 % liegen.

5.2.1.2 Vergleich zu Phase 1

In höchstem Maße überraschend erscheint die massive Abnahme sowohl der DOC- als auch der $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Werte zwischen Phase 1 und Phase 2.

Eine Probenverwechslung ist lt. Fa. Agrolab sehr unwahrscheinlich (Aufbewahrung der Proben in einer separaten Gefriertruhe seit Beginn der Zusammenarbeit). Optisch lässt sich das in Phase 2, Teil 1 verwendete Material nicht von dem aus Phase 1 unterscheiden.

Eine derartige Abnahme nur aufgrund der abgeänderten Messbedingungen erscheint unwahrscheinlich.

Es muss daher angenommen werden, dass es in der Zeit der tiefgekühlten Lagerung der Proben zu einem Abbau des organischen Kohlenstoffes gekommen ist.

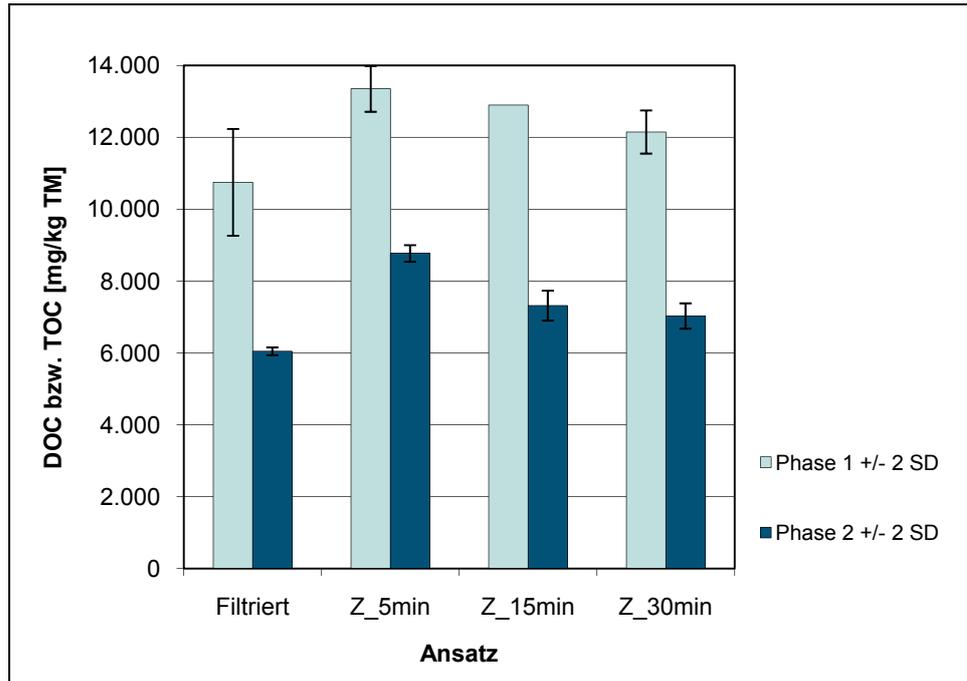


Abbildung 11: Vergleich Phase 1 mit Phase 2, Teil 1 (Mittelwerte über Labormittelwerte), A_P01 ± 2 SD.

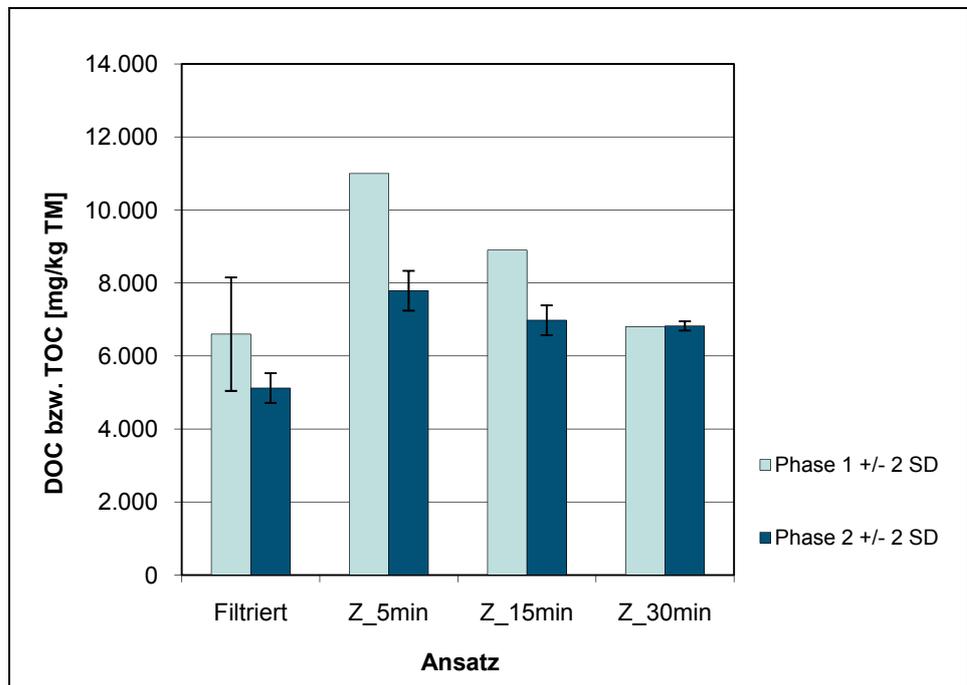


Abbildung 12: Vergleich Phase 1 mit Phase 2, Teil 1 (Mittelwerte über Labormittelwerte), A_P02 ± 2 SD.

Tabelle 6: Vergleich Phase 1 mit Phase 2, Teil 1, Proben der Anlage A (Mittelwerte über Labormittelwerte).

Probe	MW DOC und TOC Phase 1 [mg/kg TM]	SD [mg/kg TM]	RSD [%]	MW \pm 2SD [mg/kg TM]	MW DOC und TOC Phase 2 [mg/kg TM]	SD [mg/kg TM]	RSD [%]	MW \pm 2SD [mg/kg TM]	WF [%] Basis Phase 1
A_P01 filtriert	10.750	1.485	14	10.750 \pm 2.970	6.050	108	2	6.050 \pm 216	56
A_P01 Z_5 min	13.350	636	5	13.350 \pm 1.273	8.771	232	3	8.771 \pm 463	66
A_P01 Z_15 min	12.900	0	0	12.900 \pm 0	7.321	416	6	7.321 \pm 832	57
A_P01 Z_30 min	12.150	601	5	12.150 \pm 1.202	7.030	354	5	7.030 \pm 707	58
A_P02 filtriert	6.600	1.556	24	6.600 \pm 3.111	5.123	408	8	5.123 \pm 816	78
A_P02 Z_5 min	11.000	-	-	-	7.789	546	7	7.789 \pm 1.092	71
A_P02 Z_15 min	8.900	-	-	-	6.981	408	6	6.981 \pm 817	78
A_P02 Z_30 min	6.800	-	-	-	6.825	127	2	6.825 \pm 255	100

5.2.1.3 Einfluss des Zeitpunkts der Ansäuerung auf den DOC bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$

Im Zuge der Messungen zu Phase 2, Teil 1 wurde festgestellt, dass geringere DOC- bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Werte gemessen werden, wenn eine Ansäuerung unmittelbar vor der Messung durch das Gerät erfolgt (1,5 %–2 % 2 N HCl).

Dieser Effekt ist unabhängig davon, ob die Proben im Vorfeld bereits manuell auf $\text{pH} \leq 2$ angesäuert waren oder nicht.

Da in den auf $\text{pH} \leq 2$ stabilisierten Proben rein rechnerisch im Vergleich zu der zur Umsetzung des HCO_3^- benötigten Säuremenge ein mindestens dreifacher Überschuss vorhanden war, wurde vermutet, dass eine zusätzliche Ansäuerung unmittelbar vor der Messung das Austreiben des anorganischen Kohlenstoffs aus bislang nicht geklärten Gründen zusätzlich begünstigt.

Zur Untersuchung dieses Effekts wurde durch die Fa. Agrolab eine Versuchsreihe mit unterschiedlichen Varianten der Ansäuerung einer Probe vor der Messung durchgeführt.

Zusätzlich wurde ein IC/OC-Kontrollstandard getestet, der sowohl organischen als auch anorganischen Kohlenstoff enthält. Der Kontrollstandard wurde den Proben zudotiert um überprüfen zu können, ob in der Probe vorhandener anorganischer Kohlenstoff quantitativ ausgetrieben werden konnte bzw. ob der zudotierte organische Kohlenstoff quantitativ wiedergefunden wurde.

Die Daten in nachfolgender Tabelle zeigen den Effekt einer zusätzlichen Ansäuerung unmittelbar vor der Messung von im Vorfeld bereits auf $\text{pH} \leq 2$ stabilisierten Proben (Verdünnung durch Säurezugabe jeweils mitberücksichtigt).

Tabelle 7: Versuche zur Säurezugabe, A_P01.

Probe	Einheit	A_P01_U1 (DOC)	A_P01_U1 (DOC)	A_P01_U1 (DOC)	A_P01_U1 (DOC)	MW (über zusätz- lich Angesäuerte)	SD	MW ± 2SD	RSD [%]	WF [%] Basis: keine zusätzliche Ansäuerung
Aufstockung		–	–	–	–					
zusätzliche Ansäuerung		ohne	ohne	1,5 % HCl 2 mol/l	3,0 % HCl 2 mol/l					
Systemansäuerung		ohne	1,5 % HCl 2 mol/l	ohne	ohne					
Ergebnis	mg/kg TM	7.860	7.260	6.910	6.840	7.003	225	7.003 ± 450	3,2	89

Tabelle 8: Versuche zur Säurezugabe, A_P02.

Probe	Einheit	A_P02_U1 (DOC)	A_P02_U1 (DOC)	A_P02_U1 (DOC)	A_P02_U1 (DOC)	MW (über zusätz- lich Angesäuerte)	SD	MW ± 2SD	RSD [%]	WF [%] Basis: keine zusätzliche Ansäuerung
Aufstockung		–	–	–	–					
zusätzliche Ansäuerung		ohne	ohne	1,5 % HCl 2 mol/l	3,0 % HCl 2 mol/l					
Systemansäuerung		ohne	1,5 % HCl 2 mol/l	ohne	ohne					
Ergebnis	mg/kg TM	5.890	5.160	5.130	5.210	5.167	40	5.167 ± 81	0,8	88

Tabelle 9: Versuche zur Aufstockung von jeweils 2000 mg/kg TM IC und OC zur Probe A_P01.

Probe	Einheit	TOC Soll nach Dotierung	A_P01_U1 (DOC)	WF [%]
Aufstockung			2.000 mg/kg TOC und 2.000 mg/kg TIC	
zusätzliche Ansäuerung			1,5 % HCl 2 mol/l	
Systemansäuerung			ohne	
Ergebnis	mg/kg TM	9.003	8.910	99
Bemerkung		Zunahme TOC = 2.000 (Soll 2.000)		

Anhand der in den oben stehenden Tabellen dargelegten Daten lässt sich ableiten, dass eine Säurezugabe von 1,5 % 2 N HCl unmittelbar vor der Messung ausreicht, um den in der Probe A_P01 vorhandenen und zudotierten (2.000 mg/kg TM) anorganischen Kohlenstoff quantitativ aus der Probe auszutreiben. Da die Ergebnisse bei einer Erhöhung der Säurezugabe auf bis zu 3 % 2 N HCl nicht weiter signifikant abnehmen, kann davon ausgegangen werden, dass hier ausschließlich der in der Probe enthaltene organische Kohlenstoff erfasst wurde. Weitere Ergebnisse zu den Effekten bei der Ansäuerung können dem Anhang entnommen werden (siehe Tabelle 27) Um dieser Erkenntnis Rechnung zu tragen, wurden für alle weiteren Messungen die Messbedingungen entsprechend angepasst.

5.2.1.4 Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC_{Eliuat}

Wie bereits in Phase 1 beobachtet man auch in Phase 2 mit zunehmender Zentrifugationsdauer abnehmende TOC_{Eliuat}-Werte. Während allerdings in Phase 1 von Minute 5 bis Minute 30 ein nahezu linearer Verlauf mit eindeutigem Abwärtstrend beobachtet werden konnte, lag der Wert für den TOC_{Eliuat} bei beiden Proben von Minute 15 bis Minute 30 konstant innerhalb der Analysenschwankung. Einen nicht unerheblichen Anteil an dieser Entwicklung hatte vermutlich die zwischen Phase 1 und Phase 2 beobachtete Abnahme des organischen Kohlenstoffs in beiden Proben.

Es ist anzunehmen, dass der Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC_{Eliuat} stark probenmatrixabhängig ist.

Tabelle 10: Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC_{Eliuat}, Proben der Anlage A (Mittelwerte der Labormittelwerte).

Zentrifugationsdauer	Einheit	5 min	15 min	30 min	WF [%] 5 min Basis 30 min	WF [%] 15 min Basis 30 min	WF [%] 15 min mit Basis 30 min
Phase 1	mg/kg TM	13.350	12.900	12.150	110	106	
Phase 2, Teil 1	mg/kg TM	8.771	7.321	7.030	125	104	
Zentrifugationsdauer	Einheit	5 min	15 min	30 min	WF [%] 5 min mit Basis 30 min	WF [%] 15 min mit Basis 30 min	WF [%] 15 min mit Basis 30 min
Phase 1	mg/kg TM	11.000	8.900	6.800	162	131	
Phase 2, Teil 1	mg/kg TM	7.789	6.981	6.825	114	102	

5.2.1.5 Einfluss der relativen Zentrifugalbeschleunigung (RZB) auf den TOC_{Eluat}

Die RZB stellte sich in Kombination mit einer ausreichend langen Zentrifugationsdauer als keine signifikante Einflussgröße auf den TOC_{Eluat} heraus.

Eine Variation der RZB zwischen ca. 3.500 g und ca. 11.000 g hatte zwar bei einer sehr kurzen Zentrifugationsdauer von 5 Minuten erwartungsgemäß noch einen relativ deutlichen Einfluss, ab Minute 15 konnte jedoch keine signifikante Abweichung der Werte beobachtet werden.

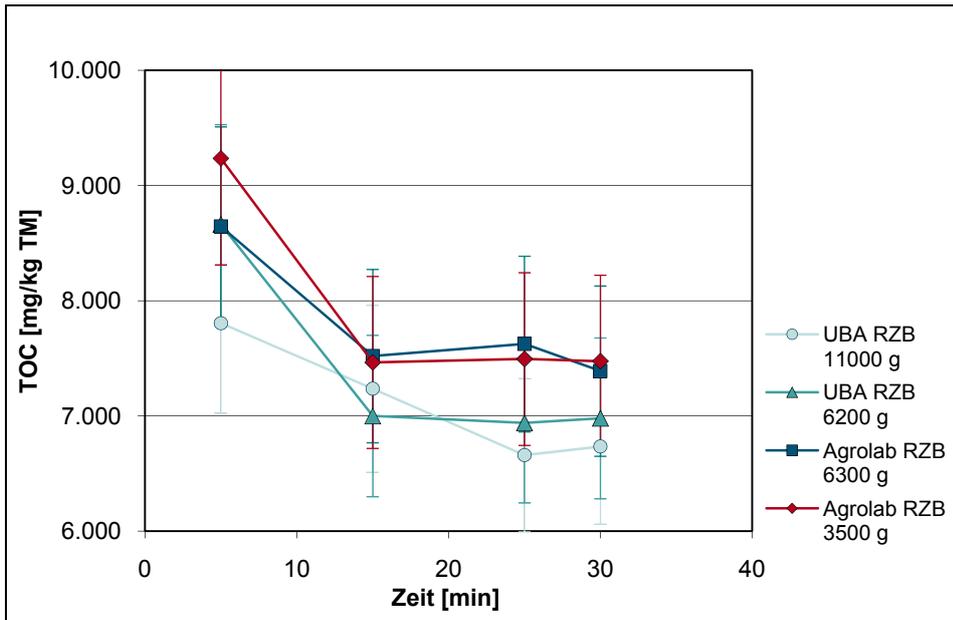


Abbildung 13: Einfluss der RZB auf den TOC_{Eluat} , A_P01, Mittelwerte \pm 2 SD.

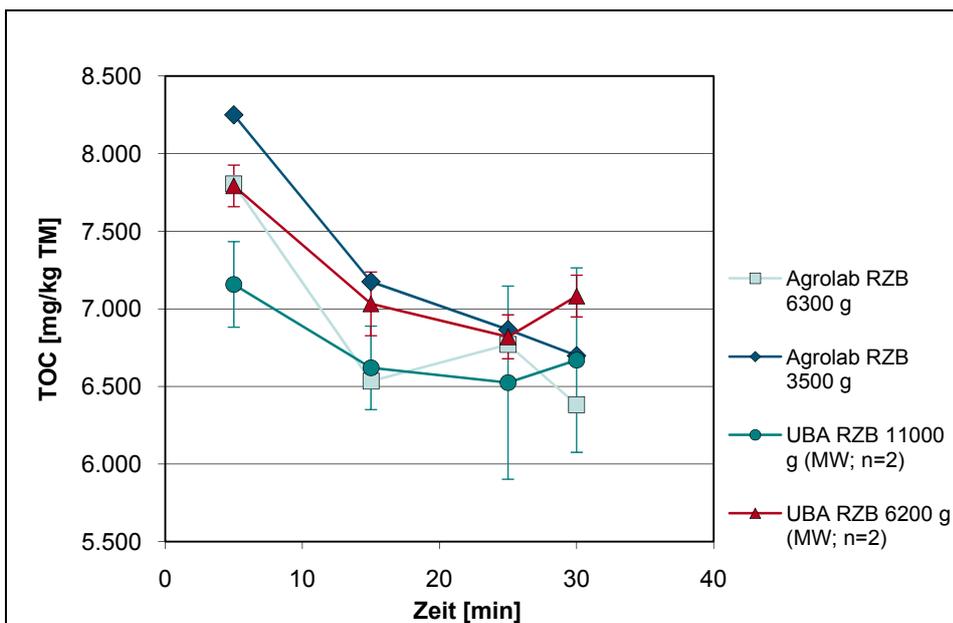


Abbildung 14: Einfluss der RZB auf den TOC_{Eluat} , A_P02, Mittelwerte \pm 2 SD.

5.2.1.6 Einfluss des Filtermaterials auf den DOC

Es musste festgestellt werden, dass die von den beteiligten Labors verwendeten Filterkombinationen (Glasfaser Vorfilter + 142 mm Membranfilter 0,45 µm) trotz gleicher Herstellerspezifikationen deutlich unterschiedliche Eigenschaften bei der Filtration aufwiesen.

Die Filterkombination des Umweltbundesamt ließ in beiden Labors eine im Vergleich zur Filterkombination der Fa. Agrolab deutlich höhere Filtrationsgeschwindigkeit (stark abhängig von der Beschaffenheit der Filtrationsanlage) zu.

Wie anhand der Trübungs- sowie in einem geringeren Maß auch anhand der DOC-Werte zu erkennen ist, wird mit der Filterkombination des Umweltbundesamt eine geringere Filtrationswirkung erzielt.

Tabelle 11: Einfluss der Filterkombination auf den DOC, Proben Anlage A, Mittelwerte über die Labormittelwerte der jeweiligen Filterkombination.

Probe	Filterkombination	MW DOC [mg/kg TM]	SD DOC [mg/kg TM]	RSD DOC [%]	WF [%] Basis Filter U
A_P01	U	6.627	10	0	91
	Fa. Agrolab	6.059	447	7	
A_P02	U	5.172	95	2	96
	Fa. Agrolab	4.978	18	0	

Aufgrund der vorhandenen Daten erschien für die Projektmethode die Verwendung einer einheitlichen Filterkombination sinnvoll.

5.2.2 Phase 2, Teil 2

5.2.2.1 Vergleich zwischen den Labors

Vergleich der Messung

Wie aus den Ergebnissen der Phase 2, Teil 2 ersichtlich, lag die mittlere RSD zwischen den Labors für den DOC sowie den $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ bei Messung derselben Probe auf vergleichbarem Niveau (Mittelwert: 6 %, Maximum: 13 %) wie schon in Phase 2, Teil 1.

Vergleich der Gesamtmethode

Zum Vergleich der Gesamtmethode zwischen den Labors wurden die Mittelwerte über sämtliche durch ein Labor hergestellte und analysierte Eluate derselben Kategorie gebildet. Es wurde hierbei keine Rücksicht auf unterschiedliche Filterkombinationen oder RZBs genommen.

Es zeigte sich, dass die RSD für die Gesamtmethode beim DOC im Mittel bei rund 11 % (Maximum: 16 %) lag.

Beim $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ lag die RSD im Mittel bei ca. 8 % bei einem Maximalwert von etwa 18 %.

5.2.2.2 Vergleich mit den vorangegangenen Phasen

Die Ergebnisse für die beiden Proben der Anlage A lagen in etwa auf dem Niveau der auch in Phase 2, Teil 1 gefundenen Werte.

Bei den beiden Proben der Anlage B konnte für die Probe B_P02 (Deponie) keine signifikante Änderung des DOC bzw. des $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ im Vergleich zu Phase 1 nachgewiesen werden.

Die Daten zu Probe B_P01 (Nachrotte) zeigten hingegen einen drastischen Anstieg des DOC sowie des $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ auf (Wiederfindungsraten zu Phase 1 im Bereich von ca. 180–190 %) (siehe Tabelle 12).

Dazu sei angemerkt, dass sich bei Probe B_P01 im Vergleich zu den übrigen Proben sowohl ein höherer Feuchtigkeitsgehalt in der Festprobe als auch eine starke Geruchsentwicklung in Festprobe und Eluat zeigte. Weiters konnten deutlich erhöhte AT_4 - und GB_{21} -Gehalte in der Probe nachgewiesen werden, welche auf eine hohe biologischen Aktivität schließen lassen.

Tabelle 12: Vergleich Phase 1 mit Phase 2, Teil 2, Proben der Anlage B (Mittelwerte über Labormittelwerte).

Probe	MW D/TOC Phase 1 [mg/kg TM]	SD [mg/kg TM]	RSD %	MW \pm 2SD [mg/kg TM]	MW D/TOC Phase 2, Teil 2 [mg/kg TM]	SD [mg/kg TM]	RSD %	MW \pm 2SD [mg/kg TM]	WF [%] Basis Phase 1
B_P01 filtriert	7.525	2.581	34	7.525 \pm 5.162	14.346	1.759	12	14.346 \pm 3.518	191
B_P01 Z_ ca. 30 min	11.275	389	3	11.275 \pm 778	20.052	846	4	20.052 \pm 1.692	178
B_P02 filtriert	4.175	601	14	4.175 \pm 1.202	3.835	614	16	3.835 \pm 1.229	92
B_P02 Z_ ca. 30 min	5.050	557	11	5.050 \pm 1.114	4.615	403	9	4.615 \pm 806	91

5.2.2.3 Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC_{Eluat}

Wie bereits bei den vorangegangenen Messungen beobachtet worden war, konnte auch bei den Proben der Anlage B mit zunehmender Zentrifugationsdauer eine Abnahme des TOC_{Eluat} festgestellt werden. Auch bei diesen Proben kam es ab Minute 15 zu keinen weiteren Veränderungen des TOC_{Eluat}.

Tabelle 13: Einfluss der Zentrifugationsdauer auf den TOC_{Eluat}, Proben der Anlage B (Mittelwerte über Labormittelwerte).

Zentrifugationsdauer	Einheit	5 min	15 min	30 min	WF [%] 5 min zu Basis 30 min	WF [%] 15 min zu Basis 30 min
B_P01	mg/kg TM	20.157	17.397	19.453	104	89
B_P02	mg/kg TM	6.441	4.978	4.900	131	102

5.2.2.4 Einfluss der Filterkombination

Wie schon in Phase 2, Teil 1 bei den Proben der Anlage A, zeigte sich der Unterschied zwischen den Filterkombinationen der Labors auch bei den Proben der Anlage B.

Tabelle 14: Einfluss der Filterkombination auf den DOC, Proben Anlage B, Mittelwerte über die Labormittelwerte der jeweiligen Filterkombination.

Probe	Filterkombination	MW DOC [mg/kg TM]	SD DOC [mg/kg TM]	RSD DOC [%]	WF [%] Basis Filter U
B_P01	U	15.031	1.370	9	91
	Fa. Agrolab	13.661	2.148	16	
B_P02	U	4.120	424	10	86
	Fa. Agrolab	3.551	805	23	

5.2.2.5 Einfluss der Probenverdünnung

Anhand von Messungen aller durch das Umweltbundesamt hergestellten Eluate in jeweils drei verschiedenen Verdünnungen (1:10, 1:20 und 1,5:50 = 1:33,3) konnte gezeigt werden, dass Probenverdünnungen im Bereich 1:10 bis 1,5:50 keine signifikanten Messwertänderungen nach sich ziehen.

Die Analyse von unverdünnten Proben gestaltete sich aufgrund der starken Schaumbildung erfahrungsgemäß als nicht praktikabel, weshalb die Proben stets in Verdünnung der Messung zugeführt wurden. Alle weiteren Ergebnisse der Verdünnungsversuche können dem Anhang entnommen werden (siehe Tabelle 34).

Tabelle 15: Einfluss der Probenverdünnung auf TOC_{Eluat} an je einem Eluat jeder Probe.

Probenbezeichnung	Verdünnungsfaktor	TOC [mg/kg TM]
A_P01_U4 Z_30 min	20	5.952
A_P01_U4 Z_30 min	10	5.892
A_P01_U4 Z_30 min	33	5.663
MW		5.836
SD		152
RSD %		3
A_P02_U7 Z_30 min	20	6.002
A_P02_U7 Z_30 min	10	5.196
A_P02_U7 Z_30 min	33	5.670
MW		5.623
SD		405
RSD %		7
B_P01_U1 Z_25 min	20	18.766
B_P01_U1 Z_25 min	10	18.160
B_P01_U1 Z_25 min	33	18.450
MW		18.459
SD		303
RSD %		2

Probenbezeichnung	Verdünnungsfaktor	TOC [mg/kg TM]
B_P02_U1 Z_30 min	20	4.602
B_P02_U1 Z_30 min	10	4.090
B_P02_U1 Z_30 min	33	4.573
B_P02_U1 Z_30 min	10	4.036
MW		4.325
SD		304
RSD %		7

5.2.2.6 Einfluss der Ausblasmethode auf DOC und TOC_{Eluat}

Einzig die Ergebnisse der Ausblasversuche des Eluats B_P01_U1 Z_5 min deuteten auf einen eventuellen Einfluss der Ausblasmethode auf die Messergebnisse um den untersuchten Bereich hin. Der Verdacht ließ sich jedoch bei keiner der anderen überprüften Proben (darunter auch ein anderes Eluat derselben Probe) bestätigen.

Tabelle 16: Einfluss der Ausblasmethode auf TOC_{Eluat}.

Probenbezeichnung	Ausblasmethode	TOC [mg/kg TM]
A_P01_U4 Z_30 min	automatisch	5.952
A_P01_U4 Z_30 min	manuell	6.034
A_P01_U4 Z_30 min	manuell	6.594
A_P01_U4 Z_30 min	automatisch	5.892
A_P01_U4 Z_30 min	automatisch	5.663
MW automatisch		5.836
SD		152
RSD %		3
MW manuell		6.314
SD		396
RSD %		6
MW automatisch/manuell		6.075
SD		338
RSD %		6
WF Basis automatisch %		108
A_P02_U8 Z_30 min	automatisch	5.962
A_P02_U8 Z_30 min	manuell	5.393
A_P02_U8 Z_30 min	manuell	5.290
A_P02_U8 Z_30 min	automatisch	5.321
A_P02_U8 Z_30 min	automatisch	5.210
MW automatisch		5.498
SD		406
RSD %		7
MW manuell		5.342
SD		73

Probenbezeichnung	Ausblasmethode	TOC [mg/kg TM]
RSD %		1
MW automatisch/manuell		5.420
SD		110
RSD %		2
WF Basis automatisch %		97
B_P01_U1 Z_5 min	automatisch	22.320
B_P01_U1 Z_5 min	automatisch	21.890
B_P01_U1 Z_5 min	automatisch	20.937
B_P01_U1 Z_5 min	automatisch	20.010
B_P01_U1 Z_5 min	manuell	18.290
MW automatisch		21.289
SD		1.030
RSD		5
MW manuell		18.290
SD		-
RSD		-
MW automatisch/manuell		19.790
SD		2.121
RSD		11
WF Basis automatisch %		86
B_P02_U1 Z_25 min	automatisch	3.424
B_P02_U1 Z_25 min	automatisch	4.230
B_P02_U1 Z_25 min	manuell	3.945
B_P02_U1 Z_25 min	manuell	3.907
B_P02_U1 Z_25 min	automatisch	3.497
MW automatisch		3.717
SD		446
RSD %		12
MW manuell		3.926
SD		27
RSD %		1
MW automatisch/manuell		3.822
SD		148
RSD %		4
WF Basis automatisch %		106

Tabelle 17: Einfluss der Ausblasmethode auf DOC.

Probenbezeichnung	Ausblasmethode	DOC [mg/kg TM]
B_P01_U3 (VF/Filter A)	automatisch	13.392
B_P01_U3 (VF/Filter A)	manuell	12.190
B_P01_U3 (VF/Filter A)	manuell	12.410
B_P01_U3 (VF/Filter A)	automatisch	12.010
B_P01_U3 (VF/Filter A)	automatisch	11.880
B_P01_U3 (VF/Filter A)	automatisch	12.004
B_P01_U3 (VF/Filter A)	automatisch	11.966
B_P01_U3 (VF/Filter A)	automatisch	12.452
MW automatisch		12.284
SD		579
RSD %		5
MW manuell		12.300
SD		156
RSD %		1
MW automatisch/manuell		12.292
SD		11
RSD %		0
WF Basis automatisch %		100

5.2.2.7 Einfluss der Tiefkühlagerung

Wie die nachfolgende Tabelle zeigt, konnten keine Beeinflussungen der Messwerte durch den, durch das Tiefkühlen entstehenden Niederschlag, detektiert werden.

Tabelle 18: Einfluss der Tiefkühlagerung auf DOC.

Probe	DOC [mg/kg TM]	Messdatum
QC Aliquot 1 MW	6.345	03.06.2009
QC Aliquot 1 MW	5.995	06.06.2009
QC Aliquot 1	6.173	15.06.2009
MW	6.171	
SD	175	
RSD	3	
QC Aliquot 2	6.750	19.06.2009
QC Aliquot 2	6.102	09.07.2009
QC Aliquot 2	6.668	10.07.2009
QC Aliquot 2	6.210	23.07.2009
MW	6.433	
SD	324	
RSD	5	

5.3 Phase 3

Die Ergebnisse der Analytik zu Phase 2 können Tabelle 35 bis Tabelle 39 (Phase 3, Teil 1) sowie Tabelle 41 bis Tabelle 45 (Phase 3, Teil 2) im Anhang entnommen werden.

5.3.1 Phase 3, Teil 1

In Phase 3, Teil 1 kam die Projektmethode gem. Kapitel 4.2.4.1 ohne die Ergänzung zur Gasdurchflussrate zum Einsatz.

5.3.1.1 Vergleich zwischen den Labors

In Phase 3, Teil 1 wurden trotz aller im Vorfeld unternommenen Anstrengungen sowohl bei DOC als auch bei $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ deutliche Abweichungen zwischen den Labors festgestellt (siehe nachfolgende Abbildung).

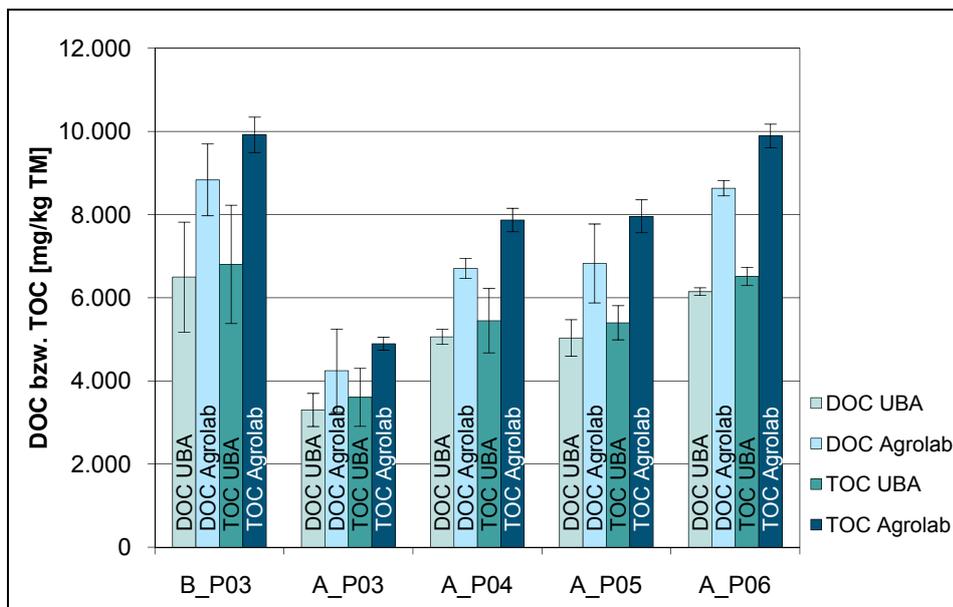


Abbildung 15: Phase 3, Teil 1, DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$. Mittelwerte \pm 2 SD.

Auffallend war hier der relativ konstante Faktor, um den sich die DOC- bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Ergebnisse der beiden Labors unterschieden.

Die von der Fa. Agrolab ermittelten DOC-Gehalte lagen zwischen 30 % und 40 %, die $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Werte zwischen 35 % und 50 % über den vom Umweltbundesamt ermittelten Daten.

Innerhalb der jeweiligen Labors ergaben sich bei den Doppelbestimmungen folgende Abweichungen (ausgedrückt als relative Standardabweichung):

- DOC
 - RSD Max.12 %
 - RSD Min.0,7 %
 - RSD Mittel5 %

- $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$
 - RSD Max. ... 10,5 %
 - RSD Min.1,4 %
 - RSD Mittel4,2 %

Bedenkt man, dass diesen Abweichungen jeweils unabhängige (Abfall-) Eluatansätze zugrundeliegen, so scheinen diese relativen Standardabweichungen innerhalb der beiden Labors durchaus zufriedenstellend.

Die Ergebnisse lassen darauf schließen, dass eine weitere, bis zu diesem Zeitpunkt noch nicht identifizierte systematische Einflussgröße, für die Unterschiede zwischen den Labors verantwortlich war.

Da aufgrund der vorangegangenen Untersuchungen die Probenaufbereitung als Grund für die Abweichungen weitestgehend ausgeschlossen werden konnte, wurden die Geräteeinstellungen der beiden Labors eingehend in Augenschein genommen.

Nach detaillierter Gegenüberstellung aller Geräteeinstellungen wurde als wahrscheinlichste Ursache für die beobachteten Abweichungen die Gasdurchflussrate beim Ausblasen des CO_2 aus der Probe identifiziert. Diese lag bei der Fa. Agrolab bei 85 ml/min, beim Umweltbundesamt wurde hingegen mit einer Gasdurchflussrate von rund 150 ml/min gearbeitet.

Im Zuge von Phase 2 wurde zwar bereits einmal der Einfluss der Ausblasintensität untersucht (siehe Kapitel: 5.2.2.6), allerdings wurden diese Untersuchungen vom Umweltbundesamt ausschließlich bei der Einstellung von ca. 150 ml/min und bei sehr viel höherer Gasdurchflussrate durchgeführt. Ein deutlich niedrigerer Gasdurchfluss wurde nicht untersucht.

Bei den Analysen mit einer Gasdurchflussrate von ca. 150 ml/min und deutlich darüber konnte keine eindeutige Beeinflussung der Messwerte festgestellt werden.

Da Störungen durch anorganischen Kohlenstoff zwangsläufig zu Mehrbefunden bei DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ führen, kann bei ordnungsgemäßer Funktionsweise des Analysengeräts der niedrigere DOC/ $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Gehalt eigentlich als das verlässlichere Ergebnis angesehen werden.

Aus diesem Grund wurde für Phase 3, Teil 2 die Gasdurchflussgeschwindigkeit in beiden Labors auf 150 ml/min festgelegt. Alle übrigen Analysenbedingungen wurden beibehalten.

Vergleich mit Agrolab Deutschland

Von Agrolab Deutschland wurde vereinbarungsgemäß der DOC der Proben gemäß ihrer Hausmethode untersucht. Die DOC-Ergebnisse dieses Labors lagen durchwegs zwischen denen der österreichischen Labors. Im Mittel wurden ca. 12 % höhere Gehalte im Vergleich zu den Ergebnissen des Umweltbundesamt und rund 17 % niedrigere Gehalte als bei der Fa. Agrolab nachgewiesen.

5.3.2 Phase 3, Teil 2

In Phase 3, Teil 2 kam die Projektmethode gem. Kapitel 4.2.4.1 mit der Ergänzung zur Gasdurchflussrate zum Einsatz.

5.3.2.1 Vergleich zwischen den Labors

In Phase 3, Teil 2 konnten durch Angleichung der Gasdurchflussgeschwindigkeit beim Austreiben des anorganischen Kohlenstoffs auf 150 ml/min in beiden Labors die Abweichungen zwischen den Labors auf ein Minimum reduziert werden.

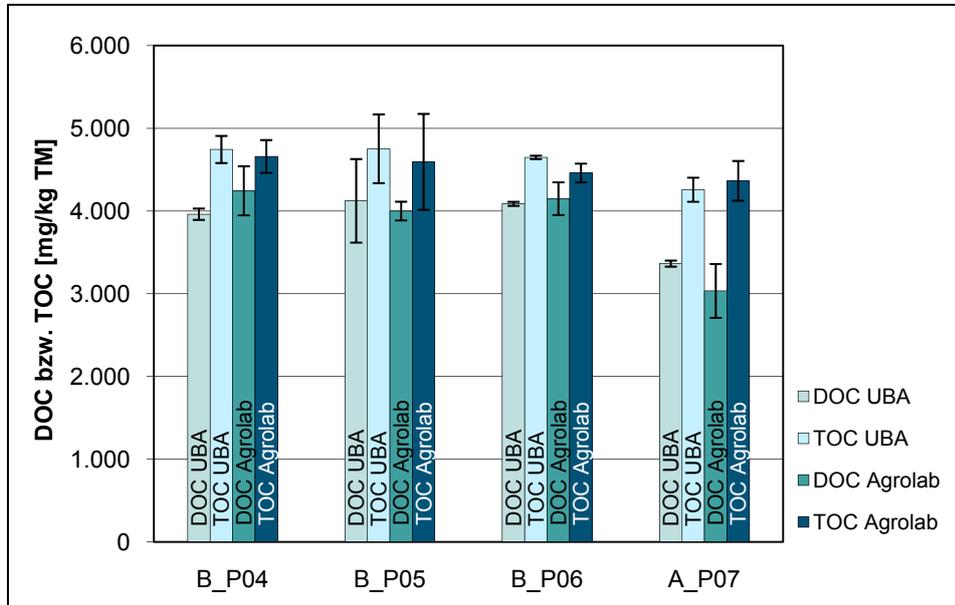


Abbildung 16: Phase 3, Teil 2, DOC und TOC_{Eluat} Mittelwerte \pm 2 SD.

Innerhalb der Labors wurden wie schon in Phase 3, Teil 1 sehr geringe Abweichungen bei den Doppelansätzen erzielt.

- DOC
 - RSD Max.6 %
 - RSD Min.0 %
 - RSD Mittel3 %
- TOC_{Eluat}
 - RSD Max.6 %
 - RSD Min.0 %
 - RSD Mittel3 %

Auch zwischen den Labors konnte eine sehr gute Vergleichbarkeit erreicht werden.

Die Wiederfindungsraten der Ergebnisse (Mittelwerte aus 2 getrennten Eluatansätzen) der Fa. Agrolab, bezogen auf die Ergebnisse des Umweltbundesamt, bewegten sich beim DOC zwischen 90 % und 107 %, beim TOC_{Eluat} zwischen 96 % und 103 %.

Aufgrund der erhaltenen Ergebnisse kann – wie in Phase 3, Teil 1 vermutet – davon ausgegangen werden, dass die unterschiedliche Gasdurchflussrate beim Austreiben des anorganischen Kohlenstoffs zu den stark abweichenden Ergebnissen zwischen den Labors geführt hat.

Aufgrund der Ergebnisse der in Phase 3, Teil 2 zur Analyse ausgetauschten Eluate sowie der Standardwiederfindungsraten während der Messung kann geschlossen werden, dass die Ergebnisse der Fa. Agrolab kalibrationsbedingt um ca. 10 % zu niedrig angegeben wurden. Eine solche Abweichung liegt innerhalb der QS-Kriterien beider Labors ($\pm 10\%$).

Vergleich mit Agrolab Deutschland

Wie schon in Teil 1 der Phase 3 wurden die Proben des Weiteren von Agrolab Deutschland untersucht. Durch die Anpassung der Gasdurchflussrate beim Ausblasen beider österreichischen Labors konnte eine sehr gute Übereinstimmung erzielt werden.

Im Widerspruch zu den Ergebnissen von Teil 1 der Phase 3, wurden von Agrolab Deutschland bei den Proben des Teils 2 hinsichtlich des Mittelwerts der beiden österreichischen Labors um 22 % (bis 31 %) geringere DOC-Gehalte ermittelt.

5.4 Gegenüberstellung von DOC und TOC_{Eluat}

Es wurden alle 44 Wertepaare der Phase 3, Teil 1 und Teil 2 zur Gegenüberstellung von DOC und TOC_{Eluat} herangezogen.

Die Daten der Phasen 1 und 2 wurden aufgrund der relativ stark variierenden Analysenbedingungen nicht in die Gegenüberstellung mit einbezogen. Zwar wurde auch zwischen Teil 1 und Teil 2 der Phase 3 eine methodische Anpassung vorgenommen (Gasdurchflussrate), diese sollte aber keinen signifikanten Einfluss auf das jeweilige Verhältnis von DOC zu TOC_{Eluat} gehabt haben, da die Analysen jeweils unter vergleichbaren Bedingungen durchgeführt wurden.

Tabelle 19: Gegenüberstellung DOC und TOC_{Eluat}, Phase 3, Teil 1 und Teil 2.

Probencode	DOC [mg/kg TM]	TOC [mg/kg TM]	Anteil DOC am TOC [%]
B_P03_U1	6.965	7.307	95,3
B_P03_U2	6.030	6.300	95,7
B_P03_A1	8.530	10.070	84,7
B_P03_A2	9.140	9.770	93,6
A_P03_U1	3.442	3.850	89,4
A_P03_U2	3.161	3.357	94,2
A_P03_A1	4.600	4.840	95,0
A_P03_A2	3.890	4.950	78,6
A_P04_U1	5.124	5.722	89,5
A_P04_U2	4.997	5.176	96,5
A_P04_A1	6.620	7.770	85,2
A_P04_A2	6.790	7.970	85,2
A_P05_U1	4.877	5.254	92,8

Probencode	DOC [mg/kg TM]	TOC [mg/kg TM]	Anteil DOC am TOC [%]
A_P05_U2	5.187	5.544	93,6
A_P05_A1	7.160	8.100	88,4
A_P05_A2	6.490	7.820	83,0
A_P06_U1	6.115	6.592	92,8
A_P06_U2	6.180	6.436	96,0
A_P06_A1	8.700	9.990	87,1
A_P06_A2	8.570	9.790	87,5
B_P04_U1	3.938	4.802	82,0
B_P04_U2	3.986	4.686	85,1
B_P04_U2	3.560	4.270	83,4
B_P04_A1	4.140	4.590	90,2
B_P04_A2	4.350	4.730	92,0
B_P04_A2	4.605	5.813	79,2
B_P05_U1	3.945	4.900	80,5
B_P05_U2	4.302	4.606	93,4
B_P05_U2	3.590	4.270	84,1
B_P05_A1	3.960	4.390	90,2
B_P05_A2	4.040	4.800	84,2
B_P05_A2	4.397	5.260	83,6
B_P06_U1	4.096	4.641	88,3
B_P06_U2	4.079	4.656	87,6
B_P06_U2	3.700	4.220	87,7
B_P06_A1	4.080	4.420	92,3
B_P06_A2	4.220	4.500	93,8
B_P06_A2	4.540	4.916	92,4
A_P07_U1	3.378	4.207	80,3
A_P07_U2	3.352	4.310	77,8
A_P07_U2	3.060	3.600	85,0
A_P07_A1	3.150	4.280	73,6
A_P07_A2	2.920	4.450	65,6
A_P07_A2	3.074	5.204	59,1
MW			86,7
Median			87,6
SD			7,8
RSD %			9,0
Min			59,1
Max			96,5

Der Anteil des gelösten organischen Kohlenstoffs am Gesamtkohlenstoff im Eluat lag im Mittel bei rund 87 %, bei einer relativen Standardabweichung von 9 %.

Der geringste DOC-Anteil lag bei ca. 59 %, der höchste bei knapp 97 %.

Abbildung 17 verdeutlicht klar den linearen Verlauf des Verhältnisses zwischen DOC und TOC_{Eluat} .

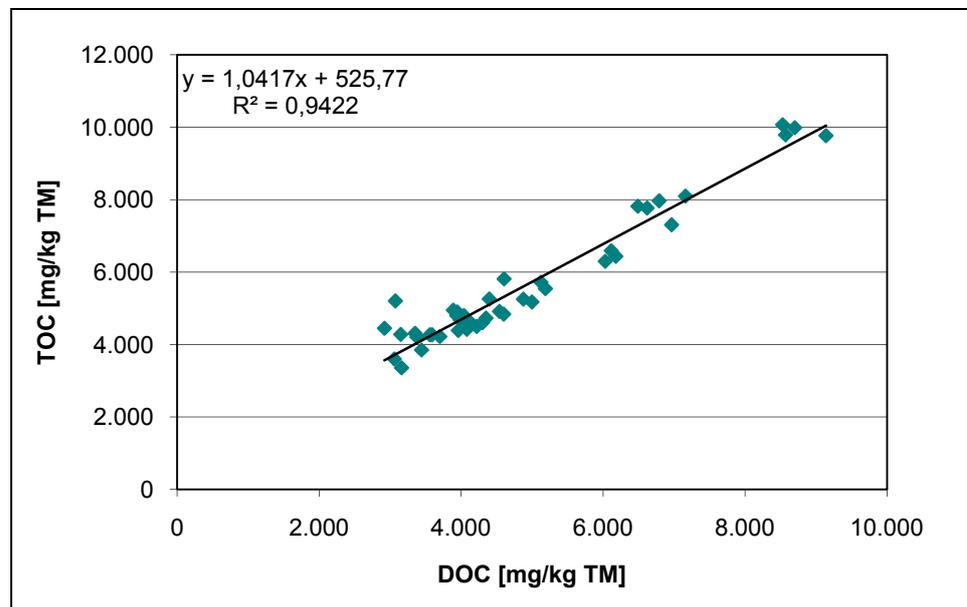


Abbildung 17: Gegenüberstellung DOC und TOC_{Eluat} . Phase 3, Teil 1 und Teil 2.

5.5 Stabilitätsparameter und organischer Kohlenstoff

Um untersuchen zu können, ob der Gehalt an organischem Kohlenstoff im Eluat als Indikator für die Abfallreife herangezogen werden kann (in der Literatur gibt es hierzu widersprüchliche Aussagen) wurden bei allen im Projekt untersuchten Proben zusätzlich zu DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ auch die Stabilitätsparameter AT_4 und GB_{21} analysiert.

Neben der in den Vornormen ÖNORM S 2027 Teil 1 (AT_4) und Teil 3 (GB_{21}) vorgeschriebenen Vorgehensweise zur Probenaufbereitung wurden die Stabilitätsparameter zusätzlich auch aus ausgewählten, zur Eluataufbereitung vorbereiteten Proben bestimmt. (Vornorm ÖNORM S 2027-1; Vornorm ÖNORM S 2027-3).

5.5.1 Einfluss der Probenaufbereitung auf AT_4 und GB_{21}

In nachfolgender Tabelle werden die AT_4 - und GB_{21} -Ergebnisse, bestimmt nach der Methode der grundlegenden Charakterisierung (gem. Vornorm ÖNORM S 2027 Teil 1 und 3, Absiebung < 20 mm) und der modifizierten Methode (Zerkleinerung auf < 10 mm) gegenübergestellt.

Tabelle 20: Gegenüberstellung AT_4 und GB_{21} nach der Methode der Grundlegenden Charakterisierung und der modifizierten Methode.

Probenbezeichnung	Absiebung < 20 mm		Zerkleinerung < 10 mm		WF AT_4 Basis Grundlegende Charakterisierung	WF GB_{21} Basis Grundlegende Charakterisierung
	AT_4	GB_{21}	AT_4	GB_{21}		
	mg O_2 /g TM	NI/kg TM	mg O_2 /g TM	NI/kg TM		
A_P01	5,72	16,3	7,02	19,7	123	121
A_P02	5,09	14,2	5,61	16,3	110	115
A_P03- TSP1	5,32	14,0				
A_P03- TSP2	5,12	12,8				
A_P03- TSP3	5,02	11,8				
A_P03 MW	5,15	12,9				
A_P04	5,65	12,7	6,32	14,9	112	117
A_P05	5,96	14,1	6,12	16,4	103	116
A_P06	5,05	10,0	5,45	12,7	108	127
A_P07-TSP1	6,46	17,9	6,85	18,4	106	103
A_P07-TSP2	6,96	18,2	7,05	18,3	101	101
A_P07-TSP3	6,16	17,6	6,22	16,7	101	95
A_P07 MW	6,53	17,9	6,7	17,8	103	99
B_P01	28,6	56,0	30,4	63	106	113
B_P02 I	2,26	9,4	2,45	10,2		
B_P02 II			2,36	10,6		
B_P02 MW			2,4	10,4	106	111
B_P03-TSP1	5,66	15,9	5,82	16,9	103	106
B_P03-TSP2	6,88	16,8	6,93	18,2	101	108
B_P03-TSP3	6,05	17,5	6,62	19,6	109	112
B_P03 MW	6,20	16,7	6,5	18,2	104	109

Probenbezeichnung	Absiebung < 20 mm		Zerkleinerung < 10 mm		WF AT ₄ Basis Grundlegende Charakterisierung	WF GB ₂₁ Basis Grundlegende Charakterisierung
	AT ₄	GB ₂₁	AT ₄	GB ₂₁		
	mg O ₂ /g TM	NI/kg TM	mg O ₂ /g TM	NI/kg TM		
B_P04	4,78	14,9	5,28	15,4	110	103
B_P05	4,64	15,1	5,03	14,9	108	99
B_P06	4,54	13,1	4,89	14,4	108	110
Mittelwert					106	110
Median					106	112
SD					5	10
RSD					5	9
Min					101	95
Max					123	127

Die Bestimmung der Stabilitätsparameter aus der zur Eluataufbereitung aufbereiteten Probe (modifizierte Methode) führt sowohl bei AT₄ als auch bei GB₂₁ zu etwas höheren Werten (ca. + 6 % bis 10 %) als bei der grundlegenden Charakterisierung.

Dieser Effekt erscheint plausibel, bedenkt man, dass durch den zusätzlichen Zerkleinerungsschritt bei der modifizierten Probenaufbereitung (Zerkleinerung des Überkorns > 10 mm und Wiedervereinigung mit dem Rest der Probe) neue, vergrößerte Oberflächen entstehen bzw. ein weiterer Anteil der Probe > 20 mm (exklusive Inertstoffe) der Bestimmung nach Zerkleinerung des Überkorns > 10 mm zugeführt wird.

Während die Zerkleinerung des Überkorns > 10 mm potenziell zur Erhöhung der Reaktivität der Proben beitragen kann, könnten möglicherweise nicht vollständig aussortierte Inertanteile einen gegenteiligen Effekt bewirken.

Bei den gegenständlich untersuchten Proben lagen die Ergebnisse nach Zerkleinerung im Allgemeinen über denjenigen der bei 20 mm abgesiebten Fraktionen.

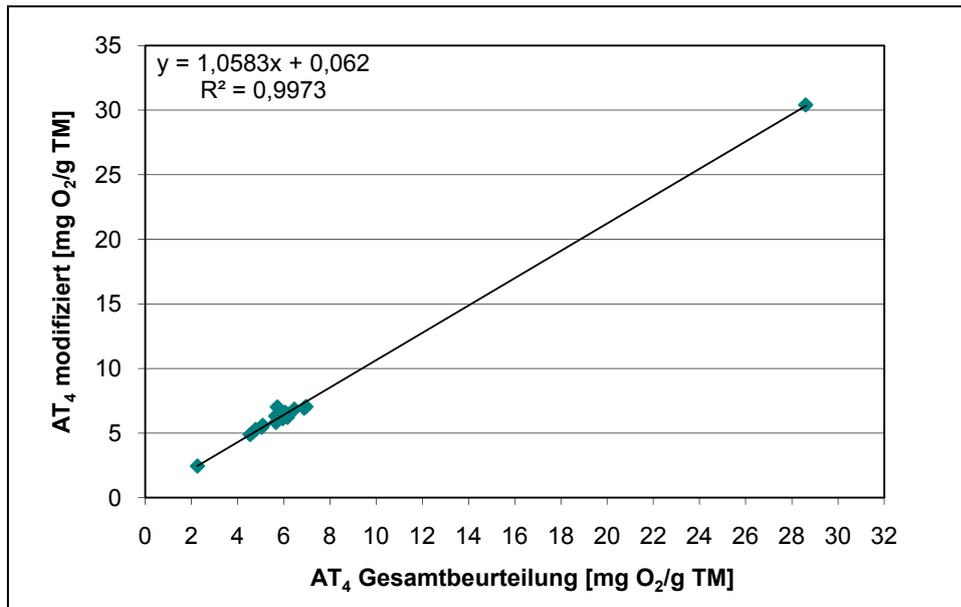


Abbildung 18: Gegenüberstellung AT_4 (grundlegende Charakterisierung) und AT_4 modifiziert.

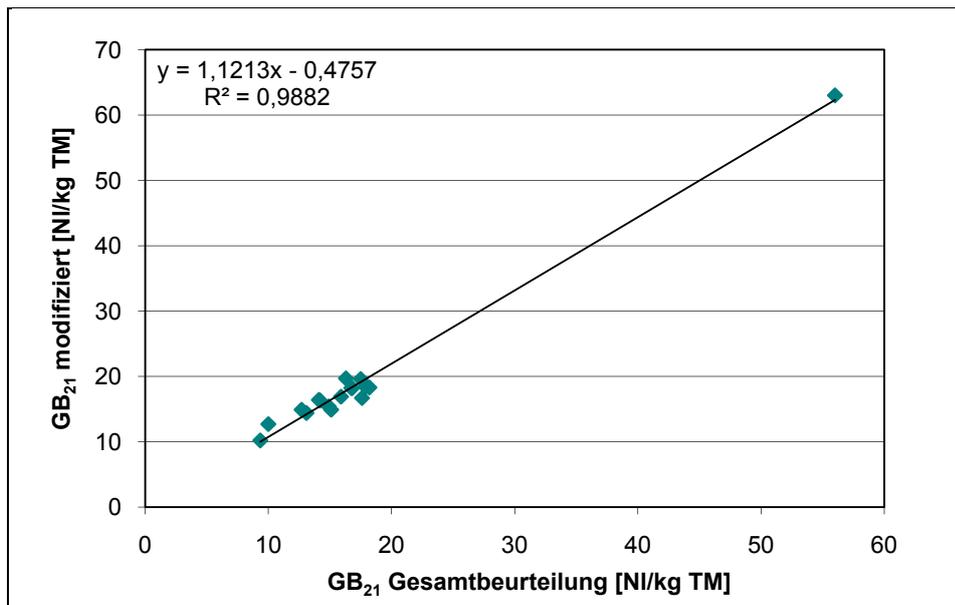


Abbildung 19: Gegenüberstellung GB_{21} (grundlegende Charakterisierung) und GB_{21} modifiziert.

5.5.2 Gegenüberstellung AT_4 mit GB_{21}

Wie aus den beiden folgenden Grafiken ersichtlich ist, kann beim untersuchten Material zwischen AT_4 und GB_{21} ein linearer Zusammenhang postuliert werden. Dieser scheint weitestgehend unabhängig davon zu sein, welche Probenvorbereitung (gemäß grundlegender Charakterisierung bzw. gemäß modifizierter Methode) der Bestimmung der Stabilitätsparameter vorangegangen ist.

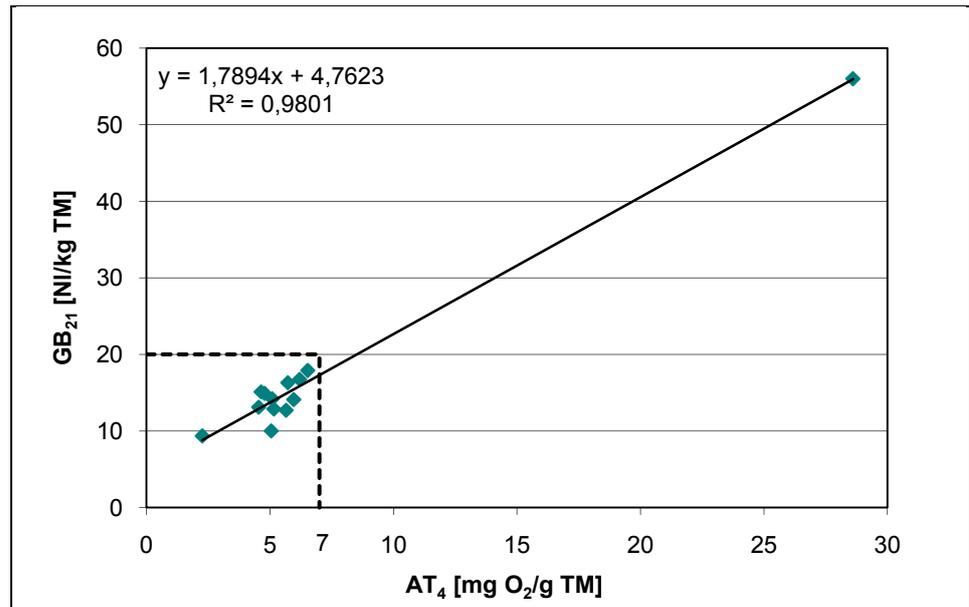


Abbildung 20: Gegenüberstellung AT₄ und GB₂₁ (Grundlegende Charakterisierung), beide Anlagen.

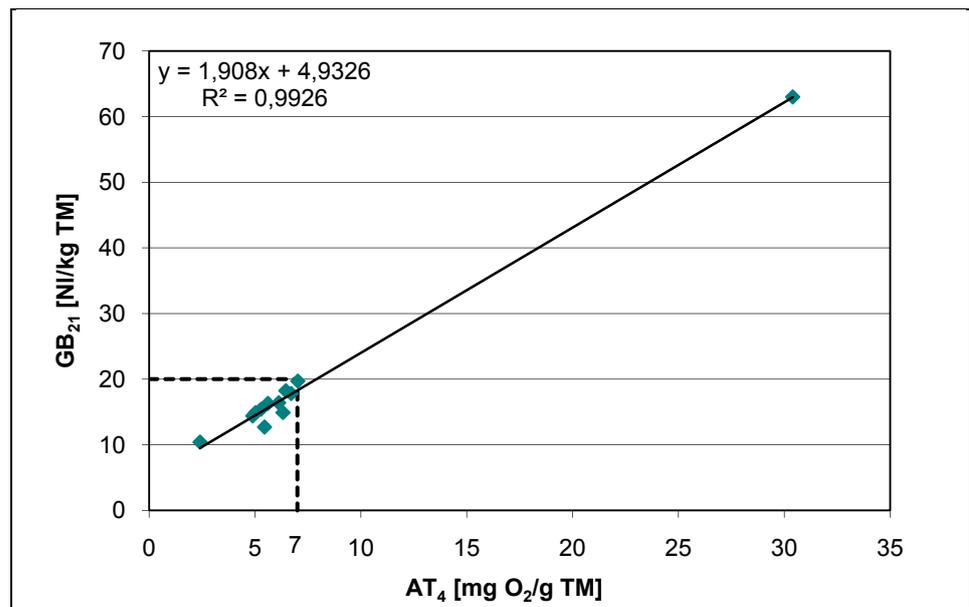


Abbildung 21: Gegenüberstellung AT₄ und GB₂₁ modifiziert, beide Anlagen.

Anhand der Daten wird außerdem ersichtlich, dass eine Einhaltung des Grenzwerts des AT₄ in nahezu allen Fällen auch die Einhaltung der GB₂₁ bedingt, d. h. die AT₄ erweist sich hier als das strengere Kriterium.

Der deutsche Ansatz, lediglich die Bestimmung eines der beiden Stabilitätsparameter vorzuschreiben und dafür einen niedrigeren AT₄-Grenzwert (5 mg O₂/kg TM) anzusetzen, erscheint in diesem Kontext durchaus nachvollziehbar und sinnvoll, zumal dadurch praktisch ohne Informationsverlust der Analysenaufwand verringert werden kann.

5.5.3 Gegenüberstellung der Stabilitätsparameter mit DOC und TOC_{Eluat}

In Tabelle 21 werden die AT₄- und GB₂₁-Ergebnisse in Bezug zu den DOC- und TOC_{Eluat}-Ergebnissen der jeweiligen Proben dargestellt.

Dazu muss gesagt werden, dass die hier angeführten AT₄- und GB₂₁-Ergebnisse der Proben A_P03, B_P03 und A_P07 jeweils Mittelwerte aus der Bestimmung von je 3 Tagessammelproben darstellen (siehe Tabelle 20).

Prinzipiell wurden für die DOC- und TOC_{Eluat}-Ergebnisse jene Gesamtmittelwerte herangezogen, die der Bestimmung der Stabilitätsparameter zeitlich am nächsten kamen. Bei den DOC- und TOC_{Eluat}-Ergebnissen der Proben A_P03 und B_P03 jedoch wurden nur die Labormittelwerte des Umweltbundesamt herangezogen, da in Phase 3, Teil 1 die Ergebnisse der Fa. Agrolab durch die zu geringe Gasdurchflussrate beim Ausblasen deutlich erhöht waren.

Als Ergebnisse der Stabilitätsparameter nach der modifizierten Methode von Probe B_P02 werden die Mittelwerte eines Doppelansatzes herangezogen.

Für die Stabilitätsparameter gemäß der modifizierten Methode stehen für Probe A_P03 keine Ergebnisse zur Verfügung.

Tabelle 21: Gegenüberstellung von AT₄ und GB₂₁ (Grundlegende Charakterisierung) und der modifizierten Methode mit DOC und TOC_{Eluat}.

Probenbezeichnung	AT ₄ und GB ₂₁ , Grundlegende Charakterisierung		AT ₄ und GB ₂₁ , modifiziert		DOC mg/kg TM	TOC _{Eluat} mg/kg TM
	AT ₄	GB ₂₁	AT ₄	GB ₂₁		
	mg O ₂ /g TM	NI/kg TM	mg O ₂ /g TM	NI/kg TM		
A_P01	5,72	16,3	7,02	19,7	10.750	12.575
A_P02	5,09	14,2	5,61	16,3	6.600	7.675
A_P03	5,15	12,9			3.302	3.604
A_P04	5,65	12,7	6,32	14,9	5.883	6.660
A_P05	5,96	14,1	6,12	16,4	5.929	6.680
A_P06	5,05	10,0	5,45	12,7	7.391	8.202
A_P07	6,53	17,9	6,71	17,8	3.200	4.312
B_P01	28,60	56,0	30,40	63,0	7.525	11.275
B_P02	2,26	9,4	2,41	10,4	4.175	5.050
B_P03	6,20	16,7	6,46	18,2	6.498	6.804
B_P04	4,78	14,9	5,28	15,4	4.103	4.702
B_P05	4,64	15,1	5,03	14,9	4.062	4.674
B_P06	4,54	13,1	4,89	14,4	4.119	4.554

Beispielhaft wurde in den beiden folgenden Abbildungen die AT₄ (Grundlegende Charakterisierung) dem DOC sowie die GB₂₁ (modifizierte Methode) dem TOC_{Eluat} gegenübergestellt.

Aufgrund des linearen Zusammenhangs zwischen AT₄ und GB₂₁ zwischen der Methode der grundlegenden Charakterisierung und der modifizierten Methode sowie zwischen DOC und TOC_{Eluat} ergibt sich für die übrigen Kombinationen zur Gegenüberstellung von Stabilitätsparametern und organischem Kohlenstoff ein weitgehend identisches Bild.

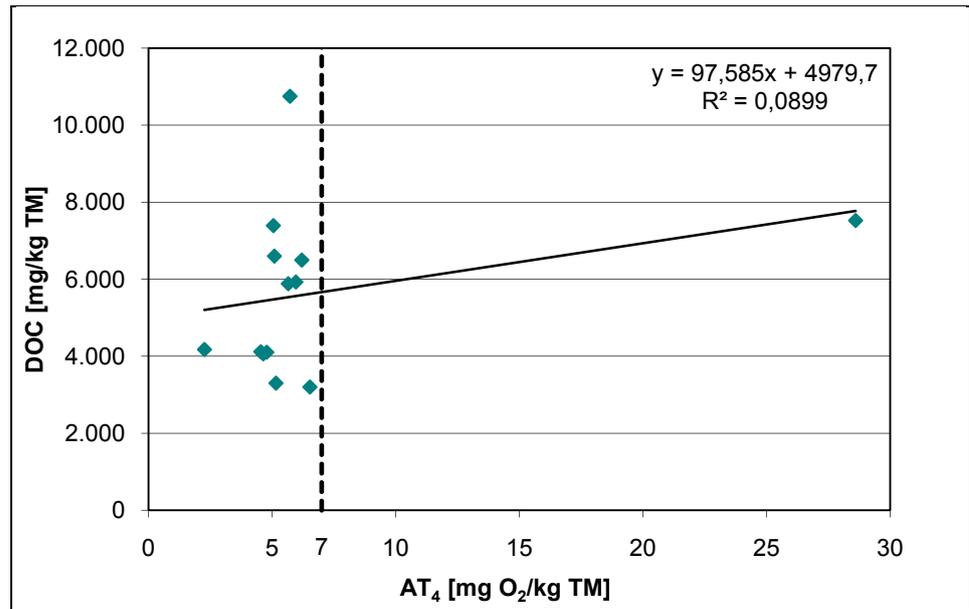


Abbildung 22: Gegenüberstellung AT₄ (Grundlegende Charakterisierung) und DOC, beide Anlagen.

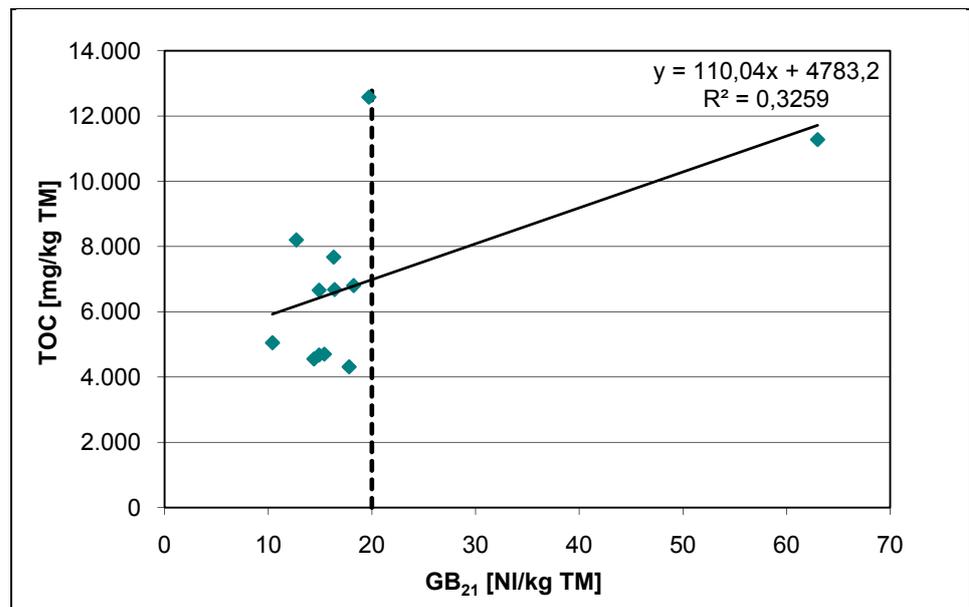


Abbildung 23: Gegenüberstellung GB₂₁ modifiziert und TOC_{Eluat}, beide Anlagen.

Schnell wird ersichtlich, dass das entstehende Bild stark von den Ergebnissen einer einzelnen Probe beeinflusst wird. Dabei handelt es sich um die Probe B_P01 aus Phase 1 der Untersuchungen, ein weitgehend unreifes Material aus der Nachrotte (siehe Tabelle 47).

Als Folge wurden die Ergebnisse der beiden MBA-Anlagen getrennt voneinander untersucht.

5.5.3.1 Anlage A

Aus bereits genannten Gründen wurde auf die Abbildung sämtlicher möglicher Kombinationen der Ergebnisse der Stabilitätsparameter mit den Ergebnissen des organischen Kohlenstoffs verzichtet. Es werden jeweils 2 verschiedene Kombinationen von Stabilitätsparametern mit dem organischen Kohlenstoff betrachtet.

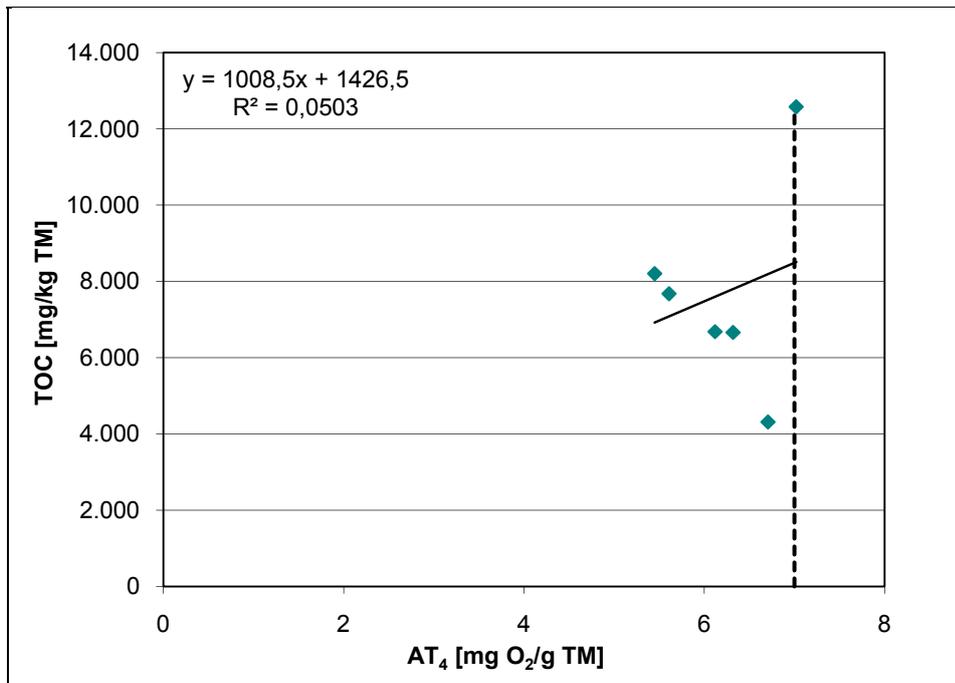


Abbildung 24: Gegenüberstellung AT₄ modifiziert und TOC_{Eluat}, Anlage A.

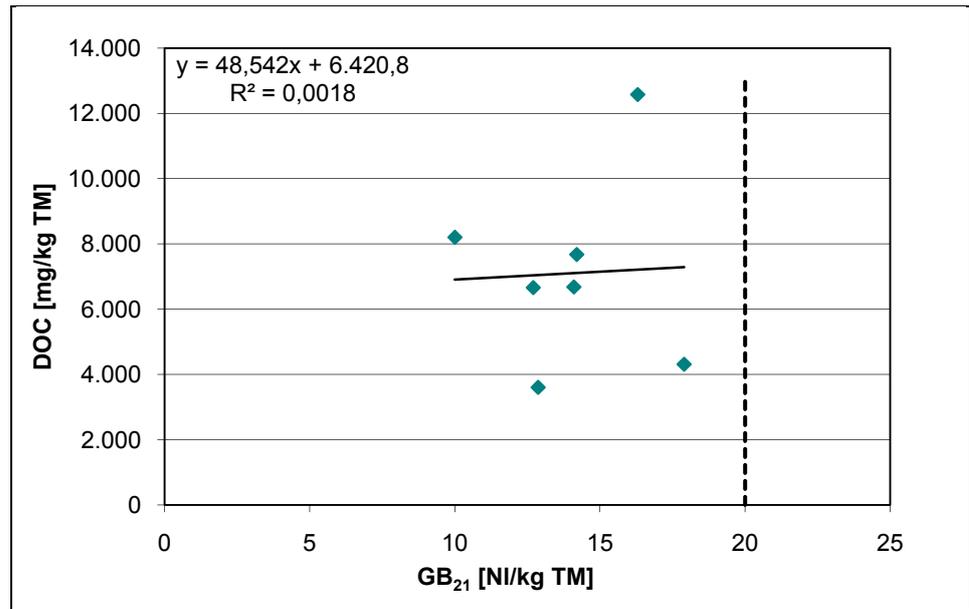


Abbildung 25: Gegenüberstellung GB₂₁ (Grundlegende Charakterisierung) und DOC, Anlage A.

Anhand der Daten von Anlage A kann für keinen der Stabilitätsparameter ein eindeutiger Zusammenhang mit dem Gehalt an organischem Kohlenstoff der jeweiligen Proben festgestellt werden.

5.5.3.2 Anlage B

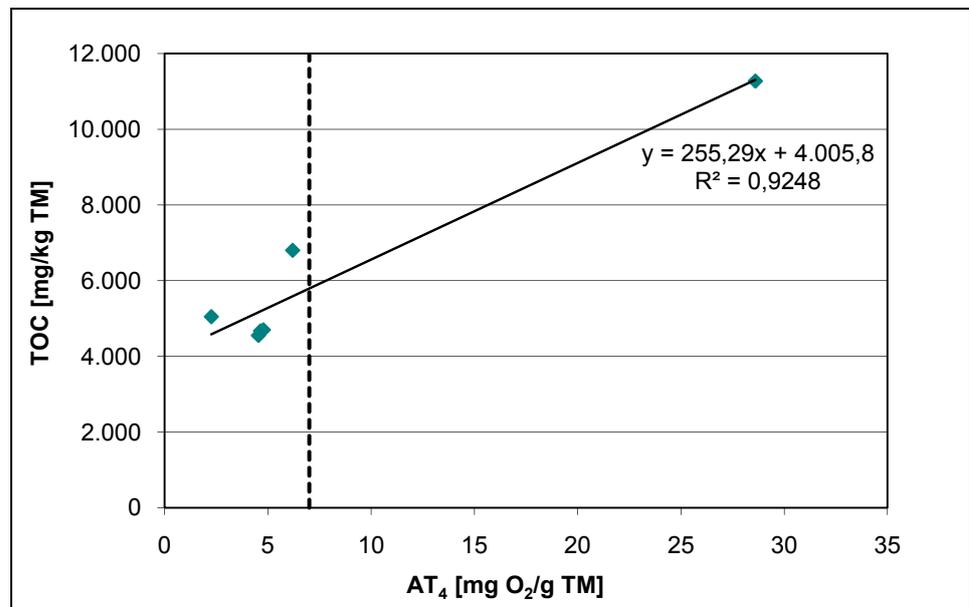


Abbildung 26: Gegenüberstellung AT₄ (Grundlegende Charakterisierung) und TOC_{Eluat}, Anlage B.

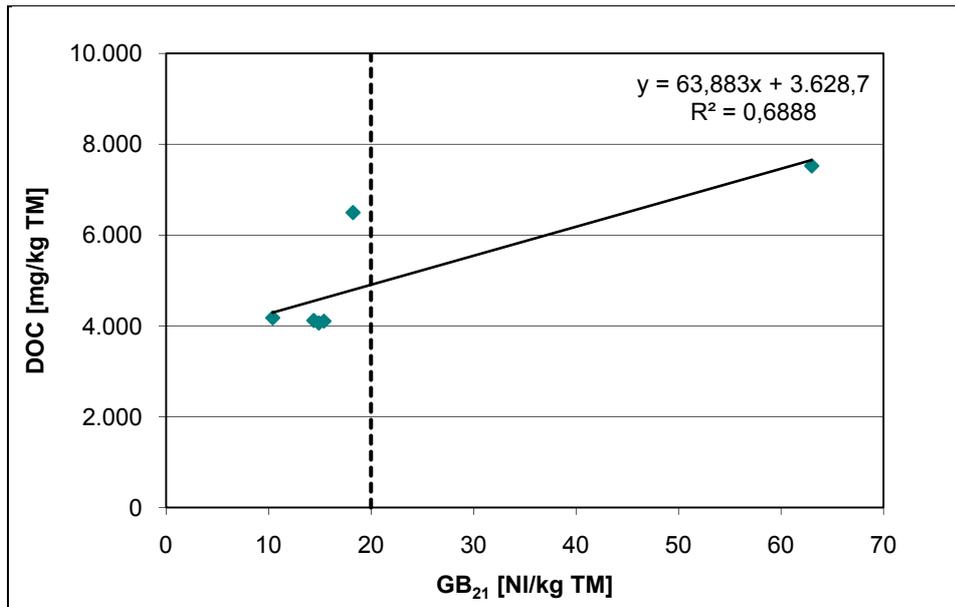


Abbildung 27: Gegenüberstellung GB₂₁ modifiziert und DOC, Anlage B.

Durch die Werte der Probe B_P01 scheint in Anlage B ein linearer Zusammenhang zwischen Stabilitätsparametern und organischem Kohlenstoff im Eluat zu bestehen. Im Bereich unterhalb des Grenzwerts von AT₄ (7 mg O₂/kg TM) bzw. GB₂₁ (20 NI/kg TM) kann ein solcher Zusammenhang nicht mit Bestimmtheit festgestellt werden.

Des Weiteren muss hier berücksichtigt werden, dass es sich bei der Probe B_P01 um eine Probe mit einem geringen Rottegrad handelt. Es kann nicht davon ausgegangen werden, dass sich diese wie die übrigen, bereits weitgehend fertig gerotteten Proben verhält.

5.6 Fazit

Sämtliche in diesem Bericht dargelegten Beobachtungen und Schlussfolgerungen beziehen sich auf die im Zuge des Projekts untersuchten Proben aus zwei österreichischen MBA-Anlagen. Für gesicherte, allgemein gültige Aussagen bezüglich beobachteter Trends und Korrelationen bedarf es einer wesentlich breiteren Datenbasis.

5.6.1 Analytik von DOC und TOC_{Eluat}

Die Untersuchungen der Phasen 1 bis 3 zeigen deutlich, dass die Bestimmung des DOC bzw. TOC_{Eluat} einigen, zum Teil sehr starken, Einflüssen unterworfen ist.

Unter den untersuchten Einflussgrößen der Probenaufbereitung erwiesen sich vor allem die Zentrifugationsdauer sowie die Wahl des Filtermaterials als ergebnisrelevant.

Zentrifugation

Mit steigender Zentrifugationsdauer (Startpunkt 5 Minuten, maximal 30 Minuten) konnten abnehmende bzw. ab einer gewissen Zentrifugationsdauer (rund 15 Minuten), stagnierende $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ -Werte beobachtet werden. Diese Entwicklung zeigte sich weitgehend unabhängig von der relativen Zentrifugalbeschleunigung. Diese kann daher bei ausreichend langer Zentrifugationsdauer als Einflussfaktor weitestgehend ausgeschlossen werden.

Aufgrund der unterschiedlichen Verläufe der Zentrifugationsversuche der gleichen Proben in Phase 1 und Phase 2 (deutliche Veränderung des Probenmaterials durch die Lagerung) ist davon auszugehen, dass der Einfluss der Zentrifugationsdauer stark matrixabhängig ist.

Filtration

Trotz gleicher Spezifikationen konnte zwischen den in beiden Labors üblicherweise verwendeten Membranfiltermaterialien ein Unterschied im DOC-Ergebnis beobachtet werden. Dieser vermutlich ebenfalls matrixabhängige Effekt bewegte sich in den Versuchsreihen in einer Größenordnung von rund 10 % des DOC-Gehaltes. Da im Zuge der Untersuchungen nur zwei unterschiedliche Membranfiltermaterialien zum Einsatz kamen, muss damit gerechnet werden, dass der Einsatz anderer Filtermaterialien ähnliche, möglicherweise stärkere Effekte hervorruft.

Messung

Einen nicht zu unterschätzenden Einfluss auf die Messergebnisse hatten die Geräteeinstellungen zur Entfernung des anorganischen Kohlenstoffs.

Bedingungen, die zur Entfernung des anorganischen Kohlenstoffs in anderen Probenmatrizes bei Weitem ausreichend gewesen wären, mussten für die untersuchten Proben deutlich verschärft werden.

Obwohl alle Proben in Verdünnung analysiert wurden, musste in einem der Labors die Gasdurchflussrate deutlich erhöht werden, um den gesamten anorganischen Kohlenstoff vor der Messung des organischen Kohlenstoffs entfernen zu können. Allein durch diesen Schritt konnten in Phase 3 Ergebnisunterschiede zwischen den Labors von zuerst rund 30–40 % auf vergleichbare Werte nach der Anpassung reduziert werden.

Des Weiteren zeigte sich bei den durchgeführten Versuchen, dass weniger der pH-Wert der Probe als vielmehr die zeitliche Nähe des Ansäuerns zum Ausblasen des anorganischen Kohlenstoffs ausschlaggebend zu sein scheint.

Methodenabstimmung

Im Zuge der Untersuchungsreihen konnte gezeigt werden, dass die Bestimmung des organischen Kohlenstoffs im Eluat ein weitaus höheres Potenzial für Fehlmessungen birgt als im Allgemeinen angenommen.

Die Ergebnisse von Phase 3, Teil 2 zeigen aber auch, dass unter entsprechend festgelegten Bedingungen sehr gute Übereinstimmungen zwischen verschiedenen Labors möglich sind.

Mit einiger Sicherheit lässt sich ein nicht unerheblicher Teil der in der Literatur erwähnten starken Schwankungen des DOC (tlw. Abweichungen um über 100 %) zwischen verschiedenen Labors auf die in diesem Bericht beschriebenen Einflussgrößen zurückführen.

Konzentrationsniveau des organischen Kohlenstoffs im Eluat

Das Konzentrationsniveau von DOC bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ lag über alle Phasen hinweg deutlich oberhalb der in Deutschland zugelassenen Grenzwerte für den DOC von 3.000 mg/kg TM.

Dieser Umstand tritt auf, obwohl alle zur Deponierung vorgesehenen bzw. bereits deponierten Proben die österreichischen Ablagerungskriterien für MBA-Abfälle erfüllten, d. h. die Anlagen entsprechend den zur Zeit der Untersuchungen geltenden gesetzlichen Vorgaben arbeiteten.

Die Vermutung liegt nahe, dass in Deutschland die DOC-Grenzwerte durch gezielte Anpassung des Inputmaterials sowie der Rottebedingungen auf das dort erforderliche Niveau gebracht werden. Da das in österreichischen MBA-Anlagen mangels eines verbindlichen Grenzwerts mit größter Wahrscheinlichkeit nicht passiert, scheint eine Einhaltung des deutschen DOC-Grenzwerts umgelegt auf Österreich derzeit nicht ohne Weiteres möglich.

Aufgrund der erhaltenen Ergebnisse bei den DOC-Vergleichen zwischen Österreich und Deutschland kann nicht geschlussfolgert werden, dass die Unterschiede ausschließlich auf unterschiedliche Herangehensweisen bei der DOC-Analytik zurückzuführen wären (eher vergleichbare Ergebnisse für DOC in Phase 3-1 und Minderbefunde in Phase 3-2 im Vergleich deutsches Labor zu österreichischen Labors).

Anteil des gelösten am gesamten organischen Kohlenstoff

Der Anteil des gelösten am gesamten organischen Kohlenstoff im Eluat lag bei den vorliegenden Untersuchungen im Mittel bei rund 87 %.

Es ist anzunehmen, dass das Verhältnis von gelöstem zu gesamtem organischem Kohlenstoff abhängig von der Art des untersuchten Abfalls und den Rottebedingungen ist.

DOC oder $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$

Nach Abstimmung der methodischen Vorgehensweise bewegen sich die Streuungen für DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ sowohl innerhalb als auch zwischen den beteiligten Labors in der gleichen geringen Größenordnung. In der Folge kann keiner der beiden Parameter für die untersuchten Materialien – Abfälle aus der mechanisch-biologischen Behandlung – dem anderen aufgrund besserer Wiederhol- bzw. Vergleichbarkeit vorgezogen werden.

Eine Entscheidung, welchem der beiden Parameter der Vorzug gegeben werden soll, sollte daher allein aufgrund der gegebenen Problemstellung getroffen werden. Gegebenenfalls kann auch das Erscheinungsbild der Proben in die Entscheidung mit einbezogen werden, da eine Trennung zwischen fester und flüssiger Phase durch Zentrifugation bei manchen Materialien nur eingeschränkt möglich ist (aufschwimmende Kunststoffe, Holz etc.).

5.6.2 Gegenüberstellung der Stabilitätsparameter mit dem organischen Kohlenstoff im Eluat

Zwischen AT_4 und GB_{21} kann bei Betrachtung der vorliegenden Daten ein linearer Zusammenhang beobachtet werden. Durch den Verlauf der Regressionsgeraden wird ersichtlich, dass die Einhaltung des AT_4 -Grenzwerts von 7 mg O_2 /kg TM bei den gegenständlich betrachteten Proben zweier MBA-Anlagen die Einhaltung des GB_{21} -Grenzwerts von 20 NI/kg TM nach sich zieht.

Die Bestimmung der Stabilitätsparameter aus der zur Eluataufbereitung vorbereiteten Probe führt im Vergleich mit den Werten, die nach der herkömmlichen Probenaufbereitung erhalten wurden, bei AT_4 zu rund 6 % und bei GB_{21} zu ca. 10 % höheren Werten.

Auf Basis der vorliegenden Untersuchungen beim deponiefähigen MBA-Material (Stabilitätsparameter AT_4 und GB_{21} unter den Grenzwerten) ist ein eindeutiger Zusammenhang der Stabilitätsparameter mit dem organischen Kohlenstoff nicht ableitbar.

Eine endgültige Aussage zur Korrelation AT_4 und GB_{21} mit dem organischen Kohlenstoff im Eluat kann mangels ausreichender Datengrundlage nicht getroffen werden.

Während es plausibel erscheinen mag, dass zwischen dem Gehalt an organischem Kohlenstoff in einem Abfall(eluat) und dessen biologischer Aktivität ein eindeutiger Zusammenhang besteht, so sind dabei doch die in Kapitel 3.4 angeführten Zusammenhänge zu bedenken:

Da es sich bei den untersuchten Proben, mit Ausnahme der Probe B_P01, um bereits deponiertes bzw. relativ weitgehend gerottetes Material handelt, steht zu vermuten, dass die teilweise recht hohen DOC- bzw. TOC_{Eluat} -Gehalte hauptsächlich von nicht bzw. sehr schwer biologisch abbaubaren Abfallinhaltsstoffen herrühren.

Das würde auch die stark erhöhte biologische Aktivität der relativ frischen Probe B_P01 erklären, bei (zum Zeitpunkt der Bestimmung der Stabilitätsparameter) im Vergleich eher durchschnittlichen DOC- bzw. TOC_{Eluat} -Gehalten.

Es erscheint logisch, dass eine mögliche Korrelation von organischem Kohlenstoff mit den Stabilitätsparametern mit zunehmendem Abfallalter bzw. Rottegrad abnimmt, da das Verhältnis von abbaubarem Material zu nicht bzw. sehr schwer abbaubarem Material durch den Bioabbau zwangsläufig kleiner werden muss.

Zur Beurteilung der Abfallreife eines unbekanntes Abfalls erscheint die Bestimmung des DOC oder TOC_{Eluat} daher weitgehend ungeeignet, sofern dabei kein zeitlicher Verlauf berücksichtigt oder gleichzeitig die Zusammensetzung des organischen Kohlenstoffs untersucht wird.

Der organische Kohlenstoff im Eluat scheint in diesem Zusammenhang am ehesten ein Indikator für die Zusammensetzung des Inputmaterials und der Rottebedingungen zu sein.

Falls überhaupt, dann wäre demnach einzig bei gleichbleibender Abfallinputqualität sowie absolut konstanten Rottebedingungen eine Beurteilung der Abfallreife aufgrund des DOC- oder TOC_{Eluat} -Gehalts nach einer „Kalibrierung“ mit einer ausreichenden Anzahl an Proben gegen die Stabilitätsparameter denkbar.

5.7 Ausblick

Im Zuge der Arbeiten zu diesem Bericht konnten verschiedene Einflussgrößen auf die Bestimmung des organischen Kohlenstoffs in Abfalleluaten in Form der Summenparameter DOC bzw. $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ identifiziert werden. Einige von diesen finden bisher in der Normierung der Parameter keinerlei Beachtung.

Zu den beobachteten Einflussgrößen, die keinen normativen Vorgaben unterworfen sind, zählt beispielsweise die Wahl der Filtermaterialien bei der Eluat-aufbereitung für die DOC-Bestimmung und die Wahl der Zentrifugationsdauer bei der Bestimmung des $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$.

Auch verschiedene Aspekte der instrumentellen Analytik erwiesen sich als deutlich problematischer als dies bei anderen Matrices der Regelfall ist. Vor allem die Vorgehensweise zur Entfernung des anorganischen Kohlenstoffs zeigte sich als stark ergebnisbeeinflussend.

Zusätzlich zur Ausarbeitung einer detaillierten Methode zur Bestimmung von DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ (unter Festlegung verschiedener Parameter zur Ausschaltung der oben erwähnten Einflussfaktoren) konnten außerdem verschiedene Untersuchungen zur Überprüfung möglicher Korrelationen des organischen Kohlenstoffs mit den Stabilitätsparametern (AT_4 und $\text{GB}_{2,1}$) durchgeführt werden.

Die in diesem Bericht verwendeten Daten stammen aus Untersuchungen von MBA-Abfällen aus nur zwei österreichischen Anlagen.

Zur Erlangung einer größeren Datenbasis sind weitere Untersuchungen in Form von Ringversuchen (auf nationaler oder internationaler Ebene) ein logischer nächster Schritt.

Basierend auf einer derartigen Datenbasis könnten fundierte Aussagen zur allgemeinen Gültigkeit der im Bericht getroffenen Aussagen sowie Entscheidungen zu einer detaillierteren Normierung der Analytik von DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ in Abfalleluaten getroffen werden.

Die in diesem Bericht dargelegte Projektmethode kann als Basis für eine einheitliche Vorgehensweise bei der Analytik im Zuge von Ringversuchen bzw. bei der Normierung dienen.

Als die wichtigsten, festzulegenden Parameter stellen sich für nachfolgende Untersuchungen in der Eluataufbereitung einheitliche Zentrifugationsbedingungen für den $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ (genormte Zentrifugationsdauer und RZB) bzw. Filtrationsbedingungen für den DOC (genormte Filtermaterialien und Filtrationsbedingungen) dar.

Bei der weiterführenden Analytik sollte das Hauptaugenmerk auf der Entfernung des anorganischen Kohlenstoffs (Säurezugabe, Ausblasdauer und -intensität) sowie festgelegter Verdünnungsschritte liegen.

Nur durch eine im Detail normierte, alle Einflussfaktoren berücksichtigende Vorgehensweise zur Analytik des DOC und $\text{TOC}_{\text{Eluat}}$ in Abfalleluaten kann die Vergleichbarkeit von Analyseergebnissen sichergestellt werden.

6 LITERATURVERZEICHNIS

- ASA E. V. (2006): Ingenieurbüro für Abfallwirtschaft und Energietechnik: Anforderungen an den luftseitigen Emissionsschutz bei der mechanisch-biologischen Abfallbehandlung.
http://www.asa-ev.de/fileadmin/download/rubrik/05_Stellungnahme/ASA_Neubewertung_Vorgaben_AbfAbIV.pdf.
- BARRENA, R.; D'IMPORZANO, G.; PONS, S.; GEA, T.; ARTOLA, A.; VAZQUEZ, F.; SANCHEZ, A. & ADANI, F. (2009): In search of a reliable technique for the determination of the biological stability of the organic matter in the mechanical–biological treated waste. *Journal of Hazardous Materials* 162 (2009): 1065–1072, Elsevier B.V.
- BERTHE, C.; REDONB, E. & FEULLADE, G. (2007): Fractionation of the organic matter contained in leachate resulting from two modes of landfilling: An indicator of waste degradation. *Journal of Hazardous Materials* 154 (2008): 262–271, Elsevier B.V.
- BOCKREIS, A. & STEINBERT, I. (2006): Schwankungsbreiten bei der Analytik der Zuordnungskriterien (AbfAbIV). In: Kühle-Weidemeier, M. (Hrsg.): *Abfallforschungstage 2006, Tagungsband. 1. Auflage*, Cuvillier Verlag, Göttingen (DE) 2006. ISBN 3-86537-863-3. S. 145–155
- BRINKMANN, U.; HÖRING, K.; HEIM, M. & EHRIG, H.J. (1996): Emissionsverhalten von unbehandeltem und mechanisch-biologisch vorbehandeltem Restmüll unter Deponiebedingungen; *Müll und Abfall* 2. 96, ESV – Erich Schmidt Verlag GmbH & Co., Genthiner Straße 30 G, 10785 Berlin.
- CHRISTENSEN, J. B.; BOTMA, J. J. & CHRISTENSEN, T. H. (1999): Complexation of Cu and Pb by DOC in polluted groundwater: a comparison of experimental data and predictions by computer speciation models (WHAM and MINTQA2). *Water Research* Vol. 33, No. 5: 3231–3238. Elsevier B.V.
- CHRISTENSEN, J.B. & CHRISTENSEN, T.H. (2000): The effect of pH on the complexation of Cd, Ni and Zn by dissolved organic carbon from leachate-polluted groundwater. *Water Research* Vol. 34, No. 15: 3743–3754 Elsevier B.V.
- FRICKE, K. & TURK, T. (2000) Stand der Perspektiven der biologischen Abfallverwertung und -behandlung in Deutschland. *TA-Datenbank-Nachrichten*, Nr. 1, 9. Jahrgang März 2000. S. 24–36
- GRUBER, G. (1999): Der biologisch abbaubare Kohlenstoffgehalt in der Abwassertechnik BTOC und BDOC als Alternative zum BSB, *Schriftenreihe zur Wasserwirtschaft der TU-GRAZ*, Band 33, 1999.
- HARTLIEB, N.; MARSCHNER, B. & KLEIN, W. (2001): Transformation of dissolved organic matter (DOM) and ¹⁴C-labelled organic contaminants during composting of municipal biowaste. *The Science of the Total Environment* 278 (2001): 1–10. Elsevier B.V.
- HUBER, S. (2009): DOC (teil-)enttarnt Bedeutung für die Wasseranalytik. *GIT Labor-Fachzeitschrift* 7/2009.
- KETELSEN, K. & BAHN S. (2007): Schwankungsbreiten von Analyseergebnissen und Entwicklung von Analysenstandards. 10. Münsteraner Abfallwirtschaftstage, 05.–07.02.2007.

- MERCK (o.J.): Merck Chemicals, Gebrauchsanweisung Spectroquant TOC-Küvetten-test Art.Nr.: 14878.
- ROHRING, D. & BAHN, S. (2006): Schwankungsbreiten von Analyseergebnissen und Entwicklung von Analysenstandards. Berliner Energiekonferenz (TK), 08.–09.11.06.
- SAID-PULLICINO, D.; Erriquens, F. G.; & GIGLIOTTI, G. (2006a): Changes in the chemical characteristics of water-extractable organic matter during composting and their influence on compost stability and maturity. *Bioresource Technology* 98 (2007): 1822–1831, Elsevier B.V.
- SAID-PULLICINO, D.; KAISER, K.; GUGGENBERGER, G. & GIGLIOTTI, G. (2006b): Changes in the chemical composition of water-extractable organic matter during composting: Distribution between stable and labile organic matter pools. *Chemosphere* 66 (2007): 2166–2176, Elsevier B.V.
- SHAO, Z-H.; HE, P-J.; ZHANG, D-Q. & SHAO, L-M. (2008): Characterization of water-extractable organic matter during the biostabilization of municipal solid waste. *Journal of Hazardous Materials*, 164, (2009): 1191–1197, Elsevier B.V.
- SHIMADZU (o.J.): Shimadzu Corporation: TOC-V CPH/CPN Total organic Carbon Analyzer user's manual; 638-94241D.
- UMWELTBUNDESAMT (2007): Binner, E. & Denner, M.: Evaluierung des Abfallannahmeverfahrens für MB-Abfälle zur Deponierung, Studie AMBA. Report Bd. REP-0112. Umweltbundesamt, Wien.
- ZMORA-NAHUMA, S.; MARKOVITCHA, O.; TARCHITZKYB, J. & CHENA, Y. (2005): Dissolved organic carbon (DOC) as a parameter of compost maturity. *Soil Biology & Biochemistry* 37 (2005): 2109–2116, Elsevier B.V.

Rechtsnormen und Leitlinien

- Abfallablagerungsverordnung (AbfAbIV; BGBl. I S. 305), zuletzt geändert durch Artikel 1 der Verordnung vom 13. Dezember 2006 (BGBl. I S. 2860). Verordnung über die umweltverträgliche Ablagerung von Siedlungsabfällen.
- Deponieverordnung 2008, DVO 2008 (DVO; BGBl. II Nr. 39/2008): 39. Verordnung des Bundesministers für Land- und Forstwirtschaft, Umwelt und Wasserwirtschaft über Deponien.
- DIN 38414-4 (1984): Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4).
- DIN 53804-1 (2002): Statistische Auswertung – Teil 1: Kontinuierliche Merkmale
- DIN CEN/TS 14429 (2006): Vornorm. Charakterisierung von Abfällen Untersuchung des Auslaugungsverhaltens – Einfluss des pH-Wertes unter vorheriger Säure/Base Zugabe.
- DIN EN 12457-4 (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).

- ISO 11465 (1993): Soil quality – Determination of dry matter and water content on a mass basis – Gravimetric method.
- ÖNORM CEN/TS 15364 (2006): Vornorm. Charakterisierung von Abfällen – Untersuchung des Auslaugverhaltens – Prüfung der Säure- und Base-Neutralisierungskapazität.
- ÖNORM EN 1484 (1997): Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC).
- ÖNORM EN 12457-4 (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).
- ÖNORM EN 13370 (2003): Charakterisierung von Abfällen – Chemische Analyse von Eluaten – Bestimmung von Ammonium, AOX, Leitfähigkeit, Hg, Phenolindex, TOC, leicht freisetzbarem CN-, F-.
- ÖNORM EN 14346 (2007): Charakterisierung von Abfällen – Berechnung der Trockenmasse durch Bestimmung des Trockenrückstandes oder des Wassergehaltes
- ÖNORM M 6270 (1985): Bestimmung des Wassergehaltes und des Trockenrückstandes bzw. der Trockensubstanz von Schlamm und Sedimenten
- ÖNORM S 2027-1 (2004): Vornorm. Stabilitätsparameter zur Beurteilung von mechanisch-biologisch vorbehandelten Abfällen – Teil 1: Atmungsaktivität (AT₄).
- ÖNORM S 2027-2 (2004) Stabilitätsparameter zur Beurteilung von mechanisch-biologisch vorbehandelten Abfällen - Teil 2: Gasspendensumme im Inkubationstest (GS₂₁).
- ÖNORM S 2027-3 (2004): Vornorm. Stabilitätsparameter zur Beurteilung von mechanisch-biologisch vorbehandelten Abfällen – Teil 3: Gasbildung im Gärttest (GB₂₁).
- ÖNORM S 2115 (1997): Bestimmung der Eluierbarkeit von Abfällen mit Wasser.
- Ratsentscheid 2003/33/EG: Entscheidung des Rates vom 19. Dezember 2002 zur Festlegung von Kriterien und Verfahren für die Annahme von Abfällen auf Abfalldeponien gemäß Artikel 16 und Anhang II der Richtlinie 1999/31/EG.
- TASi (TA Siedlungsabfall): Technische Anleitung zur Verwertung, Behandlung und sonstigen Entsorgung von Siedlungsabfällen (Dritte Allgemeine Verwaltungsvorschrift zum Abfallgesetz) vom 14. Mai 1993.
- Verordnung zur Vereinfachung des Deponierechts (BGBl. I 22/2009): Bundesgesetzblatt Jahrgang 2009 Teil I Nr. 22, ausgegeben zu Bonn am 29. April 2009.

7 ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS

A.....	Fa. Agrolab, z. B.: A_P01 A , Anlage A, Probennummer 01, 1. unabhängiger Eluatansatz durch Fa. Agrolab
AbfAbIV	Abfallablagerungsverordnung
ADR.....	Abdampfrückstand
AT ₄	Die Atmungsaktivität ist ein Parameter zur Beurteilung der biologischen Reaktivität bzw. des Rottegrades von Abfällen unter aeroben Bedingungen und stellt eine Maßzahl für die massebezogene Menge an Sauerstoff dar, die über eine bestimmte Zeitspanne (z. B. 4 Tage = AT ₄) durch mikrobielle Umsetzung verbraucht wird (Vornorm ÖNORM S 2027-1).
BGBI.....	Bundesgesetzblatt
BSB	Biologischer Sauerstoffbedarf
CSB	Chemischer Sauerstoffbedarf
Da.....	Dalton: atomare Masseneinheit nach John Dalton. Als Bezugsmasse dient das Wasserstoffatom, das willkürlich auf den Wert 1 festgelegt ist.
DOC	Gelöster organisch gebundener Kohlenstoff (D issolved O rganic C arbon): bezieht sich auf den Gehalt an organisch gebundenem Kohlenstoff in einer Lösung nach Filtration derselben durch ein 0,45 µm Membranfilter
DOM	Gelöste organische Substanz (D issolved O rganic M atter): DOM stellt die Gesamtheit der in Lösung vorliegenden organischen Substanz dar
DOT.....	Eine mit dem Analyten dotierte Probe
DVO 2008.....	Deponieverordnung 2008
GB ₂₁	Die Bestimmung der Gasbildung im Gärtest über 21 Tage (Test im Flüssigmilieu mit Zusatz von Impfschlamm) ist ein Verfahren zur Beurteilung der Ablagerungsfähigkeit von mechanisch-biologisch behandelten Abfällen und stellt eine Maßzahl für die massebezogene Menge an Gas dar, das über eine bestimmte Zeitspanne im Inkubationstest (z. B. 21 Tage = GB ₂₁) durch mikrobielle Umsetzung gebildet wird (Vornorm ÖNORM S 2027-3).
GF	Glasfaser
GS ₂₁	Die Bestimmung der Gasspendensumme im Inkubationstest über 21 Tage (Test im Feststoffmilieu ohne Impfen) ist ein Verfahren zur Beurteilung der Ablagerungsfähigkeit von mechanisch-biologisch behandelten Abfällen und stellt eine Maßzahl für die massebezogene Menge an Gas dar, das über eine bestimmte Zeitspanne im Inkubationstest (z. B. 21 Tage = GS ₂₁) durch mikrobielle Umsetzung gebildet wird (Vornorm ÖNORM S 2027-2).
IC.....	Anorganischer Kohlenstoff (I norganic C arbon)
i.d.F.	in der Fassung

LC-OCD	L iquid C hromatography – O rganic C arbon D etection: Analysenverfahren das auf der chromatographischen Trennung der organischen Substanz mittels Flüssigchromatographie und anschließender Detektion des organischen Kohlenstoffs beruht. Als Ergebnis erhält man eine Art Spektrum, in dem die organische Substanz nach Stoffgruppen getrennt aufscheint.
LF	Elektrische Leitfähigkeit
L/S	Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis (L iquid/ S olid)
Lutro	Luftgetrocknet
Max	Maximum. Größter Wert einer Stichprobe
MBA	Mechanisch-biologische Abfallbehandlung
Median	Median (früher: Zentralwert). Der Median einer Stichprobe ist bei einer ungeraden Anzahl von Einzelwerten der Wert in der Mitte der Rangfolge. Bei einer geraden Anzahl n von Einzelwerten eines messbaren Merkmals wird der Median durch das arithmetische Mittel der beiden Werte in der Mitte der Rangfolge definiert. Im Gegensatz zum arithmetischen Mittelwert hängt der Median von den Extremwerten der Stichprobe nicht ab (DIN 53804-1).
min	Minuten
MW	Arithmetischer Mittelwert. Summe der Einzelwerte der Stichprobe geteilt durch ihre Anzahl n (DIN 53804-1). Bei Vorliegen einer Abweichung von einer symmetrischen Verteilung (wie z. B. Normalverteilung) durch das Vorliegen von vereinzelt hohen Werten der Stichprobe unterscheiden sich Mittelwert und Median voneinander – im Falle des Vorliegens einer Normalverteilung sind Mittelwert und Median vergleichbar.
N	Normalität, Äquivalentkonzentration
NDIR	Nicht dispersive Infrarotspektroskopie
NPOC	Nicht austreibbarer organisch gebundener Kohlenstoff (N on- P urgeable O rganic C arbon): unter den gewählten Bedingungen zur Entfernung des IC nicht-flüchtiger organische Kohlenstoff
OC	Organisch gebundener Kohlenstoff (O rganic C arbon): bezeichnet organisch gebundenen Kohlenstoff ohne weitere Angaben zu Matrix und Zustand (gelöst, ungelöst etc.) desselben
PAH	Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (P olycyclic A romatic H ydrocarbons)
PC	Polycarbonat
QC-Eluat	Q uality C ontrol-Eluat: Eluatlösung die von beiden österreichischen Labors zur Qualitätssicherung eingesetzt wurde
RSD	Relative Standardabweichung (auch Variationskoeffizient). Die relative Standardabweichung ist der Quotient aus der Standardabweichung und dem Mittelwert, multipliziert mit 100.
RT	Raumtemperatur

RZB	Relative Zentrifugalbeschleunigung: Maß für die Intensität einer Zentrifugation, angegeben in Mehrfachen der Erdbeschleunigung <i>g</i> .
SD	Standardabweichung. Die Standardabweichung ist die positive Wurzel aus der Varianz. Sie ist ein Maß für die Streuung der Einzelwerte um den Mittelwert. Die Standardabweichung hat die Maßeinheit der Einzelwerte (DIN 53804-1).
TA.....	Technische Anleitung
TC.....	Gesamtkohlenstoff (T otal C arbon)
TIC.....	Gesamter anorganischer Kohlenstoff (T otal I norganic C arbon)
TM	Trockenmasse. Trockenrückstand eines Materials, der nach Trocknung bei 105 °C bis zur Gewichtssubstanz verbleibt. Angabe in % Feuchtmasse
TSP	Tagessammelprobe
TOC _{Eluat}	TOC _{Eluat} bezieht sich auf den Gesamtgehalt an organischem Kohlenstoff im Eluat nach Zentrifugation. Oft wird auch nur die Abkürzung TOC verwendet, was allerdings zu Verwechslungen mit dem TOC im Feststoff führen kann. In der Regel geht aus dem Kontext hervor, um welchen TOC es sich handelt.
U.....	Umweltbundesamt GmbH, z. B.: A_P01_ U 1 – Anlage A, Probe 01, 1. unabhängiger Eluatansatz durch Umweltbundesamt
UPM	Umdrehungen pro Minute
VF.....	Vorfilter
VK.....	Variationskoeffizient
WEOM.....	In Wasser extrahierbare organische Substanz (W ater E xtractable O rganic M atter): siehe DOM
WF	Wiederfindungsrate

8 ANHANG

8.1 Projektmethode zur Bestimmung von DOC und TOC_{Eluat}

Eluatansatz

- Einwaage: Mindestanforderung: ca. 90 g, bezogen auf die TM
- Zugabe von Reinstwasser bis Feststoff: Flüssigkeitsverhältnis = 1:10
- Elution durch Schütteln: 24 h Überkopf bei 6 UPM

Eluataufbereitung Zentrifugation

- Eluat 15 min absetzen lassen
- Danach 30 min zentrifugieren bei einer mittleren RZB von: ca. 6.000 g

Eluataufbereitung Filtration

- Zentrifugiertes Eluat filtrieren
 - Druckfiltration bei ca. 3 bar
 - GF-Vorfilter (GF 6 Vorfilter, Machery-Nagel)
 - 0,45 µm Membranfilter (Cellulosemischester, Whatman)

Stabilisierung

- TOC_{Eluat}: unmittelbar nach dem Zentrifugieren: Probe mit konz. HCL auf pH < 2 ansäuern.
- DOC: unmittelbar nach dem Filtrieren: Probe mit konz. HCL auf pH < 2 ansäuern.

Messung

- Probenverdünnung: 1:10 (reduziert Schaumbildung beim Ausblasen)
- Anzahl Injektionen: 3/4
- Anzahl Waschungen: 3
- Max. SD: 0,2 mg/l
- Max. VK: 2 %
- Ausblaszeit: 11 Minuten
- Gasdurchflussrate: ca. 150 ml/min (Ergänzung für Phase 3, Teil 2)
- Automatische Säurezugabe: 2 %
- Rühren während der Messung des TOC_{Eluat} (Magnetrührer)
- Benutzung der für schwebstoffhaltige Proben geeigneten Ansaugnadel des Autosamplers

Diese Einstellungen zur Messung wurden an einem Total Organic Carbon Analyzer TOC V_{CPN} der Firma Shimadzu erprobt.

8.2 Analyseergebnisse

Die grau unterlegten Messwerte für die Trübung sind aufgrund der unterschiedlichen Messmethoden (Streulicht und Durchlicht) in den beiden Labors nicht vergleichbar.

8.2.1 Phase 1

Tabelle 22: Analyseergebnisse Hausmethoden Proben der Anlage A.

Probencode	A_P01_U1		A_P01_U2		A_P01_A		A_P02_U1		A_P02_U2		A_P02_A	
	MW	SD	MW	SD	MW	SD	MW	SD	MW	SD	MW	SD
Trockenmasse	-	% lutro->105 °C	65,57	66,6	66,6	66	1	1	64,91	64,5	65	0,4
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (A _{T4})	-	mg O ₂ /g TM	7,02	7,02	7,02	7,02	7,02	7,02	7,02	7,02	7,02	7,02
Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	NI/kg TM	19,7	19,7	19,7	19,7	19,7	19,7	19,7	19,7	19,7	19,7
Zentrifugation bei RZB	g		ca. 11.000	ca. 11.000	ca. 6.300	ca. 11.000	ca. 11.000	ca. 11.000	ca. 11.000	ca. 6.300	ca. 11.000	ca. 6.300
getrennter Eluatansatz			x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	71.100	72.000	61.300	66.425	7.248	11	60.700	60.500	60.600	0
pH-Wert	F	-	7,71	7,61	7,98	7,82	0	3	7,81	7,88	8,09	0
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	725	728	706	716	14	2	697	696	751	39
Trübung	F	NTU	540	690	2	309	433	141	380	390	2,7	139
DOC als C	F	mg/kg TM	11.800	11.800	9.700	10.750	1.485	14	7700	7.700	5.500	24
getrennter Eluatansatz			x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
pH-Wert	Z_5 min	-	7,47	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53
El. Leitfähigkeit	Z_5 min	mS/m	732	740	740	740	740	740	740	740	740	740
Trübung	Z_5 min	NTU	1.900	1.800	1.800	1.800	1.800	1.800	1.800	1.800	1.600	1.600
TOC als C	Z_5 min	mg/kg TM	12.900	13.800	13.800	13.800	13.800	13.800	13.800	13.800	11.000	11.000
pH-Wert	Z_10 min	-	7,55	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53	7,53
El. Leitfähigkeit	Z_10 min	mS/m	748	740	740	740	740	740	740	740	758	758
Trübung	Z_10 min	NTU	1.100	1.200	1.200	1.200	1.200	1.200	1.200	1.200	920	920
TOC als C	Z_10 min	mg/kg TM	13.000	13.000	13.000	13.000	13.000	13.000	13.000	13.000	9.400	9.400

Probencode	A_P01_U1	A_P01_U2	A_P01_A	A_P02_U1	A_P02_U2	A_P02_A	MW	SD	RSD [%]
Parameter	Filteriert F/ Einheit Zentrifugiert Z			Filteriert F/ Einheit Zentrifugiert Z			MW	SD	RSD [%]
pH-Wert	Z_15 min	-	7,58	7,59	7,99				
El. Leitfähigkeit	Z_15 min	mS/m	740	746	750				
Trübung	Z_15 min	NTU	1.200	850	720				
TOC als C	Z_15 min	mg/kg TM	12.900	12.900	8.900				
pH-Wert	Z_20 min	-	7,61	7,61	7,97	7,68	7,70	7,83	0
El. Leitfähigkeit	Z_20 min	mS/m	739	739	753	716	717	735	26
Trübung	Z_20 min	NTU	760	760	850	850	1.100	600	788
TOC als C	Z_20 min	mg/kg TM	12.400	12.600	8.100	8.100	8.200	7.600	7.875
pH-Wert	Z_30 min	-	7,68	7,74	7,83	7,80	0	2	2
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	734	738	741	738	4	0	736
Trübung	Z_30 min	NTU	740	650	280	488	293	60	698
TOC als C	Z_30 min	mg/kg TM	12.300	12.000	13.000	12.575	601	5	6.800
									7.475

Tabelle 23: Analyseergebnisse Hausmethoden Proben der Anlage B.

Probencode	B_P01_U1	B_P01_U2	B_P01_A	B_P02_U	B_P02_A1	B_P02_A2	MW	SD	RSD [%]
Parameter	Filteriert F/ Einheit Zentrifugiert Z			Filteriert F/ Einheit Zentrifugiert Z			MW	SD	RSD [%]
Trockenmasse	-	% lutro->105 °C	49,68	49,68	48,4	49	1	2	74,8
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	-	mg O ₂ /g TM	30,4	30,4	2,45	2,45	2,36	2	75
Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	NI/kg TM	63	63	10,2	10,2	10,6	10	0
Zentrifugation bei RZB getrennter Eluatansatz	g		ca. 11.000	ca. 11.000	ca. 6.300	ca. 11.000	ca. 6.300	ca. 6.300	ca. 6.300
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	44.900	46.900	39.200	42.550	4.738	11	32.500
pH-Wert	F	-	7,21	7,33	7,59	7,43	0	3	8,08
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	425	456	450	445	6	1	406
Trübung	F	NTU	500	770	8,4	322	443	138	310
DOC als C	F	mg/kg TM	9.400	9.300	5.700	7.525	2.581	34	4.800
									3.700
									3.400
									4.175
									601
									21

Probencode	B_P01_U1	B_P01_U2	B_P01_A	B_P02_U	B_P02_A1	B_P02_A2	MW	SD	RSD [%]	MW	SD	RSD [%]
Parameter	Filtriert F/ Zentrifugiert Z		Einheit				MW	SD	RSD [%]	MW	SD	RSD [%]
getrennter Eluatansatz												
pH-Wert												
Z_5 min	x	x		x	x	x						
pH-Wert												
Z_5 min			mS/m									
Ei. Leitfähigkeit												
Z_5 min			NTU									
Trübung												
Z_5 min			mg/kg TM									
TOC als C												
Z_10 min												
pH-Wert												
Z_10 min			mS/m									
Ei. Leitfähigkeit												
Z_10 min			NTU									
Trübung												
Z_10 min			mg/kg TM									
TOC als C												
Z_15 min												
pH-Wert												
Z_15 min			mS/m									
Ei. Leitfähigkeit												
Z_15 min			NTU									
Trübung												
Z_15 min			mg/kg TM									
TOC als C												
Z_20 min												
pH-Wert												
Z_20 min	7,10	7,15	mS/m	7,20	0	2	7,98	8,18	0	3		
Ei. Leitfähigkeit												
Z_20 min	477	455	NTU	488	31	6	435	430	9	1		
Trübung												
Z_20 min	1.300	2.000	mg/kg TM	1.095	785	72	390	435	52	15		
TOC als C												
Z_20 min	11.100	12.000		11.275	389	3	4.600	5.050	557	13		
pH-Wert												
Z_30 min				7,28				8,39		8,37		
Ei. Leitfähigkeit												
Z_30 min			mS/m	510				418		433		
Trübung												
Z_30 min			NTU	540				480		480		
TOC als C												
Z_30 min			mg/kg TM	11.000				5.300		5.700		

8.2.2 Phase 2

8.2.2.1 Phase 2, Teil 1

Tabelle 24: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 1 Probe A_P01.

Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	A_P01_U1 A_P01_U2 A_P01_U3 (Z) (VF/Filter U)		A_P01_A1 A_P01_A2 A_P01_A3 (VF/Filter U) (Z)		MW	SD	RSD [%]	MW der Labor MW	SD der Labor MW	RSD der Labor MW [%]	MW der Labor MW ± 2SD
			ca.	ca.	ca.	ca.							
getrennter Eluatansatz			x	x	x	x							
Trockenmasse	-	% Iutro->105 °C		64,8		65,5							
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 11.000	ca. 6.200	ca. 11.000	ca. 6.300	ca. 3.500						
Abdampfrückstand	F	mg/kg TM	67.600	66.400	65.700	66.567	961	1	60.600	65.600	60.567	5.050	8 63.567 4.243 7
pH-Wert	F	-	7,75	7,79	7,85	7,80	0,05	1	7,77	7,70	7,79	0,10	1 8 0 0
Ei. Leitfähigkeit	F	mS/m	663	640	663	655	13	2	660	670	653	22	3 654 2 0
Trübung	F	NTU	177	198	94	156	55	35	39	76	54	20	37 105 73 69
DOC als C – gemessen U (Laborlab (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	7.260	7.450	6.200	6.970	674	10	6.080	6.420	5.973	508	9 6.472 705 11
DOC als C – gemessen U (Laborlab (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	6.500	5.328	6.550	6.126	692	11	6.110	6.820	6.097	730	12 6.111 21 0
Mittelwert		mg/kg TM	6.880	6.389	6.375	6.548	288	4	6.095	6.620	6.035	617	10 6.050 108 2 6.050±216
SD		mg/kg TM	537	1.501	247				21	283	42		
RSD		%	8	23	4				0	4	1		
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	112	140	95				100	94	101		

Probencode		A_P01_U1 A_P01_U2 A_P01_U3 (Z) (VF/Filter A)		A_P01_A1 A_P01_A2 A_P01_A3 (VF/Filter U)		(Z)									
Parameter	Filteriert F/ Zentrifugi- ert Z	Einheit	MW	SD	RSD [%]	MW	SD	RSD [%]	SD der Labor MW	SD der Labor MW	RSD der Labor MW [%]	MW der Labor MW	MW der Labor MW	± 2SD	
getrennter Eluatansatz			x	x		x		x							
pH-Wert	Z_5 min	-	7,78	7,78	0,00	0	7,62	7,58	0,06	1	8	0	2		
El. Leitfähigkeit	Z_5 min	mS/m	715	698	12	2	752	747	750	4	0	728	30	4	
Trübung	Z_5 min	NTU	1.187	2.800	1.994	1.141	57	750	925	247	27	1.459	756	52	
TOC als C – ge- messen Fa. Agrolab (Labormit- telwert)	Z_5 min	mg/kg TM	7.580	8.140	7.860	396	5	8.570	9.300	8.935	516	6	8.398	760	9
TOC als C – ge- messen U (La- bormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	8.030	9.185	8.608	817	9	8.720	9.170	8.945	318	4	8.776	239	3
Mittelwert		mg/kg TM	7.805	8.663	8.234	606	7	8.645	9.235	8.940	417	5	8.771	232	3
SD		mg/kg TM	318	739			106		92						8.771±463
RSD		%	4	9			1		1						
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	94	89			98		101						
pH-Wert	Z_15 min	-	7,80	7,84	7,82	0,03	0	7,58	7,55	7,57	0,02	0	8	0	2
El. Leitfähigkeit	Z_15 min	mS/m	692	710	701	13	2	748	746	747	1	0	724	33	4
Trübung	Z_15 min	NTU	870	1230	1050	255	24	340	470	405	92	23	728	456	63
TOC als C – ge- messen Fa. Agrolab (Labormit- telwert)	Z_15 min	mg/kg TM	7.370	7.050	7.210	226	3	7.520	7.710	7.615	134	2	7.413	286	4
TOC als C – ge- messen U (La- bormittelwert)	Z_15 min	mg/kg TM	7.103	6.950	7.027	108	2	7.520	7.220	7.370	212	3	7.198	243	3
Mittelwert		mg/kg TM	7.237	7.000	7.118	167	2	7.520	7.465	7.493	39	1	7.321	416	6
SD		mg/kg TM	189	71			0		346						7.321±832
RSD		%	3	1			0		5						
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	104	101			100		107						

Probencode	A_P01_U1 A_P01_U2 A_P01_U3 (Z) (VF/Filter A)			A_P01_A1 A_P01_A2 A_P01_A3 (Z) (VF/Filter U)			MW der Labor MW der Labor MW der Labor			RSD der Labor RSD der Labor RSD der Labor			MW der Labor MW der Labor MW der Labor			
	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit		MW	SD	RSD [%]	MW	SD	RSD [%]	MW	SD	RSD [%]	MW	SD	RSD [%]	MW der Labor MW der Labor MW der Labor
pH-Wert	Z_25 min	-	7,77	7,81	7,79	0,03	0	7,57	7,58	7,60	7,58	0,02	0	8	0	2
El. Leitfähigkeit	Z_25 min	mS/m	625	714	670	63	9	749	749	747	748	1	0	709	56	8
Trübung	Z_25 min	NTU	540	900	720	255	35	280	240	340	287	50	18	503	306	61
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_25 min	mg/kg TM	6.930	7.000	6.965	49	1	7.460	7.120	7.210	7.263	176	2	7.114	211	3
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	Z_25 min	mg/kg TM	6.390	6.880	6.635	346	5	7.790	7.390	7.780	7.653	228	3	7.144	720	10
Mittelwert		mg/kg TM	6.660	6.940	6.800	198	3	7.625	7.255	7.495	7.458	188	3	6.949	444	6
SD		mg/kg TM	382	85	233	191	403									6.949±889
RSD		%	6	1	3	3	5									
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	108	102	96	96	93									
pH-Wert	Z_30 min	-	7,78	7,82	7,80	0,03	0	7,61	7,59	7,60	0,01	0	8	0	2	
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	697	714	706	12	2	745	744	745	1	0	725	28	4	
Trübung	Z_30 min	NTU	581	942	762	255	34	170	270	220	71	32	491	383	78	
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM	6.880	6.990	6.935	78	1	7.350	7.210	7.280	99	1	7.108	244	3	
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM	6.590	6.970	6.780	269	4	7.430	7.740	7.585	219	3	7.183	569	8	
Mittelwert		mg/kg TM	6.735	6.980	6.858	173	3	7.390	7.475	7.433	60	1	7.030	354	5	7.030±707
SD		mg/kg TM	205	14	57	375										
RSD		%	3	0	1	5										
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	104	100	99	93										

Tabelle 25: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 1 Probe A_P02, Eliuatansatz durch Umweltbundesamt.

Probencode	A_P02_U1	A_P02_U2	A_P02_U3 (VF/Filter A)	A_P02_U4 (VF/Filter A)	A_P02_U5 (Z)	A_P02_U6 (Z)	MW	SD	RSD [%]
Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit							
getrennter Eliuatansatz	x	x	x	x	x	x			
Trockenmasse		% lutro→105 °C	64,4						
Zentrifugation bei RZB	ca. 11.000	ca. 11.000	ca. 11.000	ca. 11.000	ca. 6.200	ca. 6.200			
Abdampfrückstand	F	mg/kg TM	66.200	64.000	66.800	61.400	64.700	63.800	64.483 1927 3
pH-Wert	F	-	7,70	7,72	7,74	7,77	7,77	7,79	7,75 0,03 0
Ei. Leitfähigkeit	F	mS/m	691	671	692	668	672	673	678 11 2
Trübung	F	NTU	176	149	103	63	220	184	149 57 39
DOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	5.160	4.970	4.860	4.620	4.990	4.800	4.900 185 4
DOC als C – gemessen U (La-bormittelwert)	F	mg/kg TM	4.900	5.630	5.420	5.060	5.770	5.690	5.412 358 7
Mittelwert		mg/kg TM	5.030	5.300	5.140	4.840	5.380	5.245	5.156 197 4
SD		mg/kg TM	184	467	396	311	552	629	
RSD		%	4	9	8	6	10	12	
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	105	88	90	91	86	84	
getrennter Eliuatansatz	x	x	x	x	x	x			
pH-Wert	Z_5 min	-	7,79	7,92			7,75	7,74	7,80 0,08 1
Ei. Leitfähigkeit	Z_5 min	mS/m	663	674			713	736	697 34 5
Trübung	Z_5 min	NTU	1.431	1.328			2.291	2.183	1.808 499 28
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	7.330	7.200			7.830	7.830	7.548 330 4
TOC als C – gemessen U (La-bormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	7.180	6.920			7.660	7.850	7.403 428 6
Mittelwert		mg/kg TM	7.255	7.060			7.745	7.840	7.475 377 5
SD		mg/kg TM	106	198			120	14	
RSD		%	1	3			2	0	
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	102	104			102	100	

Probencode	A_P02_U1	A_P02_U2	A_P02_U3 (VF/Filter A)	A_P02_U4 (VF/Filter A)	A_P02_U5 (Z)	A_P02_U6 (Z)	MW	SD	RSD [%]
Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit							
pH-Wert	Z_15 min	-	7,84	7,90	7,73	7,74	7,80	0,08	1
Ei. Leitfähigkeit	Z_15 min	mS/m	638	671	738	746	698	52	8
Trübung	Z_15 min	NTU	700	705	965	998	842	162	19
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_15 min	mg/kg TM	6.870	6.510	7.340	7.120	6.960	356	5
TOC als C – gemessen U (La-bormittelwert)	Z_15 min	mg/kg TM	6.560	6.540	6.870	6.800	6.693	167	2
Mittelwert		mg/kg TM	6.715	6.525	7.105	6.960	6.826	257	4
SD		mg/kg TM	219	21	332	226			
RSD		%	3	0	5	3			
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	105	100	107	105			
pH-Wert	Z_25 min	-	7,83	7,89	7,77	7,78	7,82	0,05	1
Ei. Leitfähigkeit	Z_25 min	mS/m	634	658	732	735	690	51	7
Trübung	Z_25 min	NTU	608	746	646	831	708	101	14
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_25 min	mg/kg TM	6.890	6.550	7.120	6.850	6.853	234	3
TOC als C – gemessen U (La-bormittelwert)	Z_25 min	mg/kg TM	6.600	6.060	6.620	6.690	6.493	291	4
Mittelwert		mg/kg TM	6.745	6.305	6.870	6.770	6.673	251	4
SD		mg/kg TM	205	346	354	113			
RSD		%	3	5	5	2			
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	104	108	108	102			
pH-Wert	Z_30 min	-	7,68	7,71	7,74	7,75	7,72	0,03	0
Ei. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	654	662	711	730	689	37	5
Trübung	Z_30 min	NTU	971	930	944	900	936	30	3
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM	6.970	6.650	7.260	7.190	7.018	274	4
TOC als C – gemessen U (La-bormittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM	6.790	6.270	7.000	6.880	6.735	322	5
Mittelwert		mg/kg TM	6.880	6.460	7.130	7.035	6.876	296	4
SD		mg/kg TM	127	269	184	219			
RSD		%	2	4	3	3			
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	103	106	104	105			

Tabelle 26: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 1 Probe A_P02, Eluatansatz durch Fa. Agrolab.

Probencode	A_P02_A1				A_P02_A2				A_P02_A3 (VF/Filter U)				A_P02_A4 (Z)			
	Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	MW	SD	RSD [%]	MW der LaborMW	SD der LaborMW	RSD der LaborMW [%]	MW der LaborMW	SD der LaborMW	RSD der LaborMW [%]	MW der LaborMW ± 2SD			
getrennter Eluatansatz			x	x	x	x										
Trockenmasse	-	% Iutro->105 °C	64,8													
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.300	ca. 6.300	ca. 6300	ca. 3.500										
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	68.400	66000	69700	66.300	67.600	1.761	3	66.042	2204	3				
pH-Wert	F	-	7,67	7,67	7,61	7,70	7,66	0,04	0	7,71	0,06	1				
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	778	769	778	761	772	8	1	725	66	9				
Trübung	F	NTU	52	55	89	100	74	24	33	112	53	48				
DOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	4.800	4860	4990	4.690	4.835	125	3	4.868	46	1				
DOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	5.330	5120	5220	4.990	5.165	145	3	5.288	174	3				
Mittelwert		mg/kg TM	5.065	4990	5105	4.840	5.000	117	2	5.123	408	8	5.123±816			
SD		mg/kg TM	375	184	163	212										
RSD		%	7	4	3	4										
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	90	95	96	94										
getrennter Eluatansatz			x			x										
pH-Wert	Z_5 min	-	7,50		7,52	7,51	0,01	0,01	0	7,66	0,21	3				
El. Leitfähigkeit	Z_5 min	mS/m	815		807	811	6	1	1	754	81	11				
Trübung	Z_5 min	NTU	760		1.100	930	240	26	26	1.369	621	45				
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	8.020		8.330	8.175	219	3	3	7.861	444	6				
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	7.590		8.170	7.860	410	5	5	7.641	338	4				
Mittelwert		mg/kg TM	7.805		8.250	8.028	315	4	4	7.789	546	7	7.789±1092			
SD		mg/kg TM	304		113											
RSD		%	4		1											
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	106		102											

Probencode	A_P02_A1 A_P02_A2 A_P02_A3 A_P02_A4				MW	SD	RSD [%]	MW der LaborMW	SD der LaborMW	RSD der LaborMW [%]	MW der LaborMW ± 2SD
	(VF/Filter U)	(Z)	(Z)	(Z)							
Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit									
pH-Wert	Z_30 min	-	7,57	7,55	7,56	0,01	0	7,64	0,11	1	
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	817	806	812	8	1	750	86	12	
Trübung	Z_30 min	NTU	170	290	230	85	37	583	499	86	
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM	6.800	7.030	6.915	163	2	6.966	72	1	
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM	5.966	6.366	6.166	283	5	6.451	402	6	
Mittelwert		mg/kg TM	6.383	6.698	6.541	223	3	6.825	127	2	6.825±255
SD		mg/kg TM	590	469							
RSD		%	9	7							
Wiederfindung Fa. Agrolab, Basis U		%	114	110							

Tabelle 27: Analyseergebnisse Effekt der Ansäuerungsmethode.

Probenbezeichnung	RZB [g]	Parameter	Zentrifugationszeit [min]	D/TOC – Ansäuerung manuell < pH 2 [mg/kg TM]	D/TOC – Ansäuerung automatisch, 1,5 % 2N HCl (Wert 1) [mg/kg TM]	D/TOC – Ansäuerung automatisch, 1,5 % 2N HCl (Wert 2) [mg/kg TM]	WF automatische Ansäuerung Basis manuelle Ansäuerung [%]
A_P01_U1	ca. 11.000	DOC		8.200	6.500		79
A_P01_U1	ca. 11.000	TOC	5	9.400	8.030		85
A_P01_U1	ca. 11.000	TOC	15	9.100	7.103		78
A_P01_U1	ca. 11.000	TOC	25	8.700	6.390		73
A_P01_U1	ca. 11.000	TOC	30	8.900	6.590		74
A_P01_U2 (Z)	ca. 6.200	DOC		7.800	5.328		68
A_P01_U2 (Z)	ca. 6.200	TOC	5	11.100	9.185		83
A_P01_U2 (Z)	ca. 6.200	TOC	15	9.700	6.950		72
A_P01_U2 (Z)	ca. 6.200	TOC	25	9.500	6.880		72
A_P01_U2 (Z)	ca. 6.200	TOC	30	9.500	6.970		73
A_P01_U3 (VF/Filter A)	ca. 11.000	DOC		7.500	6.550		87
A_P01_A1	ca. 6.300	DOC		7.520	6.110		81
A_P01_A1	ca. 6.300	TOC	5	12.300	8.720		71
A_P01_A1	ca. 6.300	TOC	15	11.000	7.520		68
A_P01_A1	ca. 6.300	TOC	25	11.300	7.790		69
A_P01_A1	ca. 6.300	TOC	30	10.700	7.430		69
A_P01_A2 (VF/Filter U)	ca. 6.300	DOC		8.840	6.820		77
A_P01_A2 (VF/Filter U)	ca. 6.300	TOC	25	10.700	7.390		69
A_P01_A3 (Z)	ca. 3.500	DOC		6.160	5.360		87
A_P01_A3 (Z)	ca. 3.500	TOC	5	13.500	9.170		68
A_P01_A3 (Z)	ca. 3.500	TOC	15	11.800	7.220		61
A_P01_A3 (Z)	ca. 3.500	TOC	25	11.300	7.780		69
A_P01_A3 (Z)	ca. 3.500	TOC	30	10.900	7.740		71
A_P02_U1	ca. 11.000	DOC		5.900	4.900		83
A_P02_U1	ca. 11.000	TOC	5	7.200	7.180		100
A_P02_U1	ca. 11.000	TOC	15	6.500	6.560		101
A_P02_U1	ca. 11.000	TOC	25	6.500	6.600		102
A_P02_U1	ca. 11.000	TOC	30	6.800	6.790		100
A_P02_U2	ca. 11.000	DOC		5.600	5.630		101

Probenbezeichnung	RZB [g]	Parameter	Zentrifugationszeit [min]	D/TOC – Ansäuerung automatisch, < pH 2 [mg/kg TM]	D/TOC – Ansäuerung automatisch, 1,5 % 2N HCl (Wert 1) [mg/kg TM]	D/TOC – Ansäuerung automatisch, 1,5 % 2N HCl (Wert 2) [mg/kg TM]	WF automatische Ansäuerung Basis manuelle Ansäuerung [%]
A_P02_U2	ca. 11.000	TOC	5	7.000	6.920		99
A_P02_U2	ca. 11.000	TOC	15	6.200	6.540		105
A_P02_U2	ca. 11.000	TOC	25	6.300	6.060		96
A_P02_U2	ca. 11.000	TOC	30	6.300	6.270		100
A_P02_U3 (VF/Filter A)	ca. 11.000	DOC		5.400	5.420		100
A_P02_U4 (VF/Filter A)	ca. 11.000	DOC		5.200	5.060		97
A_P02_U5 (Z)	ca. 6.200	DOC		5.800	5.770		99
A_P02_U5 (Z)	ca. 6.200	TOC	5	7.900	7.660		97
A_P02_U5 (Z)	ca. 6.200	TOC	15	6.900	6.870		100
A_P02_U5 (Z)	ca. 6.200	TOC	25	6.800	6.620		97
A_P02_U5 (Z)	ca. 6.200	TOC	30	7.000	7.000		100
A_P02_U6 (Z)	ca. 6.200	DOC		5.500	5.690		103
A_P02_U6 (Z)	ca. 6.200	TOC	5	7.600	7.850		103
A_P02_U6 (Z)	ca. 6.200	TOC	15	6.900	6.800		99
A_P02_U6 (Z)	ca. 6.200	TOC	25	6.700	6.690		100
A_P02_U6 (Z)	ca. 6.200	TOC	30	6.700	6.880		103
A_P02_A1	ca. 6.300	DOC		6.150	5.330		87
A_P02_A1	ca. 6.300	TOC	5	8.760	7.590		87
A_P02_A1	ca. 6.300	TOC	15	7.320	6.170	5.888	82
A_P02_A1	ca. 6.300	TOC	25	7.720	6.600		85
A_P02_A1	ca. 6.300	TOC	30	7.150	6.010	5.923	83
A_P02_A2	ca. 6.300	DOC		5.760	5.120		89
A_P02_A3 (VF/Filter U)	ca. 6.300	DOC		6.550	5.220		80
A_P02_A4 (Z)	ca. 3.500	DOC		5.820	4.990		86
A_P02_A4 (Z)	ca. 3.500	TOC	5	9.280	8.170		88
A_P02_A4 (Z)	ca. 3.500	TOC	15	7.970	6.850		86
A_P02_A4 (Z)	ca. 3.500	TOC	25	7.770	6.630	6.475	84
A_P02_A4 (Z)	ca. 3.500	TOC	30	7.450	6.270	6.463	85

8.2.2.2 Phase 2, Teil 2

Tabelle 28: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe A_P01.

Probencode	A_P01_U4	A_P01_U5	A_P01_A4	A_P01_A5	MW U	SD U	RSD % U	MW Fa. Agrolab	SD Fa. Agrolab	RSD % Fa. Agrolab	MW über Labormittelwerte	SD über Labormittelwerte	RSD % über Labormittelwerte	MW + 2 SD über Labormittelwerte
Parameter	Filtert F/ Zentrifugiert Z	Einheit												
getrennter Eluatansatz			x	x				x	x					
Trockenmasse	-	% lutro->105 °C	64,6				65							
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000	ca. 6.000			ca. 6.000	ca. 6.000						
Abdampfungsstand	F	mg/kg TM	65.700	66.870	66.285	827	1	74.800	67.600	71.200	5.091	7	68.742	3.475
pH-Wert	F	-	7,81	7,85	7,83	0,03	0	7,88	7,65	8	0	2	7,80	0,04
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	634	661	648	19	3	726	693	710	23	3	679	44
Trübung	F	NTU	199	186	193	9	5	48	55	52	5	10	122	100
DOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	F	mg/kg TM						6.860	7.010	6.935	106	2	6.425	722
DOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	6.268	5.560	5.914	501	8	6.708	6.128					
MW								6.784	6.569					
SD								107	624					
RSD %								2	9					
WF Fa. Agrolab Basis U								102	114					

Probencode		A_P01_U4 A_P01_U5 A_P01_A4 A_P01_A5													
Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	MW U	SD U	RSD % U	MW Fa. Agrolab	SD Fa. Agrolab	RSD % Fa. Agrolab	MW über Labormittelwerte	SD über Labormittelwerte	RSD % über Labormittelwerte	MW + 2 SD über Labormittelwerte			
getrennter Eluatansatz															
pH-Wert	Z_30 min	-	7,70	7,72	7,71	0,01	0	7,75	7,52	7,64	0,16	2	7,67	0,05	1
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	700	712	706	8	1	726	746	736	14	2	721	21	3
Trübung	Z_30 min	NTU	615	545	580	49	9	140	150	145	7	5	363	308	85
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM						7.660	8.380	8.020	509	6	7.131	1.258	18
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM	6.027	6.455	6.241	303	5	6.942	7.308						
MW		mg/kg TM						7.301	7.844						
SD		mg/kg TM						508	758						
RSD %		%						7	10						
WF Fa. Agrolab Basis U		%						110	115						

Tabelle 29: Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe A_P02.

Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	A_P02_ A_P02_		A_P02_ A_P02_		MW Fa. Agrolab	SD Fa. Agrolab	RSD % Fa. Agrolab	MW über Labormittelwerte	SD über Labormittelwerte	RSD % über Labormittelwerte	MW + 2 SD über Labormittelwerte
			U7	U8	A5	A6							
getrennter Eluatansatz			x	x									
Trockenmasse	-	% lütro->105 °C	65,0										
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000							
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	66.520	66.020	66.270	354	1	65.700	61.100	63.400	3.253	5	64.835
pH-Wert	F	-	7,81	7,81	7,81	0,00	0	7,56	7,62	8	0	1	7,70
Ei. Leitfähigkeit	F	mS/m	711	713	712	2	0	765	712	739	37	5	725
Trübung	F	NTU	166	168	167	1	1	51	37	44	10	22	106
DOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	F	mg/kg TM						5.000	4.860	4.930	99	2	4.791
DOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	4.847	4.456	4.652	277	6	4.658	4.194				197
MW		mg/kg TM						4.829	4.527				
SD		mg/kg TM						242	471				
RSD %		%						5	10				
WF Fa. Agrolab Basis U		%						107	116				4.791±394

Probencode	A_P02_ A_P02_				A_P02_ A_P02_										
	U7	U8	U	A6	U7	U8	U	A6							
Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	MW U	SD U	RSD %	MW Fa. Agrolab	SD Fa. Agrolab	RSD % Fa. Agrolab	MW über Labormit- telwerte	SD über Labormit- telwerte	RSD % über Labormit- telwerte	MW + 2 SD über La- bormittel- werte			
getrennter Eluatansatz															
pH-Wert	Z_30 min	-	7,78	7,71	7,75	0,05	1	7,47	7,50	7,49	0,02	0	7,62	0,18	2
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	750	753	751	3	0	793	795	794	1	0	773	30	4
Trübung	Z_30 min	NTU	498	607	553	77	14	240	240	240	0	0	396	221	56
TOC als C – ge- messen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM						6.850	6.920	6.885	49	1	6.207	959	15
TOC als C – ge- messen U (Labor- mittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM	5.623	5.435	5.529	133	2	6.133	5.774						
MW		mg/kg TM						6.492	6.347						
SD		mg/kg TM						507	811						
RSD %		%						8	13						
WF Fa. Agrolab Basis U		%						112	120						

Tabelle 30: Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe B_P01, Eluatansätze Umweltbundesamt.

Probencode	B_P01_U1	B_P01_U3 (VF/Filter A)	B_P01_U2	B_P01_U4 (VF/Filter A)	MW	SD	RSD %
Parameter	Filtert F/ Zentrifugiert Z	Einheit					
getrennter Eluatansatz	x	x	x	x			
Trockenmasse	–	% luto→105 °C	47,2				
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000		
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	57.787	46387	44.430	49.428	5.894
pH-Wert	F	–	7,24	7,82	7,81	7,62	0,27
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	480	446	437	451	19
Trübung	F	NTU	295	265	204	201	114
DOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	F	mg/kg TM			40		57
DOC als C – gemessen U (Labor-mittelwert)	F	mg/kg TM	15.188	12319	11.965	13.102	1.447
MW		mg/kg TM					
SD		mg/kg TM					
RSD %		%					
WF Fa. Agrolab Basis U		%					
getrennter Eluatansatz	x	x	x	x			
pH-Wert	Z_5 min	–	7,57	7,60		7,58	0,02
El. Leitfähigkeit	Z_5 min	mS/m	491	570		531	56
Trübung	Z_5 min	NTU	7.534	6.026		6.780	1.066
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM					
TOC als C – gemessen U (Labor-mittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	20.689	19.626		20.157	752
MW		mg/kg TM					
SD		mg/kg TM					
RSD %		%					
WF Fa. Agrolab Basis U		%					

Probencode	B_P01_U1	B_P01_U3 (VF/Filter A)	B_P01_U2	B_P01_U4 (VF/Filter A)	MW	SD	RSD %
Parameter	Filtriert F/ Zentrifugiert Z		Einheit				
pH-Wert	Z_15 min	7,65	7,64		7,65	0,00	0
Ei. Leitfähigkeit	Z_15 min	485,80	541		513	39	8
Trübung	Z_15 min	2,852	2,515		2,684	238	9
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	Z_15 min						
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)		18,244	16,551		17,397	1,197	7
MW							
SD							
RSD %							
WF Fa. Agrolab Basis U							
pH-Wert	Z_25 min	7,63	7,63		7,63	0,00	0
Ei. Leitfähigkeit	Z_25 min	485,40	530,90		508	32	6
Trübung	Z_25 min	2,733,00	2,316,00		2,525	295	12
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	Z_25 min						
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)		18,459	17,466		17,962	702	4
MW							
SD							
RSD %							
WF Fa. Agrolab Basis U							
pH-Wert	Z_30 min	7,35	7,30		7,33	0,04	0
Ei. Leitfähigkeit	Z_30 min	496	442		469	38	8
Trübung	Z_30 min	7,137	13,435		10,286	4,453	43
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	Z_30 min						
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)		19,043	19,863		19,453	580	3
MW							
SD							
RSD %							
WF Fa. Agrolab Basis U							

Tabelle 31: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe B_P01, Eluatansätze Fa. Agrolab.

Probencode	B_P01_A1		B_P01_A3		B_P01_A2		B_P01_A4		MW	SD	RSD %	MW über Labormittelwerte	SD über Labormittelwerte	RSD % über Labormittelwerte	MW + 2 SD über Labormittelwerte
	(VF/Filter U)	(VF/Filter U)	(VF/Filter U)	(VF/Filter U)	(VF/Filter U)	(VF/Filter U)									
Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit													
getrennter Eluatansatz			x	x	x										
Trockenmasse	-	% Lutro->105 °C	45,8												
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000	ca. 6000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000							
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	49.400	50100	51.900	52.300	50.925	1.396	3	50.176	1.059	2			
pH-Wert	F	-	7,26	7,27	7,14	7,45	7,28	0,13	2	7,45	0,24	3			
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	477	476	497	472	481	11	2	466	21	4			
Trübung	F	NTU	78	130	95	110	103	22	21	152	69	45			
DOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	14.760	15000	15.600	17.000	15.590	1.004	6	14.346	1.759	12			14.346±3.518
DOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	15.310	14351	14.460	15.440									
MW		mg/kg TM	15.035	14676	15.030	16.220									
SD		mg/kg TM	389	459	806	1.103									
RSD %		%	3	3	5	7									
WF Fa. Agrolab Basis U		%	96	105	108	110									
getrennter Eluatansatz			x	x	x										
pH-Wert	Z_5 min	-	6,90	6,89	6,89	6,90	0,01	0	7,24	0,49	7				
El. Leitfähigkeit	Z_5 min	mS/m	539	541	541	540	1	0	535	7	1				
Trübung	Z_5 min	NTU	1.600	2.900	2.900	2.250	919	41	4.515	3.203	71				
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	21.800	21.700	21.700	21.750	71	0	20.954	1.126	5				20.954±2.252
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	20.210	20.350											
MW		mg/kg TM	21.005	21.025											
SD		mg/kg TM	1.124	955											
RSD %		%	5	5											
WF Fa. Agrolab Basis U		%	108	107											

Tabelle 32: Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe B_P02, Eliuatansätze Umweltbundesamt.

Probencode	B_P02_U1	B_P02_U3 (VF/Filter A)	B_P02_U2	B_P02_U4 (VF/Filter A)	MW	SD	RSD %	
Parameter	Filtert F/ Zentrifugiert Z	Einheit						
getrennter Eliuatansatz	x		x					
Trockenmasse	-	% lutro->105 °C	74,25					
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000			
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	32.690	29730	27.400	29.730	2.205 7	
pH-Wert	F	-	8,09	8,10	8,15	8,12	0,04 0	
Ei. Leitfähigkeit	F	mS/m	412	408	378	395	18 4	
Trübung	F	NTU	211	75	95	144	68 48	
DOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	F	mg/kg TM						
DOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	3.939	2978	3.701	3.401	493 15	
MW		mg/kg TM						
SD		mg/kg TM						
RSD %		%						
WF Fa. Agrolab Basis U		%						
getrennter Eliuatansatz	x		x					
pH-Wert	Z_5 min	-	8,25	8,15	8,20	8,07	1	
Ei. Leitfähigkeit	Z_5 min	mS/m	427,90	432,00	430	3	1	
Trübung	Z_5 min	NTU	1.468,00	1.543,00	1.506	53	4	
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM						
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	5.029	5.453	5.241	300	6	
MW		mg/kg TM						
SD		mg/kg TM						
RSD %		%						
WF Fa. Agrolab Basis U		%						

Probencode	B_P02_U1	B_P02_U3 (VF/Filter A)	B_P02_U2	B_P02_U4 (VF/Filter A)	MW	SD	RSD %
Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z		Einheit				
pH-Wert	Z_15 min	-	8,26	8,17	8,22	0,06	1
Ei. Leitfähigkeit	Z_15 min	mS/m	424	431	427	5	1
Trübung	Z_15 min	NTU	620	538	579	58	10
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	Z_15 min	mg/kg TM					
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)		mg/kg TM	4.338	4.234	4.286	73	2
MW		mg/kg TM					
SD		mg/kg TM					
RSD %		%					
WF Fa. Agrolab Basis U		%					
pH-Wert	Z_25 min	-	8,25	8,17	8,21	0,06	1
Ei. Leitfähigkeit	Z_25 min	mS/m	420,90	439,00	430	13	3
Trübung	Z_25 min	NTU	310,00	454,00	382	102	27
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	Z_25 min	mg/kg TM					
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)		mg/kg TM	4.001	4.047	4.024	33	1
MW		mg/kg TM					
SD		mg/kg TM					
RSD %		%					
WF Fa. Agrolab Basis U		%					
pH-Wert	Z_30 min	-	8,20	8,09	8,14	0,08	1
Ei. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	420	430	425	7	2
Trübung	Z_30 min	NTU	937	399	668	380	57
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labor-mittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM					
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)		mg/kg TM	4.325	4.335	4.330	6	0
MW		mg/kg TM					
SD		mg/kg TM					
RSD %		%					
WF Fa. Agrolab Basis U		%					

Tabelle 33: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 2, Teil 2 Probe B_P02, Eluatansätze Fa. Agrolab.

Probencode	B_P02_A1		B_P02_A3		B_P02_A2		B_P02_A4		MW	SD	RSD %	MW über Labormittelwerte	SD über Labormittelwerte	RSD % über Labormittelwerte	MW + 2 SD über Labormittelwerte
	(VF/Filter U)		(VF/Filter U)		(VF/Filter U)		(VF/Filter U)								
Parameter	Filtert F/ Zentrifugiert Z	Einheit													
getrennter Eluatansatz			x	x	x	x	x	x							
Trockenmasse	-	% lutro->105 °C	75,9	76,5											
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000								
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	28.100	27.100	27.700	27.100	28.000	27.725	450	2	28.728	1.418	5		
pH-Wert	F	-	7,91	8,00	7,84	8,00	8,12	7,97	0,12	2	8,04	0,11	1		
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	375	381	381	376	359	373	10	3	384	15	4		
Trübung	F	NTU	67	70	110	70	110	89	24	27	116	38	33		
DOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	3.980	4.260	4.440	4.260	4.400	4.270	208	5	3.835	614	16	3.835±1.229	
DOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	F	mg/kg TM	3.776	4.080	4.080	3.830	4.178								
MW		mg/kg TM	3.878	4.260	4.260	4.045	4.289								
SD		mg/kg TM	144	255	255	304	157								
RSD %		%	4	6	6	8	4								
WF Fa. Agrolab Basis U		%	105	109	109	111	105								
getrennter Eluatansatz			x	x	x	x	x								
pH-Wert	Z_5 min	-	7,83	7,83	7,83	0,00	0	8,01	0,26	3					
El. Leitfähigkeit	Z_5 min	mS/m	402	412	412	7	2	418	16	4					
Trübung	Z_5 min	NTU	1.300	1.400	1.400	71	5	1.428	110	8					
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	7.770	7.510	7.510	184	2	6.441	1.696	26	6.441±3.393				
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	Z_5 min	mg/kg TM	6.754	7.675	7.675										
MW		mg/kg TM	7.262	7.593	7.593										
SD		mg/kg TM	719	117	117										
RSD %		%	10	2	2										
WF Fa. Agrolab Basis U		%	115	98	98										

Probencode	B_P02_A1 (VF/Filter U)	B_P02_A3 (VF/Filter U)	B_P02_A2	B_P02_A4 (VF/Filter U)	MW	SD	RSD %	MW über Labormit- telwerte	SD über La- bormittel- werte	RSD % über Labormit- telwerte	MW + 2 SD über Labor- mittelwerte
Parameter	Filteriert F/ Zentrifu- giert Z	Einheit	F/	Z							
pH-Wert	Z_15 min	-	7.83	7.80	7.82	0,02	0	8,02	0,28	4	
El. Leitfähigkeit	Z_15 min	mS/m	402	413	408	8	2	417	14	3	
Trübung	Z_15 min	NTU	500	520	510	14	3	545	49	9	
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormit- telwert)	Z_15 min	mg/kg TM	5.860	5.480	5.670	269	5	4.978	979	20	4.978±1.958
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)		mg/kg TM	5.123	5.934							
MW		mg/kg TM	5.492	5.707							
SD		mg/kg TM	521	321							
RSD %		%	9	6							
WF Fa. Agrolab Basis U		%	114	92							
pH-Wert	Z_25 min	-	7,83	7,82	7,83	0,01	0	8,02	0,27	3	
El. Leitfähigkeit	Z_25 min	mS/m	402	413	408	8	2	419	16	4	
Trübung	Z_25 min	NTU	280	340	310	42	14	346	51	15	
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormit- telwert)	Z_25 min	mg/kg TM	4.900	5.120	5.010	156	3	4.517	697	15	4.517±1.394
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)		mg/kg TM	4.379	5.586							
MW		mg/kg TM	4.640	5.353							
SD		mg/kg TM	368	330							
RSD %		%	8	6							
WF Fa. Agrolab Basis U		%	112	92							

Probencode	B_P02_A1	B_P02_A3 (VF/Filter U)	B_P02_A2	B_P02_A4 (VF/Filter U)	MW	SD	RSD %	MW über Labormit- telwerte	SD über La- bormittel- werte	RSD % über Labormit- telwerte	MW + 2 SD über Labor- mittelwerte
Parameter	Filteriert F/ Zentrifu- giert Z	Einheit									
pH-Wert	Z_30 min	-	7.81	7.82	7.82	0,01	0	7.98	0,23	3	
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	400	412	406	8	2	416	14	3	
Trübung	Z_30 min	NTU	270	280	275	7	3	472	278	59	
TOC als C – gemessen Fa. Agrolab (Labormit- telwert)	Z_30 min	mg/kg TM	4.820	4.980	4.900	113	2	4.615	403	9	4.615±806
TOC als C – gemessen U (Labormittelwert)	Z_30 min	mg/kg TM	4.262	5.319							
MW		mg/kg TM	4.541	5.150							
SD		mg/kg TM	395	240							
RSD %		%	9	5							
WF Fa. Agrolab Basis U		%	113	94							

Tabelle 34: Analyseergebnisse Verdünnungsversuche.

Probenbezeichnung	Parameter	Verdünnungsfaktor	D/TOC [mg/kg TM]	Messdatum
QC 1	DOC	20	6.288	03.06.2009
QC 2	DOC	20	6.402	03.06.2009
QC 1	DOC	10	5.836	06.06.2009
QC 2	DOC	33	6.153	06.06.2009
QC 1	DOC	10	6.173	15.06.2009
QC	DOC	10	6.750	19.06.2009
QC 1	DOC	20	6.190	09.07.2009
QC 2	DOC	20	6.014	09.07.2009
QC	DOC	20	6.668	10.07.2009
QC	DOC	20	6.210	23.07.2009
A_P01_U4	DOC	20	5.588	03.06.2009
A_P01_U4 DOT	DOC	10	7.639	03.06.2009
WF DOT [%]			103	
A_P01_U4	DOC	10	5.265	06.06.2009
A_P01_U4	DOC	33	5.137	06.06.2009
A_P01_U5	DOC	20	5.422	03.06.2009
A_P01_U5	DOC	10	5.208	06.06.2009
A_P01_U5	DOC	33	6.050	06.06.2009
A_P01_U5 30 min	TOC	20	6.108	03.06.2009
A_P01_U5 30 min	TOC	10	5.949	06.06.2009
A_P01_U5 30 min	TOC	33	6.113	06.06.2009
A_P01_U5 30 min	TOC	10	7.650	19.06.2009
A_P01_U5 30 min DOT	TOC	10	9.672	19.06.2009
WF DOT [%]			101	
A_P02_U7	DOC	20	5.140	03.06.2009
A_P02_U7 DOT	DOC	10	6.531	03.06.2009
WF DOT [%]			70	

Probenbezeichnung	Parameter	Verdünnungsfaktor	D/TOC [mg/kg TM]	Messdatum
A_P02_U7	DOC	10	4.316	06.06.2009
A_P02_U7	DOC	33	4.597	06.06.2009
A_P02_U7	DOC	10	5.336	19.06.2009
A_P02_U7 DOT	DOC	10	7.188	19.06.2009
WF DOT [%]			93	
A_P02_U8	DOC	20	4.288	03.06.2009
A_P02_U8	DOC	10	4.193	06.06.2009
A_P02_U8	DOC	33	4.887	06.06.2009
B_P01_U1	DOC	20	15.036	03.06.2009
B_P01_U1 DOT	DOC	10	17.050	03.06.2009
WF DOT [%]			101	
B_P01_U1	DOC	10	15.080	05.06.2009
B_P01_U1	DOC	33	15.447	05.06.2009
B_P01_U1 15 min	TOC	20	16.684	03.06.2009
B_P01_U1 15 min	TOC	10	19.160	05.06.2009
B_P01_U1 15 min	TOC	33	18.887	05.06.2009
B_P01_U1 30 min	TOC	33	18.863	05.06.2009
B_P01_U1 30 min	TOC	10	19.100	05.06.2009
B_P01_U1 30 min	TOC	33	19.090	05.06.2009
B_P01_U1 30 min	TOC	10	19.120	19.06.2009
B_P01_U1 30 min DOT	TOC	10	21.220	19.06.2009
WF DOT [%]			105	
B_P01_U3 (VF/Filter A)	DOC	20	13.392	03.06.2009
B_P01_U3 (VF/Filter A)	DOC	10	12.010	05.06.2009
B_P01_U3 (VF/Filter A) DOT	DOC	20	15.674	23.07.2009
WF DOT [%]			88	
B_P01_U3 (VF/Filter A) DOT	DOC	20	16.098	23.07.2009
WF DOT [%]			99	
B_P01_U3 (VF/Filter A)	DOC	10	12.350	23.07.2009

Probenbezeichnung	Parameter	Verdünnungsfaktor	D/TOC [mg/kg TM]	Messdatum
B_P01_U2	DOC	20	14.306	03.06.2009
B_P01_U2	DOC	10	12.060	05.06.2009
B_P01_U2	DOC	33	12.447	06.06.2009
B_P01_U2 5 min	TOC	20	21.620	03.06.2009
B_P01_U2 5 min	TOC	10	18.330	06.06.2009
B_P01_U2 5 min	TOC	33	18.927	06.06.2009
B_P01_U2 15 min	TOC	20	16.094	03.06.2009
B_P01_U2 15 min	TOC	10	16.830	06.06.2009
B_P01_U2 15 min	TOC	33	16.730	06.06.2009
B_P01_U2 25 min	TOC	20	18.628	03.06.2009
B_P01_U2 25 min	TOC	10	16.790	06.06.2009
B_P01_U2 25 min	TOC	33	16.980	06.06.2009
B_P01_U2 30 min	TOC	10	19.640	06.06.2009
B_P01_U2 30 min	TOC	33	21.130	06.06.2009
B_P01_U2 30 min	TOC	10	19.090	06.06.2009
B_P01_U2 30 min	TOC	33	18.927	06.06.2009
B_P01_U2 30 min	TOC	10	20.530	19.06.2009
B_P01_U2 30 min DOT	TOC	10	23.020	19.06.2009
WF DOT [%]			125	
B_P01_U4 (VF/Filter A)	DOC	20	12.534	03.06.2009
B_P01_U4 (VF/Filter A)	DOC	10	11.870	06.06.2009
B_P01_U4 (VF/Filter A)	DOC	33	11.490	06.06.2009
B_P02_U1	DOC	20	4.178	03.06.2009
B_P02_U1 DOT	DOC	10	6.477	03.06.2009
WF DOT [%]			115	
B_P02_U1	DOC	10	3.776	06.06.2009
B_P02_U1	DOC	33	3.783	06.06.2009
B_P02_U1	DOC	10	4.020	15.06.2009

Probenbezeichnung	Parameter	Verdünnungsfaktor	D/TOC [mg/kg TM]	Messdatum
B_P02_U1 5 min	TOC	10	4.587	06.06.2009
B_P02_U1 5 min	TOC	33	5.127	06.06.2009
B_P02_U1 5 min	TOC	10	4.162	15.06.2009
B_P02_U1 5 min DOT	TOC	10	6.486	15.06.2009
WF DOT [%]			116	
B_P02_U1 15 min	TOC	20	5.322	03.06.2009
B_P02_U1 15 min	TOC	10	3.954	06.06.2009
B_P02_U1 15 min	TOC	33	4.523	06.06.2009
B_P02_U3 (VF/Filter A)	DOC	20	3.276	03.06.2009
B_P02_U3 (VF/Filter A)	DOC	10	2.832	06.06.2009
B_P02_U3 (VF/Filter A)	DOC	33	2.932	06.06.2009
B_P02_U3 (VF/Filter A)	DOC	10	2.871	15.06.2009
B_P02_U2	DOC	20	3.904	03.06.2009
B_P02_U2	DOC	10	3.643	06.06.2009
B_P02_U2	DOC	33	3.510	06.06.2009
B_P02_U2	DOC	10	3.745	15.06.2009
B_P02_U2 5 min	TOC	20	6.058	03.06.2009
B_P02_U2 5 min	TOC	10	5.763	06.06.2009
B_P02_U2 5 min	TOC	33	5.533	06.06.2009
B_P02_U2 5 min	TOC	10	4.458	15.06.2009
B_P02_U2 15 min	TOC	10	3.583	06.06.2009
B_P02_U2 15 min	TOC	33	3.673	06.06.2009
B_P02_U2 15 min	TOC	10	3.778	15.06.2009
B_P02_U2 25 min	TOC	20	4.976	03.06.2009
B_P02_U2 25 min	TOC	10	3.323	06.06.2009
B_P02_U2 25 min	TOC	33	4.387	06.06.2009
B_P02_U2 25 min	TOC	10	3.504	15.06.2009

Probenbezeichnung	Parameter	Verdünnungsfaktor	D/TOC [mg/kg TM]	Messdatum
B_P02_U2 30 min	TOC	20	5.292	03.06.2009
B_P02_U2 30 min	TOC	10	3.885	06.06.2009
B_P02_U2 30 min	TOC	33	4.630	06.06.2009
B_P02_U2 30 min	TOC	10	3.531	15.06.2009
B_P02_U4 (VF/Filter A)	DOC	20	3.324	03.06.2009
B_P02_U4 (VF/Filter A)	DOC	10	2.729	06.06.2009
B_P02_U4 (VF/Filter A)	DOC	33	2.972	06.06.2009
B_P02_U4 (VF/Filter A)	DOC	10	2.920	15.06.2009

8.2.3 Phase 3

8.2.3.1 Phase 3, Teil 1

Tabelle 35: Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe B_P03.

Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	B_P03_U1		B_P03_U2		B_P03_A1		B_P03_A2		Vergl. Zwischen den Labors (MW)				
			MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	WF Basis U %								
getrennter Eluatansatz			x		x		x		x						
Trockenmasse	-	% lütro->105 °C			76,7			78,1					77		1,3
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	-	mg O ₂ /g TM						x							
Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	NI/kg TM						x							
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000												
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	41.410	40.380	40.895	1,8	41.200	43.900	42.550	4,5	41.723	2,8	41.723	2,8	104,0
pH-Wert	F	-	7,76	7,66	7,71	0,9	8,14	7,98	8,06	1,4	7,89	3,1	7,89	3,1	104,5
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	467	439	453	4,4	417	446	432	4,8	442	3,4	442	3,4	95,3
Trübung	F	NTU	180	230	205	17	45	73	59	33,6	132	78	132	78	28,8
DOC als C	F	mg/kg TM	6.965	6.030	6.498	10,2	8.530	9.140	8.835	4,9	7.666	21,6	7.666	21,6	136,0
unabh. Eluatansätze für Zentrifugation			x	x			x		x						
pH-Wert	Z_30 min	-	7,47	7,50	7,49	0,3	8,13	7,94	8,04	1,7	7,76	5,0	7,76	5,0	107,3
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	481	498	490	2,5	436	462	449	4,1	469	6,1	469	6,1	91,7
Trübung	Z_30 min	NTU	1.300	380	840	77	170	160	165,00	4,3	503	95	503	95	19,6
TOC als C	Z_30 min	mg/kg TM	7.307	6.300	6.804	10,5	10.070	9.770	9.920	2,1	8.362	26,4	8.362	26,4	145,8

Tabelle 36: Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe A_P03.

Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	A_P03_U1		A_P03_U2		A_P03_A1		A_P03_A2		Vergl. Zwischen den Labors		
			MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	WF Basis U %
getrennter Eluatansatz			x		x			x		x			
Trockenmasse	-	% Iutro->105 °C		74,1		74,3					74	0,2	
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (A _{T4})	-	mg O ₂ /g TM						x					
Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	NI/kg TM											
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000										
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	61.670	60.830	61.250	1,0	65.700	63.900	64.800	2,0	63.025	4,0	105,8
pH-Wert	F	-	7,58	7,59	7,59	0,1	7,92	7,89	7,91	0,3	7,75	2,9	104,2
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	685	670	678	1,6	694	610	652	9,1	665	2,7	96,2
Trübung	F	NTU	59	66	63	7,9	48	21	35	55,3	35	57	55,2
DOC als C	F	mg/kg TM	3.442	3.161	3.302	6,0	4.600	3.890	4.245	11,8	3.773	17,7	128,6
unabh. Eluatansätze für Zentrifugation			x	x			x		x				
pH-Wert	Z_30 min	-	7,51	7,56	7,53	0,4	7,93	7,87	7,90	0,5	7,72	3,4	104,9
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	697	699	698	0,2	693	671	682	2,3	690	1,6	97,7
Trübung	Z_30 min	NTU	360	680	520	44	160	150	155,00	4,6	155	167	29,8
TOC als C	Z_30 min	mg/kg TM	3.850	3.357	3.604	9,7	4.840	4.950	4.895	1,6	4.249	21,5	135,8

Tabelle 37: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe A_P04.

Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	A_P04_U1		A_P04_U2		A_P04_A1		A_P04_A2		Vergl. Zwischen den Labors	
			MW	RSD [%]	MW	RSD [%]						
getrennter Eluatansatz			x		x			x		x		
Trockenmasse	-	% Iutro→105 °C			75,5			75,7			76	0,2
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	-	mg O ₂ /g TM						x				
Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	NI/kg TM										
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000									
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	54.250	59.200	56.725	6,2	57.100	57.300	57.200	0,2	56.962	0,6
pH-Wert	F	-	7,41	7,41	7,41	0,0	7,89	7,89	7,89	0,0	7,65	4,4
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	589	622	606	3,9	578	630	604	6,1	605	0,2
Trübung	F	NTU	130	120	125	6	37	36	37	1,9	81	77
DOC als C	F	mg/kg TM	5.124	4.997	5.061	1,8	6.620	6.790	6.705	1,8	5.883	19,8
unabh. Eluatansätze für Zentrifugation			x	x			x	x				
pH-Wert	Z_30 min	-	7,30	7,30	7,30	0,1	7,88	7,87	7,88	0,1	7,59	5,4
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	663	636	650	2,9	618	651	635	3,7	642	1,7
Trübung	Z_30 min	NTU	530	490	510	6	170	160	165,00	4,3	338	72
TOC als C	Z_30 min	mg/kg TM	5.722	5.176	5.449	7,1	7.770	7.970	7.870	1,8	6.660	25,7
												144,4

Tabelle 38: Analysenergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe A_P05.

Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	A_P05_U1		A_P05_U2		A_P05_A1		A_P05_A2		Vergl. Zwischen den Labors		
			MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	WF Basis U %
getrennter Eluatansatz			x		x			x		x			
Trockenmasse	-	% Iutro->105 °C		79,8		79,7					80	0,0	
Atmungsaktivität nach 4 Tegen (AT ₄)	-	mg O ₂ /g TM				x							
Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	NI/kg TM											
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000										
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	55.590	60.070	57.830	5,5	62.500	58.600	60.550	4,6	59.190	3,2	104,7
pH-Wert	F	-	7,33	7,42	7,38	0,9	7,94	7,87	7,91	0,6	7,64	4,9	107,2
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	582	624	603	4,9	602	564	583	4,6	593	2,4	96,7
Trübung	F	NTU	77	64	71	13	37	12	25	72,2	48	68	34,8
DOC als C	F	mg/kg TM	4.877	5.187	5.032	4,4	7.160	6.490	6.825	6,9	5.929	21,4	135,6
unabh. Eluatansätze für Zentrifugation			x				x			x			
pH-Wert	Z_30 min	-	7,29	7,32	7,30	0,3	7,92	7,85	7,89	0,6	7,59	5,4	108,0
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	642	631	637	1,2	606	587	597	2,3	617	4,6	93,7
Trübung	Z_30 min	NTU	690	310	500	54	140	120	130,00	10,9	315	83	26,0
TOC als C	Z_30 min	mg/kg TM	5.254	5.544	5.399	3,8	8.100	7.820	7.960	2,5	6.680	27,1	147,4

Tabelle 39: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 1 Probe A_P06.

Parameter	Filteriert F/ Zentrifugiert Z	Einheit	A_P06_U1		A_P06_U2		A_P06_A1		A_P06_A2		Vergl. Zwischen den Labors		
			MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	MW	RSD [%]	WF Basis U %
getrennter Eluatansatz			x		x		x		x				
Trockenmasse	-	% luto->105 °C		77,6		77,9		78		0,3			
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	-	mg O ₂ /g TM				x							
Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	NI/kg TM											
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000										
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	64.000	67.300	65.650	3,6	67.200	63.500	65.350	4,0	65.500	0,3	99,5
pH-Wert	F	-	7,38	7,34	7,36	0,4	7,95	7,92	7,94	0,3	7,65	5,3	107,8
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	653	688	671	3,7	634	606	620	3,2	645	5,5	92,5
Trübung	F	NTU	96	82	89	11	18	18	18	0,0	54	94	20,2
DOC als C	F	mg/kg TM	6.115	6.180	6.148	0,7	8.700	8.570	8.635	1,1	7.391	23,8	140,5
unabh. Eluatansätze für Zentrifugation			x	x			x	x					
pH-Wert	Z_30 min	-	7,44	7,39	7,42	0,5	7,96	7,91	7,94	0,4	7,68	4,8	107,0
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	679	672	676	0,7	659	632	646	3,0	661	3,2	95,6
Trübung	Z_30 min	NTU	360	370	365	2	150	140	145,00	4,9	255	61	39,7
TOC als C	Z_30 min	mg/kg TM	6.592	6.436	6.514	1,7	9.990	9.790	9.890	1,4	8.202	29,1	151,8

Tabelle 40: Analyseergebnisse Phase 3, Teil 1 – Vergleich mit Agrolab Deutschland.

Probencode	B_P03		A_P03		A_P04		A_P05		A_P06	
	Ergebnisse Agrolab Deutschland	WF Basis MW U % Agrolab %	Ergebnisse Agrolab Deutschland	WF Basis MW U % Agrolab %	Ergebnisse Agrolab Deutschland	WF Basis MW U % Agrolab %	Ergebnisse Agrolab Deutschland	WF Basis MW U % Agrolab %	Ergebnisse Agrolab Deutschland	WF Basis MW U % Agrolab %
Zentrifugation bei RZB	ca. 6.000									
Trockenmasse	81		74		77		79		78	
pH-Wert	8,12	105,3	7,74	102,0	7,66	103,4	7,69	104,2	7,78	105,7
El. Leitfähigkeit	365	80,6	564	83,2	497	82,1	522	86,6	577	86,1
DOC als C	7.100	109,3	3.900	118,1	5.500	108,7	5.900	117,2	6.500	105,7
		80,4		91,9		82,0		86,4		75,3

8.2.3.2 Phase 3, Teil 2

Tabelle 41: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 2 Probe B_P04.

Probencode	B_P04_U1		B_P04_U2		B_P04_A1		B_P04_A2		B_P04_A2			
	U	U	U	U	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	U		
Eluatansatz durch	U	U	U	U	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	U		
Messung durch	U	U	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	U		
Parameter	Filtert F/Zentri- fugiert Z	Einheit	MW U	RSD U	WF zu Ba- sis Mes- sung U	MW Fa. Agrolab	RSD Fa. Agrolab	WF zu Basis Mes- sung U	MW zw. Labors	RSD zw. Labors	WF % Basis U	
getrennter Eluatansatz	x		x		x	x		x			x	
Trockenmasse	-	% luto- >105 °C	73,5		74,1				73,8	0,4	101	
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	-	mg O ₂ /g TM			5,28							
Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	NI/kg TM			15,4							
Zentrifugation bei RZB	g		ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	50.317	2	104	
Abdampfrückstand	F	mg/kg TM	48.080	49.435	50.100	52.300	51.200	3	50.317	2	104	
pH-Wert	F	-	7,62	7,62	0	7,98	7,81	7,90	2	7,76	3	104
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	577	590	3	575	591	583	2	587	1	99
Trübung	F	NTU	65	77	21	4	29	17	106	47	91	22
DOC als C	F	mg/kg TM	3.938	3.986	1	4.140	4.350	4.245	3	4.103	5	107
unabh. Eluatansätze für Zentrifugation	x		x		x	x						
pH-Wert	Z_30 min	-	7,42	7,39	7,41	0	7,56	7,48	7,52	1	7	102
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	615	677	646	7	591	599	595	1	621	92
Trübung	Z_30 min	NTU	977	366	672	64	170	180	175	4	423	83
TOC als C	Z_30 min	mg/kg TM	4.802	4.686	4.744	2	4.270	4.730	4.660	2	4.702	98

Tabelle 42: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 2 Probe B_P05.

Probencode	B_P05_U1	B_P05_U2	B_P05_U2	B_P05_A1	B_P05_A2	B_P05_A2							
Eluatansatz durch	U	U	U	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab							
Messung durch	U	U	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	U								
Parameter	Filtert F/Zentri-fugiert Z	Einheit	MW U	RSD U	WF zu Basis Messung U	MW Fa. Agrolab	RSD Fa. Agrolab	WF zu Basis Messung U	MW zw. Labors	RSD zw. Labors	WF % Basis U		
getrennter Eluatansatz	x	x	x	x	x	x							
Trockenmasse	-	% Iutro- >105 °C	73,2		75,9				74,6	1,9	104		
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	-	mg O ₂ /g TM			5,03								
Gasbildung im Gärest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	NI/kg TM			14,9								
Zentrifugation bei RZB	ca. 6.000	g	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000							
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	45.520	51.820	48.670	9	44.900	49.800	47.350	7	48.010	2	97
pH-Wert	F	-	7,55	7,60	7,57	0	7,83	7,81	7,82	0	7,70	2	103
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	560	622	591	7	516	558	537	6	564	7	91
Trübung	F	NTU	68	72	70	3	27	21	24	18	47	69	34
DOC als C	F	mg/kg TM	3.945	4.302	4.124	6	3.960	4.040	4.000	1	4.062	2	97
unabh. Eluatansätze für Zentrifugation	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
pH-Wert	Z_30 min	-	7,45	7,48	7,47	0	7,54	7,48	7,51	1	7	0	101
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	646	609	628	4	545	572	559	3	593	8	89
Trübung	Z_30 min	NTU	639	698	668	6	170	170	170	0	419	84	25
TOC als C	Z_30 min	mg/kg TM	4.900	4.606	4.753	4	4.390	4.800	4.595	6	4.674	2	97

Tabelle 43: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 2 Probe B_P06.

Probencode	B_P06_U1		B_P06_U2		B_P06_A1		B_P06_A2		B_P06_U2		B_P06_A1		B_P06_A2		WF % Basis U
	U	U	U	U	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	
Parameter	Filteriert F/Zentriert Z	Einheit	MW U	RSD U	WF zu Basis Messung U	MW Fa. Agrolab	RSD Fa. Agrolab	MW Fa. Agrolab	RSD Fa. Agrolab	WF zu Basis Messung U	MW Fa. Agrolab	RSD Fa. Agrolab	MW Fa. Agrolab	RSD Fa. Agrolab	WF zu Basis Messung U
getrennter Eluatansatz	x		x		x	x		x		x	x		x		x
Trockenmasse	-	% Iutro- >105 °C	73,1			74,8		74,8			74,0		74,0		102
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	-	mg O ₂ /g TM				4,89		4,89							
Gasbildung im Gärest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	ml/kg TM				14,4		14,4							
Zentrifugation bei RZB		g	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	
Abdampfdruckstand	F	mg/kg TM	47.200	48.955	5	46.800	46.800	46.900	46.850	0	47.902	3	47.902	3	96
pH-Wert	F	-	7,47	7,66	2	7,76	7,82	7,79	7,79	1	7,68	2	7,68	2	103
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	573	591	4	529	532	531	531	0	561	8	561	8	90
Trübung	F	NTU	62	59	5	28	21	25	20	-	42	59	42	59	41
DOC als C	F	mg/kg TM	4.096	4.079	0	4.080	4.220	4.150	4.150	2	4.119	1	4.119	1	102
unabh. Eluatansätze für Zentrifugation			x	x	-	x	x	x	-						
pH-Wert	Z_30min	-	7,32	7,41	1	7,54	7,51	7,53	7,53	0	7	1	7	1	102
El. Leitfähigkeit	Z_30min	mS/m	622	610	1	560	572	566	566	1	591	6	591	6	92
Trübung	Z_30min	NTU	742	365	48	160	160	160	160	0	357	78	357	78	29
TOC als C	Z_30min	mg/kg TM	4.641	4.656	0	4.420	4.500	4.460	4.460	1	4.554	3	4.554	3	96

Tabelle 44: Analyseergebnisse und Laborvergleich Phase 3, Teil 2 Probe A_P07.

Probencode	A_P07_U1	A_P07_U2	A_P07_U2	A_P07_B1	A_P07_B2	A_P07_B2									
Eliuatansatz durch	U	U	U	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab									
Messung durch	U	U	Fa. Agrolab	Fa. Agrolab	U	U									
Parameter	Filteriert F/Zentri-fugiert Z	Einheit	MW RSD U	WF zu Ba-sis Mes-sung U	MW Fa. Agrolab	RSD Fa. Agrolab	WF zu Ba-sis Mes-sung U	MW zw. Labors	RSD zw. Labors	WF % Basis U					
getrennter Eliuatansatz	x	x	x	x	x	x	x								
Trockenmasse	-	% Iutro- >105 °C	63,7	64,9	64,9	64,9	64,9	64,3	0,9	102					
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	-	mg O ₂ /g TM		6,71	6,71	6,71	6,71								
Gasbildung im Gärtrest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	-	ml/kg TM		17,8	17,8	17,8	17,8								
Zentrifugation bei RZB	g	g	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000	ca. 6.000							
Abdampfdruck-stand	F	mg/kg TM	65.860	65.040	65.450	1	-	61.700	57.200	59.450	5	-	62.450	7	91
pH-Wert	F	-	7,49	7,42	7,45	1	-	7,77	7,78	7,78	0	-	7,61	3	104
El. Leitfähigkeit	F	mS/m	829	815	822	1	-	750	708	729	4	-	776	8	89
Trübung	F	NTU	34	43	38	16	-	35	27	31	18	-	35	15	81
DOC als C	F	mg/kg TM	3.378	3.352	3.365	1	3.060	3.150	2.920	3.035	5	3.074	3.200	7	90
unabh. Eliuatansätze für Zentrifugation	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
pH-Wert	Z_30 min	-	7,32	7,33	7,32	0	-	7,50	7,48	7,49	0	-	7	2	102
El. Leitfähigkeit	Z_30 min	mS/m	799	833	816	3	-	779	774	777	0	-	796	4	95
Trübung	Z_30 min	NTU	558	626	592	8	-	310	340	325	7	-	459	41	55
TOC als C	Z_30 min	mg/kg TM	4.207	4.310	4.259	2	3.600	4.280	4.450	4.365	3	5.204	4.312	2	103

Tabelle 45: Analyseergebnisse Phase 3, Teil 2 – Vergleich mit Agrolab Deutschland.

Proben- code	B_P04			B_P05			B_P06			A_P07		
	Agrolab Deutschland	MW Österreich	WF Basis Österreich									
Trocken- masse	75,1	73,8	102	73,9	74,6	99	71,6	74,0	97	63,7	64,3	99
pH-Wert	7,47	7,76	96	7,47	7,70	97	7,47	7,68	97	7,28	7,61	96
El. Leitfä- higkeit	499	587	85	485	564	86	474	561	85	572	776	74
DOC als C	3.500	4.103	85	3.300	4.062	81	3.200	4.119	78	2.200	3.200	69

8.3 Grafiken zu AT₄ und GB₂₁

Die hier abgebildeten Grafiken stellen die Bestimmungen von AT₄ und GB₂₁ nach modifizierter Probenvorbereitung dar.

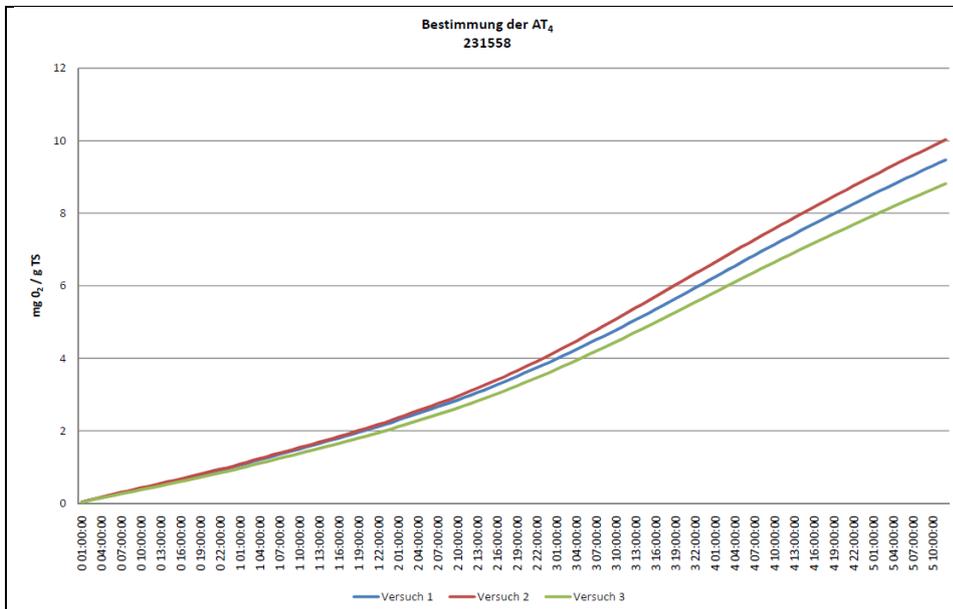


Abbildung 28: Bestimmung der AT₄, Probe A_P04. (Quelle...)

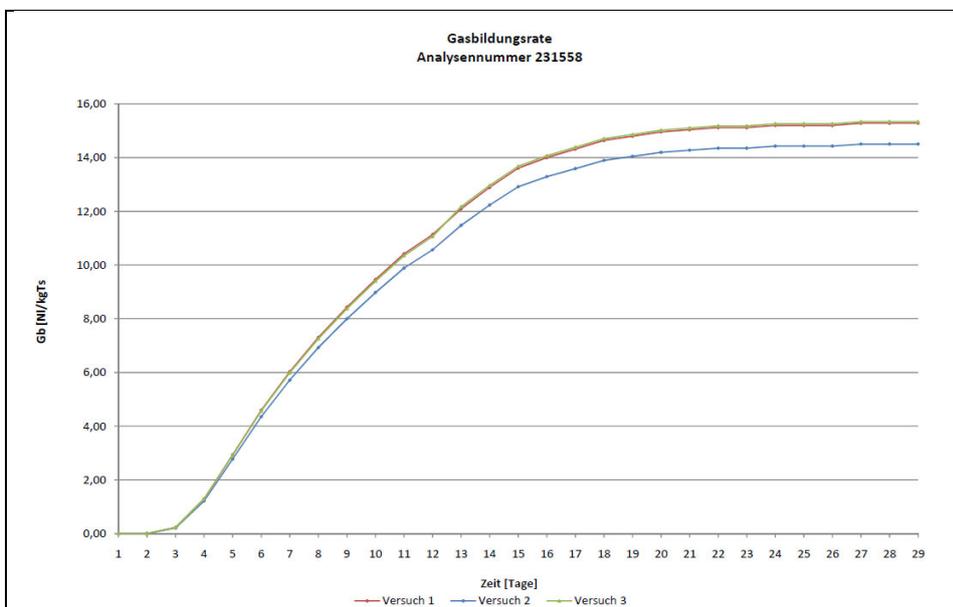


Abbildung 29: Bestimmung der GB₂₁, Probe A_P04.

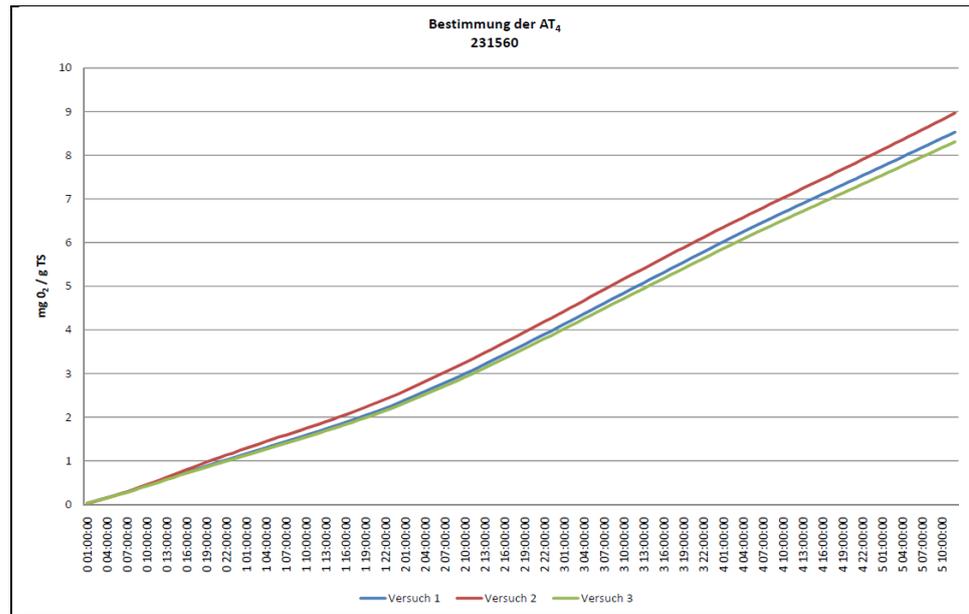


Abbildung 30: Bestimmung der AT_4 , Probe A_P05.

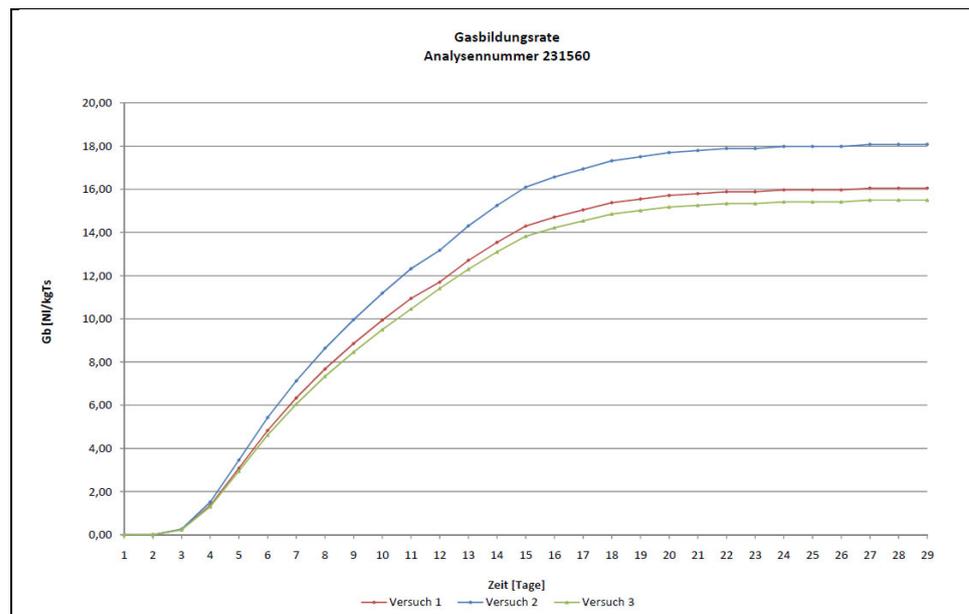


Abbildung 31: Bestimmung der GB_{21} , Probe A_P05.

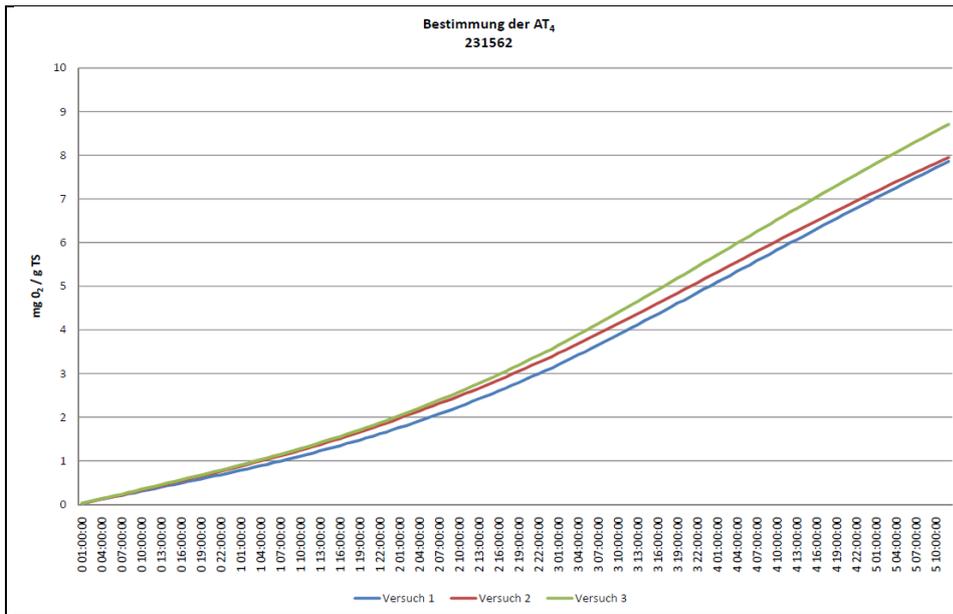


Abbildung 32: Bestimmung der AT_4 , Probe A_P06.

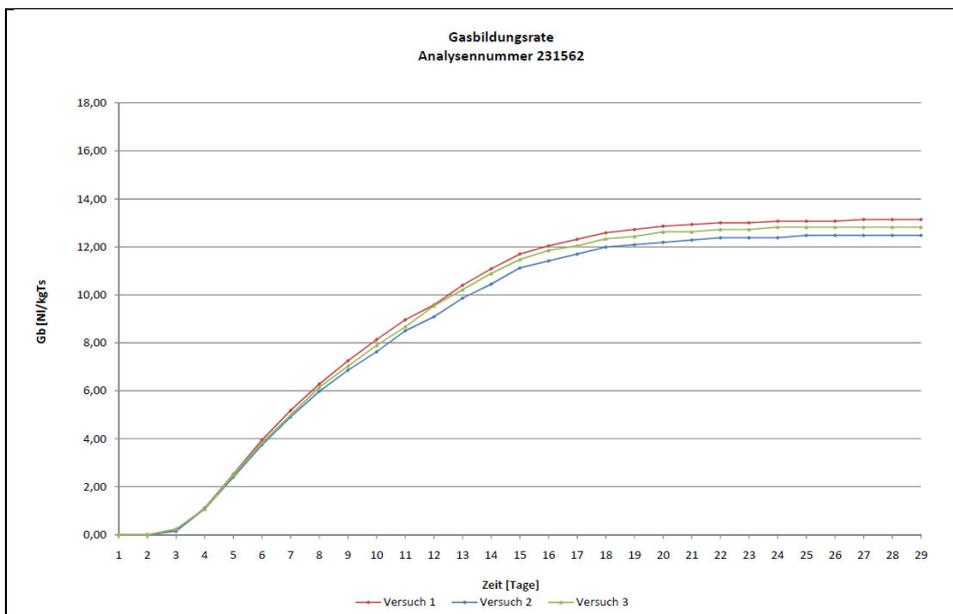


Abbildung 33: Bestimmung der GB_{21} , Probe A_P06.

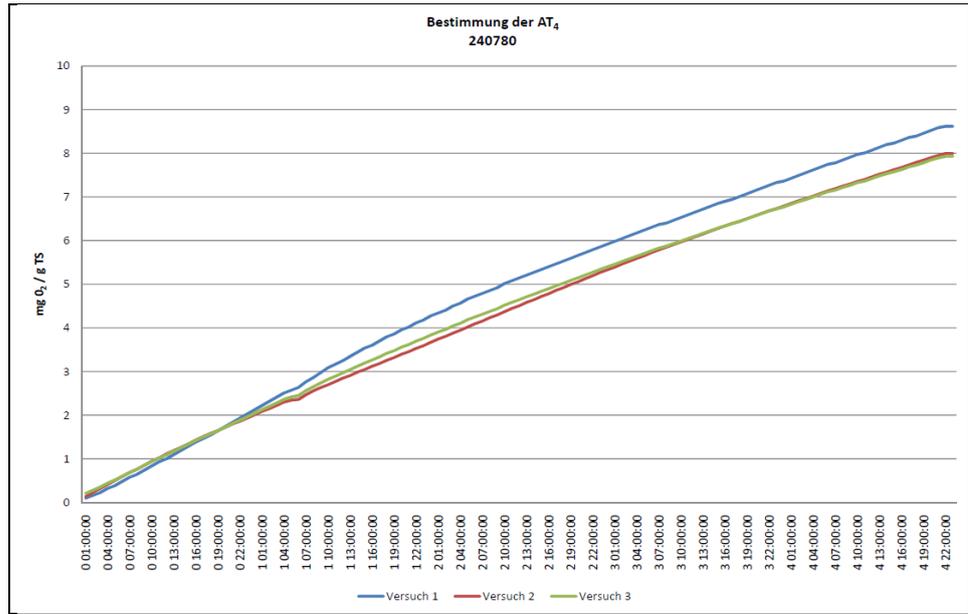


Abbildung 34: Bestimmung der AT_4 , Probe A_P07-1.

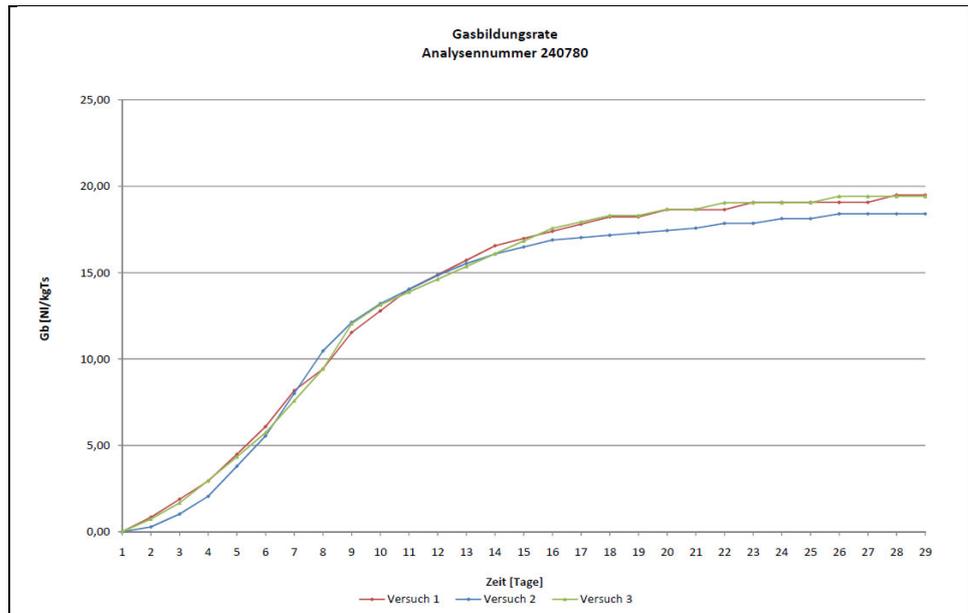


Abbildung 35: Bestimmung der GB_{21} , Probe A_P07-1.

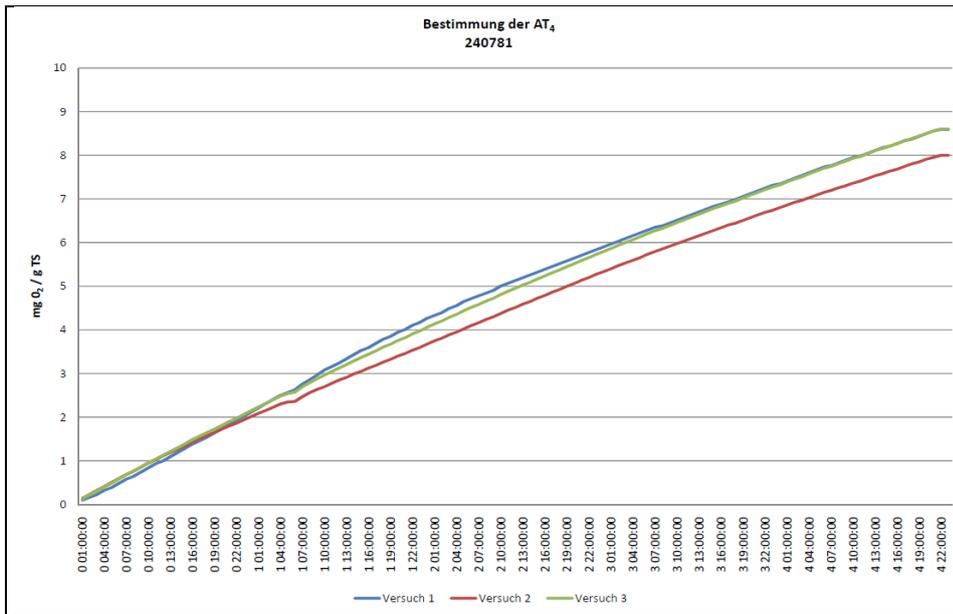


Abbildung 36: Bestimmung der AT₄, Probe A_P07-2.

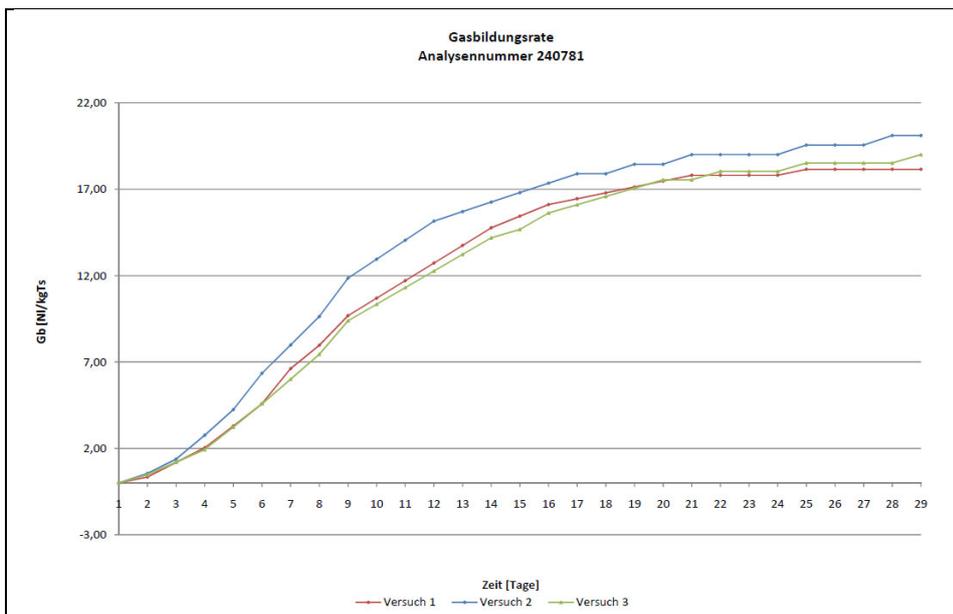


Abbildung 37: Bestimmung der GB₂₁, Probe A_P07-2.

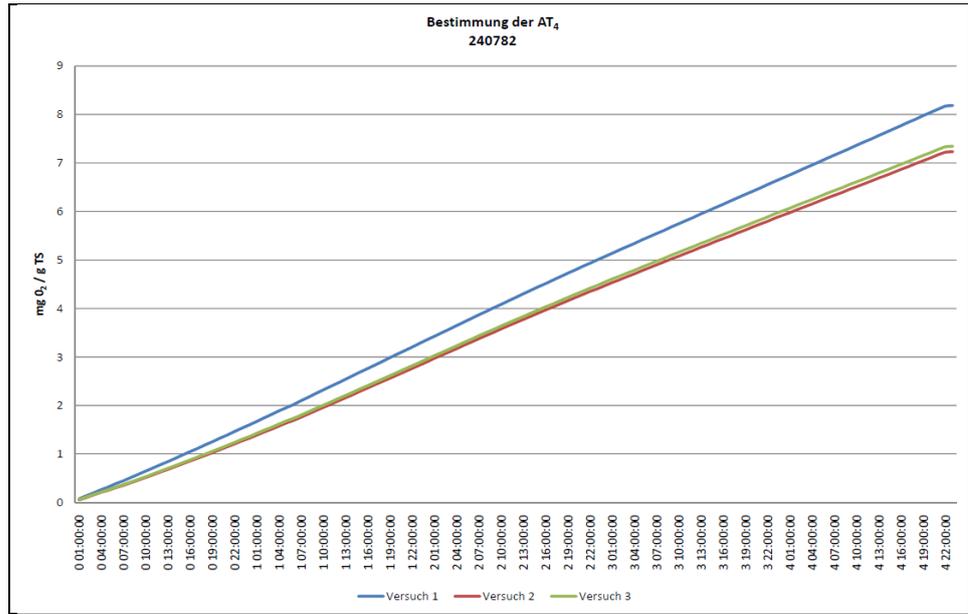


Abbildung 38: Bestimmung der AT₄, Probe A_P07-3.

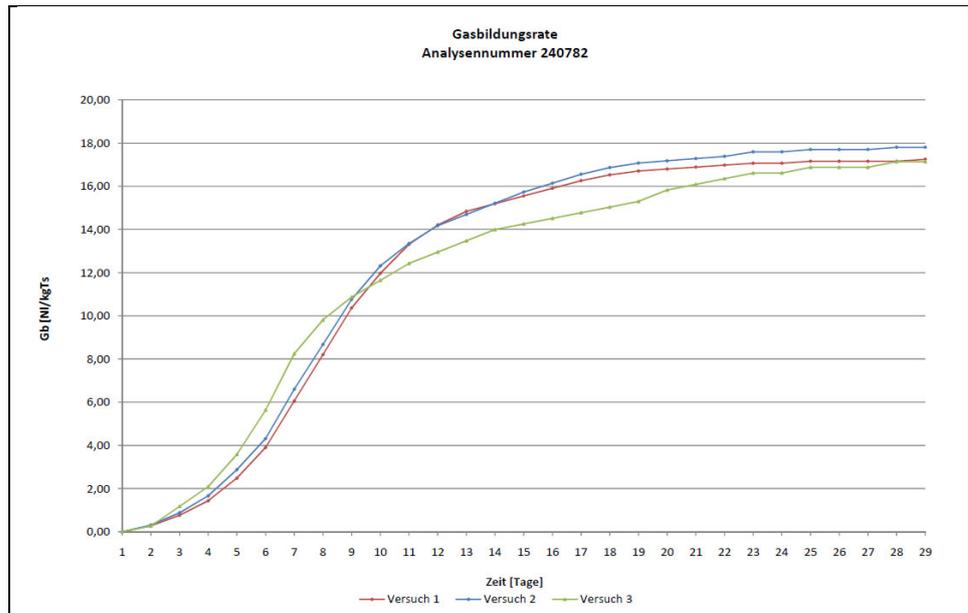


Abbildung 39: Bestimmung der GB₂₁, Probe A_P07-3.

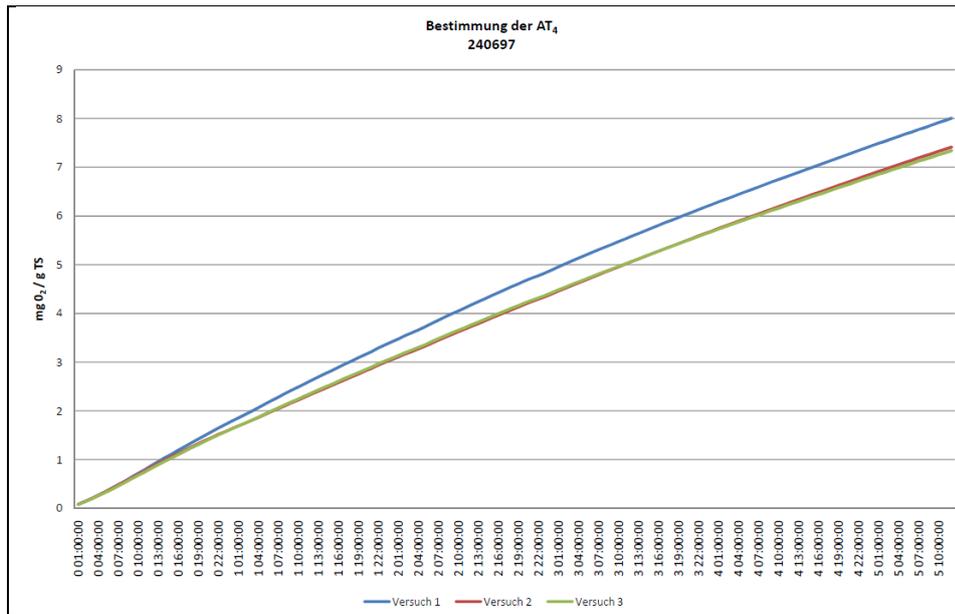


Abbildung 40: Bestimmung der AT₄, Probe B_P03-1.

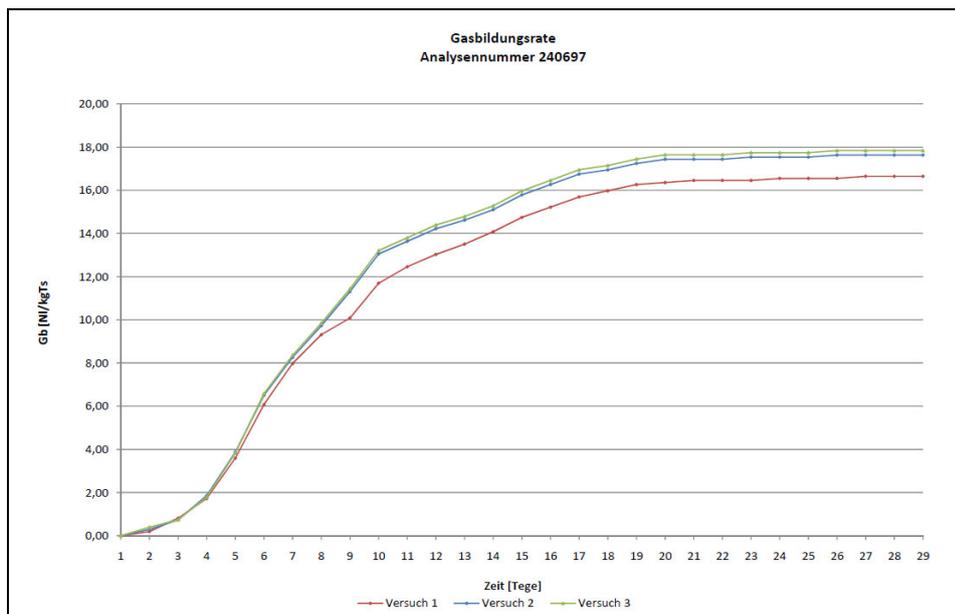


Abbildung 41: Bestimmung der GB₂₁, Probe B_P03-1.

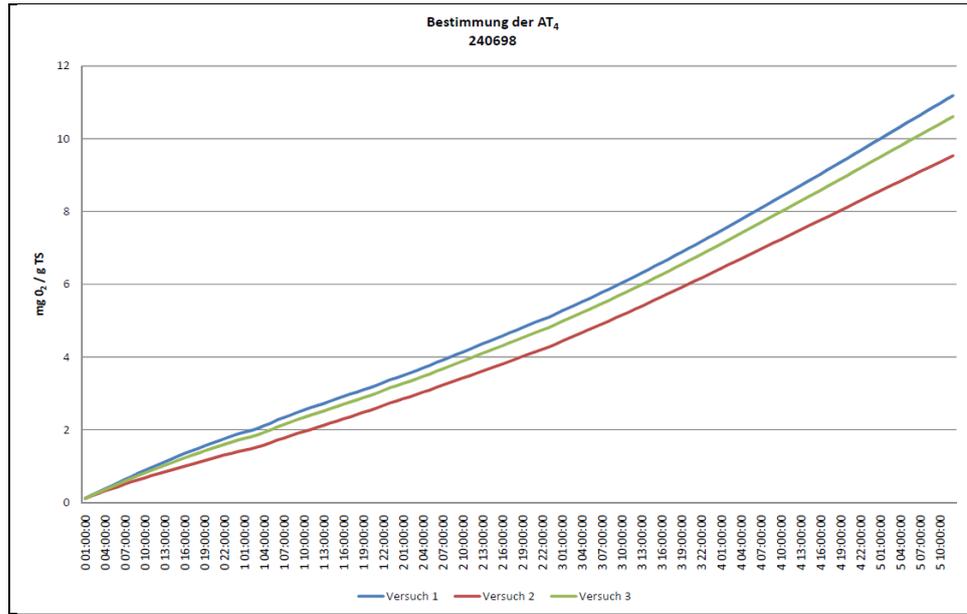


Abbildung 42: Bestimmung der AT_4 , Probe B_P03-2.

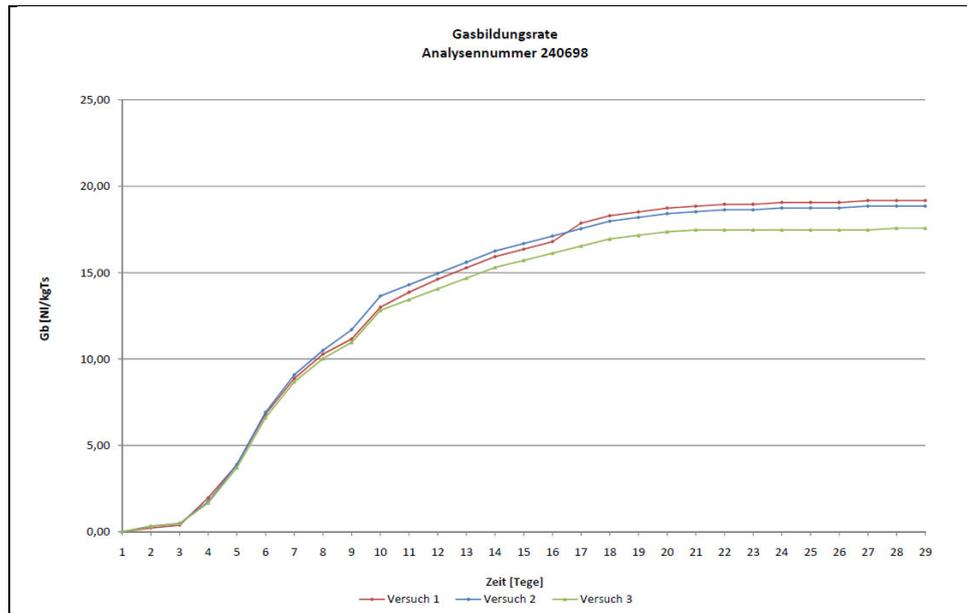


Abbildung 43: Bestimmung der GB_{21} , Probe B_P03-2.

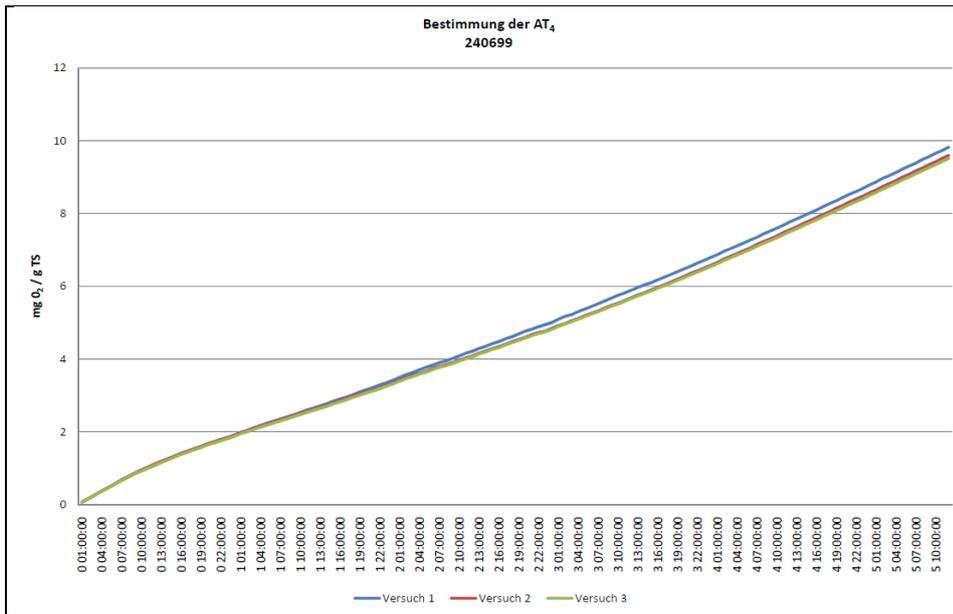


Abbildung 44: Bestimmung der AT₄, Probe B_P03-3.

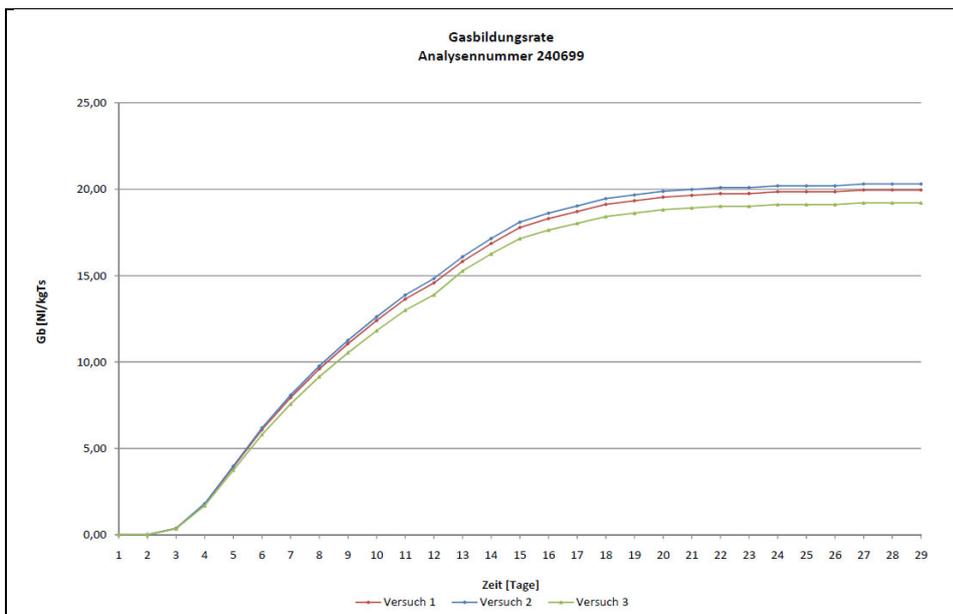


Abbildung 45: Bestimmung der GB₂₁, Probe B_P03-3.

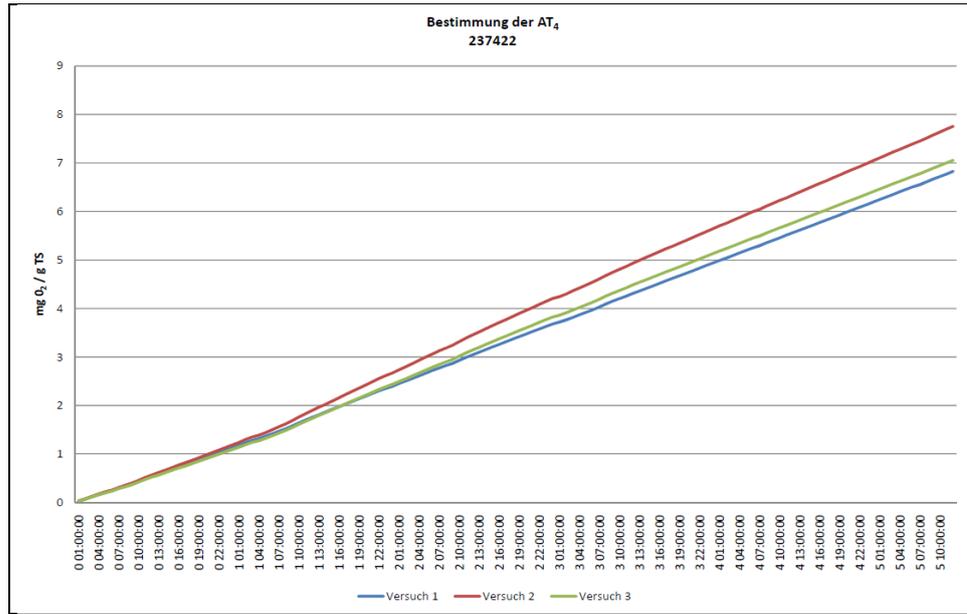


Abbildung 46: Bestimmung der AT_4 , Probe B_P04.

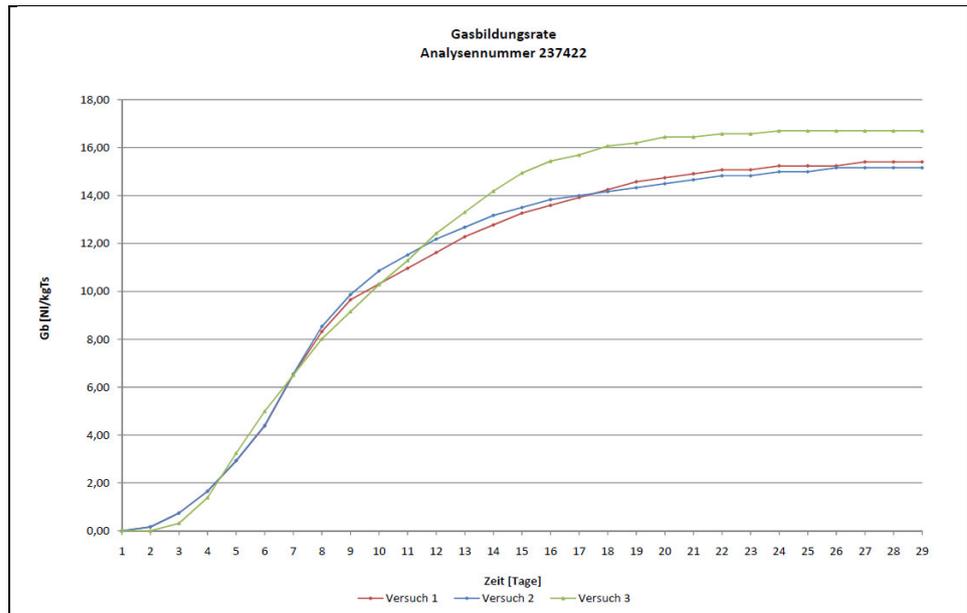


Abbildung 47: Bestimmung der GB_{21} , Probe B_P04.

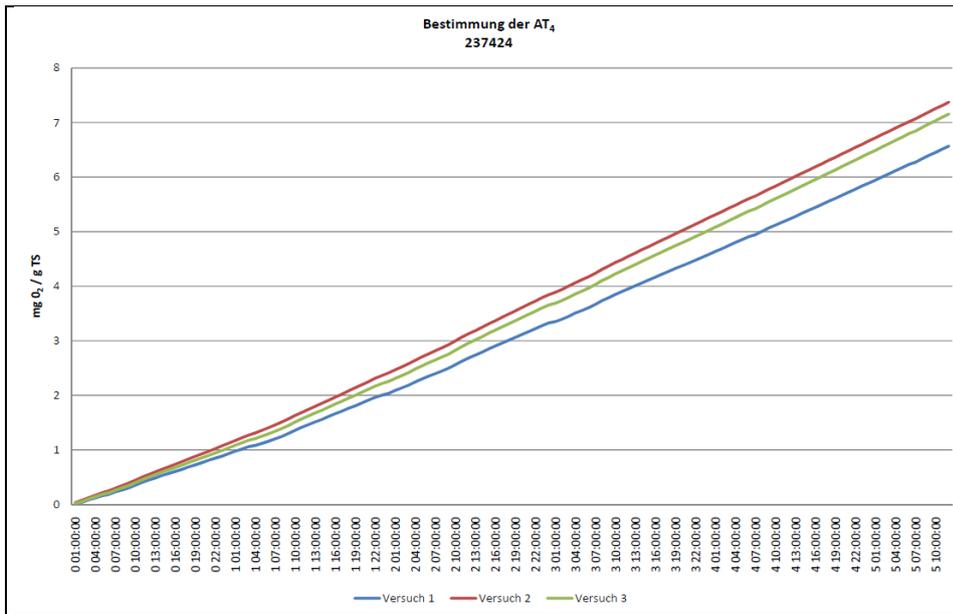


Abbildung 48: Bestimmung der AT₄, Probe B_P05.

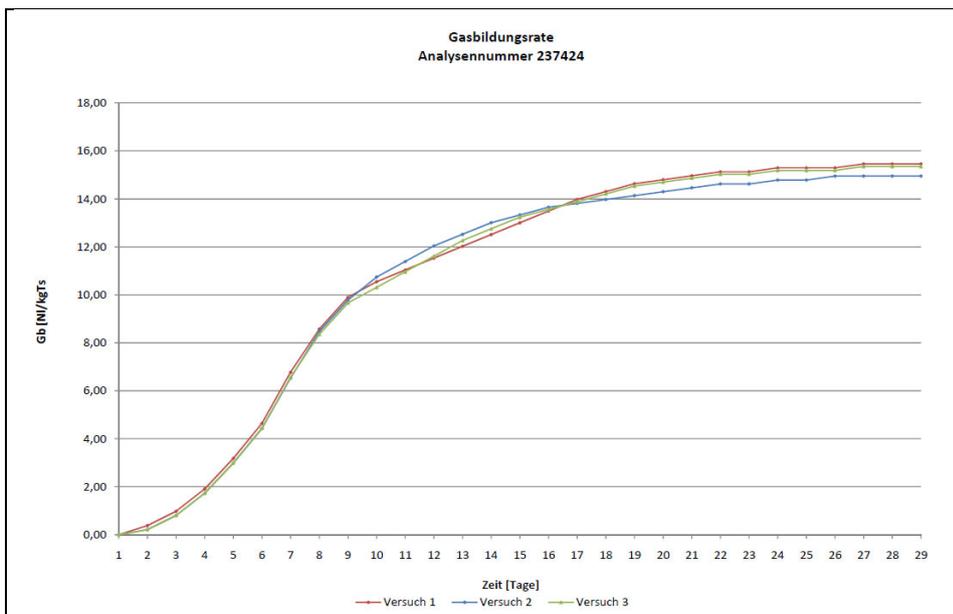


Abbildung 49: Bestimmung der GB₂₁, Probe B_P05.

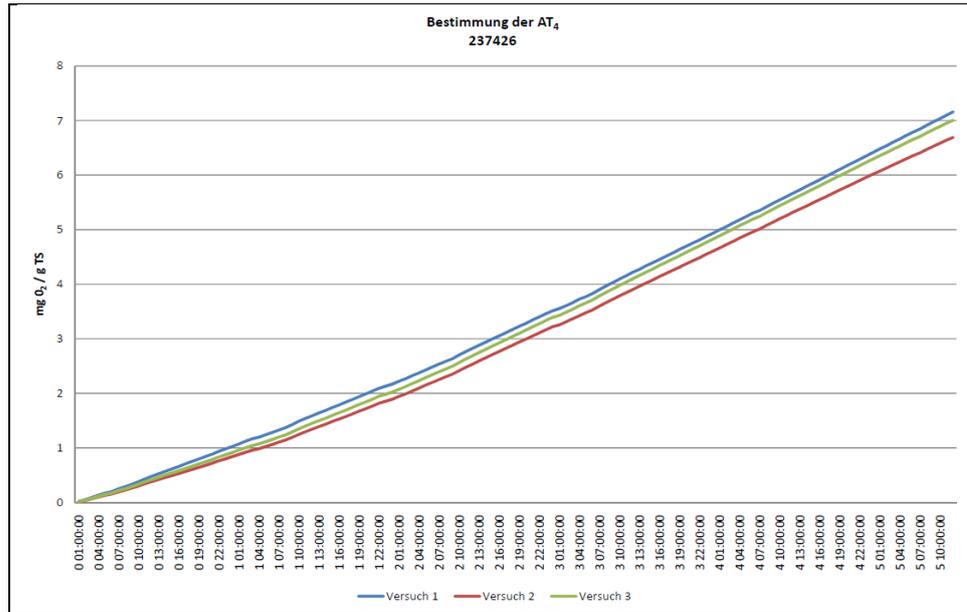


Abbildung 50: Bestimmung der AT_4 , Probe B_P06.

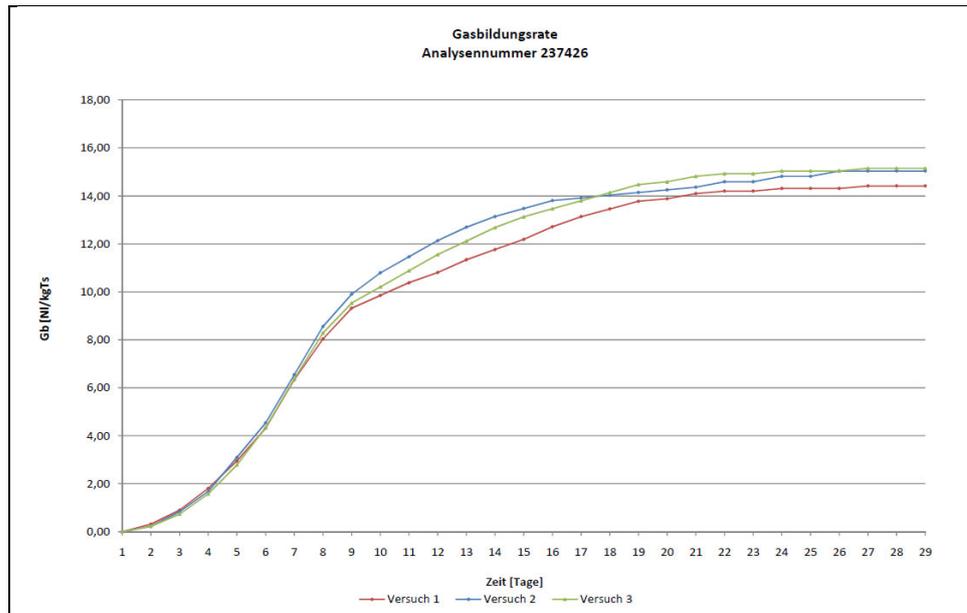


Abbildung 51: Bestimmung der GB_{21} , Probe B_P06.

8.4 Ergebnisse der Untersuchungen zur grundlegenden Charakterisierung der untersuchten Proben

Die im Folgenden dargestellten Tabellen enthalten die im Zuge der vorgeschriebenen Untersuchungen zur grundlegenden Charakterisierung der Proben erhobenen Daten. Da in diesem Zusammenhang nicht für alle Proben sämtliche Parameter untersucht werden, wurden jene Proben, die hier nicht untersucht wurden aus der Darstellung ausgeschlossen.

Tabelle 46: Grundlegende Charakterisierung der Proben von Phase 1, Eluatuntersuchungen.

Probenbezeichnung		A_P01	A_P02	B_P01	B_P02
Parameter	Einheit				
pH-Wert	–	8	8,1	7,6	8,35
LF	mS/m	706	750	445	383
ADR	mg/kgTM	61.300	59.300	38.300	27.700
Aluminium als Al	mg/kgTM	10,9	12,5	18,2	64
Antimon als Sb	mg/kgTM	0,96	0,75	0,14	0,18
Arsen als As	mg/kgTM	0,055	0,033	0,071	0,08
Barium als Ba	mg/kgTM	0,45	0,907	1,17	0,863
Beryllium als Be	mg/kgTM	< 0,01	<0,01	< 0,01	< 0,01
Bor als B	mg/kgTM	21,3	69,5	12,2	9,03
Blei als Pb	mg/kgTM	0,37	0,4	0,27	0,96
Calcium als Ca	mg/kgTM	5270	2570	1910	487
Cadmium als Cd	mg/kgTM	0,0057	0,0081	0,013	0,029
Chrom als Cr	mg/kgTM	2,8	2	0,63	0,27
Chrom (VI) als Cr	mg/kgTM	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,02
Eisen als Fe	mg/kgTM	40	54,8	95,9	86,3
Kalium als K	mg/kgTM	–	–	–	–
Kobalt als Co	mg/kgTM	0,64	0,69	0,156	0,071
Kupfer als Cu	mg/kgTM	2,2	0,97	1	8,7
Magnesium als Mg	mg/kgTM	1.610	1.450	688	149
Mangan als Mn	mg/kgTM	11	3,31	11,6	4,99
Molybdän als Mo	mg/kgTM	1,19	4,11	0,504	0,538
Natrium als Na	mg/kgTM	–	–	–	–
Nickel als Ni	mg/kgTM	2,2	1,6	1,3	1,1
Quecksilber als Hg	mg/kgTM	0,0013	0,0014	< 0,001	0,0013
Selen als Se	mg/kgTM	0,071	0,036	0,025	0,025
Silber als Ag	mg/kgTM	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Thallium als Tl	mg/kgTM	< 0,02	< 0,02	< 0,02	< 0,02
Titan als Ti	mg/kgTM	–	–	–	–
Vanadium als V	mg/kgTM	0,36	0,649	0,201	0,179
Wismut als Bi	mg/kgTM	–	–	–	–
Zink als Zn	mg/kgTM	2,7	1,5	1,5	12

Probenbezeichnung		A_P01	A_P02	B_P01	B_P02
Parameter	Einheit				
Zinn als Sn	mg/kgTM	< 0,1	< 0,1	0,141	< 0,1
Zirkon als Zr	mg/kgTM	–	–	–	–
Ammonium als N	mg/kgTM	2.600	1.930	447	614
Bromid als Br	mg/kgTM	–	–	–	–
Chlorid als Cl	mg/kgTM	4.850	8.750	5.600	6.150
Fluorid als F	mg/kgTM	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5
Nitrat als N	mg/kgTM	< 2	2,2	< 2	28,9
Nitrit als N	mg/kgTM	< 0,05	0,664	0,78	25,2
Phosphat als P	mg/kgTM	4,48	1,2	15,7	12,4
Sulfat als SO ₄	mg/kgTM	23.000	18.400	6.100	4.810
Sulfid als S	mg/kgTM	< 1	< 1	< 1	< 1
Cyanid, gesamt (als CN)	mg/kgTM	< 0,05	0,14	0,15	0,16
Cyanide, leicht freisetzbar als CN	mg/kgTM	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05
TOC als C	mg/kgTM	12.000	6.100	13.000	6.800
extrahierbare organische Halogene EOX (als Cl)	mg/kg TM	1,7	1,8	1,3	1,1
anionenaktive Tenside (als TBS)	mg/kg TM	14,2	10,9	6,45	7,21
Kohlenwasserstoff – Index	mg/kgTM	32,8	31,9	183	4,8
Phenolindex	mg/kgTM	24,6	19,8	< 0,1	< 0,1
Summe PAK 16	mg/kgTM	0,51	0,15	0,14	0,058

Tabelle 47: Grundlegende Charakterisierung der Proben von Phase 1, Feststoffuntersuchungen.

Probenbezeichnung		A_P01	A_P02	B_P01	B_P02
Parameter	Einheit				
Trockensubstanz	%	66,6	64,5	49,2	75,2
Aluminium als Al	mg/kgTM	8.590	12.500	19.300	18.100
Antimon als Sb	mg/kgTM	27,2	22,6	9,2	24,9
Arsen als As	mg/kgTM	< 5	< 5	< 5	< 5
Barium als Ba	mg/kgTM	341	623	377	408
Beryllium als Be	mg/kgTM	< 5	< 5	< 5	< 5
Bor als B	mg/kgTM	117	220	66,7	61,3
Blei als Pb	mg/kgTM	140	291	203	831
Calcium als Ca	mg/kgTM	115.000	106.000	73.600	85.300
Cadmium als Cd	mg/kgTM	1,1	1,5	1,23	1,8
Chrom als Cr	mg/kgTM	1.040	666	293	516
Chrom VI als Cr	mg/kgTM	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Eisen als Fe	mg/kgTM	21.700	20.500	17.900	41.700
Kalium als K	mg/kgTM	–	–	–	–

Probenbezeichnung		A_P01	A_P02	B_P01	B_P02
Parameter	Einheit				
Kobalt als Co	mg/kgTM	43	62	28	56
Kupfer als Cu	mg/kgTM	177	2.740	921	352
Magnesium als Mg	mg/kgTM	9.520	11.700	7.850	10.500
Mangan als Mn	mg/kgTM	1.500	720	872	1.630
Molybdän als Mo	mg/kgTM	35,1	47,5	27,8	36,9
Natrium als Na	mg/kgTM	–	–	–	–
Nickel als Ni	mg/kgTM	422	557	312	587
Quecksilber als Hg	mg/kgTM	0,47	1,3	2,1	1,6
Selen als Se	mg/kgTM	< 5	< 5	< 5	< 5
Silber als Ag	mg/kgTM	< 5	< 5	< 5	< 5
Thallium als Tl	mg/kgTM	< 1	< 1	< 1	< 1
Titan als Ti	mg/kgTM	–	–	–	–
Vanadium als V	mg/kgTM	26,5	50	20,1	28,9
Wismut als Bi	mg/kgTM	–	–	–	–
Zink als Zn	mg/kgTM	873	1.100	985	1.320
Zinn als Sn	mg/kgTM	21,1	79,3	59,9	71,2
Zirkon als Zr	mg/kgTM	–	–	–	–
Cyanide ges. (als CN)	mg/kgTM	–	–	–	–
Cyanide leicht freisetzb. (als CN)	mg/kgTM	–	–	–	–
Glühverlust 550 °C	%	34,2	53,9	46,7	29,8
TOC (als C)	mg/kgTM	171.000	169.000	235.000	150.000
Kohlenwasserstoff – Index	mg/kgTM	2.820	1.780	3.450	1.670
ausblasbare organisch ge- bundene Halogene POX (als Cl)	mg/kgTM	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Summe PAK (16 Verbindungen)	mg/kgTM	89,4	27,8	10,2	13,9
BTEX	mg/kgTM	0,18	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Brennwert	kJ/kg TM	5.780	5.680	8.240	5.260
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	mg O ₂ /g TM	5,72	5,09	28,6	2,26
Gasbildung im Gärttest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	NI/kg TM	16,3	14,2	56	9,35

Tabelle 48: Grundlegende Charakterisierung der Proben von Phase 3, Eluatuntersuchungen.

Probenbezeichnung	B_P03	A_P03-TSP1	A_P03-TSP2	A_P03-TSP3	A_P04	A_P05	A_P06	A_P07-TSP1	A_P07-TSP2	A_P07-TSP3
Parameter	Einheit									
pH-Wert	8,05			7,55						
LF	412			533						
ADR	40.800			51.500						
Aluminium als Al	29,4			0,854						
Antimon als Sb	0,15			0,34						
Arsen als As	0,051			0,024						
Barium als Ba	1,1			0,366						
Beryllium als Be	< 0,01			< 0,01						
Bor als B	1,13			31,3						
Blei als Pb	0,76			0,12						
Calcium als Ca	643			4.950						
Cadmium als Cd	0,012			0,0022						
Chrom als Cr	0,26			1,3						
Chrom (VI) als Cr	0,044			1,3						
Eisen als Fe	42,3			9,72						
Kalium als K										
Kobalt als Co	0,162			0,371						
Kupfer als Cu	2,9			1,3						
Magnesium als Mg	206			812						
Mangan als Mn	4,27			3,34						
Molybdän als Mo	0,551			2,91						
Natrium als Na										
Nickel als Ni	1,3			0,7						
Quecksilber als Hg	< 0,001			< 0,001						
Selen als Se	0,018			< 0,01						

Probenbezeichnung	B_P03	A_P03-TSP1	A_P03-TSP2	A_P03-TSP3	A_P04	A_P05	A_P06	A_P07-TSP1	A_P07-TSP2	A_P07-TSP3
Parameter	Einheit									
Silber als Ag	mg/kgTM	< 0,1		< 0,1						
Thallium als Tl	mg/kgTM	< 0,02		< 0,02						
Titan als Ti	mg/kgTM									
Vanadium als V	mg/kgTM	< 0,05		0,169						
Wismut als Bi	mg/kgTM									
Zink als Zn	mg/kgTM	7,7		2						
Zinn als Sn	mg/kgTM	< 0,1		< 0,1						
Zirkon als Zr	mg/kgTM									
Ammonium als N	mg/kgTM	979		829						
Bromid als Br	mg/kgTM									
Chlorid als Cl	mg/kgTM	5.700		5.280						
Fluorid als F	mg/kgTM	44		8,4						
Nitrat als N	mg/kgTM	< 2		3,3						
Nitrit als N	mg/kgTM	1,07		0,429						
Phosphat als P	mg/kgTM	2,6		0,15						
Sulfat als SO4	mg/kgTM	3.590	19.200	18.000	17.400	20.500	19.100	20.600	19.100	13.900
Sulfid als S	mg/kgTM	< 1		< 1						
Cyanid, gesamt (als CN)	mg/kgTM	0,08		0,06						
Cyanide, leicht freisetzbar als CN	mg/kgTM	< 0,05		< 0,05						
TOC als C	mg/kgTM	8650		4500						
extrahierbare organische Halogene EOX (als Cl)	mg/kg TM	0,16		0,86						
anionenaktive Tenside (als TBS)	mg/kg TM	13		20						
Kohlenwasserstoff – Index	mg/kgTM	1,2		16,1						
Phenolindex	mg/kgTM	0,66		< 0,01						
Summe PAK 16	mg/kgTM	0,017		0,062						

Tabelle 49: Grundlegende Charakterisierung der Proben von Phase 3, Feststoffuntersuchungen.

Probenbezeichnung	B_P03- B_P03- B_P03- B_P03- A_P03- A_P03- A_P03- A_P03- A_P04 A_P05 A_P06 B_P04 B_P05 B_P06 A_P07- A_P07- A_P07- TSP1 TSP2 TSP3																			
	Parameter	Einheit	86,1	79,1	81,5	83,2	79,0	82,0	79,0	79,3	81,1	83,1	84,6	76,1	79,7	84,6	73,4	71,3	71,7	
Trockensubstanz	%	14.700																		
Aluminium als Al	mg/kgTM	14																		
Antimon als Sb	mg/kgTM	< 5																		
Arsen als As	mg/kgTM	168																		
Barium als Ba	mg/kgTM	< 5																		
Beryllium als Be	mg/kgTM	64,4																		
Bor als B	mg/kgTM	233																		
Blei als Pb	mg/kgTM	71.600																		
Calcium als Ca	mg/kgTM	1,7																		
Cadmium als Cd	mg/kgTM	733																		
Chrom als Cr	mg/kgTM	< 0,1																		
Chrom VI als Cr	mg/kgTM	29.900																		
Eisen als Fe	mg/kgTM	48																		
Kalium als K	mg/kgTM	315																		
Kobalt als Co	mg/kgTM	7.850																		
Kupfer als Cu	mg/kgTM	1.080																		
Magnesium als Mg	mg/kgTM	26,6																		
Mangan als Mn	mg/kgTM	715																		
Molybdän als Mo	mg/kgTM	437																		
Natrium als Na	mg/kgTM	0,92																		
Nickel als Ni	mg/kgTM	1,4																		
Quecksilber als Hg	mg/kgTM	< 5																		
Selen als Se	mg/kgTM	< 5																		
Silber als Ag	mg/kgTM	< 1																		
Thallium als Tl	mg/kgTM	18,1																		
Titan als Ti	mg/kgTM																			
Vanadium als V	mg/kgTM	42,6																		
Wismut als Bi	mg/kgTM																			

Probenbezeichnung	B_P03-TSP1	B_P03-TSP2	B_P03-TSP3	B_P03-TSP1	A_P03-TSP1	A_P03-TSP2	A_P03-TSP3	A_P04	A_P05	A_P06	B_P04	B_P05	B_P06	A_P07-TSP1	A_P07-TSP2	A_P07-TSP3
Parameter	Einheit															
Zink als Zn			968				1.710									
Zinn als Sn			31,6				59,2									
Zirkon als Zr																
Cyanide ges. (als CN)																
Cyanide leicht freisetzb. (als CN)																
Glühverlust 550 °C			36,3				33,8									
TOC (als C)			162.000				166.000									
Kohlenwasserstoff-Index			913				1.920									
ausblasbare organisch gebundene Halogene POX (als Cl)			< 0,1				< 0,1									
Summe PAK (16 Verbindungen)			5,88				16,7									
BTEX			< 0,05				< 0,05									
Brennwert	4.830	5.830	5.380	5.260	5.750	5.460	5.150	4.680	4.490	4.630	5.140	5.470	4.630	5.650	6.000	6.310
Atmungsaktivität nach 4 Tagen (AT ₄)	5,66	6,88	6,05	5,32	5,12	5,02	5,65	5,96	5,05	4,78	4,64	4,54	4,54	6,46	6,96	6,16
Gasbildung im Gärtest nach 21 Tagen (GB ₂₁)	15,9	16,8	17,5	14,0	12,8	11,8	12,7	14,1	10,0	14,9	15,1	13,1	17,9	18,2	17,6	

Umweltbundesamt GmbH

Spittelauer Lände 5
1090 Wien/Österreich

Tel.: +43-(0)1-313 04
Fax: +43-(0)1-313 04/5400

office@umweltbundesamt.at
www.umweltbundesamt.at

Bei der Annahme von Abfällen aus der mechanisch-biologischen Abfallbehandlung (MBA) in einer Massenabfalldeponie ist der gesamte organische Kohlenstoff (total organic carbon, TOC) im Eluat zu bewerten. Um die Methoden zur Bestimmung des gelösten und gesamten organischen Kohlenstoffs im Eluat zu evaluieren, wurden Proben unterschiedlicher Rottegrade aus zwei MBA-Anlagen analysiert. Die Gehalte an gelöstem organischen Kohlenstoff (dissolved organic carbon, DOC) lagen im Mittel bei 87 % bezogen auf den TOC-Anteil im Eluat.

Neben der Entfernung von anorganischem Kohlenstoff erwiesen sich die Zentrifugationsdauer und das Filtermedium als wesentliche Einflussfaktoren.

Während die zur Deponierung vorgesehenen Proben die österreichischen Ablagerungskriterien voll erfüllten, lagen die DOC-Konzentrationen im Eluat über dem deutschen Grenzwert von 300 mg/l.