



UFZ-Bericht

UFZ-Bericht • UFZ-Bericht • UFZ-Bericht • UFZ-Bericht

Umweltforschungszentrum Leipzig-Halle GmbH

Nr. 1/1996

Elutionsverhalten und ökotoxisches Potential von Sonderabfällen

Albrecht Paschke (Projektleitung)
Detlef Lazik*
Helmut Segner
Elke Büttner

Sektion Chemische Ökotoxikologie
* Sektion Hydrogeologie
UFZ-Umweltforschungszentrum
Leipzig-Halle GmbH

**Elutionsverhalten
und
ökotoxisches Potential
von
Sonderabfällen**

Abschlußbericht zum Forschungsvorhaben:

Elutionsverhalten und ökotoxisches Potential von Sonderabfällen

**Modelluntersuchungen an ausgewählten Abfällen / Reststoffen
des Landes Sachsen-Anhalt**

Autoren:

Dr. Albrecht Paschke (Projektleitung)

Dr. Detlef Lazik

PD Dr. habil. Helmut Segner

Ing. Elke Büttner

Sektion Chemische Ökotoxikologie

UFZ-Umweltforschungszentrum

Leipzig-Halle GmbH

Permoserstraße 15

D - 04318 Leipzig

Das diesem Bericht zugrundeliegende Forschungsvorhaben wurde mit Mitteln des Landes Sachsen-Anhalt gefördert (Projektbegleitung: Dr. Gerald Schumann, Landesamt für Umweltschutz Sachsen-Anhalt). Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei den Autoren.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1 Einleitung	
1.1 Problemstellung	1
1.2 Auslaugtests für belastete Feststoff-Materialien	1
1.3 Ökotoxikologische Bewertung von Eluaten	4
2 Untersuchungsprogramm	6
3 Experimentelles	
3.1 Probenvorbereitung	7
3.2 Sequentielle Extraktion	8
3.3 Königswasserauszug (S7-Test)	8
3.4 Auslaugtests	
3.4.1 Schütteltest zur Eluierbarkeit mit Wasser (S4-Test)	8
3.4.2 Schütteltest zur Schwermetall/As-Auslaugung im sauren und basischen Milieu (pH _{stat} -Verfahren).....	9
3.4.3 Soxhlet-Extraktion mit Toluol	10
3.4.4 Schütteltest zur Auslaugung organischer Schadstoffe im sauren und basischen Milieu (Modifiziertes pH _{stat} -Verfahren)	10
3.4.5 Schütteltest zur Auslaugung mit Salzlösung (Modifizierter S4-Test)	11
3.4.6 Umlaufsäulenversuch mit Wasser	11
3.5 Eluat/Feststoff-Trennung und Eluat-Konservierung	12
3.6 Elektrochemische Messungen an den Eluaten	13
3.7 Ökotoxikologische Untersuchung der Eluate	
3.7.1 Urease-Hemmtest	13
3.7.2 Leuchtbakterien-Test	13
3.7.3 Test mit Wirbellosen	14
3.7.4 Zytotoxizitätstest mit Fischzellen	14
3.7.5 Induktion von Cytochrom P4501A1	14
3.8 Feststoff- und Eluat-Analytik	
3.8.1 Röntgenfluoreszenz-Analyse	15
3.8.2 Schwermetalle und As	15
3.8.3 Chlorid und Sulfat	16
3.8.4 Gelöster organischer Kohlenstoff (DOC)	16
3.8.5 Adsorbierbare Halogenkohlenwasserstoffe (AOX)	16
3.8.6 Summe der Mineralöl-Kohlenwasserstoffe	16
3.8.7 Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK)	17
3.8.8 Ausgewählte schwerflüchtige Chlor-Kohlenwasserstoffe (CKW) und Polychlorierte Biphenyle (PCB)	17
3.8.9 Ausgewählte Phenole	17

4	Ergebnisse	
4.1	Materialcharakterisierung	
4.1.1	Kupferschiefer-Mergel (Probe 1)	18
4.1.2	Mergeliger Kalkstein (Probe 2)	21
4.1.3	Furanharz-gebundener Gießerei-Altsand (Probe 3)	23
4.1.4	Wasserglas-gebundener Gießerei-Altsand (Probe 4)	25
4.1.5	Rauchgas-Reinigungsrückstand (Probe 5)	27
4.2	Mobilisierbarkeit von Schwermetallen	
4.2.1	Schütteltests	29
4.2.2	Säulenversuch	33
4.2.2.1	Chemisches Milieu.....	33
4.2.2.2	Schwermetallkonzentrationen in den Eluaten.....	36
4.2.2.3	Entwicklung der Schadstoffkonzentrationen in den Eluaten und ihre Bewertung.....	36
4.3	Mobilisierbarkeit organischer Schadstoffe (Schütteltests)	41
4.4	Ökotoxikologische Charakterisierung der Eluate	47
5.	Methodische Aspekte	
5.1	Vergleich zwischen S4- und Umlaufsäulen-Versuch	48
5.1.1	Gegenüberstellung wesentlicher Eigenschaften und Randbedingungen von Schüttel- und Umlaufsäulenversuchen.....	48
5.1.2	Vergleich von Lösungen aus dem 1. Schritt der sequentiellen Extraktion mit S4-Eluaten.....	49
5.1.3	Vergleich der Eluate aus S4-Versuch und Umlaufsäule.....	50
5.2	pH _{stat} -Versuche bei unterschiedlichen S/L-Verhältnissen	51
5.3	Modifiziertes pH _{stat} -Verfahren für organische Schadstoffe	53
5.4	Elution mit Salzlösung	53
6.	Zusammenfassung	54
7.	Literaturverzeichnis	56
8.	Tabellenanhang	62

1 Einleitung

1.1 Problemstellung

Zur Abschätzung der Umweltverträglichkeit von Deponierungs- und Verwertungsmaßnahmen für industrielle Reststoffe ist es notwendig, umfassende Aussagen über die mittel- und langfristige Mobilisierung von Schadstoffen aus diesen Materialien treffen zu können. Bei abgeschlossener Lagerung und Wiederverwertung von großtonnagigen Produktionsrückständen, wie z.B. bei der Verfüllung von Bergwerksschächten oder bei der Verwendung im Straßenunterbau, ist die staub- und gasförmige Emission von Schadstoffen weitgehend auszuschließen. Das Hauptinteresse gilt dann der Frage, ob und in welchem Ausmaß eine Schadstoffauswaschung durch Regen oder Oberflächenwässer erfolgt und ob eine Versickerung in das Grundwasser zu erwarten ist.

Eine ausschließlich theoretische Vorhersage des Auslaugverhaltens schadstoffhaltiger Feststoffe und Schlämme ist aufgrund vielfältiger Kombinationseffekte zwischen den Substanzen kaum möglich, wie z.B. die Komplexierung von Schwermetallen oder die unterschiedlichen Sorptionsphänomene an der Feststoffmatrix zeigen. Experimentelle Testverfahren müssen deshalb herangezogen werden, um zu klären, welche maximale Schadstoffkonzentration in der Lösungsphase unter den konkreten Milieubedingungen auftreten kann, welche Parameter die Mobilisierung einzelner Schadstoffe maßgeblich beeinflussen und wie sich diese zeitlich entwickeln. Zusätzlich besteht die Forderung, das gesamte Freisetzungspotential eines schadstoffhaltigen Materials unter den denkbar ungünstigsten Bedingungen („worst case“) zu erfassen. Die Untersuchung der Auswaschphasen mit biologischen Testverfahren trägt zu einer besseren Bewertung des ökologischen Gefahrenpotentials bei.

1.2 Auslaugtests für belastete Feststoff-Materialien

Auslaugtests für Abfallstoffe, belastete Böden und Sedimente gibt es in großer Zahl [1-54]. Mit ihnen werden unterschiedliche Zielstellungen verfolgt. So dienen die Auslaugtests der Bestimmung der auslaugbaren Komponenten eines Materials, der Klassifizierung von speziellen Abfällen, der Überprüfung des Einflusses technologischer Änderungen im Prozeßablauf auf den Schadstoffgehalt anfallender Reststoffe, dem Vergleich von Abfallbehandlungsmethoden (hinsichtlich des verbleibenden Schadstoffinventars) oder der Entwicklung von technischen Laugungsverfahren. Elutionstests werden auch zur Abschätzung der Vor-Ort-Konzentration im Feld, zur Entwicklung und Parametrisierung von Transportmodellen und zur Risikobewertung von Abfallverwertungs- und Deponierungsmaßnahmen genutzt.

Auslaugtests können unter instationären oder stationären Bedingungen durchgeführt werden. Im ersten Fall wird der Feststoff entweder mit einer definierten Menge Elutionsmittel versetzt (sog. „Batch-Versuch“) oder in einem kontinuierlichen Strom (bzw. näherungsweise in einer Kaskade) mit dem Eluenten in Kontakt gebracht (sog. „Semibatch-Verfahren“). Der stationäre Fall, realisierbar durch kontinuierlichen oder kaskadenförmigen Gegenstrom von fester und flüssiger Phase, ist eher für technologische Auslaugprozesse interessant. Zur Gruppe der Batch-Versuche gehören die einstufigen Schüttel- und Rührversuche, die Standversuche und die sequentiellen Extraktionen. Zu den Semibatch-Verfahren zählen die Schüttelkaskaden und die Umströmungs- bzw. Durchströmungsversuche.

Ein Batch-Versuch, der zur Materialcharakterisierung vorgenommen wird, sollte, obwohl unter instationären Bedingungen ablaufend, annähernd in einem stationären Zustand enden, um reproduzierbare und vergleichbare Ergebnisse sicherzustellen. Weitere wichtige Randbedingungen und Testparameter von Auslaugversuchen ergeben sich aus der Vorbereitung des Probenmaterials, der Zusammensetzung des Elutionsmittels, der Art der Kontaktierung der Probe mit dem Elutionsmittel, der Wahl der Versuchstemperatur und der Abtrennung des Eluates vom Feststoff. - Schon die Probenvorbereitung, d.h. die Probentrocknung, -teilung und -zerkleinerung, die Probenverdichtung, die künstliche Alterung etc. müssen dem Untersuchungsziel angepaßt werden. Gleiches gilt für die Wahl eines synthetischen oder natürlichen Elutionsmittels, da pH-Wert, Redox-Potential, Ionenstärke, Komplexbildner und Pufferkapazität im wesentlichen das chemische Milieu festlegen und so die Mobilisierungsvorgänge steuern. Tabelle 1-1 gibt eine Übersicht zu den Einsatzmöglichkeiten sowie Vor- und Nachteilen üblicher Elutionsmittel.

Tabelle 1-1: Einsatzmöglichkeiten üblicher Elutionsmittel und ihre Vor- und Nachteile (nach [54])

Elutionsmittel	Einsatz	Vorteil	Nachteil
Wasser (destilliertes oder Trinkwasser)	Nichtaggressives Basismedium ohne Pufferkapazität	Verfügbarkeit. Standard	zusätzliches oder verringertes Lösevermögen
Vor-Ort-Lösung (Regen-, Oberflächen-, Sicker-, oder Grundwasser)	Simuliert ortsspezifische Auslaugungsbedingungen	Realitätsnähe	Sammlung und Charakterisierung nötig; nicht standardisierbar
Chemische Lösung (sauer, basisch, reduzierend, oxidierend, org. Lösungsmittel)	Metall-Speziation, Bindungsverhältnisse von Organika	Chemische Studien	Aggressivität. Realitätsferne

Für die Art der Kontaktierung Feststoff/Elutionsmittel gibt es viele Möglichkeiten. Beachtet werden müssen dabei u. a. ungewollte Materialzerkleinerung, Dampfraum- und Gefäßwand-Einflüsse. Die Wahl des Flüssigkeits/Feststoff-Verhältnisses ist abhängig von der Versuchszielsetzung, den Löslichkeits- und den analytischen Bestimmungsgrenzen. Für die Versuchsdauer (Kontaktzeit) ist neben dem Erreichen eines stationären Zustandes die experimentelle Machbarkeit bzw. die zur Verfügung stehende Zeit ein wichtiges Kriterium. Mit der Abtrennungszurück des Eluates nach dem Auslaugtest wird u.U. darüber entschieden, ob man nur die echt oder auch die kolloidal gelöste bzw. die partikulär gebundene Schadstofffraktion quantifizieren kann. All diese methodischen Aspekte der Abfallauslaugung liegen vor der chemischen Analyse des Eluates, bestimmen aber wesentlich die analytischen Resultate und ihre Interpretation.

In Deutschland wird die Umweltverträglichkeit von Reststoffen und Abfällen derzeit hauptsächlich mit Hilfe des Schütteltests nach DIN 38 414-S4 ("Bestimmung der Eluier-

barkeit mit Wasser") und des Auslaugungstests nach DIN 38 414-S7 ("Aufschluß mit Königswasser zur nachfolgenden Bestimmung des säurelöslichen Anteils von Metallen") bzw. der Soxhlet-Extraktion (von organischen Schadstoffen unter Verwendung verschiedener Lösungsmittel) beurteilt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind jedoch wenig aussagekräftig in bezug auf die Langzeitabschätzung der Mobilität von Schadstoffkomponenten.

So beschreibt der S4-Versuch in seiner ursprünglichen Definition das Initialstadium der Elution von Schadstoffen aus der Festphase unter aeroben Bedingungen bei einem relativ hohen Feststoff/Lösungsmittel-Verhältnis von 1:10. Auch der erweiterte S4-Kaskadenversuch, in dem der Feststoff mehrmals mit destilliertem Wasser kontaktiert wird, liefert nur Aussagen zur maximalen Schadstoffverfügbarkeit im Anfangsstadium der Auslaugung, da das chemische Milieu der Suspension nicht geändert wird. Besonders problematisch ist die Anwendung des S4-Verfahrens bei der Untersuchung der Auslaugbarkeit von organischen Schadstoffen aus kontaminierten Feststoffen. Vor allem bei lipophilen Stoffklassen haben kleine Änderungen in den Elutionsbedingungen starke Auswirkungen auf die Reproduzierbarkeit und Richtigkeit der Ergebnisse [10, 11, 53].

Die Elutionsbedingungen des Königswasseraus-zuges (S7) entsprechen ebenfalls in keiner Weise natürlichen Verhältnissen. Schlußfolgerungen können nur hinsichtlich des Gesamtgehaltes nicht-silikatisch gebundener Schwermetalle gezogen werden. Wichtig sind die S7-Ergebnisse jedoch für die Wahl der analytischen Bedingungen in nachfolgenden Untersuchungen. Bei der Vielzahl/Verschiedenartigkeit organischer Schadstoffgruppen wird die richtige Bestimmung des Gesamtgehaltes zusätzlich erschwert durch die Auswahl eines geeigneten Lösungsmittels für die Soxhlet-Extraktion.

Interessante Weiterentwicklungen der Labortestmethoden, die für die Untersuchung der Schwermetallremobilisierung konzipiert wurden und insbesondere auf eine größere Praxisrelevanz der Ergebnisse zielen, sind die Zirkulationsapparatur von *Schoer & Förstner* [7] und das pH_{stat} -Schüttelverfahren von *Obermann und Cremer* [50].

In der Zirkulationsanlage wird zur Beurteilung der Langzeitfreisetzung von Schwermetallen eine kontrollierte Einstellung bzw. Variation der relevanten Parameter pH-Wert, Redoxpotential, Ionenstärke, organische Komplexbildner sowie der Strömungsverhältnisse vorgenommen und durch den Einbau eines Ionenaustauschers in den Lösungskreislauf die mobilisierten Schwermetallionen entfernt. So lassen sich die natürlichen Verhältnisse einer kontinuierlichen Zufuhr metallarmer Regen- oder Grundwässer simulieren und (in Kombination mit sequentiellen Extraktionsverfahren zur Bestimmung der Metallbindungsformen am Feststoff/Sediment) Aussagen zur Mobilisierbarkeit von umweltschädlichen Schwermetallen treffen.

Im sog. pH_{stat} -Versuch wird die Feststoffprobe bei konstant gehaltenem $\text{pH}=4$ bzw. $\text{pH}=11$, den Extrempunkten des pH -Milieus unter realen Ablagerungsbedingungen, mit wässriger Lösung eluiert. Durch die Bestimmung der maximalen Säuren- und Basenneutralisationskapazität des Materials in Kombination mit den o.g. Standardversuchen S4 und S7 werden dann auch Aussagen zum "worst case" möglich.

Die beiden neuen Verfahren, die für die Bestimmung der Schwermetallfreisetzung konzipiert sind, lassen sich auch zur Untersuchung der Mobilisierung organischer Schadstoffe nutzen. Bei der Zirkulationsapparatur von *Schoer & Förstner* kann dies durch den Einsatz eines Aktivkohle-Adsorptivs in den Auslaugphasen-Kreislauf erfolgen. Das Schüttelverfahren nach *Obermann & Cremer* kann unter Berücksichtigung der Ergebnisse verschiedener Autoren [3, 8, 9, 31] durch Wahl eines geeigneten Elutionsmittels ("synthetisches Sickerwasser", "künstliches Regenwasser", Glycin etc.) ebenfalls für die Bestimmung der Auslaugbarkeit von schwer wasserlöslichen organischen Verbindungen eingesetzt werden. In beiden Fällen bedarf es allerdings erst einer Optimierung der Ver-

suchsparameter und einer Validierung des Verfahrens. Ein Versuch in diese Richtung wurde kürzlich von *Hirner und Schriever* [51] unternommen., die das pH_{stat} -Schüttelverfahren modifizierten und als Routinetest zur Elution von organischen Komponenten aus Abfällen und belasteten Böden vorschlugen. Es wurden verschiedenste Lösungsmittelzusätze zum Elutionsmittel Wasser getestet. Dabei zeigte sich, daß Ethanol aufgrund seines recht ausgeglichenen Löseverhaltens gegenüber den wesentlichen organischen Schadstoffgruppen (PAK, PCB, CKW, Phenole, Mineralöl-KW) der geeignetste Elutionszusatz ist. Es ergaben sich außerdem recht gute Korrelationen zwischen den Pufferkapazitäten in den wässrigen und "ethanolischen" Schüttelversuchen, so daß die bisherigen Bewertungskriterien, für die schon eine breite Datenbasis existiert, übernommen werden könnten. Außerdem konnte gezeigt werden, daß die ethanolische Elution unter pH_{stat} -Bedingungen eine matrixunabhängige Methode zur Bestimmung umweltrelevanter Mobilisierungen von PAK aus Feststoffproben ist.

1.3 Ökotoxikologische Bewertung von Eluaten

Mit Hilfe chemischer Untersuchungen lassen sich Menge und Art der in der Umwelt vorhandenen Xenobiotika quantitativ bestimmen. Die chemische Analytik findet die Grenzen ihrer Aussagekraft jedoch in den folgenden drei Aspekten [55]:

- Angesichts der großen Zahl von Umweltchemikalien und deren Abbau- und Nebenprodukten muß die chemische Analytik sich auf den Nachweis einer kleinen Teilmenge von Stoffen beschränken.
- Die chemische Bestimmung von Chemikalien in Umweltmedien trifft zunächst keine Aussage, ob und in welchem Maße die Stoffe in biologische Organismen aufgenommen werden (Frage nach der „Bioverfügbarkeit“).
- Die chemische Analytik liefert keine Informationen zur Wirkung von Chemikalien auf lebende Systeme.

Biologische Untersuchungen beschreiben die Wirkung von Stoffen auf lebende Systeme (Zellen, Organismen, Populationen, Biozönosen) [56 -58]. Dabei kann mit Hilfe von Bio-monitoring- und Bioindikationsverfahren die in einem Umweltausschnitt vorhandene Belastungssituation diagnostiziert werden oder über Biotestverfahren im Labor eine prospektive Aussage zum Wirkpotential von Stoffen erstellt werden. Die biologischen Prüfverfahren erfassen nicht nur die Wirkung von Einzelstoffen sondern darüber hinaus die summarische Wirkung komplexer Stoffgemische mit ihrer Vielzahl von synergistischen und antagonistischen Wechselwirkungen.

An biologische Testverfahren zur Bestimmung des ökotoxischen Wirkpotentials von Stoffen und Stoffgemischen sind eine Reihe von unterschiedlichen und teilweise konträren Anforderungen zu stellen (Tabelle 1-2).

Tabelle 1-2: Eignungskriterien in der Ökotoxikologie (nach [59])

Eignungskriterien in der Ökotoxikologie

1. **Relevanz** (d.h. wesentliche Bedeutung für das Ökosystem)
2. **Konstanz** (d.h. hinreichende Wiederholbarkeit, z.B. zu bestimmten Zeiten des Jahres)
3. **Empfindlichkeit** (d.h. Effekte bei Konzentrationen, die real erwartet werden können)
4. **Objektivierbarkeit** (d.h. Meß- bzw. Dokumentierbarkeit)
5. **Interpretierbarkeit** (d.h. Rückschlüsse auf reale Freiland-Ökosysteme möglich)
6. **Realisierbarkeit** (d.h. vertretbarer zeitlicher, personeller, apparativer, ... Aufwand)
7. **Standardisierbarkeit** (d.h. klar definierte und nachvollziehbare Versuchsbedingungen)

Die heute routinemäßig eingesetzten und auch in einer Reihe von Gesetzen (Wasserhaushalts-, Abwasserabgaben-, Chemikalien-Gesetz) vorgeschriebenen Tests wurden vor allem unter dem Aspekt der Standardisierbarkeit, Objektivierbarkeit und Realisierbarkeit entwickelt. Um dennoch zu einer ökologisch relevanten Aussage zu gelangen, werden in der Regel anstelle der Einzeltests sog. „Testbatterien“ eingesetzt, die eine Reihe unterschiedlicher organischer und suborganischer Verfahren kombinieren. Mögliche Auswahlkriterien für die Zusammenstellung einer Testbatterie sind:

- **Ökologische Repräsentanz:** Nahrungsketten sind ein grundlegendes Element des Stoff- und Energieflusses in Ökosystemen. Bei der Auswahl von Spezies für ökotoxikologische Tests wird daher versucht, Vertreter von unterschiedlichen trophischen Niveaus der Nahrungsnetze zu berücksichtigen, d.h. Destruenten (Bakterien), Primärproduzenten (in aquatischen Systemen Algen), Primärkonsumenten (in vielen Systemen Wirbellose) und Sekundärkonsumenten (in aquatischen Systemen vielfach Fische).
- **Sensitivität:** Lange Zeit suchte man nach dem „empfindlichsten Testorganismus“. Es hat sich jedoch gezeigt, daß die Sensitivität von Organismen gegenüber verschiedenen Chemikaliengruppen sehr unterschiedlich ist [60]. Der einzige Weg, ein falsch negatives Resultat aufgrund mangelhafter Sensitivität des Testsystems zu vermeiden, besteht im Einsatz einer Batterie unterschiedlicher Prüfverfahren. Dabei ist neben Organismen-Tests auch an suborganismische Untersuchungen zu denken. Insbesondere Enzymtests können außerordentlich sensitiv - und zugleich selektiv - auf bestimmte chemische Gruppen ansprechen.
- **Ökotoxische Wirkung:** Neben Unterschieden in der allgemeinen Empfindlichkeit gegenüber Fremdstoffen gibt es auch spezifische Sensitivitätsunterschiede, welche durch den Enzymhaushalt und andere Eigenschaften des biologischen Systems bedingt werden [61]. Solche Unterschiede führen dazu, daß verschiedene Testsysteme i.allg. auf unterschiedliche Ausschnitte des ökotoxischen Wirkprofils von Chemikalien reagieren, d.h. die einzelnen Testsysteme sprechen unterschiedlich gut auf die Wirkmechanismen (z.B. Entkoppler oder Acetylcholinesterase-Hemmer) von Chemikalien an.

Selbstverständlich kann auch eine Testbatterie, gleichwohl sie in ihrer Aussagekraft deutlich über einen Einzeltest hinausgeht, nur eine partielle Einschätzung der ökosyste-

maren Folgen von Umweltchemikalien leisten. Eine nach den o.g. Kriterien zusammengesetzte Testbatterie erfaßt die letale Schadwirkung auf ausgewählte Vertreter verschiedener trophischer Ebenen und beschreibt spezielle Aspekte des Wirkprofils, wie beispielsweise die Induktion von Biotransformationsprozessen. Die Testbatterie erfaßt jedoch nicht die indirekten Wirkungen von Umweltchemikalien, wie z.B. die Veränderungen im Stoff- und Energiefluß des Ökosystems. - Für derartige Fragestellungen liegen zur Zeit noch keine validierten und allgemein akzeptierten Untersuchungsverfahren vor.

2 Untersuchungsprogramm

Gegenstand des Projektes war die Überprüfung und ggf. Modifizierung ausgewählter Labortestverfahren zur Abschätzung der Schadstoffmobilisierbarkeit aus Abfällen und des daraus resultierenden ökotoxischen Potentials. Die Untersuchungen konzentrierten sich auf nichtflüchtige Schadstoffe in typischen Massenabfällen. Schlämme und Sedimente sowie Hausmüll wurden nicht einbezogen.

Es wurde vereinbart, an 5 ausgewählten Feststoffproben (2 Haldenmaterialien aus dem Mansfelder Land, 2 Gießereialtsande und ein Rückstand aus der Rauchgasreinigung) folgende Untersuchungen durchzuführen:

- Bestimmung der Bindungsform toxischer Schwermetalle an der Probenmatrix mit einer Extraktionssequenz (ExSeq),
- Königswasser-Auszug zur Bestimmung des Gesamtgehaltes an Schwermetallen (S7),
- Schüttelversuch zur Eluierbarkeit mit Wasser (S4),
- Schüttelversuche im sauren und basischen Milieu (einschließlich der Bestimmung der Pufferkapazität des Materials) ($\text{pH}_{\text{stat}4}$ / $\text{pH}_{\text{stat}11}$),
- Schüttelversuch analog pH_{stat} unter Verwendung eines modifizierten Elutionsmittels ($\text{pH}_{\text{statEM}}$),
- Bestimmung von toxikologischen Summenparametern der Eluate in einer Testbatterie auf verschiedenen trophischen Ebenen (ÖkoTox),
- Durchführung von Umlaufsäulenversuchen zum Vergleich der aus den einstufigen Schütteltests gewonnenen Elutionsparametern mit solchen unter dynamischen Bedingungen (Säule).

Der Umfang unserer Arbeiten ist aus Tabelle 2-1 ersichtlich.

Tabelle 2-1: Umfang der im Rahmen des Projektes durchgeführten Untersuchungen

Art der Untersuchung	Probe 1 ^{a)}	Probe 2 ^{b)}	Probe 3 ^{c)}	Probe 4 ^{d)}	Probe 5 ^{e)}	Analytik
RFA	■	■	■	■	■	
ExSeq	■	■	■	■	■	Anorg. ^{f)}
S7	■	■	■	■	■	Anorg.
Soxhlet	■ ■	■ ■	■ ■	■ ■	■ ■	Org. ^{g)}
S4	■ ■	■ ■	■ ■ ■ ■	■ ■ ■ ■	■ ■ ■ ■	Anorg., Org., Sum. ^{h)}
pH _{stat} ⁴	■ ■	■ ■ ■ ■	■ ■	■ ■	■ ■ ■ ■	Anorg., Sum.
pH _{stat} ¹¹	■ ■	■ ■	■ ■	■ ■		Anorg., Sum.
pH _{stat} ^{EM}	■ ■		■ ■	■ ■	■ ■	Org.
ÖkoTox	■ ■	■ ■	■ ■	■ ■	■ ■	
Säule	■ ■	■ ■	■ ■	■ ■	■ ■	

^{a)} Probe 1 = Haldenmaterial (Kupferschiefer-Mergel);

^{b)} Probe 2 = Haldenmaterial (mergeliger Kalkstein);

^{c)} Probe 3 = Gießerei-Altsand (Furanharz-gebunden);

^{d)} Probe 4 = Gießerei-Altsand (Wasserglas-gebunden);

^{e)} Probe 5 = Rauchgas-Reinigungsrückstand;

^{f)} Anorg. = Schwermetall (incl. As)- und Chlorid/Sulfat-Analytik;

^{g)} Org. = Organische Einzelstoff-Analytik (CKW, PAK, PCB, Phenole);

^{h)} Sum. = Bestimmung der Summenparameter Mineralöl-KW, DOC, AOX.

3 Experimentelles

3.1 Probenvorbereitung

(Dr. Paschke, UFZ-Sektion CÖ)

Die notwendige mechanische Zerkleinerung von grobstückigem Material wurde auf einer Edelstahlplatte mit dem Hammer (und bei Probe 2 zusätzlich mit einem Backenbrecher) vorgenommen, wobei darauf geachtet wurde, daß so wenig Feinkornanteil wie möglich entstand. Dazu wurden die Bruchstücke <10 mm sukzessive mittels Analysensieb abgetrennt und nur der Siebrückstand weiter zerkleinert. Das zerkleinerte Material wurde abschließend mit einem Sieb von 2,5 mm Maschenweite in 2 Fraktionen geteilt, deren Anteile am Gesamtgewicht der Probe bestimmt wurden. Bei den Einwaagen für die Elutionsansätze wurde das Verhältnis der beiden Kornfraktionen dann berücksichtigt.

Die repräsentative Probeteilung erfolgte mittels Riffelteiler (Spaltweite 25 mm für Material zwischen 10 und 2,5 mm; Spaltweite 6,5 mm für Material unter 2,5 mm). Für die nachfolgend beschriebenen Extraktionen und Aufschlüsse (siehe 3.2 und 3.3) wurde das Untersuchungsmaterial in einer Schwingmühle feingemahlen.

3.2 Sequentielle Extraktion

(Dr. Wennrich, UFZ-Sektion Analytik)

Die sequentielle chemische Extraktion der Schwermetalle aus den Feststoffen erfolgte nach einer von *Schoer und Förstner* [7] angegebenen Prozedur, in der zuerst die leicht austauschbaren Anteile durch 2stündiges Schütteln mit 1M Ammoniumacetat-Lösung im Feststoff/Lösungsmittel-Verhältnis S/L=1/20 extrahiert werden. Nachfolgend wird der getrocknete Feststoffrückstand mit 0.4M Ammoniumoxalat-Pufferlösung (bei pH=3 und S/L=1/100) 24 Stunden lang geschüttelt, um die reduzierbaren Anteile herauszulösen. Im 3. Schritt werden dann die oxidierbaren Anteile durch 2stündiges Erhitzen des Feststoffrückstandes mit salpetersaurer 30%iger Wasserstoffperoxid-Lösung (bei S/L=1/100) extrahiert. Das verbliebene Restmaterial wird schließlich mit heißer konzentrierter Salpetersäure versetzt (S/L=1/100), um die sog. aufschließbaren Anteile in Lösung zu bringen. Zur Quantifizierung der einzelnen Anteile werden die 4 erhaltenen Lösungen analysiert (siehe 3.8.2).

3.3 Königswasserauszug (S7-Test)

(Dr. Wennrich, UFZ-Sektion Analytik)

Der Aufschluß erfolgte nach DIN 38 414-S7, indem 3 g des getrockneten Feststoffes mit 21 mL HCl und 7 mL HNO₃ versetzt und dann für 2 h unter Rückfluß erhitzt werden. Anschließend wird über 0,45 µm filtriert und das Filtrat zur Analyse (siehe 2.10) mit bidest. Wasser auf 50 mL aufgefüllt.

3.4. Auslaugtests

3.4.1 Schütteltest zur Eluierbarkeit mit Wasser (S4-Test)

(Dr. Paschke, UFZ-Sektion CO)

Zur Untersuchung der Schadstoff-Eluierbarkeit mit Wasser nach DIN 38 414-S4 werden 100 g Feststoff und 1000 mL destilliertes Wasser in einem 2-Liter-Polyethylengefäß bei Raumtemperatur durch einen Überkopfschüttler (GFL 3040, Fa. GFL) mit 3 U/min 24 h lang bewegt. Nach Versuchsende, aber vor der Abtrennung des Eluates vom Feststoff, wurden pH-Wert, Leitfähigkeit und Redoxpotential der Suspension bestimmt (siehe 3.6). Nach der Feststoffabtrennung (siehe 3.5) wurden Aliquoten des Eluates für die Schwermetall- bzw. Summenparameter-Bestimmung entnommen, konserviert und bis zur Analyse im Kühlschrank gekühlt gelagert. Bei den S4-Ansätzen zur organischen Einzelkomponenten-Bestimmung wurden jeweils 750 mL des Eluates mit 2mal 35 mL Toluol extrahiert. Die beiden Toluol-Extrakte wurden dann vereinigt und im Rotationsverdampfer (Rotavapor RE 121, Fa. Büchi) bei 45 °C und ca. 50 Torr auf 10 mL eingengt und bis zur Analyse ebenfalls kühl gelagert.

3.4.2 Schütteltest zur Schwermetall/As-Auslaugung im sauren/basischen Milieu (pH_{stat}-Verfahren)

(Dr. Paschke, UFZ-Sektion CÖ)

Die Auslaugung erfolgte nach der von *Obermann und Cremer* [50] entwickelten Vorschrift für das sog. pH_{stat}-Verfahren, um eine Vergleichbarkeit mit den Untersuchungsergebnissen des Landesamtes für Wasser und Abfall (LWA - jetzt Landesumweltamt) von Nordrhein-Westfalen zu gewährleisten. Die komplette pH_{stat}-Apparatur, bestehend aus 4 Titrierautomaten (T 90/10, Fa. Schott), einem Horizontalschüttler (SM 25, Fa. Bühler), 4 pH-Elektroden, 4 Schüttelgefäßen, einer 4-Kanal-Steuer- und Regeleinheit und einem Computer mit Datenerfassungs- und Auswerteprogramm TITRO 8 (vgl. Abb. 3-1), wurde von Fa. WICO, Bochum bezogen.

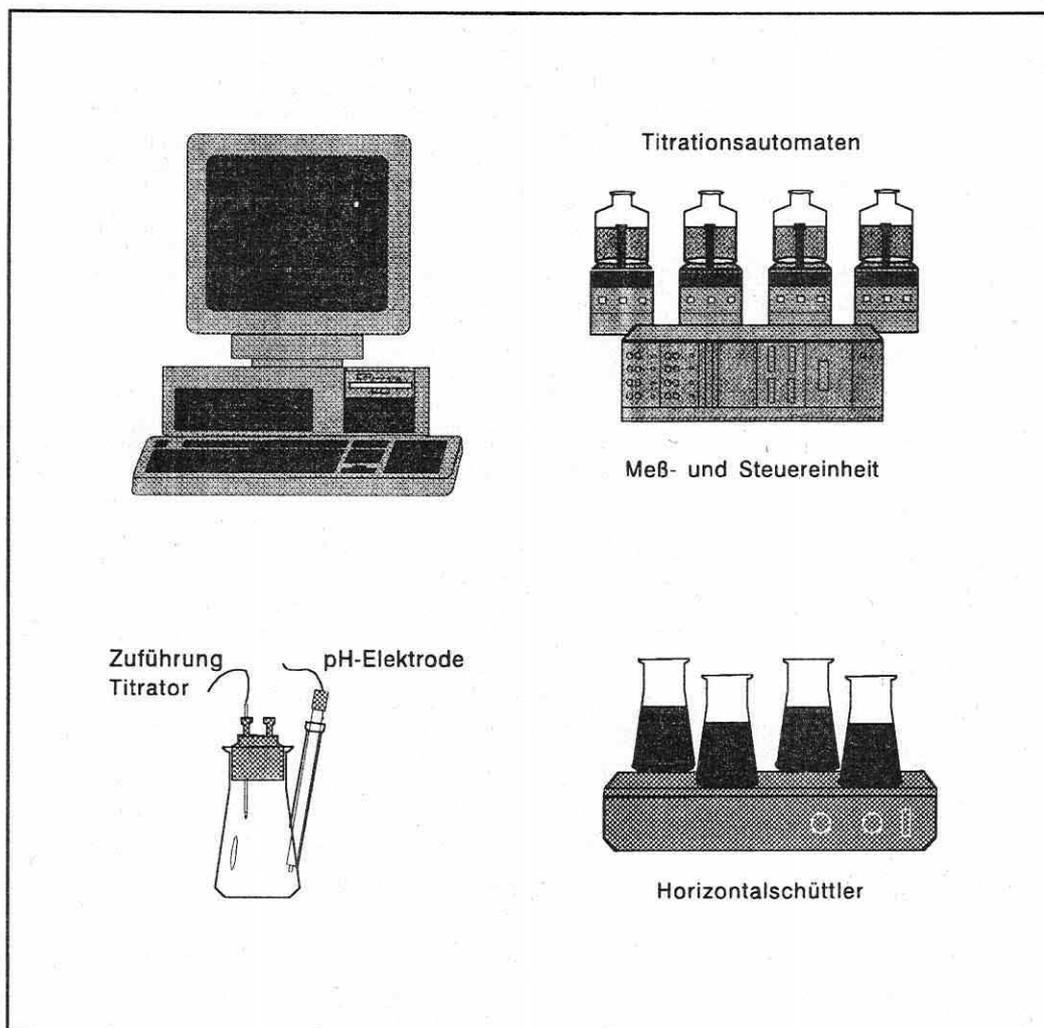


Abb. 3-1: Die Komponenten einer pH_{stat}-Apparatur (Fa. WICO, Bochum)

In Anlehnung an den DIN-S4-Versuch wurde i. allg. ein Feststoff-/Lösungsmittel-Verhältnis von 1:10 gewählt. Da handelsübliche 1000 mL-Erlenmeyerkolben verwendet wurden, erfolgte eine Einwaage von 90 g Feststoff auf 900 mL bidestilliertes Wasser.

Um für die nachfolgenden analytischen Untersuchungen ausreichend Eluat zur Verfügung zu haben, wurden in einem Versuch vier Elutionsgefäße parallel bestückt. Dabei mußte der jeweilige Grob- (Fraktion zwischen 2,5 und 10 mm) und Feinkornanteil (<2,5 mm) des Probenmaterials beachtet werden. Nach dem Füllen der Elutionsgefäße wurden diese auf dem Schütteltisch befestigt und die pH-Elektroden und Titratorzuführungen angeschlossen. Die Konzentrationen der eingesetzten Salpetersäure bzw. Natronlauge in den Titratoren richteten sich nach dem voraussichtlichen Puffervermögen der einzelnen Probenmaterialien und betrug zwischen 1 mol/L bis 5 mol/L (Salpetersäure) und 0,5 mol/L (Natronlauge). Im pH_{stat}-Programm wurden die jeweiligen End-pH-Werte (pH=4 und pH=11) eingestellt und die Proben 24 Stunden lang mit einer Geschwindigkeit von 175 U/min geschüttelt. Nach den 24 Stunden wurde der Versuch abgebrochen und die Gefäße etwa eine halbe Stunde stehen gelassen. In den Elutionsgefäßen erfolgte dann die Messung der Leitfähigkeit und der Redoxspannung. Anschließend wurden die Eluate abdekantiert und durch Zentrifugieren vom Feststoff abgetrennt (siehe 3.5). Um für alle Analysen gleiche Ausgangsbedingungen zu gewährleisten, wurden die Filtrate der vier Gefäße vereinigt, gut durchmischt und davon Teilmengen für die weiteren analytischen Untersuchungen entnommen. Die Eluate wurden mit konzentrierter Salpetersäure konserviert und bis zur Bestimmung der anorganischen Parameter im Kühlschrank gelagert.

In der beschriebenen Weise wurden auch Schüttelversuche zur Eluatgewinnung für die Bestimmung der organischen Summenparameter Mineralöl-KW, DOC und AOX durchgeführt.

3.4.3 Soxhlet-Extraktion mit Toluol (Dr. Paschke, UFZ-Sektion CÖ)

Zum Einsatz kam die DET 5-Anlage der Fa. Behr mit 100 mL-Soxhlet-Extraktionshülsen, die mit je 20 g Feststoffmaterial gefüllt und mit einem Glaswolle-Bausch bedeckt wurden. Je 150 mL heißes Toluol wurden 24 Stunden lang im Soxhlet-Kreislauf geführt und nach Abkühlung im Rotationsverdampfer (Rotavapor RE 121, Fa. Büchi) bei 45 °C und ca. 50 Torr auf 10 mL eingengt und bis zur Analyse im Kühlschrank gelagert.

3.4.4 Schütteltest zur Auslaugung organischer Schadstoffe im sauren/basischen Milieu (Modifiziertes pH_{stat}-Verfahren) (Dr. Paschke, UFZ-Sektion CÖ)

Die Auslaugung erfolgte mit der in Abb.3-1 gezeigten pH_{stat}-Apparatur in Anlehnung an eine Vorschrift von *Hirner und Schriever* [51], die als Modifikation der unter 3.4.2 beschriebenen Prozedur aufzufassen ist.

Analog zur anorganischen Elution wurden 90 g Feststoff in die Elutionsgefäße eingewogen und mit 900 mL einer Ethanol/Wasser-Mischung (20/80) versetzt. Die Gefäße wurden auf dem Schütteltisch befestigt und die pH-Elektroden und Titratorzuführungen angeschlossen. Die Konzentrationen der eingesetzten Salpetersäure bzw. Natronlauge in den Titratoren richteten sich nach denen der Schwermetall-Elution. Nach der Eingabe des pH-Wertes im pH_{stat}-Programm und dem Start des Versuches wurden die Proben 6 Stunden lang auf pH=4 konstant gehalten. Die Schüttelgeschwindigkeit betrug 175 U/min. Anschließend wurden 800 mL der Eluate nach einer Absetzzeit von einer halben Stunde abdekantiert und mit zweimal 35 mL Toluol in einem Scheidetrichter ausgeschüttelt. Die Toluol-Phase wurde abgetrennt und auf 10 mL am Rotationsverdampfer einge-

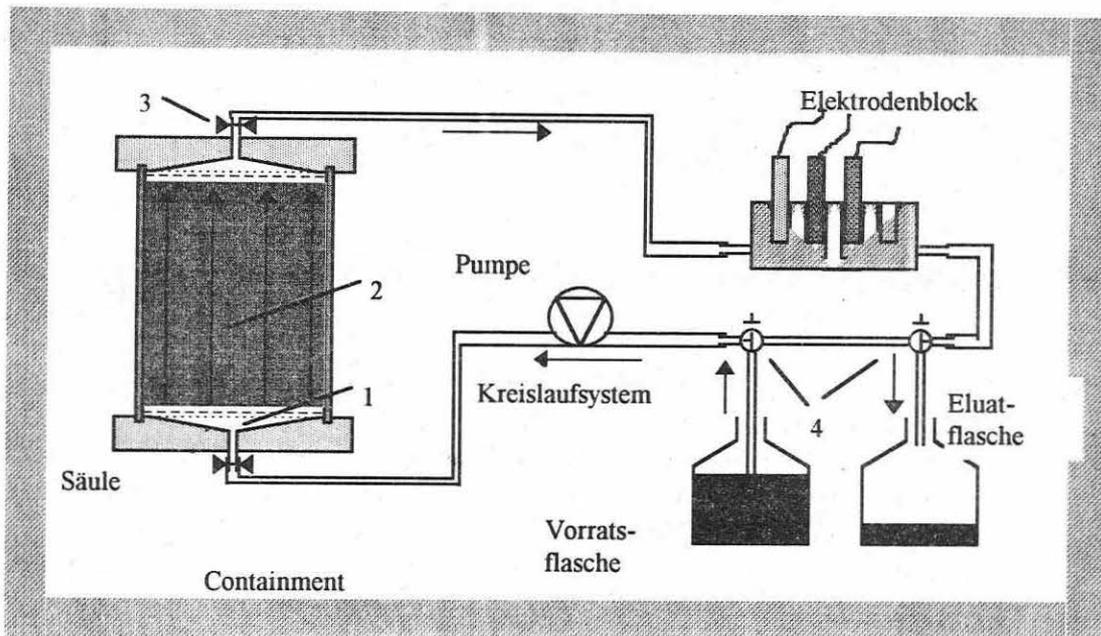
engt. Die Eluat-Phase kam wieder zum Feststoff in das Elutionsgefäß zurück, wurde mit Natronlauge auf einen pH-Wert von 11 gebracht und 18 Stunden lang mit 175 U/min geschüttelt. Nach einer Absetzzeit von 30 Minuten wurden wiederum 800 mL Eluat abdekantiert und anschließend mit zweimal 35 mL Toluol ausgeschüttelt. Die organische Phase wurde von der wässrigen Phase getrennt und auf 10 mL am Rotationsverdampfer eingeeengt. Die organischen Phasen wurden jeweils vereinigt und für die Bestimmung der organischen Parameter im Kühlschrank gelagert.

3.4.5 Schütteltest zur Auslaugung mit Salzlösung (Modifizierter S4-Test) (Dr. Paschke, UFZ-Sektion CÖ)

Zur Prüfung der Schwermetall-Mobilisierbarkeit bei Kontakt mit konzentrierter Salzlösung wurden 100 g Feststoff und 1000 mL Salzlösung in einem 2-Liter-Polyethylengefäß bei Raumtemperatur (um 25°C) durch einen Überkopfschüttler (GFL 3040, Fa. GFL) mit 3 U/min 24 h lang bewegt. Die Ausgangszusammensetzung der Salzlösung ergab sich aus der aktuellen Fragestellung. Es wurde eine NaCl-gesättigte Carnallit-Lösung eingesetzt, die sich als Gleichgewichtslösung der Paragenese R (R = isotherm nonvariante Lösung zu den Bodenkörpern Carnallit, Kieserit, Kainit und Halit unter Vernachlässigung kalziumhaltiger Salze) bei der Auflösung des Carnallit-Gesteins in gesättigter Steinsalzlauge ergibt [62]. Sie hat bei 25°C folgende Zusammensetzung: 80,4 Mole $MgCl_2$, 6,3 Mole $MgSO_4$, 4,8 Mole NaCl, 3,5 Mole KCl und 1140 Mole H_2O und eine Dichte von 1,282 g/cm^3 . Das Eluat wurde nach dem Versuch (Feststoffabtrennung siehe 3.5) ohne weitere Konservierung bis zur Analyse kühl gelagert.

3.4.6 Umlaufsäulenversuch mit Wasser (Dr. Lazik, UFZ-Sektion Hydrogeologie)

Für die Säulenversuche kam eine temperierbare Fluidzirkulationsanlage der Fa. UIT Dresden zum Einsatz, die eine kontinuierliche Registrierung von pH-Wert, Leitfähigkeit und Redoxpotential des mittels Schlauchpumpe im Kreislauf beförderten Eluates und eine periodische Probenahme ermöglicht (Abb. 3-2). Das zu untersuchende Material wird in einem Korngrößenbereich <2,5 mm lagenweise in einen ca. 0,6 L fassenden Zylinder („die Säule“) aus Edelstahl (bzw. Kunststoff) eingebracht, mit Wasser befeuchtet und durch vorsichtiges Stopfen verdichtet. Nach dem Spülen des Kreislaufsystems mit dem Testfluid wird die Umlaufsäule in den Kreislauf eingestöpselt und das Testfluid bei konstanter Temperatur (von ca. 8 °C) und mit konstantem Volumenstrom (hier 4 mL/min) so lange im Kreislauf geführt, bis eine Gleichgewichtseinstellung für die interessierenden Prozesse angenommen werden kann. Nach erfolgter Gleichgewichtseinstellung kann eine Probe des umlaufenden Fluids für die Analyse ausgekreist und durch frische Flüssigkeit ersetzt werden. In der Art eines Kaskadenversuchs kann diese Prozedur periodisch wiederholt werden (zu den Betriebsparametern der einzelnen Versuche vgl. Tab. A-7).



- 1 - Ein-/Auslaufverteiler
- 2 - zwischen Stützplatten und 0.04mm Sieb eingebautes Material
- 3 - selbstschließende Kupplungen
- 4 - Ventile für Öffnen und Schließen des Kreislaufsystems

Abb.3-2: Schematische Darstellung der Fluidzirkulationsanlage (Fa. UIT Dresden)

3.5 Eluat/Feststoff-Trennung und Eluat-Konservierung (Dr. Paschke, UFZ-Sektion CÖ)

Die Festlegung einer einheitlichen Prozedur für die Abtrennung des Eluats vom ausgelaugten Feststoff ist aufgrund der wechselnden Beschaffenheit der Eluate schwierig. Obermann und Cremer empfehlen die Druckfiltration über $0,8 \mu\text{m}$ - Membranfilter (anstelle der Verwendung von $0,45 \mu\text{m}$ - Filter nach DIN 38 404-S4). Im abfallanalytischen Labor des LWA NRW, wo das pH_{stat} -Verfahren seit über 3 Jahren praktiziert wird, bevorzugt man hingegen die Zentrifugation.

Der Test verschiedener Membranmaterialien hinsichtlich ihrer Praktikabilität (Filtrationsgeschwindigkeit $\geq 1 \text{ L/h}$) ergab, daß Celluloseacetat insbesondere für basische Eluate und Teflon für wässrige Medien in grösserer Menge nicht geeignet sind.

Die sauren Eluate der Proben 1, 3, 4 und 5 wurden 30 min bei ca. 3000 U/min zentrifugiert (Zentrifuge S 70, Fa. Janetzki) und anschließend über Celluloseacetat ($0,8 \mu\text{m}$) druckfiltriert. Die S4-Eluate aller Proben wurden in gleicher Weise zentrifugiert, aber anschließend nicht druckfiltriert. Die sauren Eluate der Probe 2 und alle basischen Eluate wurden in einer Hochleistungs-Kühlzentrifuge KR 22i der Fa. Jouan bei 15°C mit 9000 U/min (bis zu einem Zentrifugationsintegral von 450×10^6) zentrifugiert.

Bei der Konservierung (und Lagerung) der Eluate wurde entsprechend der DIN-Festlegung verfahren. So wurden die Eluatproben für die Schwermetall-Analyse, die AOX und die summarische Bestimmung der Kohlenwasserstoffe mit HNO_3 auf $\text{pH} \leq 2$ angesäuert.

3.6 Elektrochemische Messungen an den Eluaten (Dr. Paschke, UFZ-Sektion CÖ)

Die Bestimmung des pH-Wertes (nach DIN 38404-C5) erfolgte mittels pH-Einstabmeßkette mit Thalamid-Bezugssystem (pH-Meter CG 841 mit Elektrode N 64, Fa. Schott).

Die Leitfähigkeit (DIN 38 404-C8) wurde mit einer Platin-Leitfähigkeitsmeßzelle mit integriertem Temperaturfühler gemessen (Konduktometer CG 855 mit Meßzelle LF 1100 T, Fa. Schott).

Die Redox-Spannungsmessungen (nach DIN 38 404-C6) wurden mit einer Platin-Einstabmeßkette mit Ag/AgCl-Bezugssystem durchgeführt (pH-Meter CG 841 mit Elektrode Pt 6180, Fa. Schott).

3.7 Ökotoxikologische Untersuchung der Eluate (PD Dr. habil. Segner, UFZ-Sektion CÖ)

3.7.1 Urease-Hemmtest

Dieser Enzymhemmtest spricht besonders empfindlich auf Schwermetalle an. Die methodische Durchführung folgt dem von Obst et al. entwickelten Verfahren [63]. Die Eluatprobe wird auf pH=5.0 angesäuert, anschließend mit gereinigter Urease-Lösung sowie Harnstoff versetzt und für 1 h im Wasserbad inkubiert. Die Urease katalysiert den Umsatz von Harnstoff zu NH_3 und CO_2 . Die damit verbundene pH-Wert-Verschiebung in den alkalischen Bereich wird durch Rücktitration bestimmt. Die hemmende Wirkung der Probe auf die Ureaseaktivität wird als prozentuale Hemmung im Vergleich zur Kontrolle ausgedrückt.

3.7.2 Leuchtbakterientest

Im Leuchtbakterientest wird die Eigenschaft bestimmter mariner Bakterien-species, unter Verbrauch von Stoffwechselenergie Luminiszenzlicht zu erzeugen, ausgenutzt. Bei Belastung mit Umweltchemikalien sinkt die Luminiszenzintensität dosisabhängig, weil die Mikroorganismen einen erhöhten Anteil ihrer Stoffwechselenergie für die physiologische Anpassungsreaktion an die toxische Belastung aufwenden müssen [64]. Der Leuchtbakterientest wird nach DIN 38 412-Teil 34 durchgeführt. Die Eluatproben werden zunächst mit NaCl (Endkonzentration 2 %) und anschließend mit Bakterien-suspension versetzt und bei 15 °C inkubiert. Die Veränderung der Leuchtintensität wird nach 5, 15 und 30 Minuten Exposition in einem Luminometer (Lumistox, Fa. Dr. Lange) bestimmt. Die Toxizitätsuntersuchungen erfolgten jeweils beim Original-pH-Wert des Eluats sowie bei dem physiologischen pH-Wert von 7.

3.7.3 Test mit Wirbellosen

Die Messung der akut letalen Wirkung der Eluatproben erfolgte an einem Vertreter des aquatischen Zooplanktons, dem Rädertierchen *Brachionus calicyflorus* [65]. Die Tiere werden jeweils frisch aus Cysten angezogen. Die juvenilen Tiere werden für 24 h an die Eluate exponiert. Pro Eluat werden 6 Replika gefahren. Die Exposition erfolgt beim physiologischen pH-Wert von 7, da die Tiere, wie die meisten Organismen, pH-Werte unterhalb von pH=5.5 und oberhalb von pH=8.5 nicht tolerieren. Die Ergebnisse werden als prozentuale Mortalität ausgedrückt.

3.7.4 Zytotoxizitätstest mit Fischzellen

Die toxische Wirkung der Eluate gegenüber Zellen wird mit Hilfe des in der DIN-Entwicklung befindlichen R1-Zytotoxizitätstests bestimmt. Die R1-Zellen sind eine fibroblastische Zelllinie aus der Leber der Regenbogenforelle. Zur Durchführung des Tests werden je 100 µL Eluat in die 96 Kavitäten einer Mikrottestplatte gegeben und mit einer Zellsuspension in der Dichte von 4×10^5 Zellen/mL versetzt. Nach 24stündiger Inkubation bei 19 °C wird der Anteil überlebender Zellen mit Hilfe des Neutralrot-Tests photometrisch (Spectra, Fa. SLT) bestimmt [66]. Die toxische Wirkung der Probe wird als prozentuale Hemmung im Vergleich zur Kontrolle ausgedrückt.

3.7.5 Induktion von Cytochrom P4501A1

Cytochrom P450 - Enzyme können als Detoxifikationsenzyme bezeichnet werden. Sie führen ein Sauerstoffatom in das entsprechende unpolare Substrat ein, erhöhen dadurch dessen Polarität und erleichtern so die Exkretion aus dem Organismus [67]. Ein Isoenzym der Cytochrom P450-Enzyme, das sog. CYP1A1, läßt sich durch polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) induzieren, d.h. es wird vermehrt gebildet [68, 69]. Diese Zunahme kann auf verschiedene Art und Weise gemessen werden. In diesem Fall wurde ein enzymatischer Nachweis vorgenommen. Da CYP1A1 in der Lage ist, aromatische Moleküle umzusetzen, benutzt man für einen solchen Nachweis Substrate, die nach der Oxidation eine erhöhte Fluoreszenz besitzen. In der Regel werden für den enzymatischen Nachweis EROD (7-Ethoxyresorufin-O-deethylase) [70] und ECOD (7-Ethoxycoumarin-O-deethylase) [71] verwendet. Da Cytochrom P450 - Enzyme ihre höchste Expression in den Leberzellen haben, wurden für den hier durchgeführten enzymatischen Nachweis Primärzellkulturen von Hepatocyten der Regenbogenforelle angefertigt. Die Leberzellen wurden nach einer Methode von *Braunbeck* [72] und von *Sumpter & Jobling* [73] isoliert und 3 Tage kultiviert. Das Zellkulturmedium wurde alle 24 Stunden gewechselt. Die Kultivierung erfolgte zunächst 24 Stunden in Schadstoff-freiem Medium. Erst am 2. und 3. Kulturtag wurden Eluat und die Referenzsubstanzen zugesetzt. Das Eluat wurde im Verhältnis 1:1 mit doppelt konzentriertem Medium versetzt. Die Referenzsubstanzen wurden in DMSO gelöst und mit Medium 1:1000 verdünnt. Kontrolle und Eluat enthielten 0,1% DMSO. Die Quantifizierung der CYP1A1-Zunahme erfolgte mit dem Fluoreszenzphotometer LS50B, Fa. Perkin-Elmer

3.8 Feststoff- und Eluat-Analytik

3.8.1 Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)

(Dr. Morgenstern, UFZ-Sektion Analytik)

Die röntgenfluoreszenzanalytischen Messungen wurden an einem wellenlängen-dispersiven Spektrometer (Siemens SRS 3000) durchgeführt, das mit einer 3 KW-Rh-Endfensterröhre (125 µm Be) ausgerüstet ist. Die Detektion der Fluoreszenzstrahlung erfolgt mit einem Durchfluß-Proportionalzählrohr (1 µm-Polypropylen-Eintrittsfenster) und einem Szintillationsdetektor im Tandembetrieb.

Das Probenmaterial wurde bei 105 °C getrocknet, mit einer Achatkugelmühle 15 min gemahlen, anschließend mit Wachs (Fa. Hoechst) im Masseverhältnis 4:1 versetzt, homogenisiert und zu Pellets verpreßt ($\varnothing = 32$ mm, 4 g Probe).

Für die quantitative Auswertung der Röntgenspektren wurde die Gerätesoftware „SPECTRA 3000“ benutzt. Wegen der stark schwankenden Probenzusammensetzung wurde die Methode der Fundamentalparameter eingesetzt, um effektive Matrixkorrekturkoeffizienten für die Konzentrationsberechnung zu simulieren. Dabei kamen sowohl geologisches Material (GBW 07233, China) als auch Sedimente (GBW 07309, China) als Referenzmaterial zum Einsatz. Der dynamische Bereich der Kalibrierfunktionen überstreicht je nach Analyt ein Konzentrationsintervall von 2 bis 3 Größenordnungen. Die Bestimmungsgrenzen für die betrachteten Schwermetalle liegen bei ca. 3 mg/kg.

3.8.2 Schwermetalle und As

(Dr. Wennrich, UFZ-Sektion Analytik)

Die Bestimmung der Elemente Zn, Cu, Cr, Ni, Pb, Cd und As in den Auszügen und Eluaten erfolgte entsprechend der DIN 38 406-E22 mit einem ICP-AES-Gerät (Spectra flame P/M, Fa. Spectro A.I.) mit pneumatischer Zerstäubung. Es wurden Kalibrationen auf der Basis von salpetersauren Multielementlösungen (Merck-ICP-Standardlösungen) für Zn, Cu, Cr, Ni, Pb und Cd bzw. Einzelelementlösungen für As durchgeführt. Zur Analyse der sequentiellen Extrakte (nach 3.2) erfolgte die Kalibrierung gegen dotierte Extraktionsmittel-Lösungen. Die Kalibrationsbereiche von 2-3 Größenordnungen (element- und wellenlängenspezifisch) basieren auf Bestimmungsgrenzen von 1-2 µg/L für Cu, Ni und Cr, von 5 µg/L für Zn, von 10 µg/L für Cd und von 50 µg/L für Pb und As. Für die Analysen in stark matrixbelasteten Proben wurde mit Standardadditionstechnik gearbeitet.

Zur Bestimmung der Schwermetall-Gehalte in den konzentrierten Salzlaugeen erfolgte eine separate Kalibrierung des ICP-AES-Gerätes (mit Ausgangslauge nach 3.4.5 als Lösungsmatrix). - Aufgrund der methodisch erforderlichen hohen Verdünnung der Salzlösungen lagen die Analyt-Konzentrationen jedoch unterhalb der Bestimmungsgrenzen des Verfahrens. Es war somit keine sichere Quantifizierung der Schwermetallgehalte möglich.

Wegen der hohen Matrixbelastung von Eluaten der Proben 3 und 4 erfolgte für Pb und Cd eine Parallelbestimmung mit der flammenlosen AAS (ZL 4100, Perkin-Elmer) unter Einsatz der Zeeman-Untergrundkorrektur. Dabei war eine starke Verdünnung der Proben erforderlich. Der lineare Kalibrierbereich erstreckte sich für Cd von 2 - 20 µg/L und für Pb von 10 - 100 µg/L.

Die Bestimmung von As erfolgte mit einem AAS-Gerät mit FIA-System und Hybrid-Technik (PE-3100 der Fa. Perkin-Elmer) entsprechend DIN 38 405-D18. Der Kalibrierbereich erstreckte sich von 1 bis 20 µg/L, die Bestimmungsgrenze für As lag bei 1 µg/L.

Die Hg-Bestimmung erfolgte mittels Hydrid/Kaltdampf-AAS (FIMS, Fa. Perkin-Elmer) entsprechend DIN 38405-E12. Der Kalibrierbereich erstreckte sich von 1 bis 10 µg/L, die Hg-Bestimmungsgrenze lag bei 0,1 µg/L.

3.8.3 Chlorid und Sulfat

(Dr. habil. Mattusch, UFZ-Sektion Analytik)

Die Bestimmung erfolgte gemäß DIN 38 405-D19 mit einem Ionenchromatograph (DIONEX DX100/500 mit Leitfähigkeitsdetektor und Suppressor ASRS1-4mm). Die chromatographische Trennung erfolgte über eine Säule IonPac AS4A/AG4A mit einem Eluentengemisch aus 1,8 mM Na₂CO₃- und 1,7 mM NaHCO₃- Lösung bei einer Flußrate von 1,5 mL/min. Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung von Sulfat im Bereich von 0,1 bis 200 mg/L und von Chlorid im Bereich von 0,1 bis 50 mg/L.

3.8.4 Gelöster organischer Kohlenstoff (DOC)

(Dr. Flachowsky, UFZ-Sektion Analytik)

Die DOC-Messung erfolgte nach DIN 38409-Teil 3 über chemische Zersetzung mit Natriumperoxodisulfat in dem Gerät liqui TOC (Fa. Heraeus). Kalibriert wurde in 2 Bereichen (1-50 mg/L, 50-250 mg/L). Die Bestimmungsgrenze lag bei 0,5 mg/L.

3.8.5 Adsorbierbare Halogenkohlenwasserstoffe (AOX)

(Herr Winkler, LAU-Dezernat 2.2)

Die Bestimmung der adsorbierbaren Halogenkohlenwasserstoffe (AOX) in den Eluatn erfolgte nach DIN 38 408-H14 mit einem Gerät ECS 2000 (Fa. Euroglas). Der Kalibrierbereich erstreckte sich von 10 µg/L bis 100 µg/L und die Bestimmungsgrenze lag bei 10 µg/L.

3.8.6 Summe der Mineralöl-Kohlenwasserstoffe (MKW)

(Dr. Geyer, UFZ-Sektion Analytik)

Die summarische Bestimmung der Kohlenwasserstoffe erfolgte entsprechend DIN 38 409-H18 (nach Extraktion aus dem Eluat) mit dem FTIR-Spektrometer System 2000 der Fa. Perkin-Elmer, wobei nicht nur bei den vorgeschriebenen Wellenzahlen ausgewertet, sondern zusätzlich eine qualitative bzw. halbquantitative Bewertung des gesamten Wellenzahlbereiches zwischen 2700 und 3200 cm⁻¹ vorgenommen wurde. Dies hilft beim Erkennen von Verfälschungen in den Resultaten, wenn z.B. hohe Gehalte an einkernigen Aromaten oder an mehrkernigen Kohlenwasserstoffen vorliegen und gibt Hinweise für den Einsatz alternativer Bestimmungsmethoden (GC, HPLC).

3.8.7 Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK)

(Dr. habil. Popp, UFZ-Sektion Analytik)

Die Bestimmung der PAK-Komponenten nach EPA 610 erfolgte mit dem HPLC-System Gold der Fa. Beckmann unter Verwendung des Fluoreszenz-Detektors RF-551 der Fa. Shimadzu. Die chromatographische Trennung erfolgte unter Einsatz von Bakerbond-PAH-16-Plus-Vorsäulenkartuschen auf einer 250 x 3 mm - Säule gleichen Materials. Die mobile Phase bestand aus Acetonitril/Wasser-Mischungen mit folgendem Gradienten: 0 - 5 min 50/50 (ACN/H₂O), 5 - 45 min 100/0, 45 - 65 min 50/50. Die Fließgeschwindigkeit betrug 0,5 mL/min, die Temperatur der Trennsäule 25 °C und das Injektionsvolumen 10 µL.

Der Kalibrierbereich erstreckte sich von 10 bis 200 µg/L und die Bestimmungsgrenzen lagen bei ca. 0,5 µg/L (Dies entspricht etwa 5 µg/kg, bezogen auf den untersuchten Feststoff). Acenaphthylen, eine der 16 nach EPA 610 zu bestimmenden PAK-Komponenten, ist nicht fluoreszenzaktiv und konnte mit dieser Methode nicht bestimmt werden.

3.8.8 Ausgewählte schwerflüchtige Chlor-Kohlenwasserstoffe (CKW) und Polychlorierte Biphenyle (PCB)

(Dr. habil. Popp, UFZ-Sektion Analytik)

Die Bestimmung der CKW und PCB erfolgte nach DIN 38 407-F2 mit einem Gaschromatograph HP 5890 II mit MSD unter folgenden Bedingungen: Säule CP-Sil 5 CB (30 m x 0,25 mm) mit 0,25 µm Filmdicke, Splitless-Injektion, Injektortemperatur: 250 °C, Temperaturprogramm: 8 min konstant 80 °C → 30 min Aufheizung mit 6 °/min → 9 min konstant 250 °C, Detektortemperatur: 280 °C, Betriebsregime des MSD: Single Ion Mode (Ionen gemäß DIN 38 407-F2).

Der Kalibrierbereich erstreckte sich von 20 µg/L bis 2 mg/L. Als Bestimmungsgrenze ergab sich 2 µg/L für Hexachlorbenzol, 5 µg/L für die Hexachlorcyclohexan-Isomere, 5 µg/L für PCB 28 und PCB 52 und 20 µg/L für PCB 118, PCB 138, PCB 153, PCB 180, PCB 194.

3.8.9 Ausgewählte Phenole

(Dr. Möder, UFZ-Sektion Analytik)

Die Bestimmung der Phenole erfolgte nach EPA 604 mit einem Gaschromatograph HP 5890 mit MSD unter folgenden Bedingungen: Säule HP 5 (30 m x 0,25 mm) mit 0,25 µm Filmdicke, Helium-Vordruck 10 psi, Injektortemperatur: 280 °C, Temperaturprogramm: 1 min konstant 50 °C → 40 min Aufheizung mit 5 °/min → 10 min konstant 250 °C, Detektortemperatur: 280 °C.

Für die Bestimmungsgrenze ergaben sich substanzabhängig Werte von 0,25 bis 1 mg/L.

4. Ergebnisse

4.1 Materialcharakterisierung

4.1.1 Kupferschiefer-Mergel (Probe 1)

Probe 1 ist ein Haldenmaterial. Das angelieferte Probenmaterial bestand größtenteils aus grau-grünen, 1-4 cm² großen schuppenartigen Schiefen (mit Abriebstaub) und einigen 10-20 cm langen, 3-5 cm starken Schieferplatten. Es war lufttrocken (Wassergehalt < 2 %) und leicht zu brechen. Die Dichte einer gemahlene Probe des Materials (bei 25°C pyknometrisch bestimmt) betrug 2,24 g/cm³.

Es handelt sich um einen sulfatischen Mergel mit hohem Quarz- und Calcit-Anteil sowie etwas Gips, wie ein qualitatives Röntgendiffraktogramm¹ zeigt. Dieses Material kann beträchtliche Anteile (bis zu 9 %) Kohlenstoff und Bitumen enthalten [74].

In Tab. 4-1 sind die Ergebnisse der Röntgenfluoreszenzanalyse einer gemahlene Feststoffprobe des Materials aufgeführt. Die chemische Zusammensetzung entspricht etwa der in [74] beschriebenen. Es sind beträchtliche Mengen der Nebenbestandteile Zink, Kupfer, Blei, Schwefel und Mangan enthalten

*Tabelle 4-1: Ergebnis der Röntgenfluoreszenzanalyse von Probe 1 (Feststoff);
(im Fettdruck die für die abfallrechtliche Bewertung nach [75] relevanten
Schwermetalle)*

SiO ₂	%:	38,18	Pb	ppm:	6613
Al ₂ O ₃	%:	13,16	Zn	ppm:	15933
CaO	%:	8,42	Hg	ppm:	3
MgO	%:	1,88	As	ppm:	268
Na ₂ O	%:	0,504	V	ppm:	718
K ₂ O	%:	3,527	Mn	ppm:	1672
Fe ₂ O ₃	%:	3,39	Co	ppm:	156
TiO ₂	%:	0,653	Ba	ppm:	848
P ₂ O ₅	ppm:	1626	Rb	ppm:	153
S	ppm:	3402	Sr	ppm:	195
Cl	ppm:	<20	Zr	ppm:	188
Cd	ppm:	60	U	ppm:	20
Cu	ppm:	6799	Mo	ppm:	205
Ni	ppm:	160	Ag	ppm:	61
Cr	ppm:	114	Sn	ppm:	94

Die Ergebnisse der sequentiellen chemischen Extraktion nach Schoer und Förstner [7] und die Resultate des Königswasserauszugs (S7) sind in Tab. A-1 (Tabellenanhang) zusammengefasst und in den Abb. 4-1 und 4-2 veranschaulicht. Im ersten Extraktionsschritt werden die austauschbaren Kationen an der Feststoffoberfläche erfaßt, unter reduzierenden Bedingungen (2. Schritt) dann Schwermetalle, die in amorphen Eisen-/Manganoxidhydraten bzw. -oxiden gebunden sind. Durch Einwirkung von Oxidationsmitteln (3. Schritt) bringt man die organisch und sulfidisch gebundenen Schwermetalle in

¹ Für die röntgenkristallographische Untersuchung der Proben 1, 2 und 5 danken wir Herrn Prof. Dr. Schreiter, Institut für Mineralogie und Kristallographie an der Universität Leipzig.

Lösung. Die letzte Fraktion (4. Schritt) wird als aufschließbar bezeichnet, obwohl die Wirksamkeit des Salpetersäureaufschlusses nicht für jedes Feststoff-Grundgerüst gleich ist (vgl. z.B. [76]). Umweltrelevant sind höchstens die ersten drei durch die sequentielle Extraktion bestimmten Schwermetall-Bindungsformen (vgl. [7]).

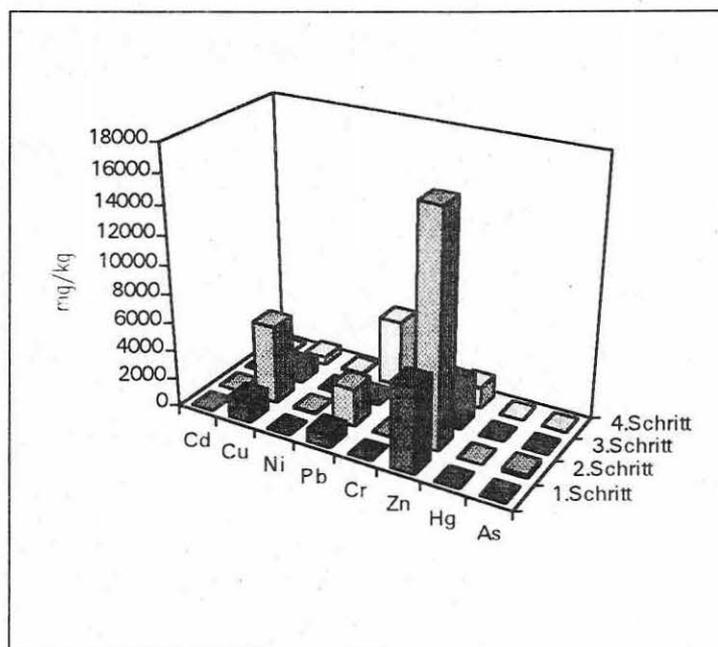


Abb. 4-1: Ergebnis der sequentiellen Extraktion von Probe 1 (1. Schritt = leicht austauschbare Anteile, 2. Schritt = reduzierbare Anteile, 3. Schritt = oxidierbare Anteile, 4. Schritt = aufschließbare Anteile, vgl. 3.2)

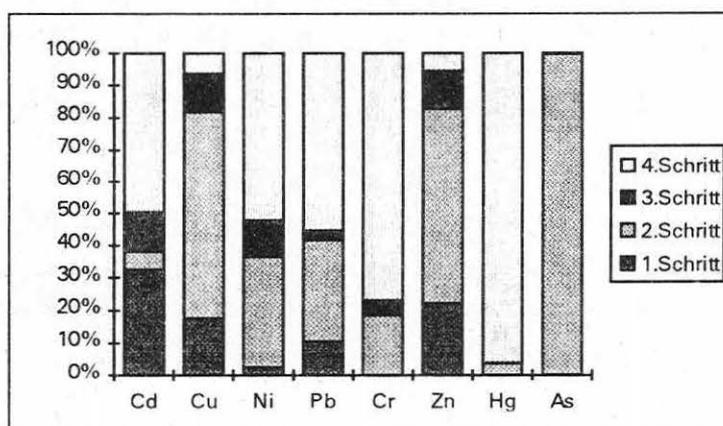


Abb. 4-2: Prozentuale Darstellung der sequentiellen Extraktionsergebnisse von Probe 1 (vgl. Legende zu Abb. 4-1)

Es zeigen sich erhebliche Unterschiede in den phasenspezifischen Anteilen der Elemente. Cadmium hat mit über 30 % die prozentual höchste Löslichkeit aller betrachteten Schwermetalle im 1. Extraktionsschritt, gefolgt von Zink und Kupfer mit etwa 20 %. Arsen liegt fast ausschließlich, Kupfer, Zink, Nickel und Blei liegen in beträchtlichem Maße an der oxidischen Fe/Mn-Fraktion gebunden vor. Insgesamt gesehen, sind die Elemente Cu, Zn und As zu über 90 % in den ersten 3 "freisetzungrelevanten"

Bindungsformen anzutreffen, die Elemente Cd, Ni und Pb zwischen 40 und 50 %. Bei Cr und Hg ist dieser Anteil wesentlich kleiner. Die Aufsummierung aller vier Extraktionsschritte führt zu Gehalten, die mit denen aus der RFA und, mit Ausnahme von As, auch mit den Ergebnissen aus dem Königswasseraufschluß (S7) vergleichbar sind.² Die unterschiedlichen Ergebnisse beim As deuten darauf hin, daß Königswasser (mit seiner oxidierenden Wirkung) oxidisch gebundenes As nicht in Lösung bringen kann.³ Bis auf Cr und As übersteigen alle für die abfallrechtliche Bewertung relevanten Schwermetalle in ihrem Feststoffgehalt (nach DIN 38 414-S7) beträchtlich den Zuordnungswert Z1 für die „offene eingeschränkte Verwertung“ aus der Richtlinie für die Entsorgung von Bauabfällen im Land Sachsen-Anhalt [75], die gemäß Vereinbarung mit dem Landesamt für Umweltschutz in diesem Bericht als Bewertungsmaßstab dient.

Der Gesamtgehalt an organischen Schadstoffen kann durch Auslaugung des Materials mit organischen Lösungsmitteln abgeschätzt werden. Die Analyseergebnisse der Soxhlet-Extrakte (mit Toluol als Lösungsmittel) sind für die ausgewählten schwerflüchtigen Chlor-Kohlenwasserstoffe (CKW) und polychlorierten Biphenyle (PCB) sowie die polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK) in Tab. A-3 zusammengefaßt. Die Feststoffgehalte der genannten Schadstoffklassen übersteigen die Zuordnungswerte Z0 gemäß [75] für die „uneingeschränkte Verwertung“.⁴

Die nach dem 24stündigen Schüttelversuch S4 gemessenen Parameter pH-Wert, Leitfähigkeit und Redox-Spannung ermöglichen (zusammen mit den Konzentrationen) eine Abschätzung des initialen Verhaltens des Probenmaterials im Kontakt mit reinem Wasser. Diese Größen sind jedoch von geringer Relevanz, wenn das Material aggressiveren Medien, wie z.B. sauren Niederschlägen oder einem aufgrund eines natürlichen S/L-Verhältnisses aufkonzentrierten Sickerwassers, ausgesetzt ist.

Aus der über 24 h im pH_{stat}-Versuch zutitrierten Säure- bzw. Basenmenge läßt sich die Säure- bzw. Basenneutralisationskapazität (ANC₂₄/BNC₂₄) berechnen. Diese Größen können, da unter standardisierten Bedingungen ermittelt, als methodisch festgelegte Materialkonstanten angesehen und zu Vergleichszwecken genutzt werden. Die Säureneutralisationskapazität ist aus chemischer Sicht ein Maß für die Wahrscheinlichkeit (und die Richtung) der Entwicklung des pH-Milieus im abgelagerten Feststoff unter natürlichen Bedingungen (saurer Regen) und ist somit besonders interessant für eine Langzeitprognose der Schadstoffmobilisierung ("worst case"). Unter bestimmten Umständen, z.B. bei der Deponierung zusammen mit stark basischen Materialien wie Braunkohlenfilteraschen, ist aber auch die Basenneutralisationskapazität von Interesse.

Probe 1 hat mit einem ANC₂₄-Wert von 799 mmol [H⁺]/kg (siehe Tab. A-6a) eine relativ hohe Pufferkapazität im sauren Bereich, die die von karbonatischen Oberböden [50] etwa um das 3fache übersteigt. Die Basenneutralisationskapazität BNC₂₄ ist mit 49 mmol [OH⁻]/kg relativ gering.

² Die auftretenden Differenzen zwischen den extrahierten Gesamtmengen an Schwermetallen resultieren nicht aus einer Akkumulation analytischer Fehler, sondern daraus, daß die verschiedenen Extraktions-/Aufschluß-Reagenzien zum einen ein unterschiedliches chemisches Milieu einstellen und das Feststoffmaterial zum anderen durch Mehrfach-Extraktionsprozeduren schrittweise verändert wird.

³ Ähnliches zeigt sich auch bei den anderen Proben (2 und 5) mit nennenswertem As-Gehalt.

⁴ Dabei wurde der CKW-Gehalt (Summe der Hexachlorbenzol- und Hexachlorcyclohexan-Gehalte) mit dem Z0-Wert für EOX verglichen.

4.1.2 Mergeliger Kalkstein (Probe 2)

Probe 2 ist ein weiteres Haldenmaterial. Das Probenmaterial bestand aus grau-grünem, kantigem Gestein von 5-25 cm Durchmesser und etwas (< 5 Masse-%) rötlichem Sandstein. Es war lufttrocken (Wassergehalt < 0.3 %), relativ hart und splinternd. Die pyknometrisch bestimmte Dichte einer gemahlene Probe bei 25 °C betrug 2,40 g/cm³.

Es handelt sich, wie ein qualitatives Röntgendiffraktogramm zeigt, um ein Carbonatgestein mit etwas Quarz.

In Tab.4-2 sind die Ergebnisse der Röntgenfluoreszenzanalyse einer gemahlene Feststoffprobe des Materials aufgeführt.

*Tabelle 4-2: Ergebnis der Röntgenfluoreszenzanalyse von Probe 2 (Feststoff);
(im Fettdruck die für die abfallrechtliche Bewertung nach [75] relevanten
Schwermetalle)*

SiO ₂	%:	10,21	Pb	ppm:	130
Al ₂ O ₃	%:	3,14	Zn	ppm:	256
CaO	%:	40,37	Hg	ppm:	<2
MgO	%:	2,61	As	ppm:	<2
Na ₂ O	%:	0,125	V	ppm:	15
K ₂ O	%:	0,73	Mn	ppm:	2223
Fe ₂ O ₃	%:	1,69	Co	ppm:	<2
TiO ₂	%:	0,123	Ba	ppm:	167
P ₂ O ₅	ppm:	319	Rb	ppm:	36
S	ppm:	1372	Sr	ppm:	249
Cl	ppm:	152	Zr	ppm:	49
Cd	ppm:	2	U	ppm:	0
Cu	ppm:	55	Mo	ppm:	<2
Ni	ppm:	15	Ag	ppm:	<2
Cr	ppm:	19	Sn	ppm:	0

Die Ergebnisse der sequentiellen chemischen Extraktion nach Schoer und Förstner [7] (siehe Tab. A-1) sind in den Abb. 4-3 und 4-4 veranschaulicht. Dieses Material enthält relativ geringe Mengen leicht austauschbarer Schwermetalle. Nur Zn und Cu gehen beim 1. Extraktionsschritt nennenswert in Lösung. Auch bei Probe 2 zeigen sich erhebliche Unterschiede in den phasenspezifischen Anteilen der Elemente. Kupfer, Zink und Nickel liegen wiederum in beträchtlichem Maße an der oxidischen Fe/Mn-Fraktion gebunden vor. Interessant ist, daß Blei viel fester gebunden ist und in den ersten 3 "freisetzung-relevanten" Bindungsformen kaum vorkommt.

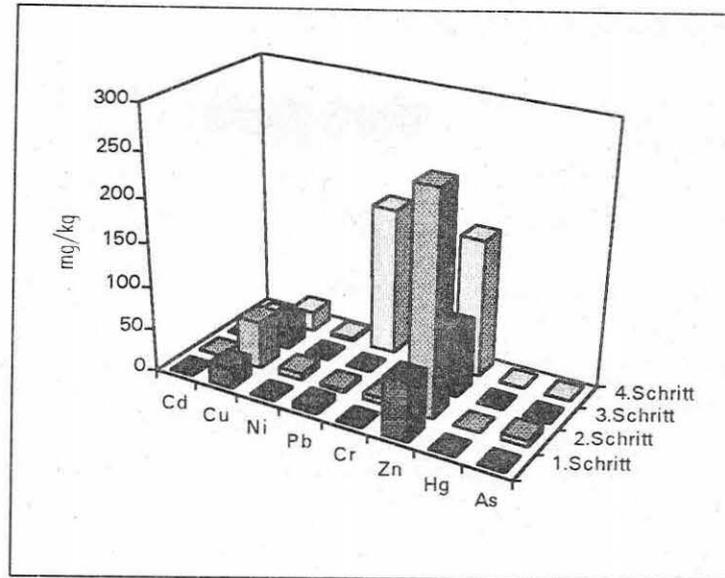


Abb. 4-3: Ergebnis der sequentiellen Extraktion von Probe 2 (1. Schritt = leicht austauschbare Anteile, 2. Schritt = reduzierbare Anteile, 3. Schritt = oxidierbare Anteile, 4. Schritt = aufschließbare Anteile, vgl. 3.2)

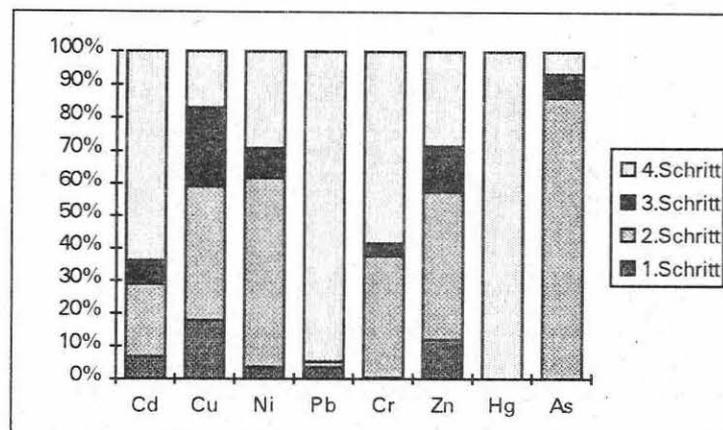


Abb. 4-4: Prozentuale Darstellung der sequentiellen Extraktionsergebnisse von Probe 2 (vgl. Legende zu Abb. 4-3)

Der Vergleich von Abb. 4-4 mit Abb. 4-2 zeigt, daß in Probe 1 und 2 ähnliche phasenspezifische Bindungsverhältnisse der betrachteten Schwermetalle vorliegen.

Von den für die abfallrechtliche Bewertung relevanten Schwermetallen überschreiten, gemessen am Gesamtgehalt nach DIN 38414-S7 (siehe Tab A-1), Cadmium, Kupfer, Blei und Zink den Zuordnungswert Z0 für die „uneingeschränkte Verwertung“ nach [75].

Probe 2 hat mit einem ANC_{24} -Wert von 3091 mmol $[H^+]/kg$ eine relativ hohe Pufferkapazität im sauren Bereich, die etwa viermal grösser als bei Probe 1 ist (siehe Tab. A-6a). Aufgrund des hohen Carbonat-Anteils hatte sich nach 24 Stunden jedoch noch kein asymptotischer Verlauf der Säureverbrauchskurve eingestellt, d.h. die totale Pufferkapazität des Materials ist wesentlich höher. Die Basenneutralisationskapazität BNC_{24} ist mit 24 mmol $[OH^-]/kg$ relativ gering.

4.1.3 Furanharz-gebundener Gießerei-Altsand (Probe 3)

Das Probenmaterial bestand aus Sandbrocken von 10 -20 cm Durchmesser und feinem Material (Abrieb?) im Verhältnis 1:1. Die Brocken waren meist braun-schwarz gefärbt; es waren aber auch einzelne rötliche, weiß-graue und braune Brocken enthalten. Das Material war lufttrocken (Wassergehalt < 0.3 %). Die Brocken ließen sich relativ leicht zerkleinern. Die pyknometrisch bestimmte Dichte bei 25 °C betrug 2,59 g/cm³.

In Tab. 4-3 sind die Ergebnisse der Röntgenfluoreszenzanalyse einer gemahlene Feststoffprobe des Materials aufgeführt.

*Table 4-3: Ergebnis der Röntgenfluoreszenzanalyse von Probe 3 (Feststoff);
(im Fettdruck die für die abfallrechtliche Bewertung nach [75] relevanten
Schwermetalle)*

SiO ₂	%:	95,20	Pb	ppm:	14
Al ₂ O ₃	%:	3,16	Zn	ppm:	33
CaO	%:	0,12	Hg	ppm:	<2
MgO	%:	0,32	As	ppm:	<2
Na ₂ O	%:	0,81	V	ppm:	10
K ₂ O	%:	0,13	Mn	ppm:	95
Fe ₂ O ₃	%:	0,69	Co	ppm:	<2
TiO ₂	%:	0,05	Ba	ppm:	47
P ₂ O ₅	ppm:	110	Rb	ppm:	5
S	ppm:	850	Sr	ppm:	6
Cl	ppm:	98	Zr	ppm:	923
Cd	ppm:	<2	U	ppm:	3
Cu	ppm:	27	Mo	ppm:	3
Ni	ppm:	5	Ag	ppm:	<2
Cr	ppm:	284	Sn	ppm:	2

Abb. 4-5 und 4-6 zeigen die Ergebnisse (siehe Tab. A-1) der sequentiellen chemischen Extraktion nach Schoer und Förstner [7]. Im ersten Extraktionsschritt werden mit Ausnahme von Cadmium relativ geringe Schwermetall/As-Mengen freigesetzt. Der größte Anteil des Schwermetallinventars liegt in Probe 3 oxidisch gebunden vor, da er im 2. Extraktionsschritt freigesetzt wird.

Die bewertungsrelevanten Schwermetalle liegen, mit Ausnahme von Chrom, in ihren Feststoffgehalten nach DIN 38 414-S7 unterhalb des Zuordnungswertes Z0 für „uneingeschränkte Verwertung“ nach [75]. Der Chromgehalt im Feststoff übersteigt jedoch sogar den Z1-Wert für „offene eingeschränkte Verwertung“.

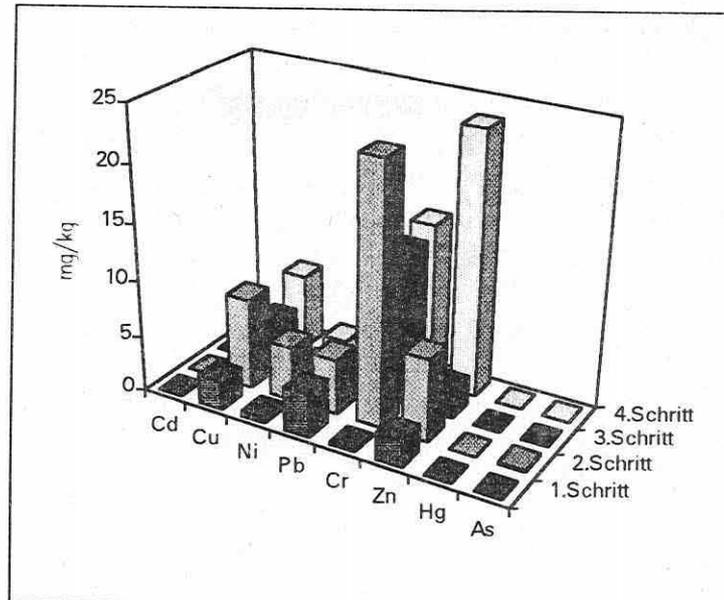


Abb. 4-5: Ergebnis der sequentiellen Extraktion von Probe 3 (1. Schritt = leicht austauschbare Anteile, 2. Schritt = reduzierbare Anteile, 3. Schritt = oxidierbare Anteile, 4. Schritt = aufschließbare Anteile, vgl. 3.2)

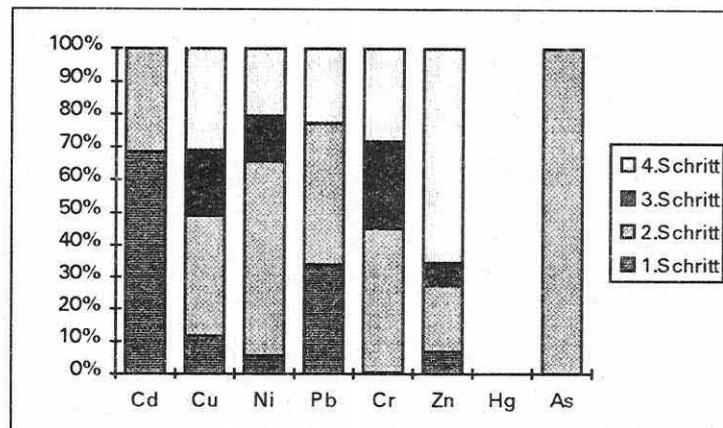


Abb. 4-6: Prozentuale Darstellung der sequentiellen Extraktionsergebnisse von Probe 3 (vgl. Legende zu Abb. 4-5)

Die Soxhlet-Extraktion von Probe 3 ergibt Feststoffgehalte an ausgewählten schwerflüchtigen Chlor-Kohlenwasserstoffen (CKW), polychlorierten Biphenylen (PCB) und polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK), die den Z0-Wert für die „uneingeschränkte Verwertung“ aus [75] nicht übersteigen (vgl. Tab. A-3).

Die Pufferkapazität von Probe 3 ist im sauren und basischen Bereich sehr gering. Der ANC₂₄-Wert von 22 mmol [H⁺]/kg ist vergleichbar mit reinem Sand (siehe Tab. A-6a). Die BNC₂₄ liegt bei 42 mmol [OH⁻]/kg.

4.1.4 Wasserglas-gebundener Gießerei-Altsand (Probe 4)

Das Probenmaterial bestand überwiegend aus Feinsand (und einzelnen kleinen, aber leicht zu zerkleinernden Brocken), war schwarz-braun gefärbt und lufttrocken (Wassergehalt < 0.5 %). Die pyknometrisch bestimmte Dichte bei 25 °C betrug 2,65 g/cm³.

In Tab. 4-4 sind die Ergebnisse der Röntgenfluoreszenzanalyse einer gemahlten Feststoffprobe des Materials aufgeführt. Bemerkenswert ist der recht hohe Chromgehalt des Materials.

*Tabelle 4-4: Ergebnis der Röntgenfluoreszenzanalyse von Probe 4 (Feststoff);
(im Fettdruck die für die abfallrechtliche Bewertung nach [75] relevanten
Schwermetalle)*

SiO ₂	%:	77,50	Pb	ppm:	7
Al ₂ O ₃	%:	1,97	Zn	ppm:	32
CaO	%:	0,19	Hg	ppm:	2
MgO	%:	0,64	As	ppm:	<2
Na ₂ O	%:	0,55	V	ppm:	54
K ₂ O	%:	0,35	Mn	ppm:	1450
Fe ₂ O ₃	%:	1,01	Co	ppm:	3
TiO ₂	%:	0,07	Ba	ppm:	49
P ₂ O ₅	ppm:	170	Rb	ppm:	5
S	ppm:	730	Sr	ppm:	7
Cl	ppm:	130	Zr	ppm:	450
Cd	ppm:	<2	U	ppm:	2
Cu	ppm:	7	Mo	ppm:	2
Ni	ppm:	21	Ag	ppm:	<2
Cr	ppm:	5870	Sn	ppm:	2

In Probe 4 liegen ähnliche phasenspezifische Bindungsverhältnisse der Schwermetalle vor wie in Probe 3 (siehe Tab. A-1 und Abb. 4-7 und 4-8). Auch hier erfolgt nur beim Cadmium eine starke Mobilisierung im ersten Schritt der sequentiellen Extraktion nach Schoer und Förstner [7]. Der Vergleich von Abb. 4-8 und Abb. 4-6 macht deutlich, daß die Bindungsverhältnisse maßgeblich durch die Matrix geprägt werden.

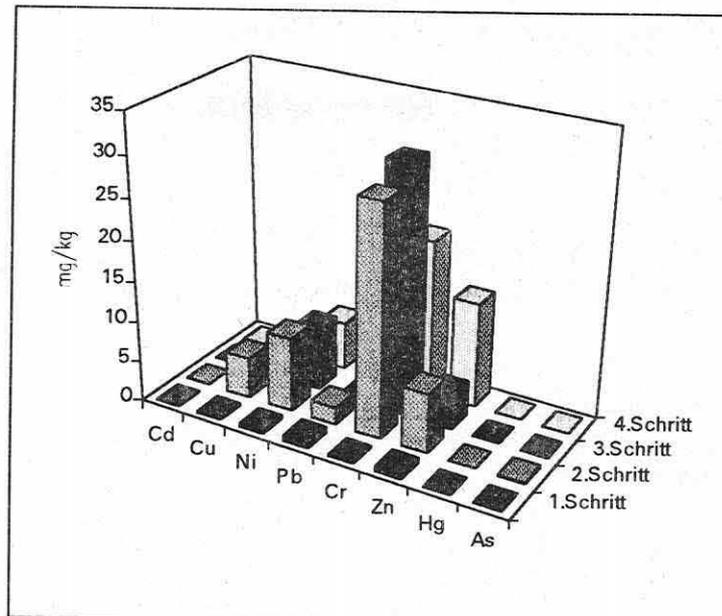


Abb. 4-7: Ergebnis der sequentiellen Extraktion von Probe 4 (1. Schritt – leicht austauschbare Anteile, 2. Schritt – reduzierbare Anteile, 3. Schritt – oxidierbare Anteile, 4. Schritt – aufschließbare Anteile, vgl. 3.2)

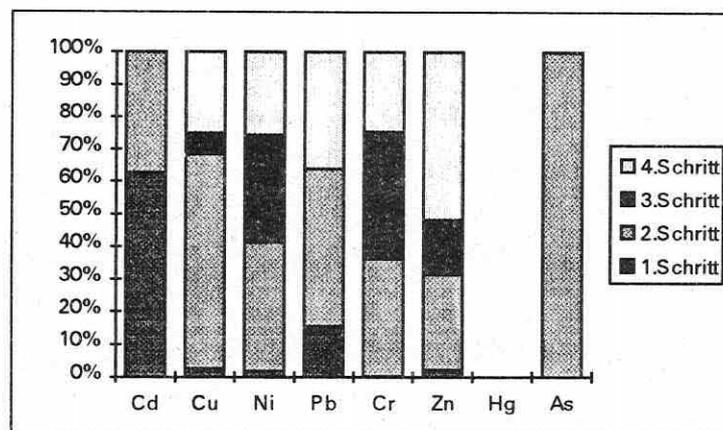


Abb. 4-8: Prozentuale Darstellung der sequentiellen Extraktionsergebnisse von Probe 4 (vgl. Legende zu Abb. 4-7)

Die bewertungsrelevanten Schwermetalle liegen in ihren Feststoffgehalten (nach DIN 38414-S7) mit Ausnahme von Cadmium unter dem Zuordnungswert Z0 für „uneingeschränkte Verwertung“ nach [75].

Für Probe 4 ergeben sich mittels Soxhlet-Extraktion Feststoffgehalte an ausgewählten schwerflüchtigen Chlor-Kohlenwasserstoffen (CKW), polychlorierten Biphenylen (PCB) und polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK), die den Z0-Wert für die „uneingeschränkte Verwertung“ nach [75] nicht übersteigen (vgl. Tab. A-3). Sie liegen etwas höher als bei der vergleichbaren Probe 3.

Die Säureneutralisationskapazität von Probe 4 ist mit einem ANC_{24} -Wert von 82 mmol $[H^+]/kg$ deutlich höher als bei Probe 3, ist aber ähnlich zu einem anderen Gießerei-Altsand (siehe Tab. A-6a). Die BNC_{24} liegt bei 24 mmol $[OH^-]/kg$ und ist geringer als bei Probe 3.

4.1.5 Rauchgas-Reinigungsrückstand (Probe 5)

Der Rauchgas-Reinigungsrückstand fällt im Wirbelschichtverfahren an. Das Probenmaterial war grau, staubförmig, trocken (Wassergehalt < 1,3 %) und hatte einen leichten Geruch nach Schwefelwasserstoff. Die pyknometrisch bestimmte Dichte bei 25 °C betrug 2,33 g/cm³.

In Tab. 4-5 sind die Ergebnisse der Röntgenfluoreszenzanalyse der Feststoffprobe des Materials aufgeführt. Mit 7,5 % hat Probe 5 einen sehr hohen Schwefelgehalt (vermutlich als Sulfat vorliegend).

*Tabelle 4-5: Ergebnis der Röntgenfluoreszenzanalyse von Probe 5 (Feststoff);
(im Fettdruck die für die abfallrechtliche Bewertung nach [75] relevanten
Schwermetalle)*

SiO ₂	%:	15,41	Cr	ppm:	73
Al ₂ O ₃	%:	8,77	Pb	ppm:	48
CaO	%:	35,21	Zn	ppm:	37
MgO	%:	4,48	Hg	ppm:	<2
Na ₂ O	%:	3,37	As	ppm:	56
K ₂ O	%:	0,31	V	ppm:	53
Fe ₂ O ₃	%:	0,94	Mn	ppm:	1529
TiO ₂	%:	1,28	Co	ppm:	7
P ₂ O ₅	ppm:	843	Ba	ppm:	810
S	ppm:	74553	Rb	ppm:	15
Cl	ppm:	72	Sr	ppm:	3421
Cd	ppm:	<2	Zr	ppm:	292
Cu	ppm:	43	Mo	ppm:	<2
Ni	ppm:	18	Ag	ppm:	<2

Aus Abb. 4-9 und 4-10 (Ergebnisse siehe Tab. A-1) erkennt man eine weitgehend oxidische Bindung der Schwermetalle, die im 2. Schritt der sequentiellen Extraktion nach Schoer und Förstner [7] unter reduzierenden Bedingungen gelöst wird.

Der Chromgehalt (nach DIN 38 414-S7) des Materials überschreitet den Z1-Wert für die „offene eingeschränkte Verwertung“ nach [75]. Die anderen Schwermetalle liegen mit Ausnahme von Cd und Ni in ihren Gehalten unterhalb des Z0-Wertes. Bei As, Ni, Cr und Pb ergeben sich z.T. erhebliche Gehaltsunterschiede nach den einzelnen Prozeduren (vgl. Fußnote 3; außerdem sind starke Inhomogenitäten des vermutlich amorphen Materials nicht auszuschließen).

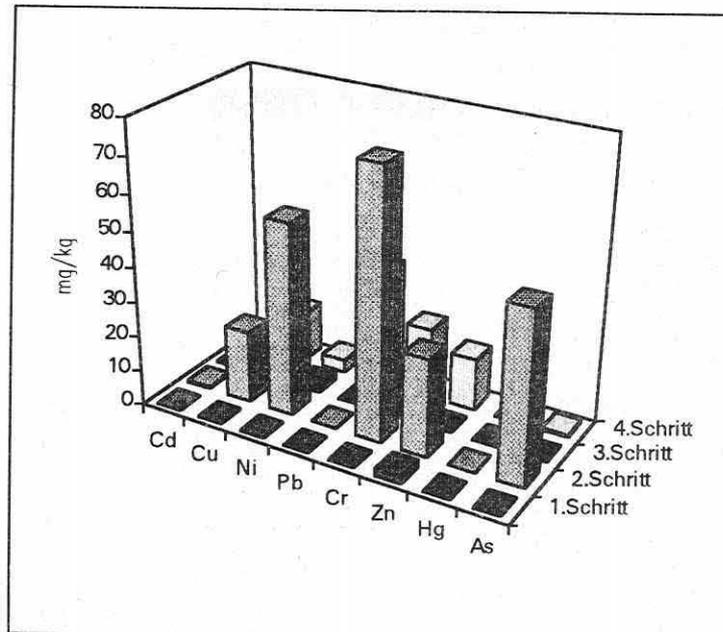


Abb. 4-9: Ergebnis der sequentiellen Extraktion von Probe 5 (1. Schritt = leicht austauschbare Anteile, 2. Schritt = reduzierbare Anteile, 3. Schritt = oxidierbare Anteile, 4. Schritt = aufschließbare Anteile, vgl. 3.2)

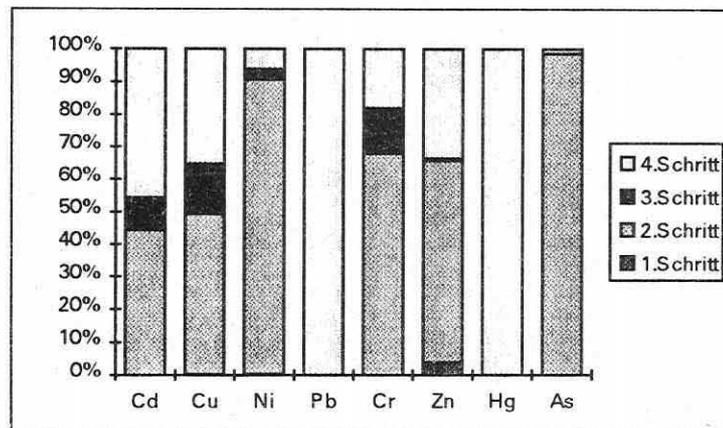


Abb. 4-10: Prozentuale Darstellung der sequentiellen Extraktionsergebnisse von Probe 5 (vgl. Legende zu Abb. 4-9)

Der Feststoffgehalt an ausgewählten organischen Schadstoffen (HCH + HCB, PCB, PAK; vgl. Tab. A-3), wie er aus der Soxhlet-Extraktion resultiert, liegt unterhalb des Zuordnungswertes Z0 für die „uneingeschränkte Verwertung“ nach [75].

Die Pufferkapazität des Materials hat mit einem ANC_{24} -Wert von 9745 mmol $[H^+]/kg$ einen extrem hohen Wert, der nur mit Werten von Braunkohlen-Filteraschen vergleichbar ist (vgl. Tab. A-6a). Die recht hohe Standardabweichung von 18 % ist vermutlich Folge von Material-Inhomogenitäten, z.B. aufgrund einer wechselnden, technologisch bedingten Größenverteilung der amorphen Kalkkugeln. Eine Basenneutralisationskapazität bei $pH=11$ zu bestimmen, war nicht sinnvoll, da schon beim Kontakt mit destilliertem Wasser (im S4-Versuch) ein pH -Wert von 12,5 resultiert.

4.2. Mobilisierung von Schwermetallen

4.2.1 Schütteltests

In Tab. A-2 sind die Resultate der Schwermetall-Elution nach dem pH_{stat} - und S4-Verfahren zusammengefaßt. Jeder Elutionstest wurde 2mal (mit je 4 Schüttelgefäßen) durchgeführt. Es ergaben sich bei allen bestimmten Parametern mit Ausnahme der Anionen-Konzentrationen vergleichbare Resultate.

In Abb. 4-11 bis 4-15 werden die unter den verschiedenen Testbedingungen aus Probe 1 bis 5 auslaugbaren Schwermetallmengen mit dem Eluat-Zuordnungswert Z2 ("Eingeschränkte Verwertung mit definierten technischen Sicherungsmaßnahmen") nach [75] verglichen.⁵ Oberhalb von Z2 ist eine Verwertung des Materials nicht mehr möglich. (In den nachfolgenden Diagrammen wurden die Konzentrationsmittelwerte der Schütteltest-Doppelansätze dargestellt.)

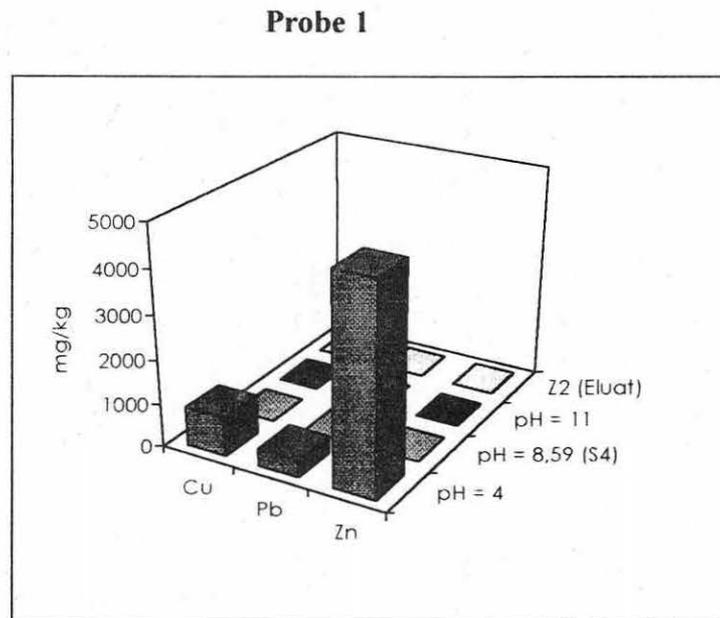


Abb. 4-11a

Abb. 4-11a: Vergleich der aus Probe 1 nach dem pH_{stat} bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren Schwermetalle (bezogen auf 1 kg Feststoff) mit dem Eluat-Zuordnungswert Z2 („Eingeschränkte Verwertung mit ... Sicherungsmaßnahmen“) nach [75] („Hauptkomponenten“)

⁵ Die in der Einheit [mg/l.] in [75] angegebenen Eluat -Zuordnungswerte, die sich auf die Auslaugungsprozedur DIN 38414-S4 beziehen, wurden hier mit dem Faktor 10 auf die Einheit [mg/kg] umgerechnet, um eine einheitliche Vergleichsbasis aller Auslaugtests zu haben. Die Einheit [mg/kg] mißt hier also nicht die in einem Kilogramm Feststoff enthaltene Analytenmenge, sondern die daraus mobilisierbare Menge.

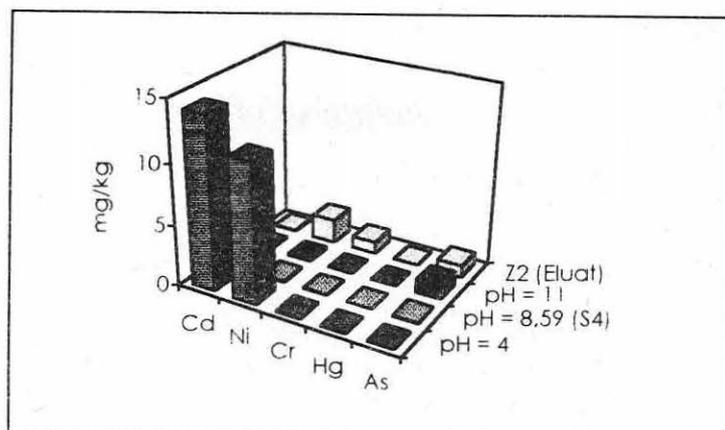


Abb. 4-11b

Abb. 4-11b: Vergleich der aus Probe 1 nach dem pH_{stat} bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren Schwermetalle (bezogen auf 1 kg Feststoff) mit dem Eluat-Zuordnungswert Z2 („Eingeschränkte Verwertung mit ... Sicherungsmaßnahmen“) nach [75] („Nebenkomponenten“)

Bei dem sich unter S4-Bedingungen einstellenden pH-Wert wird bei Probe 1 der Zuordnungswert Z2 von keinem Schwermetall überschritten. Bei $pH=11$ trifft dies nur noch auf Ni, Cr und Hg zu. Im Säuren ($pH=4$) gehen sehr viel höhere Schwermetallmengen in Lösung. Die Mobilität der Elemente deckt sich unter pH_{stat} -Bedingungen in ihrer Differenziertheit annähernd mit den phasenspezifischen Bindungsverhältnissen, wie sie sich aus der sequentiellen chemischen Extraktion ergeben (vgl. Abb. 4-2). Vom jeweiligen Gesamtgehalt im Feststoff (nach DIN 38 414-S7) werden bei Cd 28 %, bei Zn 22 %, bei Cu 12 % und bei Pb 5 % freigesetzt.

Probe 2

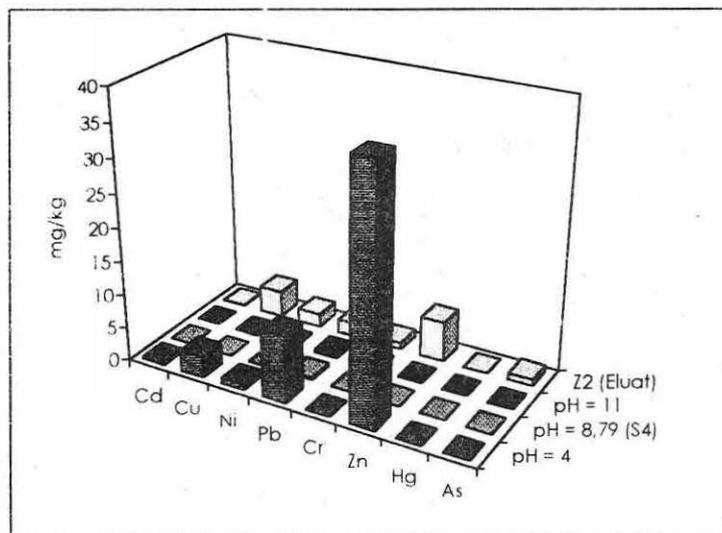


Abb. 4-12: Vergleich der aus Probe 2 nach dem pH_{stat} bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren Schwermetalle (bezogen auf 1 kg Feststoff) mit dem Eluat-Zuordnungswert Z2 („Eingeschränkte Verwertung mit ... Sicherungsmaßnahmen“) nach [75]

Bei Probe 2 bleiben die mobilisierten Schwermetalle im S4-Test in ihren Konzentrationen unter dem Zuordnungswert Z0 („Uneingeschränkte Verwertung“). Durch Erhöhung des pH-Wertes ändert sich daran nichts. Eine pH-Wert-Änderung ins saure Milieu bringt wie bei Probe 1 wesentlich höhere Mengen in Lösung. Auch hier findet man eine Abstufung der Mobilisierbarkeit entsprechend den phasenspezifischen Bindungsverhältnissen wieder.

Probe 3

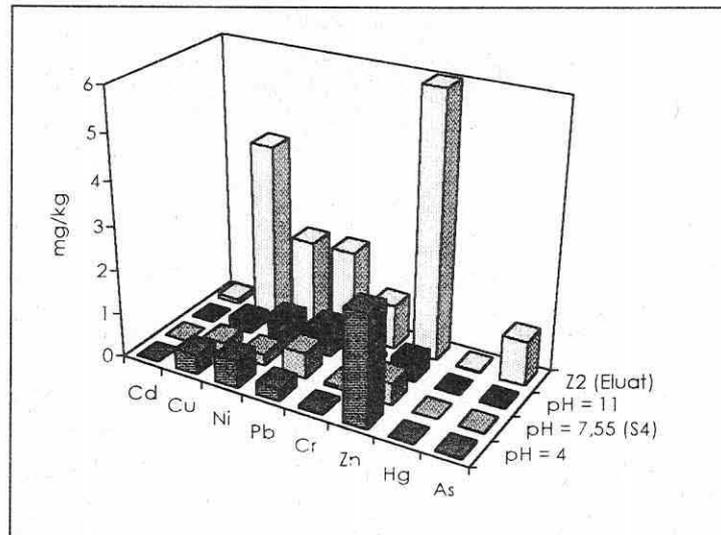


Abb 4-13

Abb. 4-13: *Vergleich der aus Probe 3 nach dem pH_{stat} - bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren Schwermetalle (bezogen auf 1 kg Feststoff) mit dem Eluat-Zuordnungswert Z2 („Eingeschränkte Verwertung mit ... Sicherungsmaßnahmen“) nach [75]*

Bei Probe 3 werden durch alle Schütteltests nur geringe Schwermetallmengen eluiert (Konzentrationen meist unter dem Z0-Wert). Hier bestätigt sich die Materialbewertung anhand der Feststoffgehalte. Eine Tendenz zur höheren Mobilität im Sauren ist jedoch beim Zink auch bei dem relativ niedrigen Ausgangsgehalt im Feststoff zu erkennen.

Probe 4

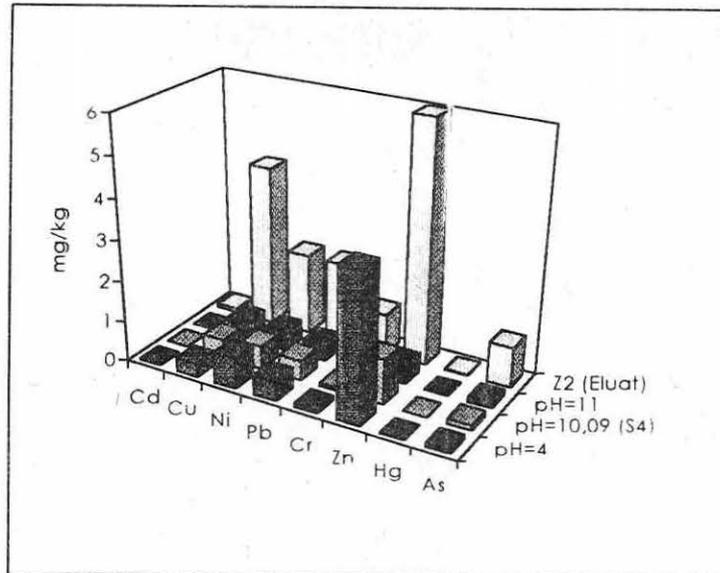


Abb. 4-14

Abb. 4-14: Vergleich der aus Probe 4 nach dem pH_{stat} bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren Schwermetalle (bezogen auf 1 kg Feststoff) mit dem Eluat-Zuordnungswert Z2 („Eingeschränkte Verwertung mit ... Sicherungsmaßnahmen“) aus [75]

Probe 4 zeigt das gleiche Bild wie Probe 3 mit der Einschränkung, daß die erhöhte Zink- und Nickel-Konzentration bereits eine „offene eingeschränkte Verwertung“ gemäß [75] ausschließen

Probe 5

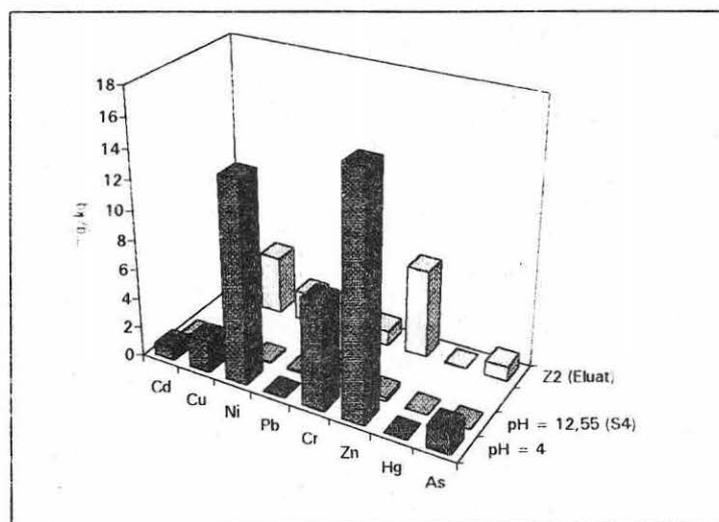


Abb. 4-15

Abb. 4-15: Vergleich der aus Probe 5 nach dem pH_{stat} bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren Schwermetalle (bezogen auf 1 kg Feststoff) mit dem Zuordnungswert Z2 („Eingeschränkte Verwertung mit ... Sicherungsmaßnahmen“) aus [75]

Probe 5 zeigt deutlich, wie stark der pH-Wert und damit auch das chemische Milieu, welches die Mobilisierung der Schwermetalle steuert, unter S4-Bedingungen vom Material bestimmt wird. Bereits unter stark basischen Bedingungen übersteigt die Cr-Konzentration im Eluat den Z4-Wert, wodurch eine gesonderte Behandlung oder Entsorgung des Materials erforderlich wird. Bei pH=4 ist die Mobilisierung der Schwermetalle noch stärker.

4.2.2 Säulenversuch

4.2.2.1 Chemisches Milieu

Da eine Wechselwirkung von Meßzelle, Meßketten, Schläuchen, Siebgazen und Zylinder mit den im Kreislauf eingesetzten Materialien ausgeschlossen werden kann, stellte sich im Verlauf der Umlaufsäulenversuche ein chemisches Milieu ein, das im wesentlichen auf die Reaktionen des Feststoff-Fluid Systems unter sauerstoffarmen bis freien Bedingungen zurückzuführen ist.

Die Milieuindikatoren pH-Wert, Redoxpotential (Eh) und Leitfähigkeit (LF) wurden neben der Temperatur (T) während der Versuche im Takt von 20...30 min registriert. Die auf Standardbedingungen korrigierten Meßwerte der Milieuparameter der einzelnen Versuchsetappen wurden in den folgenden Abbildungen für Proben P1-P5 zusammengefaßt (s.u.).

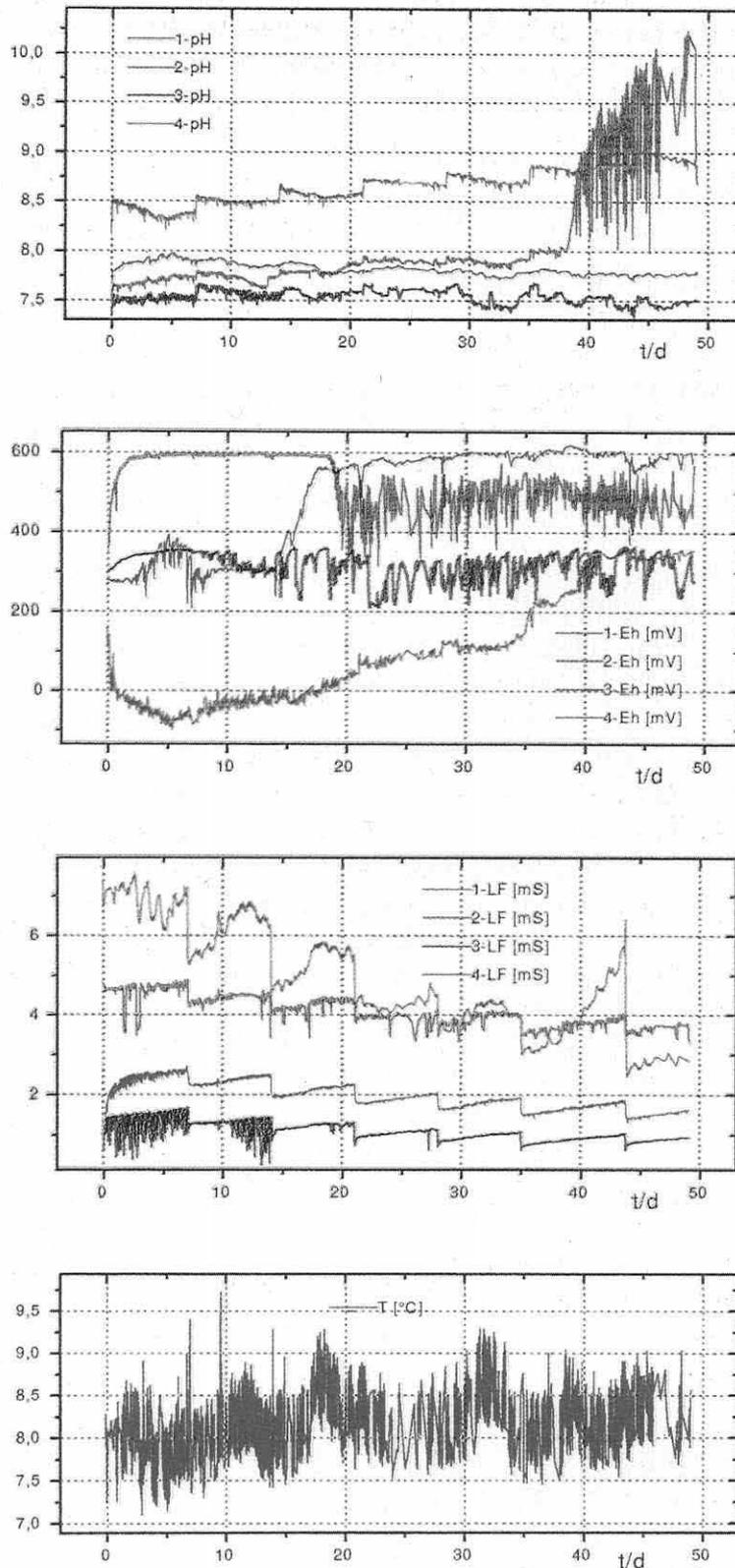
Die Abbildungen zeigen ein ähnliches, schwach alkalisches Verhalten der Proben 1, 2 und 3, wobei gelöster Sauerstoff im Bereich der Nachweisgrenze⁶ pendelt.

Die Eluate der Proben waren geruchsfrei und klar (P1, P2) bzw. braun-schwarz, trüb (P3, P4). Bei den letztgenannten zwei Proben bildete sich ein sich langsam setzender Niederschlag heraus. Der Überstand verblieb in klarer gelblicher Tönung.

Bei der Eluatentnahme an Probe 5 entwickelte das erst klare, hellgelbe Eluat nach dem Ansäuern mit HNO₃ Faulgasgeruch. Verbunden damit fiel ein weißer Niederschlag aus.

In allen Proben fand eine mehr oder weniger starke Entwicklung von Gasen statt.

⁶ Die Nachweisgrenze für gelösten Sauerstoff wird nach [77] bei Redoxpotentialen $Eh \leq 0.33$ V erreicht



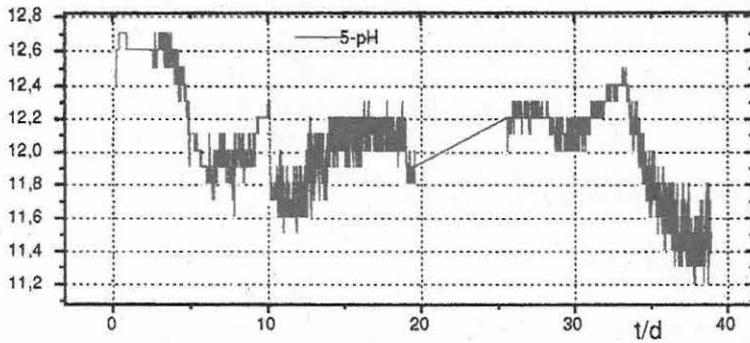
Die pH-Wert-Entwicklung der Säulenversuche mit den Proben 1 (\rightarrow 1-pH) bis 4 (\rightarrow 4-pH) zeigt für Probe 4 eine markante Abstufung, die an die Probenahmezeitpunkte gekoppelt ist. Die starken Schwankungen des pH-Wertes im Fall von Probe 2 während der letzten 10 Versuchstage ist auf Gasbläschen im Elektrodenblock zurückzuführen.

Das Redoxpotential zeigt bei Probe 4 eine deutliche aber zeitlich abklingende Reduktionswirkung nach dem Kontakt des Probenmaterials mit Wasser an.

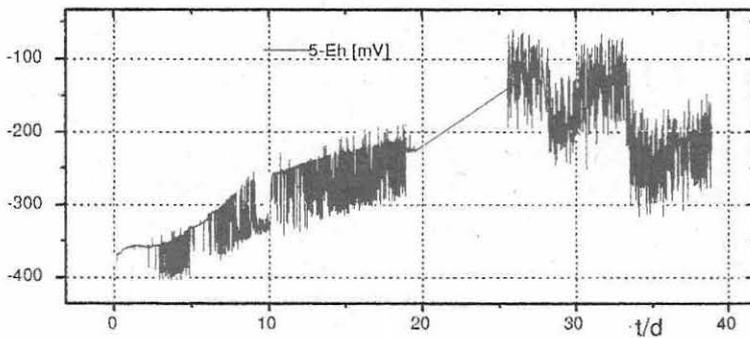
Die Entwicklung der Leitfähigkeit deutet für alle Proben auf ein, mit dem Wasserprobenahmezyklus korreliertes, kaskadenartiges Abnehmen der Auflösung von leicht löslichen Stoffen hin.

Das Temperaturprofil zeigt hysterese Schwankungen in der Umlaufsäulen-anlage an. Bedingt durch die thermische Trägheit der relativ großvolumigen Umlaufsäulen, wird diese Hysterese nur in stark abgeschwächter Form auf die Proben übertragen, so daß mittlere Proben temperaturen im Bereich zwischen 8 - 8.5 °C angenommen werden können.

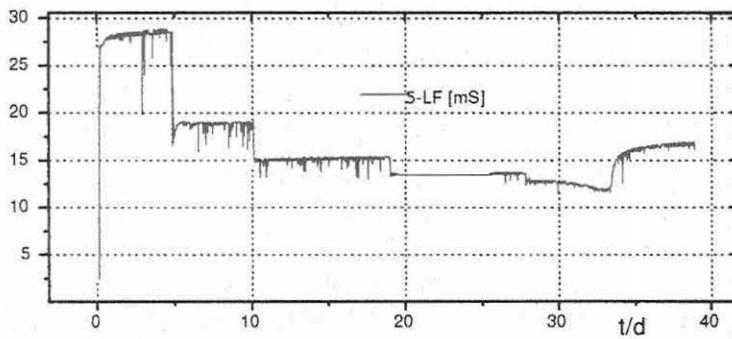
Abb. 4-16a: Chemisches Milieu der Proben P1-P4. Der pH-Wert ist auf die Temperatur des Säulenversuchs bezogen (unteres Diagramm). Redoxpotential (Eh) und die Leitfähigkeit (LF) sind auf Standardbedingungen korrigiert.



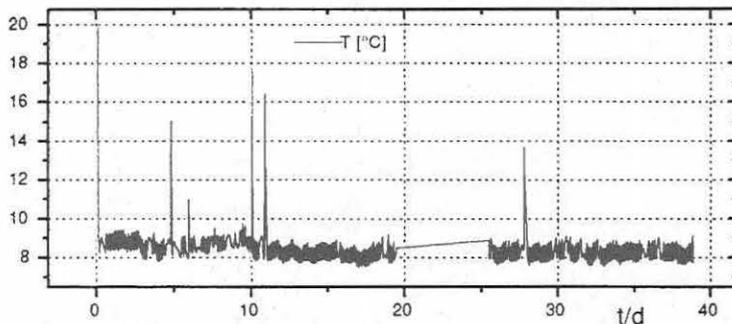
Der hohe pH-Wert der Probe 5 ist eine Folge der Lösung des hohen Freikalkanteils des Rauchgasreinigungsrückstands, der bei der Rauchgasentschwefelung gebildet wurde. Im Versuchsablauf deutet sich ein tendenzieller Abfall des pH-Wertes an.



Das Redoxpotential ist generell negativ. Faulgasgeruch der Probenwässer belegte die Bildung von Sulfiden.



Die elektrische Leitfähigkeit der zirkulierenden Wässer sank im Verlauf der ersten 3 Porenwasserwechsel auf den halben Betrag, blieb danach jedoch nahezu konstant.



Das Temperaturprofil der Versuchsanlage zeigt einen mittleren Bereich von 8...9 °C. Die Spitzen entstanden infolge des Luftaustauschs zwischen Anlageninnenraum und Labor bei der Probenahme.

Abb. 4-16b: Entwicklung des chemischen Milieus in der Probe 5. Der pH-Wert wurde auf die Temperatur des Säulenversuchs bezogen (unteres Diagramm). Das Redoxpotential (Eh) und die Leitfähigkeit (LF) sind auf Standardbedingungen korrigiert.

4.2.2.2 Schwermetallkonzentrationen in den Eluaten

Die Tabellen A-8 bis A-16 (im Anhang) enthalten die Konzentrationsangaben in den Proben freigesetzter Schadstoffe. Die auf die Trockenmasse Feststoff normierte Konzentration wurde über dem, mit der Probenahme steigenden Verhältnis aus der Summe der zugesetzten Fluidmassen zur Trockenmasse des Feststoffs für jedes Element eingetragen. Die $m_{\text{H}_2\text{O}}/m_{\text{tr}}$ - Verhältnisse liegen für die Proben 1 - 4 ähnlich. Für Probe 5 wurde das Verhältnis $m_{\text{H}_2\text{O}}/m_{\text{tr}}$ auf die eingesetzte Asche bezogen und liegt entsprechend der Verdünnung der Asche mit Quarzsand um den Faktor 10 höher (siehe Tab. A-16).

Generell zeigen die Proben 1 und 2 ähnliches Verhalten. Die Freisetzung der Schadstoffe bewegt sich nahezu auf einem Niveau.

Die Auslaugung von Schadstoffen in den Proben 3 und 4 verläuft tendenziell entgegengesetzt. Während sich in Probe 3 ein Abfallen der freigesetzten Schadstoffkonzentration andeutet, scheint Probe 4 noch nicht das Maximum löslicher Schadstoffe erreicht zu haben.

Die in Probe 5 gemessenen Schwermetallkonzentrationen bewegen sich als Folge des hohen pH-Wertes im Bereich der Nachweisgrenze. Ausnahmen bilden Zink und Nickel.

Oberhalb der Nachweisgrenze kann für die einzelnen Schwermetallkonzentrationen im Mittel folgende Staffelung abgelesen werden:

Probe Schwermetallkonzentrationen

P1 Zn > (Cu, Pb) ≥ (Cd, Ni, Cr)

P2 Zn > (Pb, Ni) ≥ Cu > (Cr, Cd)

P3 (Zn, Cu) ≥ Cr ≥ (Ni, Pb) > Cd

P4 Cu > (Ni, Pb) > (Zn, Cr)

Die Symbole wurden wie folgt verwendet:

> - im Mittel eine Größenordnung höhere Konzentration

≥ - i.allg. innerhalb einer Größenordnung aber mit deutlich erhöhter Konzentration

(A, B) - Konzentrationen von A und B liegen dicht beieinander

4.2.2.3 Entwicklung der Schadstoffkonzentrationen in den Eluaten und ihre Bewertung

Um zu einer Wertung der Schadstoffgehalte in den Eluaten zu gelangen, erfolgte ihr Bezug auf den jeweiligen Zuordnungswert Z2 der „Richtlinie für die Entsorgung von Bauabfällen im Land Sachsen-Anhalt“ [75].

Der Vergleich der so normierten Gehalte, dargestellt über dem Gesamt-Fluid/Feststoffverhältnis in den Abbildungen Abb. 4-17 bis Abb. 4-25 zeigt, daß die Proben 1- 4 in den Bereich der Zuordnungs-kategorie Z2 gelangen, während die Probe 5 bezüglich der untersuchten Schadstoffe als unbedenklich hinsichtlich Z2 eingestuft werden kann. Diese Aussage gilt ausschließlich für in-Situ - Elutionsbedingungen, die dem durchgeführten Experiment entsprechen, d.h. ausschließlich für eine Elution mit ionenschwachen Fremdfluiden.

In den Eluaten der Proben 3 und 4 bildete sich in einem Volumenanteil von ca. ¼ des gesamten Probenvolumens ein brauner, über dem Flaschenboden schwebender Niederschlag. Die Konzentration der Schwermetalle (s. Tab. A-13 und A-15, oder Abb. 4-22 und Abb. 4-24) wurde sowohl im überstehenden Eluat (Überst.) als auch in der aufgeschüttelten Probe (gesamt) untersucht. Dabei zeigte sich, daß etwa gleiche Konzentrationen in beiden Varianten folgen.

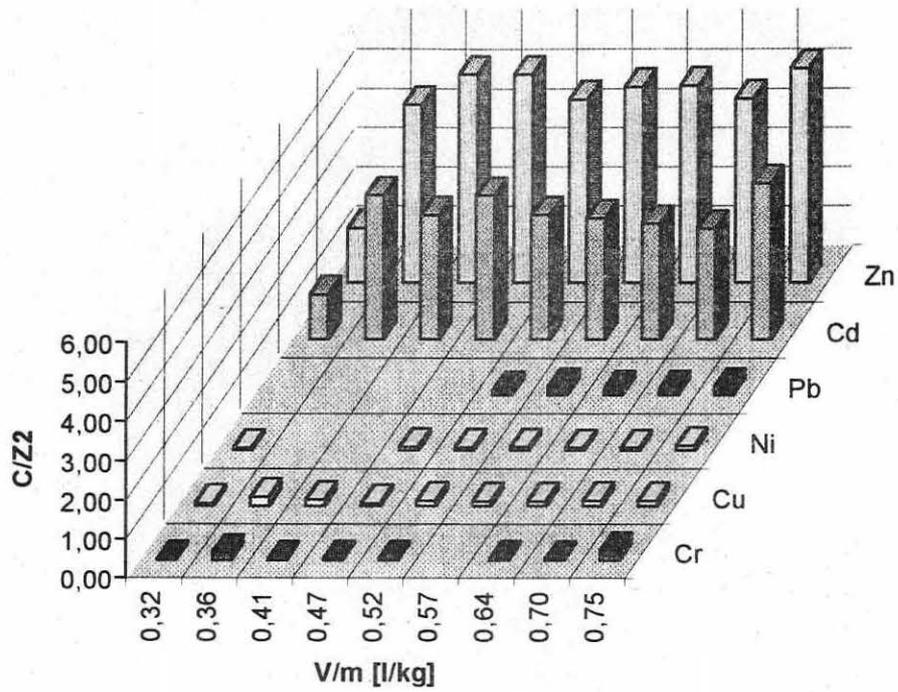


Abb. 4-17: Vergleich der Schadstoffgehalte mit dem Zuordnungswert Z2 (s. Text) für Probe 1, Versuch 1.

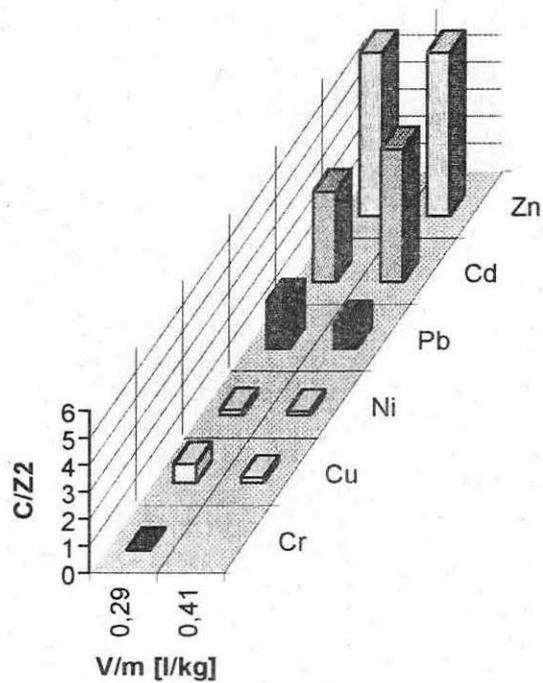


Abb. 4-18: Vergleich der Schadstoffgehalte mit dem Zuordnungswert Z2 (s. Text) für Probe 1, Versuch 2.

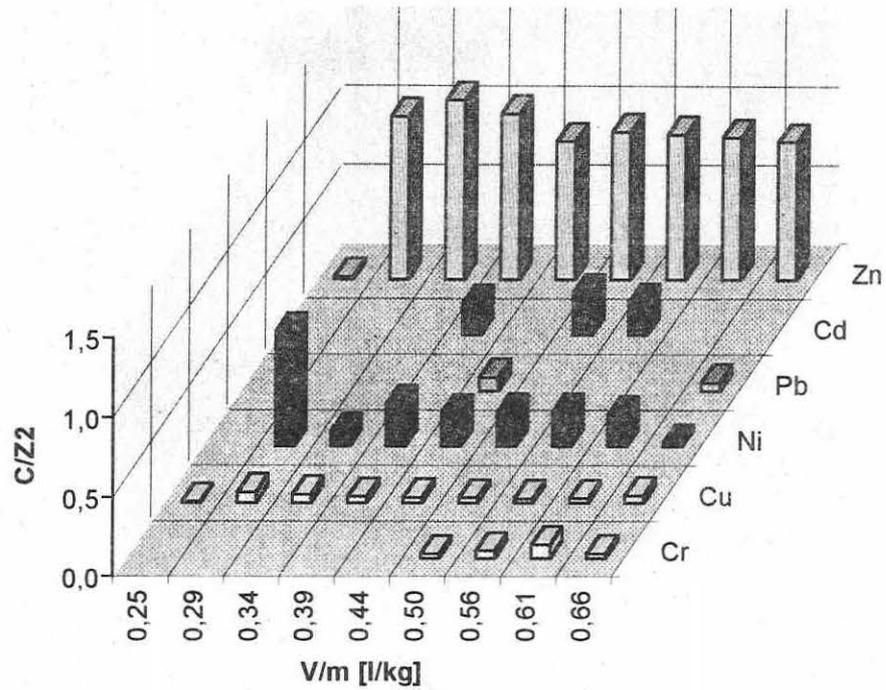


Abb. 4-19: Vergleich der Schadstoffgehalte mit dem Zuordnungswert Z2 (s. Text) für Probe 2, Versuch 1.

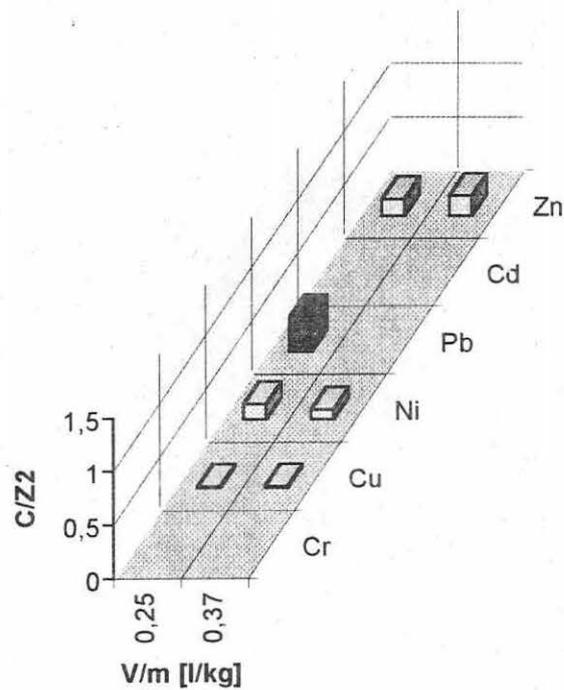


Abb. 4-20: Vergleich der Schadstoffgehalte mit dem Zuordnungswert Z2 (s. Text) für Probe 2, Versuch 2

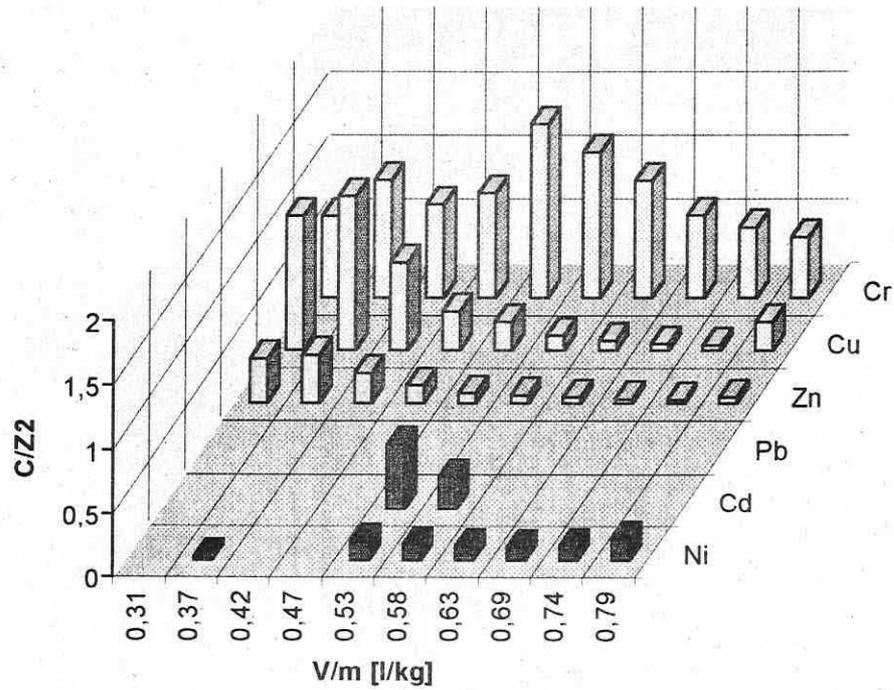


Abb. 4-21: Vergleich der Schadstoffgehalte mit dem Zuordnungswert Z2 (s. Text) für Probe 3, Versuch 1.

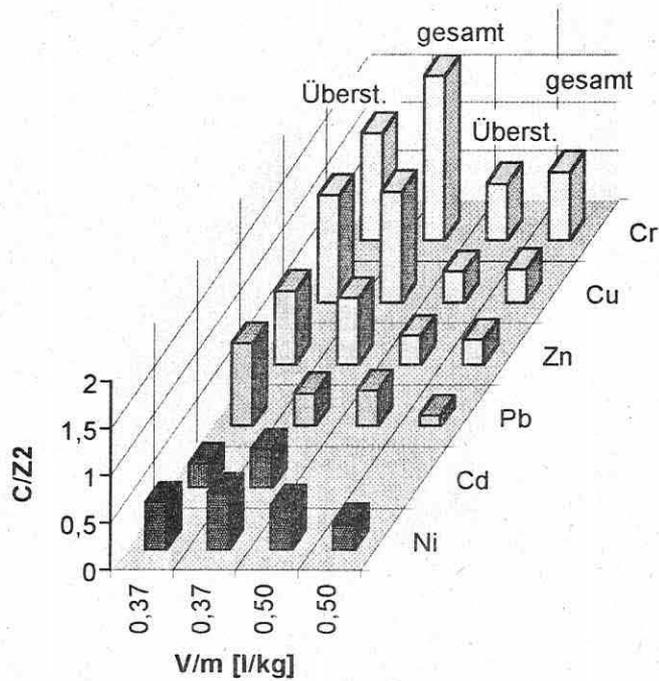


Abb. 4-22: Vergleich der Schadstoffgehalte mit dem Zuordnungswert Z2 (s. Text) für Probe 3, Versuch 2.

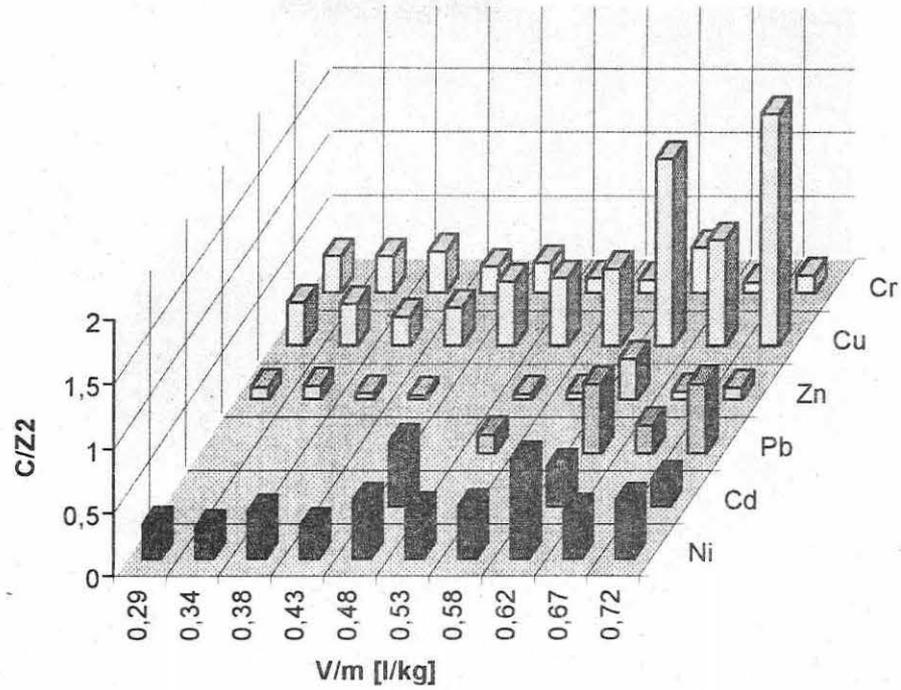


Abb. 4-23: Vergleich der Schadstoffgehalte mit dem Zuordnungswert Z2 (s. Text) für Probe 4, Versuch 1.

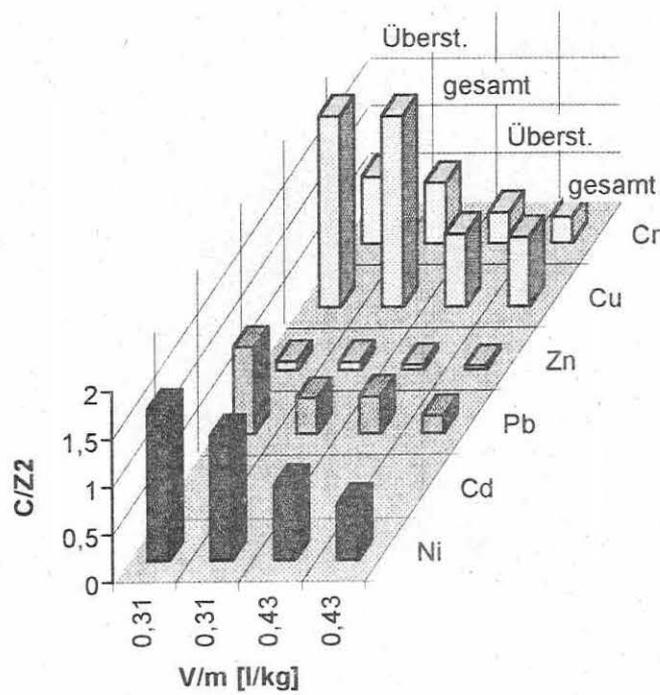


Abb. 4-24: Vergleich der Schadstoffgehalte mit dem Zuordnungswert Z2 (s. Text) für Probe 4, Versuch 2.

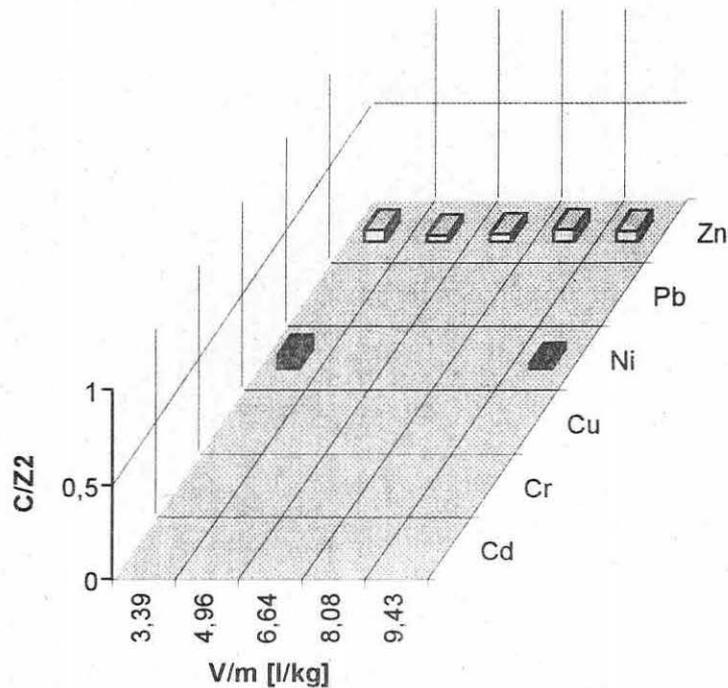


Abb. 4-25: Vergleich der Schadstoffgehalte mit dem Zuordnungswert Z2 (s. Text) für Probe 5, Versuch 1.

4.3 Mobilisierbarkeit organischer Schadstoffe (Schütteltests)

Wie bei den anorganischen Schadstoffen ist auch bei den organischen Schadstoffen nicht von einer vollständigen Mobilisierung aus dem Feststoff auszugehen. Dies zeigt sich beim Vergleich der Soxhlet-Extraktionsergebnisse von Proben 1 bis 5 (Tab. A-3) mit den Resultaten der S4-Schüttelversuche und der modifizierten pH_{stat} -Elutionen (Tab. A-4). In der Tabelle A-5 sind die für die organischen Schadstoffklassen aus der Einzelkomponenten-Analyse berechneten Summen neben den ermittelten Summenparametern „Gelöster organischer Kohlenstoff“ (DOC), „Adsorbierbare organische Halogenkohlenwasserstoffe“ (AOX) und „Mineralölkohlenwasserstoffe“ (MKW) aufgelistet. Die Bestimmung der Summenparameter erfolgte im Falle der pH_{stat} -Methode allerdings in 24 h-Versuchen ohne Ethanolzusatz. Die Ergebnisse werden mit Ausnahme von Probe 2 in den nachfolgenden Abb. 4-26 bis 4-33 veranschaulicht. (Dargestellt ist die jeweils höhere Konzentration eines Doppelansatzes.) Bei diesem Material wurden keine pH_{stat} -Versuche nach *Hirner und Schriever* durchgeführt. Die insgesamt recht geringen DOC-Gehalte sind für die pH_{stat} -Elate der Probe 2 ohne Ethanol-Zusatz etwas erhöht gegenüber den S4-Versuchen.

Probe 1

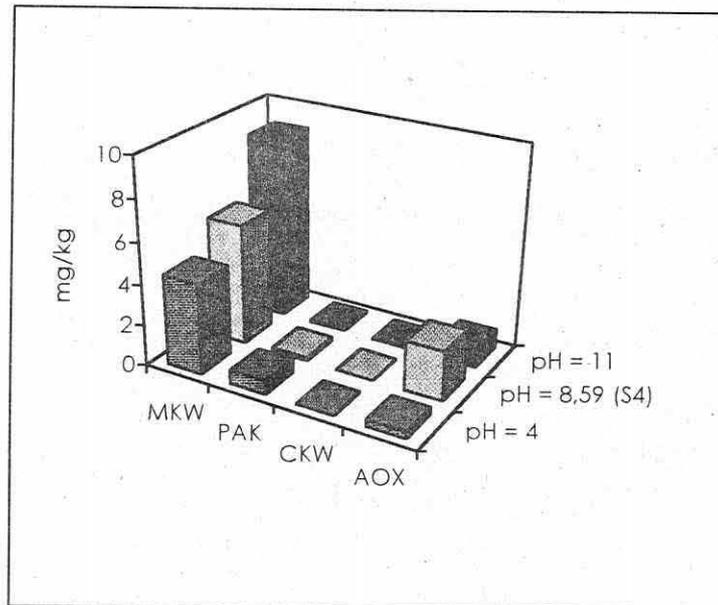


Abb. 4-26 Vergleich der aus Probe 1 nach dem pH_{stat} bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren organischen Stoffe anhand der Summenparameter MKW, PAK (12 EPA-), CKW und AOX (bezogen auf 1 kg Feststoff)

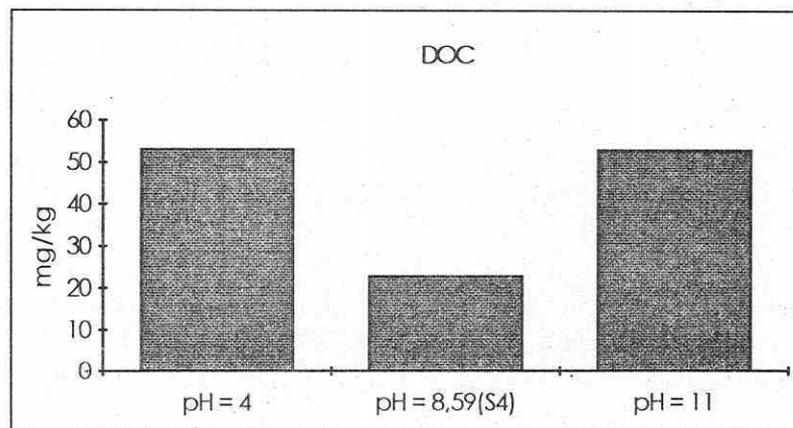


Abb. 4-27: Vergleich der aus Probe 1 nach dem pH_{stat} bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren organischen Stoffe anhand des Summenparameters DOC (bezogen auf 1 kg Feststoff)

Probe 3

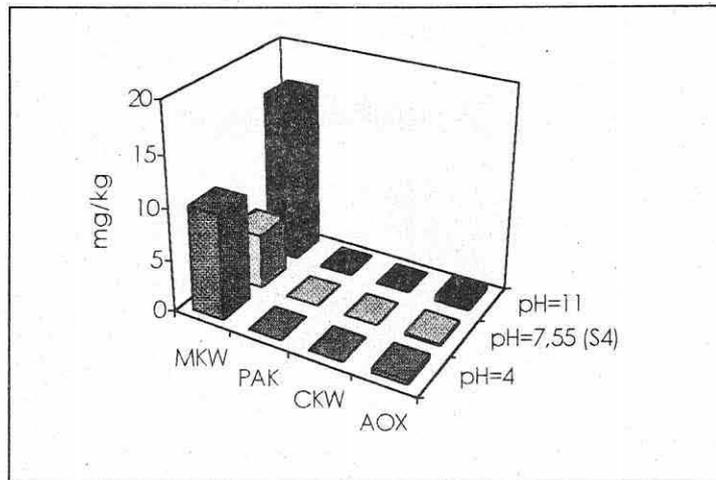


Abb. 4-28: Vergleich der aus Probe 3 nach dem pH_{stat} - bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren organischen Stoffe anhand der Summenparameter MKW, PAK, CKW und AOX (bezogen auf 1 kg Feststoff)

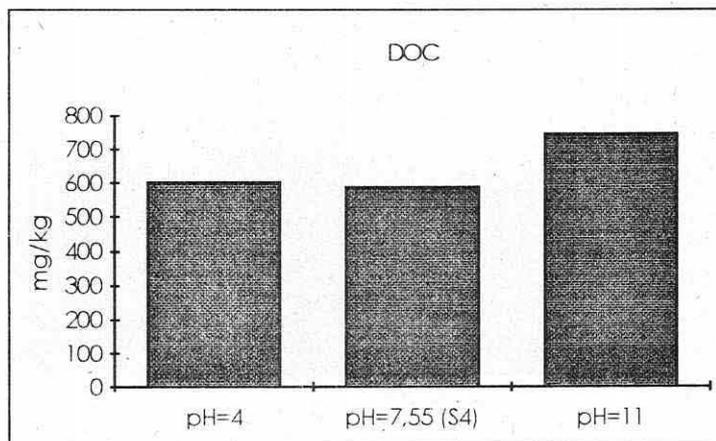


Abb. 4-29: Vergleich der aus Probe 3 nach dem pH_{stat} - bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren organischen Stoffe anhand des Summenparameters DOC (bezogen auf 1 kg Feststoff)

Probe 4

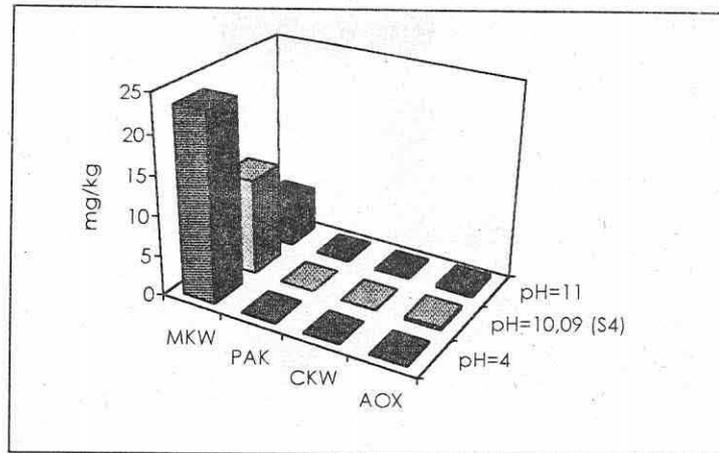


Abb. 4-30: Vergleich der aus Probe 4 nach dem pH_{stat} - bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren organischen Stoffe anhand der Summenparameter MKW, PAK, CKW und AOX (bezogen auf 1 kg Feststoff)

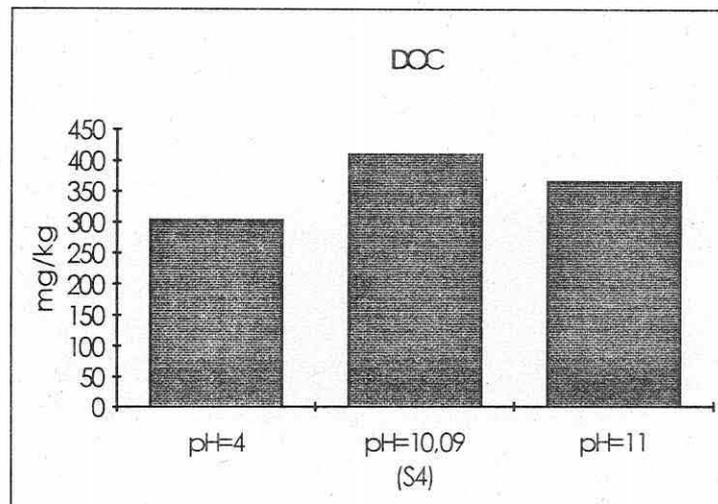


Abb. 4-31: Vergleich der aus Probe 4 nach dem pH_{stat} - bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren organischen Stoffe anhand des Summenparameters DOC (bezogen auf 1 kg Feststoff)

Probe 5

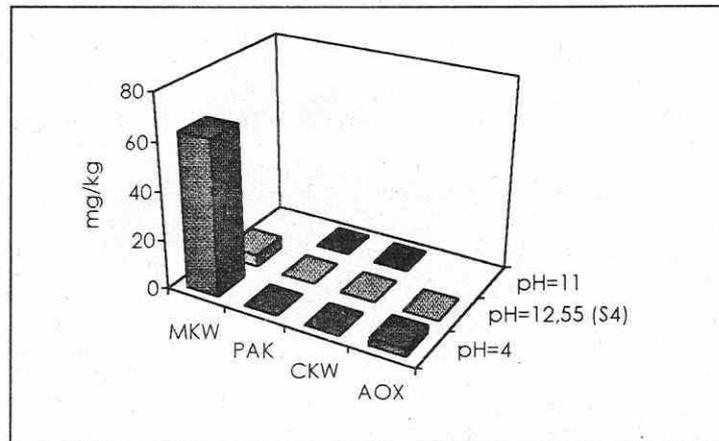


Abb. 4-32: Vergleich der aus Probe 5 nach dem pH_{stat} - bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren organischen Stoffe anhand der Summenparameter MKW, PAK, CKW und AOX (bezogen auf 1 kg Feststoff)

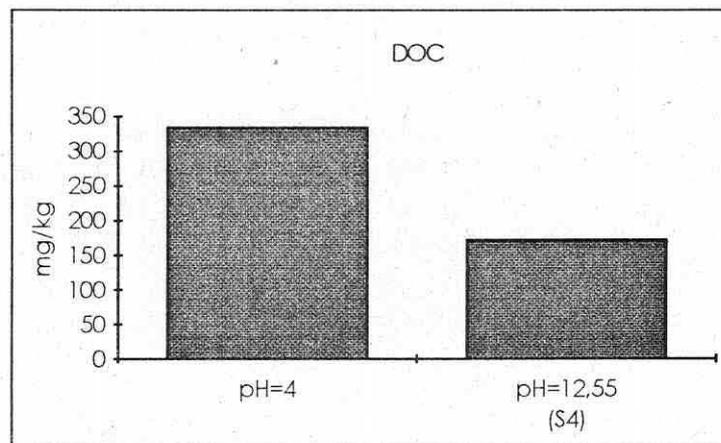
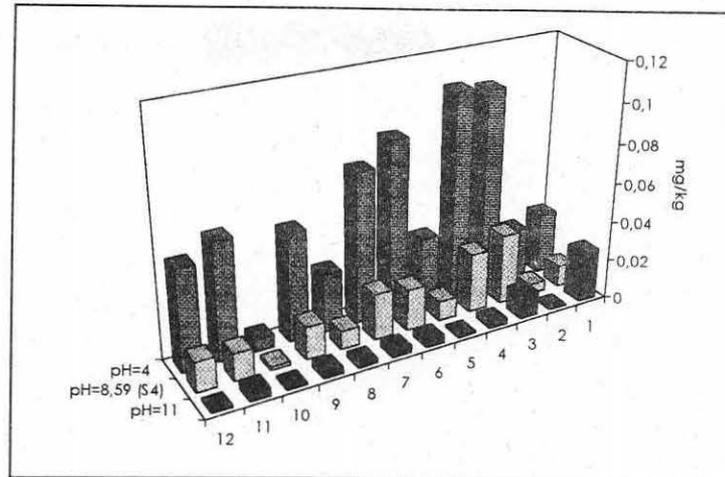


Abb. 4-33: Vergleich der aus Probe 5 nach dem pH_{stat} - bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren organischen Stoffe anhand des Summenparameters DOC (bezogen auf 1 kg Feststoff)

Die stark hydrophoben PCB sind nur in Probe 1 quantitativ nachzuweisen. Sie werden weder unter S4- noch unter sauren bzw. basischen pH_{stat} -Bedingungen nennenswert mobilisiert. Ähnliches gilt für die HCH-Isomere.

Bei den PAK ergibt sich ein anderes Bild. Die 12 analysierten PAK summieren sich in Probe 1 zu ca. 18 mg/kg (Feststoffgehalt). In der nachfolgenden Abbildung 4-34 und 4-35 sind die quantifizierbaren Einzelkomponenten bei wäßriger S4- bzw. ethanolisch-wäßriger pH_{stat} -Elution dargestellt.

Probe 1

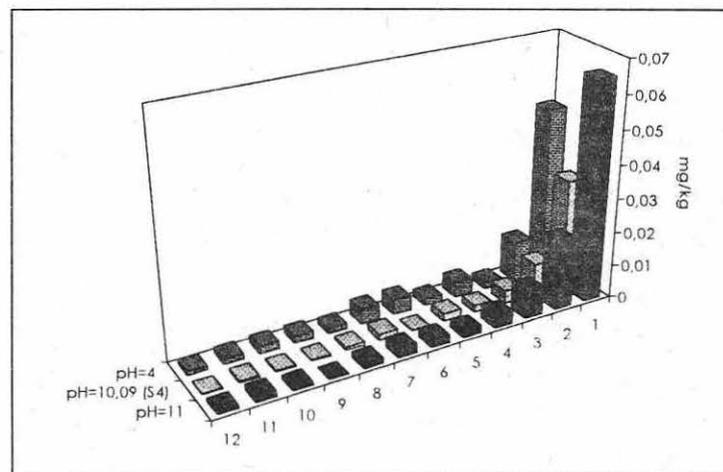


- | | |
|---------------------|-------------------------|
| 1 Phenanthren | 7 Benzo(b)fluoranthen |
| 2 Anthracen | 8 Benzo(k)fluoranthen |
| 3 Fluoranthen | 9 Benzo(a)pyren |
| 4 Pyren | 10 Dibenz(a,h)anthracen |
| 5 Benzo(a)anthracen | 11 Benzo(g,h,i)perylen |
| 6 Chrysen | 12 Indeno(1.2.3)pyren |

Abb. 4-34: Vergleich der aus Probe 1 nach dem pH_{stat} - bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren PAK's

Im Säuren werden bei Probe 1 wesentlich größere Mengen eluiert als unter S4-Bedingungen. Diese Tendenz läßt sich bei Probe 4 nicht erkennen. (siehe nächste Abb.). In diesem Feststoff sind insgesamt nur etwa 0,4 mg/kg der 12 PAK-Komponenten (mit einer ganz anderen Verteilung der Einzelkomponenten) enthalten.

Probe 4



(Legende der Substanzen siehe oben)

Abb. 4-35: Vergleich der aus Probe 4 nach dem pH_{stat} - bzw. dem S4-Verfahren eluierbaren PAK's

4.4. Ökotoxikologische Charakterisierung der Eluate

Die Ergebnisse der durchgeführten ökotoxikologischen Tests an S4- und pH_{stat}-Eluaten sind in den Tab. A-17 bis A-19 zusammengefaßt.

Es konnte für **Probe 1** eine massive Toxizität (100 % !) mit Leuchtbakterien bei pH=4 festgestellt werden. An einem S4-Eluat der Probe 1, das mit HNO₃ auf pH=7 gebracht wurde, zeigen die Leuchtbakterien jedoch nur eine mäßige toxische Antwort. Dies wird durch die Befunde an den in Aliquoten der gleichen Probe exponierten Rädertierchen und R1-Zellen bestätigt. Die deutliche Hemmung der Urease durch Probe 1, zusammen mit dem pH-Effekt (Bioverfügbarkeit !) auf die Bakterientoxizität, weist auf Schwermetalle als zentralen ursächlichen Faktor hin. In der Tat konnte in einem Begleitexperiment gezeigt werden, daß die in der Probe enthaltene Zinkkonzentration von ca. 450 mg/L ausreichend ist, um eine 100%ige Leuchthemmung bei den Testbakterien auszulösen.

Die deutliche Indikation von Cytochrom P4501A1 durch das S4-Eluat von Probe 1 wies ebenfalls auf ein signifikantes human- und ökotoxikologisches Gefahrenpotential dieser Probe hin. Grundsätzlich dienen die P450-abhängigen Biotransformationsprozesse der „Entgiftung“ organischer Xenobiotika, sie können jedoch bei einer Reihe von Stoffen, wie z.B. bei dem im Eluat nachweisbaren Benzo(a)pyren, zu aktivierten Zwischenprodukten führen, die dann mit der DNA Addukte bilden und auf diese Weise mutagene und cancerogene Prozesse auslösen.

Bei **Probe 2** zeigen lediglich die Rädertierchen eine mäßige toxische Reaktion. Wirbellose Planktonorganismen wie Rädertierchen gehören vielfach zu den empfindlichsten Organismen in aquatischen Ökosystemen. Die, verglichen mit Probe 1, deutlich geringeren Eluatgehalte an Schwermetallen und Organika stehen in guter Übereinstimmung mit der Antwort der biologischen Testsysteme. Das deutet zugleich an, daß mit den durchgeführten chemischen Analysen tatsächlich die hinsichtlich der toxischen Wirkung der Eluate relevanten Stoffgruppen erfaßt wurden.

Ähnlich wie Probe 2 sind auch die **Proben 4 und 5** zu bewerten.

Die bei **Probe 3** intensivierten toxischen Reaktionen (R1-Zellen, Rädertierchen) dürften auf die aus dieser Probe mobilisierten organischen Stoffe (vgl. DOC-Werte in Tab. A-5) zurückzuführen sein.

Insgesamt zeigen die Eluate - vielleicht mit Ausnahme von Probe 1 - keine massiven Schadeffekte sondern ein gemäßigtes toxisches Potential. Wie relevant die in den hier dargestellten Labortests erhobenen Befunde für die reale Freilandsituation sind, wird in starkem Maße von Verdünnungs- und pH-Effekten abhängen.

Die Tatsache, daß in einer Reihe von Tests bei pH=4 und pH=11 eine 100%ige Wirkung erreicht wurde, deutet nicht in jedem Fall auf eine verbesserte Bioverfügbarkeit der Schadstoffe hin, sondern ist Ausdruck der Tatsache, daß die große Mehrzahl biologischer Systeme bei diesen extremen pH-Werten nicht überlebensfähig ist, d.h. daß hier bereits Mortalitäten völlig unabhängig von der Anwesenheit von Schadstoffen auftreten. Die im Hinblick auf die Umweltsituation relevanten Testergebnisse sind die für pH=7 erhobenen Befunde.

5. Methodische Aspekte

5.1 Vergleich zwischen S4- und Umlaufsäulen-Versuchen

5.1.1 Gegenüberstellung wesentlicher Eigenschaften und Randbedingungen von Schüttel- und Umlaufsäulenversuchen

Schütteltests zur Untersuchung der Mobilisierbarkeit von Schadstoffen in natürlichen oder der Natur überlassenen hydraulischen Systemen stehen häufig unter Kritik. Der Grund ist, daß der Schüttelversuch das sehr komplexe Wechselwirkungsgeschehen in einem natürlichen oder der Natur überlassenen stofflichen System nicht widerspiegelt. Betrachtet man jedoch die Tatsache, daß Schüttelversuche zeit- und kosteneffizient durchführbar, den routinemäßigen Vergleich beispielsweise des Elutionsverhaltens von Schadstoffen an einer großen Zahl unterschiedlicher Matrices ermöglichen, bietet sich kaum eine experimentelle Alternative mit Aussicht auf breite praktische Anwendbarkeit und Anwendung.

Zur Bewertung der Ergebnisse von Schüttelversuchen könnten vergleichende Experimente an ausgewählten Substraten durchgeführt werden, die einen höheren Approximationsgrad an das in Situ erwartete System besitzen. Unter diesem Aspekt werden innerhalb dieser Studie auf der Basis von Umlaufsäulenuntersuchungen zwei grundsätzliche Fragestellungen bearbeitet:

1. Welches Elutionsverhalten besitzen die, für einen Vergleich ausgewählten Sonderabfallarten unter idealisierten hydrogeologischen Bedingungen⁷ ? Solch ein hydrogeologisches System könnte beispielsweise einen großen, wasserdurchströmten, nach oben bedeckten Monodeponiekörper annähern.
2. Welche Aussagen gestatten die diskutierten Schüttelexperimente verglichen mit Umlaufsäulenuntersuchungen bezüglich der konkreten Problemstellung und welche methodischen Schlüsse folgen?

In [78] wurde die Eignung beider experimenteller Anordnungen anhand der Bestimmung von Verteilungskoeffizienten für Radionuklide an bindigen und nichtbindigen Materialien verglichen. Sie bewerteten die Anordnungen hinsichtlich ihrer Nähe zu den zu erwartenden natürlichen Verhältnissen. Als Kriterien für „Naturnähe“ wurden definiert:

- Erhaltung von Struktur- und Textureigenschaften des Feststoffs.
- Berücksichtigung der natürlichen Strömungsform und der natürlichen Filtergeschwindigkeit.
- Berücksichtigung des naturnahen Fluidvolumen/Feststoffmasseverhältnisses.
- Die Möglichkeit zur Ermittlung naturnaher Sorptionskinetiken.

Im Vergleich wurde argumentiert, daß Verfahren, bei denen das Sediment durch das Lösungsmittel strömt, als naturfern, Umlauf- und Durchlaufsäulenverfahren für nichtbindige Sedimente und Fluidvolumen/Feststoffmasseverhältnisse $V/m < 0,5$ l/kg als naturnäher eingestuft werden können. Natürliche Verhältnisse werden auch in Säulenexperimenten nicht simuliert, da Struktur und Textur natürlicher Ablagerungen häufig nicht erfaßt wird.

⁷ Einstellung von Lösungsgleichgewichten zwischen fluiden und fester Phase im geschlossenen, naturnahen System (kein Stoffaustausch mit der Umgebung), wobei die Anfangskonzentrationen in der fluiden Phase vernachlässigbar klein sein sollen (Verwendung von destilliertem Wasser als Elutionsmittel).

Die Wertung der Ergebnisse aus Batchexperimenten sollte demnach in jedem Fall die Randbedingungen und Eigenschaften der Versuche und ihren Bezug zu den realen Bedingungen berücksichtigen. Eine Gegenüberstellung relevanter Randbedingungen und Eigenschaften zeigt Tab. 5-1.

Tab. 5-1: Gegenüberstellung wesentlicher Eigenschaften und Randbedingungen von Schüttelexperiment (S4-, pHstat-Versuch) und Umlaufsäulenversuch

Randbedingungen/ Eigenschaften	Schüttelexperiment	Umlaufsäulenversuch
Chemische Reaktionen	Nichtgleichgewichte; abhängig von Versuchsbedingungen (Zeit, Schüttelintensität, S/L-Verhältnis) und Eigenschaften des Feststoffs (z.B. Abrasionsresistenz)	Gleichgewichtseinstellung
Prozeßgeschwindigkeit	abhängig vom chemischen Prozeß und ggf. der Schüttelintensität	abhängig vom chemischen Prozeß, von Konvektion (und ggf. Diffusion)
Lagerungsbedingungen der Matrix	keine Lagerung	ähnlich den Ablagerungsverhältnissen vorgebar
Chemisch wirksame Oberflächen	größer als in Situ, wachsend	in Situ ähnlich (für feinkörnige Materialien)
Phasenverhältnisse	überhöhte Fluid-Feststoffverhältnisse	in Situ ähnlich
Wechselwirkung der Phasen	durch Turbulenz und große Kontaktflächen bestimmt	in Situ getreu
Haftwasserfilm	vergleichsweise dünn	in Situ getreu

5.1.2 Vergleich von Lösungen aus dem 1. Schritt der sequentiellen Extraktion mit S4-Eluaten

Die Abb. 5-1 zeigt Verhältnisse aus Schwermetallgehalten nach der sequentiellen Extraktion $C_{(\text{seq.E.}-1.\text{S.})}$ und nach dem S4-Versuch $C_{(\text{S4})}$. Zugrundegelegt wurde der 1. sequentielle Extraktionsschritt, der den Anteil der Schadstoffe (in diesem Fall der Schwermetalle) beschreibt, der leicht austauschbar an der Matrix gebunden ist. Natürlichen Wässern ausgesetzt, würde dieser Anteil in den meisten Fällen als erster aus der Matrix

gelöst werden. Die Abbildung zeigt, daß dieser Anteil durch den S4-Versuch mit einem Faktor im Mittel bei 446 unterschätzt wird. Dies trifft insbesondere auf die Proben 1 und 2 zu. Bezüglich der Proben 3 - 5 liefern beide Versuche bessere Vergleichbarkeit. Die Ursache für die unterschiedliche Auslaugbarkeit nach beiden Verfahren ist möglicherweise darin begründet, daß im Gegensatz zum Elutionsmittel Ammoniumacetat (1. Schritt der sequentiellen Extraktion) im S4-Versuch mit destilliertem Wasser gearbeitet wird, das anfänglich keine austauschfähigen Fremdionen besitzt. Proben P3, P4 und P5 weisen infolge der Auflösung leicht löslicher Salze erhöhte Leitfähigkeitswerte auf. Als Schlußfolgerung ergibt sich, daß entweder die Schwermetalle in den gelösten Salzen gebunden waren oder aber, daß über die Salzauflösung austauschfähige Kationen bereitgestellt wurden.

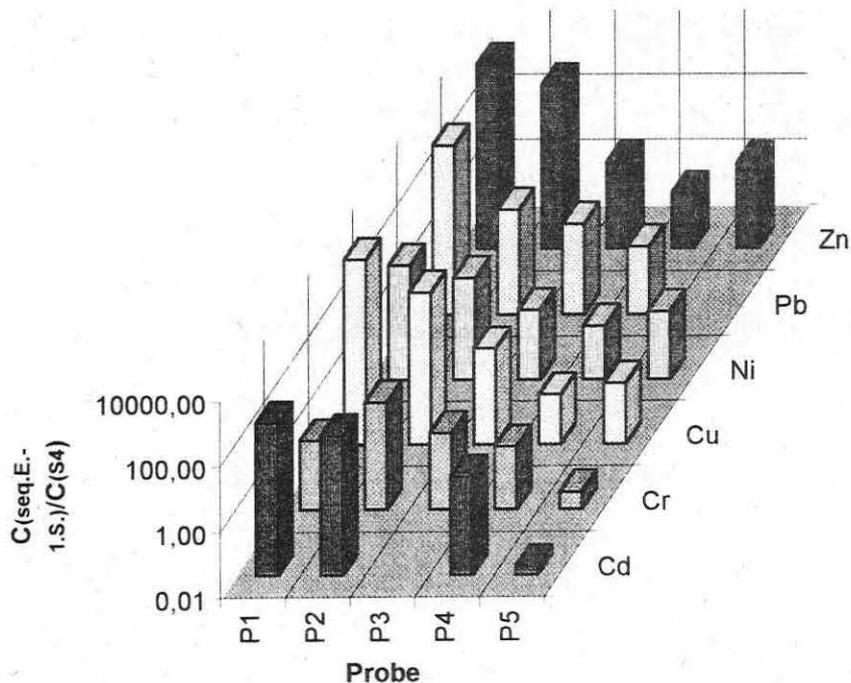


Abb. 5-1: Vergleich von Schwermetallgehalten aus dem 1. Extraktionsschritt der sequentiellen Extraktion und dem S4-Versuch. (Leerstehende Felder: Konzentrationsangaben, die für einen der beiden Versuche gleich der Bestimmungsgrenze waren, wurden nicht in den Vergleich einbezogen.)

5.1.3 Vergleich der Eluate aus S4-Versuch und Umlaufsäule

Der Vergleich zeigt (s. Abb. 5-2), daß der S4-Versuch die, unter möglichen in-Situ Verhältnissen (Umlaufsäulenversuch), allerdings hier aus der Gleichgewichtseinstellung zwischen destilliertem Wasser und Abfallmatrix resultierenden Konzentrationen, mit einem unspezifischen Faktor im Mittel bei 35 mit Werten $>1 \dots 100$ überschätzt.

Beide Experimente liefern nur bedingt ein auf natürliche Verhältnisse anwendbares Resultat, da, wie aus Abb. 5-1 und den Ergebnissen der sequentiellen Extraktion gefolgert werden kann, die Reaktion des Abfalls auf die Zugabe von Wässern mit Fremdionen und die Einlagerung in einem fremden geochemischen Milieu nicht wiedergegeben wird.

Für eine in-Situ ablaufende Elution von Schwermetallen mit ionenschwachen Fremdwässern (ggf. Niederschläge) liefern die S4-Werte für die untersuchten Proben eine gewisse Sicherheit infolge der Überbestimmung des Elutionspotentials (s. Abb. 5-2).

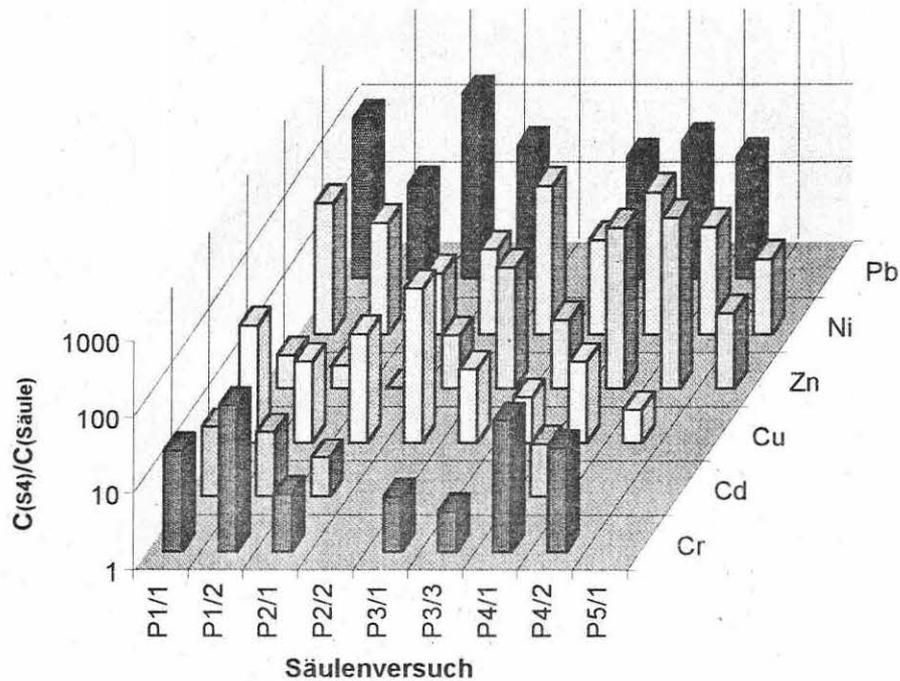


Abb. 5-2: Vergleich der Schwermetallkonzentrationen aus S4-Versuch und Umlaufsäulenversuch (Bezeichnung der Säulenversuche: Probennummer (z.B. P1) / Versuchsnummer (z.B. 2); leerstehende Felder: Konzentrationsangaben, die für einen der beiden Versuche gleich der Bestimmungsgrenze waren, wurden nicht in den Vergleich einbezogen)

5.2 pH_{stat}-Versuche bei unterschiedlichen S/L-Verhältnissen

Mit dem pH_{stat}-Versuch kann man, wie die unter 4.2.1 dargestellten Ergebnisse zeigen, die Einwirkung extremer pH-Bedingungen auf die Mobilisierung der Schwermetalle aus Feststoffmaterialien simulieren und die ermittelten Resultate, insbesondere bei pH=4, für Worst-Case-Betrachtungen nutzen. Natürlich sind die Ergebnisse der pH_{stat}-Versuche, wie die aller Schütteltests (vgl. 1.2.), u.a. von der Wahl des Feststoff (S) / Lösungs-(L)-Verhältnisses, der Elutionsdauer, der Schüttelintensität und der Temperatur abhängig. Die beiden letztgenannten Parameter wurden in dieser Studie nicht variiert.

Der Einfluß des S/L-Verhältnisses und der Elutionsdauer auf die Schwermetallmobilisierung wurden an Probe 2 und Probe 5 exemplarisch untersucht (Ergebnisse siehe Tab. A-2) und in den nachfolgenden Abb. 5-3 und Abb. 5-4 veranschaulicht. Die Beispiele zeigen die Notwendigkeit, beim pH_{stat}-Verfahren unter standardisierten Bedingungen zu arbeiten, um vergleichbare Resultate zu erzielen.

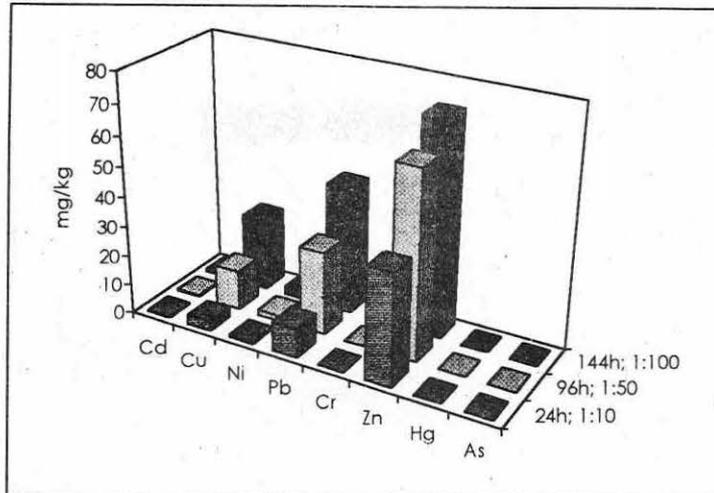


Abb. 5-3: pHstat-Elution bei pH=4 mit Variaton des S/L-Verhältnisses und der Versuchsdauer an Probe 2.

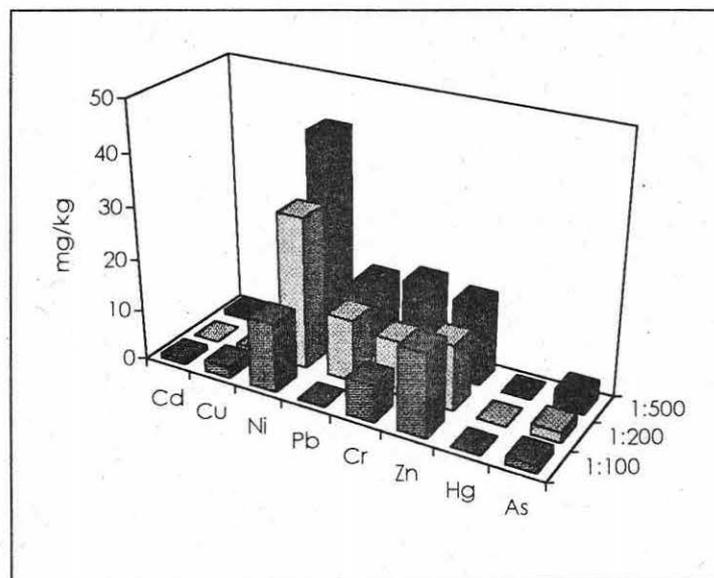


Abb. 5-2: pHstat-Elution bei pH=4 mit Variaton des S/L-Verhältnisses und einer konstanten Versuchsdauer von 24 h an Probe 5.

5.3 Modifiziertes pH_{stat} -Verfahren für organische Schadstoffe

Das von *Hirner und Schriever* [51] beschriebene Verfahren zur Elution von organischen Schadstoffen (vgl. 3.4.4) ist noch nicht ausreichend getestet. Das betrifft insbesondere die schwerflüchtigen, hydrophoben Chlorkohlenwasserstoffe sowie die Gruppe der Chlor- und Nitrophenole. Es fehlt zum einen an systematischen Untersuchungen zur pH -Wert-Abhängigkeit des Elutionsverhaltens der interessierenden organischen Schadstoffklassen in ethanolischer Lösung, zum anderen gibt es offene Fragen bezüglich der Clean-Up-Schritte für die Eluate/Extrakte vor der eigentlichen Analyse.

Das neue Verfahren wurde in dieser Studie exemplarisch auf die Proben 1, 3, 4 und 5 angewandt (vgl. 4.3). Diese Proben waren allerdings mit Ausnahme von Probe 1 nur wenig mit organischen Schadstoffen belastet, wenn man vom DOC absieht, und sind deshalb kaum als repräsentative Testfälle zur Prüfung/Modifizierung des Verfahrens anzusehen.

Bei der „organischen“ pH_{stat} -Elution läßt sich nach der oben beschriebenen Prozedur nur die Säureneutralisationskapazität ANC_6 nach 6stündigem Schütteln ermitteln. Um einen Vergleich zum „normalen“ pH_{stat} -Versuch zu haben, wurde für diesen auch ein solcher ANC_6 -Wert aus den aufgezeichneten Titrationskurven ermittelt. Die Werte sind in Tab. A-6b für die untersuchten Materialien gegenübergestellt. Die beiden ANC_6 -Werte liegen jeweils (materialbezogen) in der gleichen Größenordnung, was die These [51] stützt, daß man die ANC , für die bereits eine recht breite Datenbasis existiert, auch für „organische“ pH_{stat} -Elutionen berechnen und, wie bisher, als Kriterium für die Pufferkapazität des Materials nutzen sollte. Bei den Proben 1 und 5 erkennt man aber auch signifikante Unterschiede in den „organischen“ ANC_6 -Werten der beiden unabhängigen Schüttelversuche. Dies ist bei Probe 5 auf die vermutete Materialinhomogenität (vgl. 4.1.5) zurückzuführen und zeigt sich auch bei den „normalen“ pH_{stat} -Versuchen. Für Probe 1 trifft dies nicht zu, denn die ANC_6 -Werte aus der Schwermetall-Elutionsprozedur haben eine relativ geringe Streuung.

5.4 Elution mit konzentrierter Salzlösung

Zur Untersuchung der Schwermetall-Elution durch konzentrierte Salzlösung wurden die Proben 3 bis 5 in Schüttel- und Umlaufsäulenexperimenten (vgl. 3.4.5 und 3.4.6) mit einer gesättigten Carnallit-Lösung in Kontakt gebracht. Eine Quantifizierung der Schwermetalle in den hochsalinaren Eluaten war jedoch wegen der methodisch erforderlichen hohen Verdünnung der Eluate für die ICP-Analyse nicht möglich (vgl. 3.8.2). Deshalb konnten diese Versuche nicht ausgewertet werden.

6 Zusammenfassung

Ziel des Projektes war die Überprüfung von Labortestverfahren zur Abschätzung der Schadstoffmobilisierung aus Abfällen und des daraus resultierenden ökotoxischen Potentials. Die Untersuchungen konzentrierten sich auf nichtflüchtige Schadstoffe in 5 ausgewählten Feststoffproben (Probe 1 = Kupferschiefer-Mergel, Probe 2 = mergeliger Kalkstein, Proben 3 und 4 = Gießerei-Altsande, Probe 5 = Rauchgas-Reinigungsrückstand).

Mit dem Königswasser-Auszug (nach DIN 38 414-S7) wurde der Gesamtgehalt der Materialien an Schwermetallen und durch Soxhlet-Extraktion ihr Gehalt an ausgewählten organischen Schadstoffen bestimmt. Bei Probe 1, 3 und 5 überschreiten einige Schwermetallkonzentrationen beträchtlich die Feststoff-Zuordnungswerte Z1 für die „offene eingeschränkte Verwertung“ aus der Richtlinie für die Entsorgung von Bauabfällen im Land Sachsen-Anhalt, die hier als Bewertungsmaßstab dient. Die Feststoffgehalte an schwerflüchtigen organischen Schadstoffen überschreiten nur bei Probe 1, die einen erhöhten Gehalt an polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen aufweist, den Z0-Wert für die „uneingeschränkte Verwertung“.

Durch eine vierstufige sequentielle Extraktion wurde der Anteil an leicht austauschbaren sowie an oxidisch, organisch/sulfidisch und sehr stabil am Feststoffgerüst gebundenen Schwermetallen (und Arsen) bestimmt. Die Proben 1 und 2 zeigen ähnliche phasenspezifische Bindungsverhältnisse der Schwermetalle. Der prägende Einfluß der Grundmatrix auf die Bindungsverhältnisse wird bei Probe 3 und 4 deutlich. Die Schwermetalle und As liegen bei allen untersuchten Materialien zu einem hohen Prozentsatz in den ersten drei (freisetzungrelevanten) Anteilen vor.

Mit dem Schüttelversuch nach DIN 38414-S4 wurde die Eluierbarkeit der Schadstoffe mit destilliertem Wasser geprüft, um die Ergebnisse der übrigen Tests auf eine einheitliche Vergleichsbasis stellen zu können.

In Umlaufsäulenversuchen mit Wasser wurden Elutionsparameter und Daten zur Entwicklung des chemischen Milieus in den verdichteten Materialien unter dynamischen Bedingungen bestimmt, die die natürlichen Verhältnisse besser simulieren. Die Proben 1 und 2 zeigen im Säulenversuch ähnliches Verhalten. Die Freisetzung der Schadstoffe bewegt sich nahezu auf einem Niveau. Die Auslaugung in den Proben 3 und 4 verläuft tendenziell entgegengesetzt. Während sich in Probe 3 ein Abfallen der freigesetzten Schadstoffkonzentrationen andeutet, scheint Probe 4 noch nicht das Maximum löslicher Schadstoffe erreicht zu haben. Die für Probe 5 während des Säulenversuches gemessenen Schwermetallkonzentrationen bewegen sich infolge des hohen pH-Wertes im Bereich der Nachweisgrenze. Ausnahmen bilden Zink und Nickel.

Ein Vergleich der Lösungen aus dem ersten Schritt der sequentiellen Extraktion (Bestimmung der leicht austauschbaren Schwermetallfraktion) mit den S4-Eluaten zeigt, daß im S4-Test wesentlich geringere Schwermetall-Mengen mobilisiert werden. Diese S4-Werte sind jedoch für die untersuchten Proben wiederum höher als bei der Elution in der Umlaufsäule. Die S4-Werte bieten damit eine gewisse Bewertungssicherheit der un-

tersuchten Proben infolge der Überbestimmung des „natürlichen“ Elutionspotentials (simuliert im Säulenversuch).

Schüttelversuche im sauren und basischen Milieu nach dem pH_{stat} -Verfahren bei $\text{pH}=4$ und $\text{pH}=11$ sind geeignet, die Schwermetall/As-Mobilisierung unter extremen pH -Bedingungen vorherzusagen. Alle Schwermetalle zeigten bei $\text{pH}=4$ eine wesentlich höhere Mobilisierbarkeit als im S4-Test. Wann diese erhöhte Schadstofffreisetzung im Freiland tatsächlich eintritt, hängt aber neben den Verwertungs- bzw. Ablagerungsbedingungen und den Umwelteinflüssen (z.B. der Depositionsrate an sauren Niederschlägen) auch vom Material ab. Die während des pH_{stat} -Versuches gemessene Säureneutralisationskapazität (ANC) ist ein komplexes Maß für die Pufferwirkung des Materials und für die langfristige Entwicklung des pH -Milieus im abgelagerten Feststoff. Die untersuchten Proben zeigten extreme Unterschiede in ihren Säureneutralisationskapazitäten, die bei der Materialbewertung unbedingt beachtet werden müssen.

Um auch das pH -Wert-abhängige Freisetzungspotential von organischen Schadstoffen abschätzen zu können, kam zusätzlich ein modifiziertes pH_{stat} -Verfahren zum Einsatz, bei dem mit einer 20%igen Ethanollösung als Elutionsmittel gearbeitet wird. Die exemplarischen Untersuchungen ergaben nur für die polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK) in Probe 1 eine signifikant erhöhte Mobilisierung im sauren Bereich. Es sind weitere, systematische Untersuchungen erforderlich, da die hier untersuchten Proben nicht als repräsentative Testfälle zur Prüfung des modifizierten pH_{stat} -Verfahrens für organische Schadstoffe angesehen werden können.

Neben der chemischen Untersuchung erfolgte an den S4- und pH_{stat} -Eluaten auch die Bestimmung von toxikologischen Summenparametern durch eine Reihe biologischer Testverfahren. Insgesamt zeigten die Eluate, vielleicht mit Ausnahme von Probe 1, keine massiven Schadeffekte sondern ein gemäßigt-toxisches Potential. Wie relevant die in Labortests erhobenen Befunde für die reale Freilandsituation sind, hängt in starkem Maße von Verdünnungs- und pH -Effekten ab. Von Interesse sind die ökotoxikologischen Tests aber auch für das Erstellen zusätzlicher, die analytischen Parameter ergänzender, Klassifizierungskriterien für Abfälle und Reststoffe.

7 Literaturverzeichnis

- [1] F.M. Dunnivant, P.M. Jardine, D.L. Taylor and J.F. McCarthy: Cotransport of Cadmium and Hexachlorobiphenyl by Dissolved Organic Carbon through Columns Containing Aquifer Material. *Environ. Sci. Technol.* 26 (1992) 360-368.
- [2] U. Mühlenweg: Untersuchungen zur Langzeitsicherheit bei der Ablagerung von Sonderabfällen im Salzgestein. In: Deponie - Ablagerung von Abfällen 4, eds. K.J. Thomé-Kozmiensky and D. Lante (EF-Verlag für Energie und Umwelttechnik GmbH, Berlin, 1990) 219-234.
- [3] H. Eckhardt: Übertragbarkeit von Laboratoriumsversuchen zur Eluierbarkeit von Spurenelementen aus Wasserwerksschlamm auf betriebliche Verhältnisse. *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 99 (1987) 170-204.
- [4] J. Frigge: Prüfung des Deponieverhaltens. - Wie praxisnah sind Labortests? *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 105 (1988) 142-161.
- [5] W. Görtz and H. Gruber: Untersuchungen zum Lösungsverhalten von Filterstaub-Kalksalz-Gemengen aus der Rauchgasreinigung einer Hausmüllverbrennungsanlage. *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 105 (1988) 196-234.
- [6] U. Förstner: Umweltchemische Analyse und Bewertung von metallkontaminierten Schlammern. *Chemiker-Ztg.* 105 (1981) 165-174.
- [7] J. Schoer und U. Förstner: Abschätzung der Langzeitbelastung von Grundwasser durch die Ablagerung metallhaltiger Feststoffe. *Vom Wasser* 69 (1987) 23-32.
- [8] M. Bahadir: Modellmäßige Untersuchungen zur Fixierung bzw. Mobilisierung von Schadstoffen bei der Verfestigung von Abfällen. *Mitteilungen des Institutes für Grundbau und Bodenmechanik der TU Braunschweig* 31 (1990) 211-221.
- [9] R.K. Ham, M.A. Anderson, R. Stegmann and R. Stanforth: Die Entwicklung eines Auslaugtests für Industrieabfälle. *Müll und Abfall* 7 (1980) 212-220.
- [10] H. Friege, W. Leuchs, E. Plöger, S. Cremer und P. Obermann: Bewertungsmaßstäbe für Abfallstoffe aus wasserwirtschaftlicher Sicht. *Müll und Abfall* 7 (1990) 413-426.
- [11] H.H. Rump and B. Scholz: Aspects of the examination and assessment of waste. *Fresenius Z. Anal. Chem.* 332 (1988) 769-775.
- [12] T. Brassler, G. Jakob, T. Meyer, U. Mühlenweg und C. Starke: Ablagerung ausgewählter Abfallarten in einer Untertagedeponie. *EntsorgungsPraxis* 11 (1989) 573-581.
- [13] U. Lahl: Schlackeverwertung - ein bedingtes Ja. *AbfallwirtschaftsJournal* 5 (1993) 511-516.

- [14] R.P. Schwarzenbach and J.C. Westall: Transport of Nonpolar Organic Compounds from Surface Water to Groundwater. Laboratory Sorption Studies. *Environ. Sci. Technol.* 15 (1981) 1360-1367.
- [15] G. Sacchero, C. Sarzanini, E. Mentasti and S. Cavalli: Determination of Anions in Industrial Landfills Leachates. *Fresenius Envir. Bull.* 2 (1993) 338-343.
- [16] V. Gounaris, P.R. Anderson and T.M. Holsen: Characteristics and Environmental Significance of Colloids in Landfill Leachate. *Environ. Sci. Technol.* 27 (1993) 1381-1387.
- [17] H. Liu and G. Amy: Modeling Partitioning and Transport Interactions between Natural Organic Matter and Polynuclear Aromatic Hydrocarbons in Groundwater. *Environ. Sci. Technol.* 27 (1993) 1553-1562.
- [18] J.J. Pignatello, F.J. Ferrandino and L.Q. Huang: Elution of Aged and Freshly Added Herbicides from a Soil. *Environ. Sci. Technol.* 27 (1993) 1563-1571.
- [19] K.D. Pennell, L.M. Abriola and W.J. Weber Jr.: Surfactant-Enhanced Solubilization of Residual Dodecane in Soil Columns. - 1. Experimental Investigation. *Environ. Sci. Technol.* 27 (1993) 2332-2340.
- [20] L.M. Abriola, T.J. Dekker and K.D. Pennell: Surfactant-Enhanced Solubilization of Residual Dodecane in Soil Columns. - 2. Mathematical Modeling. *Environ. Sci. Technol.* 27 (1993) 2341-2351.
- [21] W. Calmano, J. Hong und U. Förstner: Einfluß von pH-Wert und Redoxpotential auf die Bindung und Mobilisierung von Schwermetallen in kontaminierten Sedimenten. *Vom Wasser* 78 (1992) 245-257.
- [22] U. Lahl und R. Struth: Verwertung von Müllverbrennungsschlacken aus der Sicht des Grundwasserschutzes. *Vom Wasser* 80 (1993) 341-355.
- [23] M. Herbert: Laboruntersuchungen zur Verteilung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) unter wassergesättigten Bedingungen. *Vom Wasser* 81 (1993) 225-241.
- [24] A.V. Hirner und U. Förstner: Zur Bewertung von belasteten Böden, Altlasten und Abfällen: Elutionstests zur Bestimmung der Schadstoffmobilität. *Altlasten* 3 (1993) 29-30.
- [25] C.S. Kirby and J.D. Rimstidt: Interaction of Municipal Solid Waste Ash with Water. *Environ. Sci. Technol.* 28 (1994) 443-451.
- [26] C. Först, H. Simon and L. Stieglitz: Sorption of Chlorophenols and other Halogenated Organic Compounds on Soils in Oil Contaminated Systems. *Vom Wasser* 82 (1994) 305-311.
- [27] A. Matthiessen: Untersuchungen über den Einfluß von Huminstoffen auf den Transport polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe. *Vom Wasser* 82 (1994) 137-144.

- [28] T. Baumann, C. Mikulla, A. Zeyn und R. Nießner: Hydrogeologische und hydrochemische Untersuchungen im Einflußbereich einer Hausmülldeponie - Teil 2: Transport von LHKW und PAK in mineralischen Abdichtungen. *Vom Wasser* 82 (1994) 145-162.
- [29] D. Pötzl und P. Udluft: Aufbau eines Meßsystems zur Ermittlung des Stofftransports in geologische Barrieren. *Vom Wasser* 82 (1994) 247-251.
- [30] F.P.W. Winteringham: Soil Systems. In: Appraisal of Tests to Predict the Environmental Behaviour of Chemicals, eds. B. Sheehan, F. Korte, W. Klein and P. Bourdeau (John Wiley & Sons Ltd., Chichester, 1985) 169-192.
- [31] W. Calmano: Schwermetalle in kontaminierten Feststoffen: Chemische Reaktionen, Bewertung der Umweltverträglichkeit, Behandlungsmethoden am Beispiel von Baggerschlämmen (TÜV Rheinland GmbH, Köln, Germany, 1989).
- [32] P. Henschel: Analytische Aspekte in der TA Abfall. *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 118 (1990) 21-33
- [33] H. Friege und W. Leuchs: Bewertungsmaßstäbe für Abfallstoffe aus wasserwirtschaftlicher Sicht. *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 118 (1990) 34-52.
- [34] F. Becker: Probenahme und analytische Kontrolle bei der Anlieferung von Abfallstoffen. *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 118 (1990) 80-94.
- [35] S. Cremer und P. Obermann: Langzeitverhalten von aus Feststoffen mobilisierten Schwermetallen in unterschiedlichen pH-Redox-Milieus. *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 118 (1990) 131-155.
- [36] K.G. Liphard: Ausgasung und Auswaschung von PAH aus Böden - Modellexperimente an den Grenzflächen Boden/Luft und Boden/Wasser. *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 118 (1990) 156-177.
- [37] J. Frigge: Welche Beurteilungskriterien lassen sich aus unterschiedlichen Elutionstests ableiten? *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 120 (1991) 135-144.
- [38] M. Müller, F. Jost, D.W. Lante, Hans-J. Regneri, K.J. Thomé-Kozmiensky und F. Weber: Sanierung eines mit Carbolineum belasteten Standortes unter Einbeziehung vorhandener Klärwerkskapazitäten. In: Deponie und Altlasten - Sickerwasser- und Grundwassersanierung, ed. K.A. Czurda (EF Verlag für Energie- und Umwelttechnik GmbH, Berlin, 1992) 103-113.
- [39] H.J. Aust: Anlage zur Reinigung kontaminierter Böden auf physikalisch-chemischer Basis. In: Altlasten 3, ed. K.J. Thomé-Kozmiensky (EF Verlag für Energie- und Umwelttechnik GmbH, Berlin, 1989) 605-613
- [40] K. Mesters: Untersuchungen über erforderliche Schutzmaßnahmen bei der Verwendung von MV-Asche als Dammbaustoff. *AbfallwirtschaftsJournal* 6 (1994) 49-56.

- [41] D. Spuziak-Salzenberg und J. Ferber: Untersuchungen zur Auslaugbarkeit von MVA-Asche - Teil I. *AbfallwirtschaftsJournal* 5 (1993) 848-860.
- [42] D. Spuziak-Salzenberg und J. Ferber: Untersuchungen zur Auslaugbarkeit von MVA-Asche - Teil II. *AbfallwirtschaftsJournal* 6 (1994) 46-49.
- [43] M. Hippler und U. Sengutta: Die Bedeutung der Aufschlüsse zur Schwermetallbestimmung in Flugaschen. *AbfallwirtschaftsJournal* 6 (1994) 56-58.
- [44] B. Bauske und D. Goetz: Effects of Deicing-Salts on Heavy Metal Mobility. *Acta hydrochim. hydrobiol.* 21 (1993) 38-42.
- [45] H. Eckhardt und K. Haberer: Freisetzung von Spurenelementen aus Wasserwerksschlämmen unter besonderer Berücksichtigung des pH-Wertes. *Vom Wasser* 66 (1986) 208-210.
- [46] A. Wadge and M. Hutton: The Leachability and Chemical Speciation of Selected Trace Elements in Fly Ash from Coal Combustion and Refuse Incineration. *Environ. Pollut.* 48 (1987) 85-99.
- [47] U. Förstner: Metal Speciation - General Concepts and Applications. *Intern. J. Environ. Anal. Chem.* 51 (1993) 5-23.
- [48] U. Förstner, C. Colombi and R. Kistler: Dumping of Wastes. In: *Metals and Their Compounds in the Environment - Occurrence, Analysis, and Biological Relevance*, ed. E. Merian (VCH, Weinheim, 1991) 333-355.
- [49] S. Dürerth-Joneck: Entwicklung eines naturnahen, praxisorientierten Mobilitätstests für Schwermetalle und Arsen in kontaminierten Böden (Schriftenreihe des ISWW Karlsruhe No.66, Universität Karlsruhe, 1993).
- [50] P. Obermann und S. Cremer: Mobilisierung von Schwermetallen in Porenwässern von belasteten Böden und Deponien, Materialien zur Ermittlung und Sanierung von Altlasten, Bd. 6 (Landesamt für Wasser und Abfall Nordrhein-Westfalen, Düsseldorf, 1992).
- [51] A. Hirner und M. Schriever: Entwicklung von Routinetests zur Elution von organischen Komponenten aus Abfällen und belasteten Böden. Projektabschlußbericht (für Landesamt für Wasser und Abfall Nordrhein-Westfalen, Düsseldorf, 1994).
- [52] I. Blankenhorn: Derzeitige Anwendungen und Entwicklungen von Elutionsverfahren, Texte und Berichte zur Altlastenbearbeitung, No. 11/94 (Landesanstalt für Umweltschutz Baden-Württemberg, Karlsruhe, 1994).
- [53] G. Süßkraut, M. Röhrich, B. Pfeifer und J. Stekete: Literaturstudie: Elutionsverfahren für schwerlösliche organische Schadstoffe in Boden- und Abfallproben, Texte und Berichte zur Altlastenbearbeitung, No. 12/94 (Landesanstalt für Umweltschutz Baden-Württemberg, Karlsruhe, 1994).

- [54] R. Caldwell, T. Constable, P. Côté, J. McLellan, S. Sawell and J. Stegmann: Compendium of Waste Leaching Tests, Environmental Protection Series ed., Vol. EPS 3/HA/7 (Wastewater Technology Centre Environment Canada, Burlington/Canada, 1990).
- [55] G. Persoone, M. Goyvaerts, C. Janssen, W. de Coen and M. Vangheluwe: Cost-effective acute hazard monitoring of polluted water and waste dumps with the aid of Toxkits. EEC Contract ACE 89/BE 2/D3, Final Report, 1993.
- [56] P. Rudolph, H. Boje: Ökotoxikologie. Ecomed Verlag Landsberg/Lech 1986.
- [57] K.H. Steinhäuser und P.D. Hansen: Biologische Testverfahren. Gustav Fischer Verlag, Stuttgart 1992.
- [58] Projekt Angewandte Ökologie: Ökotoxikologie. Karlsruhe 1993.
- [59] E.A. Nusch: Biologische Testverfahren - Aussagekraft und Grenzen der Übertragbarkeit. In: Projekt Angewandte Ökologie: Ökotoxikologie. Karlsruhe 1993. S 47-59.
- [60] J. Cairns: The myth of the most sensitive species. *BioScience* 36 (1986) 670-672.
- [61] G. Schüürmann und H. Segner: Wirkungsforschung in der Chemischen Ökotoxikologie. *UWSF-Z. Umweltchem. Ökotox.* 6 (1994) 351-358.
- [62] W. Sander und H. Gies: Zur Problematik von In-situ- und Labormessungen in hochkonzentrierten, salinaren Lösungen. *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 105 (1988) 235-266.
- [63] U. Obst, K. Resch und T. Feuerstein: Einfacher Toxizitätstest für Wasser und Abwasser auf biochemischer Basis. *Vom Wasser* 65 (1985) 199-202.
- [64] F. Krebs: Toxizitätstest mit gefriergetrockneten Leuchtbakterien. *Gewässerschutz, Wasser, Abwasser* 63 (1983) 173-230.
- [65] C.R. Janssen, M.D. Fernando, G. Persoone: Ecotoxicological studies with the freshwater rotifer *Brachionus calyciflorus*. *Ecotox. Env. Safety* 28 (1994) 244-255.
- [66] H. Segner, D. Lenz: Cytotoxicity assays with the rainbow trout R1 cell line. *Toxicol. in Vitro* 7 (1993) 537-540.
- [67] M. Ingelman-Sundberg: Bioactivation or Inactivation of toxic compounds. *TIPS* March (1980) 176-179.
- [68] A. Goksoyr and L. Förlin: The cytochrome P450 system in fish, aquatic toxicology and environmental monitoring. *Aqua. Toxicol.* 22 (1992) 287-311.

- [69] J.J. Stegeman, M. Brouwer, R.T. di Giulio, L. Förlin, B.A. Fowler, B.M. Sanders and P.A. van Veld: Molecular responses to environmental contamination: enzymes and protein systems as indicators of chemical exposure and effect. In: Biomarkers: Biological, Physiological, and Historical Markers of Anthropogenic Stress. ed. by R. Huggert et al., Lewis Publishers, Boca Raton, 1992, 235-335.
- [70] H.J. Pluta: Enzymatic procedures for detection of biotransformation (detoxication activity) of the fish liver - a contribution to monitoring biological effects. *Schriftenr. Ver. Wasser Boden Lufthyg.* 89 (1992) 821-830.
- [71] M. Celander, L. Foerlin and T. Anderson: Cytochrome P450 mediated O-dealkylation of /-alkoxycoumarins in liver microsomes from rainbow trout (*salmo gairdneri*). *Fish Physiol. Biochem.* 6 (1989) 199-205.
- [72] T. Braunbeck: Cytological alterations in isolated hepatocytes from rainbow trout (*oncorhynchus mykiss*) exposed in vitro to 4-chloroaniline. *Aqua. Toxicol.* 25 (1993) 83-110.
- [73] J.P. Sumpter, S. Jobling: Vitellogenesis as a biomarker for oestrogenic contamination of the aquatic environment. *Environ. Health Persp.* (1995) in press.
- [74] R. Jubelt und P. Schreiter: Gesteinsbestimmungsbuch. 8. Aufl., Dt. Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1982.
- [75] Richtlinie für die Entsorgung von Bauabfällen im Land Sachsen-Anhalt, RdErl. des MU vom 7. 7. 1994, Mbl. LSA Nr. 63/1994, 2171-2181.
- [76] H. Heinrichs und A.G. Herrmann: Praktikum der Analytischen Geochemie, Springer-Verlag, Berlin 1990.
- [77] Luckner, L., Schestakow, W.M.: Migrationsprozesse im Boden- und Grundwasserbereich. 1. Aufl., Dt. Verl. f. Grundstoffind., Leipzig, 1986.
- [78] Klotz, D., Schimmack, W.: Laborverfahren zur Bestimmung der Adsorption und Desorption von Radionukliden in Sediment-Wasser-Systemen. *Isotopes Environ. Health Stud.* 1995, Vol. 31, pp. 77-96.

8. Tabellenanhang

- Tabelle A-0a:** Analytische Bestimmungsgrenzen ($c_{\text{analyt.}}$) der anorganischen Schadstoffe und organischen Summenparameter
- Tabelle A-0b:** Analytische Bestimmungsgrenzen ($c_{\text{analyt.}}$) der organischen Schadstoffe
- Tabelle A-1:** Ergebnisse der sequentiellen Extraktion und des Königswasseraufschlusses (S7) für Proben 1 bis 5
- Tabelle A-2:** Ergebnisse der pH_{stat} - und S4-Elutionen für die Proben 1 bis 5
- Tabelle A-3:** Ergebnisse der Soxhlet-Extraktionen von Proben 1, 3, 4 und 5 mit Toluol
- Tabelle A-4:** Ergebnisse der CKW-, PAK- und Phenolanalysen von modifizierten pH_{stat} - und S4-Tests der Proben 1, 3, 4 und 5
- Tabelle A-5:** Organische Summenparameter der pH_{stat} - und S4-Eluate von Proben 1, 3, 4 und 5
- Tabelle A-6a:** Säuren-(ANC) und Basen-Neutralisationskapazität (BNC) der untersuchten Materialien nach dem pH_{stat} -Verfahren für $\text{pH} = 4$ bzw. $\text{pH} = 11$
- Tabelle A-6b:** Vergleich der durchschnittlichen ANC_6 - und Start-pH-Werte bei „normaler“ und modifizierter pH_{stat} -Elution (vgl. 3.4.4)
- Tabelle A-7:** Feststoff-Fluid-Systemdaten für die untersuchten Materialien im Umlaufsäulenversuch
- Tabelle A-8a:** Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 1, Versuch 1 auf das Eluat bezogen
- Tabelle A-8b:** Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 1, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen
- Tabelle A-9a,b:** Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 1, Versuch 2 auf das Eluat bzw. den Feststoff bezogen
- Tabelle A-10a:** Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 2, Versuch 1 auf das Eluat bezogen
- Tabelle A-10b:** Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 2, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen
- Tabelle A-11a,b:** Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 2, Versuch 2 auf das Eluat bzw. den Feststoff bezogen

- Tabelle A-12a:** *Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 3, Versuch 1 auf das Eluat bezogen*
- Tabelle A-12b:** *Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 3, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen*
- Tabelle A-13a,b:** *Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 3, Versuch 2 auf das Eluat bzw. den Feststoff bezogen*
- Tabelle A-14a:** *Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 4, Versuch 1 auf das Eluat bezogen*
- Tabelle A-14b:** *Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 4, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen*
- Tabelle A-15a,b:** *Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 4, Versuch 2 auf das Eluat bzw. den Feststoff bezogen*
- Tabelle A-16a:** *Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 5, Versuch 1 auf das Eluat bezogen*
- Tabelle A-16b:** *Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 5, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen*
- Tabelle A-17:** *Leuchthemmung bei Bakterien (*Vibrio fischeri*)*
- Tabelle A-18:** *Akuter Mortalitätstest mit *Brachionus calicyflorus* (Rotifera)*
- Tabelle A-19:** *Toxizitätsprofil - Probe 1 (S4-Eluat)*

Tabelle A-0a: Analytische Bestimmungsgrenzen (c_{analyt}) der anorganischen Schadstoffe und organischen Summenparameter und die daraus resultierenden Minimalgehalte im Feststoff (w_{Prozedur}), die nach der Auslaugprozedur (unter Annahme einer 100%igen Ausbeute) sicher nachweisbar sind^a

Analyt(en)	c_{analyt} [$\mu\text{g/L}$]	$w_{\text{ExSeq/1.Schritt}}$	$w_{\text{ExSeq/2., 3., 4.}}$	w_{S7}	w_{S4}	w_{pHstat}^b
		[mg/kg]	[mg/kg]	[mg/kg]	[mg/kg]	[mg/kg]
		F = 0,02	F = 0,1	F = 0,0167	F = 0,01	F = 0,01
Cd (ICP-AES)	10	0,2	1	0,17	0,1	0,1
Cu (ICP-AES)	2	0,04	0,2	0,03	0,02	0,02
Ni (ICP-AES)	2	0,04	0,2	0,03	0,02	0,02
Pb (ICP-AES)	50	1	5	0,83	0,5	0,5
Cr (ICP-AES)	2	0,04	0,2	0,03	0,02	0,02
Zn (ICP-AES)	5	0,1	0,5	0,08	0,05	0,05
Hg (AAS)	0,1	0,002	0,01	0,002	0,001	0,001
As (AAS)	1	0,02	0,1	0,02	0,01	0,01
Cl ⁻ (IC)	100				1	1
SO ₄ ²⁻ (IC)	100				1	1
AOX	10				0,1	0,1
DOC	500				5	5
MKW	100				1	1

^a $w_{\text{Prozedur}} = c_{\text{analyt}} \cdot F$; der Faktor F resultiert aus dem speziellen Verhältnis von Feststoff (S) zu Eluat (Lösung; L).

^b Bei der Elution anderer S : L-Verhältnisse ergeben sich folgende Faktoren:

S : L	1 : 50	1 : 100	1 : 200	1 : 500
F	0,050	0,1	0,2	0,5

Tabelle A-0b: Analytische Bestimmungsgrenzen ($c_{analyt.}$) der organischen Schadstoffe und die daraus resultierenden Minimalgehalte im Feststoff ($w_{Prozedur}$), die nach der Auslaugprozedur (unter Annahme einer 100%igen Ausbeute) sicher nachweisbar sind^a

Analyt(en)	$c_{analyt.}$ [$\mu\text{g/L}$]	$w_{S,exhlet}$ [mg/kg] $F = 0,5 \cdot 10^{-3}$	w_{S4} [mg/kg] $F = 0,133 \cdot 10^{-3}$	w_{pHstat} ^b [mg/kg] $F = 0,125 \cdot 10^{-3}$
15 PAK nach EPA 610 (HPLC)	0,5	0,00025	0,00007	0,00006
α -, β -, γ -, δ -HCH (GC/MSD)	6	0,003	0,0008	0,00075
HCB (GC/MSD)	2	0,001	0,00027	0,00025
PCB 28, 52 (GC/MSD)	5	0,0025	0,00067	0,00063
PCB 118,138,153,180,194 (GC/MSD)	20	0,010	0,0027	0,0025
		$F = 0,714 \cdot 10^{-4}$	$F = 0,19 \cdot 10^{-4}$	$F = 0,179 \cdot 10^{-4}$
Phenol (GC/MSD)	320	0,0229	0,0061	0,0057
2-Chlorphenol (GC/MSD)	260	0,0186	0,0050	0,0046
2-Nitrophenol (GC/MSD)	400	0,0286	0,0076	0,0071
2,4-Dimethylphenol (GC/MSD)	370	0,0264	0,0070	0,0066
2,4-Dichlorphenol (GC/MSD)	250	0,0179	0,0048	0,0045
4-Chlor-3-methylphenol (GC/MSD)	390	0,0279	0,0074	0,0070
2,4,6-Trichlorphenol (GC/MSD)	370	0,0264	0,0070	0,0060
2,4-Dinitrophenol (GC/MSD)	430	0,0307	0,0082	0,0077
4-Nitrophenol (GC/MSD)	500	0,0357	0,0095	0,0089
2-Methyl-4,6-Dinitrophenol (GC/MSD)	420	0,0300	0,0080	0,0075
Pentachlorphenol (GCMSD)	420	0,0300	0,0080	0,0075

^a $w_{Prozedur} = c_{analyt.} \cdot F$; der Faktor F resultiert aus dem speziellen Verhältnis von Feststoff (S) zu Eluat (Lösung; L).

^b Bei einem S : L-Verhältnis von 1 : 100 ergibt sich ein F von $1,25 \cdot 10^{-3}$ bzw. $1,786 \cdot 10^{-4}$ und damit 10mal höhere Werte für die nachweisbaren Minimalgehalte im Feststoff

Tabelle A-1: Ergebnisse der sequentiellen Extraktion und des Königswasseraufschlusses für Proben 1 bis 5

Extraktion der Schwermetalle nach der Sequenz von Schoer und Förstner [7] und nach DIN 38 414-S7 (Konz. bezogen auf ausgelaugten Feststoff)	Cd in mg/kg	Cu in mg/kg	Ni in mg/kg	Pb in mg/kg	Cr in mg/kg	Zn in mg/kg	As in mg/kg	Hg in mg/kg
Probe 1								
1. Schritt (1 M Ammoniumacetat)	21,9	1504	4,4	894	0,04	5952	0,52	<0,002
2. Schritt (Ammoniumoxalat, pH 3)	3,8	5470	65,5	2638	8,1	16208	221,8	0,05
3. Schritt (H ₂ O ₂)	8,2	1007	21,5	257	2,0	3129	0,2	<0,01
4. Schritt (HNO ₃)	33,4	538	99,9	4688	33,7	1489	0,6	1,25
Summe aus allen 4 Schritten	67,3	8519	191,3	8477	43,8	26778	223,1	1,31
Königswasserauszug (S7)	50,9	7710	351,9	8600	128,7	21590	0,10	0,65
Probe 2								
1. Schritt (1 M Ammoniumacetat)	0,2	23,7	0,5	6,5	0,06	67,5	<0,02	<0,002
2. Schritt (Ammoniumoxalat, pH 3)	<1	55,1	7,8	<5	6,5	253,6	7,2	<0,01
3. Schritt (H ₂ O ₂)	<1	31,8	1,2	<5	0,7	78,7	0,6	<0,01
4. Schritt (HNO ₃)	1,8	22,7	3,9	170	10,2	159,6	0,6	0,47
Summe aus allen 4 Schritten	<4	133,3	13,4	<186,5	17,5	559,4	8,4	<0,49
Königswasserauszug (S7)	3,1	113,4	24,0	130	22,2	388,4	0,12	0,10

Tabelle A-1: Fortsetzung

Extraktion der Schwermetalle nach der Sequenz von Schoer und Förstner [7] und nach DIN 38 414-S7 (Konz. bezogen auf ausgelaugten Feststoff)	Cd	Cu	Ni	Pb	Cr	Zn	As	Hg
	in mg/kg							
Probe 3								
1. Schritt (1 M Ammoniumacetat)	<0,2	2,6	0,5	4	0,18	2,4	<0,02	<0,002
2. Schritt (Ammoniumoxalat, pH 3)	<1	8,1	4,9	<5	22,9	7,4	0,2	<0,01
3. Schritt (H ₂ O ₂)	<1	4,3	1,1	<5	13,6	2,6	<0,1	<0,01
4. Schritt (HNO ₃)	<1	6,8	1,7	<5	14,4	23,4	<0,1	<0,01
Summe aus allen 4 Schritten	<3,2	21,8	8,2	<19	51,1	35,8	<0,4	<0,03
Königswasserauszug (S7)	4,0	27,1	4,2	20,5	59,6	26,8	0,45	0,02
Probe 4								
1. Schritt (1 M Ammoniumacetat)	<0,2	0,2	0,4	<1	0,17	0,6	<0,02	<0,002
2. Schritt (Ammoniumoxalat, pH 3)	<1	5,0	9,2	<5	28,3	7,3	0,2	<0,01
3. Schritt (H ₂ O ₂)	<1	0,5	7,7	<5	30,6	4,2	<0,1	<0,01
4. Schritt (HNO ₃)	<1	1,9	5,9	<5	19,3	13,0	<0,1	<0,01
Summe aus allen 4 Schritte	<3,2	7,6	23,2	<16	78,4	25,1	<0,4	<0,03
Königswasserauszug (S7)	2,2	8,5	12,2	9,7	73,3	16,4	0,67	<0,002

Tabelle A-1: Fortsetzung

Extraktion der Schwermetalle nach der Sequenz von Schoer und Förstner [7] und nach DIN 38 414-S7 (Konz. bezogen auf ausgelaugten Feststoff)	Cd in mg/kg	Cu in mg/kg	Ni in mg/kg	Pb in mg/kg	Cr in mg/kg	Zn in mg/kg	As in mg/kg	Hg in mg/kg
Probe 5								
1. Schritt (1 M Ammoniumacetat)	<0,2	0,1	0,2	<1	0,04	1,8	<0,02	<0,002
2. Schritt (Ammoniumoxalat, pH 3)	<1	20,5	54,9	<5	75,6	27,3	48,2	<0,01
3. Schritt (H ₂ O ₂)	<1	6,5	1,9	<5	15,5	<0,5	<0,1	<0,01
4. Schritt (HNO ₃)	<1	14,7	3,7	32	20,2	14,9	0,6	0,25
Summe aus allen 4 Schritten	<3,2	41,8	60,7	<43	111,3	44,5	48,9	<0,27
Königswasserauszug (S7)	1,9	34,6	115,2	<0,8	214,1	37,4	14,6	0,40

Tabelle A-2: Ergebnisse der pH_{stat} - und S4-Elutionen für die Proben 1 bis 5 (der Zusatz W bezeichnet einen zweiten bzw. dritten, unabhängigen Schütteltest der jeweiligen Probe)

	Cd in mg/kg	Cu in mg/kg	Ni in mg/kg	Pb in mg/kg	Cr in mg/kg	Zn in mg/kg	Hg in mg/kg	As in mg/kg	Cl⁻ in mg/kg	SO₄²⁻ in mg/kg	ANC₂₄ bzw. BNC₂₄ in mmol/kg	pH	LF in µS/cm	RP (U _{H(25 C)}) in mV
Probe 1														
pHstat 4	14,9	942,40	11,92	428,3	0,04	4801	<0.001	0,04	834	1158	832/785/ 805/789	-	8100/7700/ 8000/7600	620/620/ 620/610
pHstat 4-W1	13,4	861,22	11,01	372,2	0,04	4664	<0.001	0,04	615	1004	751/811/ 807/773	-	7400/7900/ 7800/7600	630/620/ 630/620
pHstat 4-W2	für AOX-Bestimmung										824/808	-	7800/8000	580/590
pHstat 11	<0.1	4,62	0,11	3,6	0,03	9,91	0,001	1,12	12	759	49/47/ 52/49	-	610/600/ 670/600	240/250/ 240/250
pHstat 11-W1	<0.1	4,90	0,14	3,8	0,03	10,65	0,002	1,10	45	705	47/48/ 48/50	-	580/590/ 610/640	260/250/ 260/260
S 4	<0.1	0,32	0,14	0,7	0,03	1,42	<0.001	0,03	86	448	-	8,59/8,58/ 8,48/8,60	247/213/ 209/213	370/360/ 360/380
S 4-W1	<0.1	0,24	0,05	<0.5	<0.02	0,58	<0.001	0,03	246	757	-	8,68/8,66/ 8,63/8,53	221/219/ 199/222	380/380/ 380/380
S 4-W2	für AOX-Bestimmung										-	8,43	231	390

Tabelle A-2: Fortsetzung

	Cd in mg/kg	Cu in mg/kg	Ni in mg/kg	Pb in mg/kg	Cr in mg/kg	Zn in mg/kg	Hg in mg/kg	As in mg/kg	Cl⁻ in mg/kg	SO₄²⁻ in mg/kg	ANC ₂₄ bzw. BNC ₂₄ in mmol/kg	pH	LF in µS/cm	RP (U _H (25 C)) in mV
Probe 2														
pHstat 4 (5N HNO ₃)	0,3	3,12	0,79	9,0	0,03	34,9	<0,001	<0,01	48	1621	2937/3250/ 2926/3098	-	26700/29100 26200/27900	470/490/ 500/470
pHstat 4-W1 (5N HNO ₃)	0,4	3,30	0,82	11,0	0,04	39,7	<0,001	0,011	46	1677	3025/3190/ 3122/3182	-	27300/28400 27800/29000	480/480/ 480/480
pHstat 4-W2 (96 h; 1:50)	0,5	13,5	1,8	28	<0,1	63,0	<0,005	<0,05	270	2016	7239/7494/ 7674/7400	-	12800/13100 13500/13000	530/520/ 560/520
pHstat 4-W3 (144 h; 1:100)	<1	24,8	2,8	43	<0,2	72,0	<0,01	<0,1	584	3551	9914/9375/ 8039/11247	-	9200/8900/ 7800/10200	540/530/ 560/560
pHstat 11	<0,1	0,05	0,08	<0,5	<0,02	<0,05	<0,001	<0,01	24	1545	23/23/ 25/25	-	580/510/ 560/610	240/240/ 230/240
pHstat 11-W	<0,1	0,05	0,06	<0,5	<0,02	<0,05	<0,001	<0,01	22	1320	22/22/ 25/25	-	530/530/ 530/520	240/240/ 240/240
S 4-W	<0,1	0,02	0,04	<0,5	<0,02	0,05	<0,001	<0,01	16	107	-	8,87/8,61/ 8,83/8,86	280/360/ 350/310	370/370/ 360/350
S 4-W	<0,1	0,05	<0,02	<0,5	<0,02	0,07	<0,001	<0,01	27	1641	-	8,85/8,66/ 8,87/	340/430/ 340	370/360/ 350

Tabelle A-2: Fortsetzung

	Cd in mg/kg	Cu in mg/kg	Ni in mg/kg	Pb in mg/kg	Cr in mg/kg	Zn in mg/kg	Hg in mg/kg	As in mg/kg	Cl⁻ in mg/kg	SO₄²⁻ in mg/kg	ANC ₂₄ bzw. BNC ₂₄ in mmol/kg	pH	LF in µS/cm	RP (U _H (25 C)) in mV
Probe 3														
pHstat 4	<0.1	0,50	0,84	<0.5	0,07	2,78	<0.001	0,06	313	41	19/20/ 27/22	-	430	480
pHstat 4-W1	<0.1	0,46	0,86	<0.5	0,05	2,66	<0.001	0,02	308	45	24/21/ 25/23	-	530/520/ 530/540	510/510/ 500/510
pHstat4-W2	für AOX-Bestimmung										18/19	-	400/360	500/510
pHstat 11	<0.1	0,28	0,51	<0.5	0,09	0,41	<0.001	0,03	38	101	43/45/ 45/38	-	640/750/ 710/630	190/180/ 180/190
pHstat 11-W	<0.1	0,25	0,64	1,1	0,03	0,44	<0.001	0,03	25	93	38/42/ 41/45	-	620/690/ 680/740	200/190/ 190/180
S 4	<0.1	0,16	0,33	<0.5	0,08	0,38	<0.001	0,01	38	47	-	7,71/7,64/ 7,58/7,78	192/191/ 175/196	390/390/ 400/400
ohne Konserv.	<0.1	0,22	0,34	0,7	0,05	0,44								
S 4-W1	<0.1	0,20	<0.02	<0.5	<0.02	0,26								
	<0.1	0,28	0,17	<0.5	0,05	0,57	0,001	0,01	58	53	-	7,02/7,40/ 7,68/7,58	165/176/ 195/189	410/400/ 390/390
S 4-W2	für AOX-Bestimmung										-	7,57	183	380

Tabelle A-2: Fortsetzung

	Cd	Cu	Ni	Pb	Cr	Zn	Hg	As	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	ANC ₂₄ bzw. BNC ₂₄ in mmol/kg	pH	LF in µS/cm	RP (U _H (25 C)) in mV
	in mg/kg	in mg/kg	in mg/kg	in mg/kg	in mg/kg	in mg/kg	in mg/kg	in mg/kg	in mg/kg	in mg/kg	in mg/kg			
Probe 4														
pHstat 4	<0.1	0,34	0,76	<0.5	0,09	3,58	<0.001	0,08	540	458	86/83/ 79/80	-	1420/1140/ 1320/1130	470/480/ 460/460
pHstat-W	<0.1	0,32	0,79	0,5	0,10	3,58	<0.001	0,09	360	476	79/83/ 79/79	-	1320/1150/ 1180/1150	470/450/ 470/470
pHstat 4-W	für AOX-Bestimmung										78/72	-	1200/1160	480/480
pHstat 11	<0.1	0,50	0,42	<0.5	0,08	0,43	<0.001	0,13	220	400	24/23/ 22/20	-	800/760/ 810/770	220/220/ 210/220
pHstat 11-W	<0.1	0,47	0,53	0,7	0,04	0,50	<0.001	0,12	132	425	24/27/ 27	-	860/900/ 880	210/200/ 200
S 4	<0.1	0,42	0,61	0,6	0,08	1,18	<0.001	0,13	135	443	-	10,06/10,16/ 10,15/10,18	450/480/ 480/470	270/270/ 260/270
ohne Konserv.	<0.1	0,39	0,57	0,5	0,08	1,19					-			
S 4-W1	<0.1	0,58	0,92	<0.5	0,18	1,24	<0.001	0,13	125	438	-	10,20/9,95/ 10,03/9,98	460/470/ 470/460	270/290/ 280/270
ohne Konserv.	<0.1	0,52	0,54	<0.5	0,08	1,07					-			
S 4-W2	für AOX-Bestimmung										-	10,07	617	260

Tabelle A-2: Fortsetzung

	Cd in mg/kg	Cu in mg/kg	Ni in mg/kg	Pb in mg/kg	Cr in mg/kg	Zn in mg/kg	Hg in mg/kg	As in mg/kg	Cl⁻ in mg/kg	SO₄²⁻ in mg/kg	ANC₂₄ bzw. BNC₂₄ in mmol/kg	pH	LF in µS/cm	RP (U _{H(25 C)}) in mV
Probe 5														
pHstat 4 (S:L≈1:100)	<1	3,2	16,1	<5	7,2	22,0	<0.01	1,1	4785	111080	7009/10014/ 6753/7642	-	7500/10200/ 7300/8200	380/450/ 370/410
pHstat 4-W1 (S:L≈1:100)	<1	1,2	11,1	<5	7,2	10,4	<0.01	1,9	17	215450	10361/11172 11589/10436	-	10400/11100/ 11400/10500	490/500/ 500/490
pHstat 4-W2 (S:L=1:100)	für AOX-Bestimmung										10586/11886	-	11600/12000	490/490
pHstat 4-W3 (S:L≈1:200)	<2	0,8	29,5	12	10,6	12,8	<0.02	2,0	-	-	11861/12522 12433/12900	-	6600/6800/ 6800/6900	490/520/ 490/500
pHstat 4-W4 (S:L≈1:500)	<5	<1	41,5	<25	17,0	15,7	<0.05	3,4	-	-	12806/12722 12792/13417	-	3100/3100/ 3200/3200	500/490/ 500/500
pHstat 11	nicht bearbeitet. weil Original-pH-Wert schon 12.5													
S 4 (S:L=1:10)	0,1	0,12	0,14	<0.5	1,20	0,47	<0.001	<0.01	272	21675	-	12.55/12.59/ 12.57/12.55	14800/14900/ 14900/14900	110/110/ 110/100
S 4-W1 (S:L=1:10)	<0.1	0,03	0,03	<0.5	0,98	0,09	<0.001	<0.01	15	32351	-	12.54/12.54/ 12.52/12.53	14600/14600/ 14600/14700	110/110/ 100/100
S 4-W2 (S:L=1:10)	für AOX-Bestimmung										-	12.57	15300	100

*Tabelle A-3: Ergebnisse der Soxhlet-Extraktionen von Proben 1, 3, 4 und 5 mit Toluol (der Zusatz W bezeichnet eine 2. Extraktion der Probe; der * kennzeichnet die PAK nach TVO; die 3 flüchtigeren PAK Naphthalin, Acenaphthen und Fluoren wurden nicht aufgenommen)*

Analyt	P1 [mg/kg]	P1W [mg/kg]	P3 [mg/kg]	P3W [mg/kg]	P4 [mg/kg]	P4W [mg/kg]	P5 [mg/kg]	P5W [mg/kg]
α-HCH	0,3385	0,2235	<0,003	0,0080	0,0235	<0,003	0,0123	0,0052
β-HCH	0,9695	0,7860	<0,003	<0,003	<0,003	<0,003	0,0127	0,0085
γ-HCH	1,9420	1,9155	<0,003	0,0330	0,2806	<0,003	0,0392	0,0325
δ-HCH	<0,003	<0,003	<0,003	0,0320	<0,003	<0,003	0,0250	0,0114
HCB	0,1925	0,0254	0,0078	0,0084	0,3372	0,0020	0,1329	0,0152
Σ CKW	3,4455	2,9534	0,0198	0,0844	0,6473	0,0140	0,2221	0,0728
PCB 28	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025
PCB 52	0,0033	0,0035	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025
PCB 118	0,0254	0,0207	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100
PCB 153	0,0504	0,0248	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100
PCB 138	0,0689	0,0484	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100
PCB 180	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100
PCB 194	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100	<0,0100
Σ PCB	0,1705	0,1199	<0,0550	<0,0550	<0,0550	<0,0550	<0,0550	<0,0550
Phenanthren	1,9062	3,7352	0,0168	0,0126	0,2180	0,1945	0,0028	0,0136
Anthracen	0,0586	0,0636	0,0022	0,0013	0,0772	0,0702	<0,0003	0,0004
Fluoranthren*	3,3718	4,0772	0,0060	0,0257	0,0225	n.q.	0,0095	0,0130
Pyren	2,1982	2,6238	0,0033	0,0030	0,0294	0,0286	0,0022	0,0037
Benzo(a)anthracen	0,7240	0,7024	n.q.	0,0005	0,0208	n.q.	0,0004	0,0003
Chrysen	1,8790	2,0616	0,0026	0,0012	0,0274	n.q.	0,0012	0,0009
Benzo(b)fluoranthren*	1,8438	1,6621	<0,0003	<0,0003	0,0114	0,0280	0,0008	0,0007
Benzo(k)fluoranthren*	0,7394	0,6882	<0,0003	<0,0003	0,0046	0,0046	0,0005	0,0004
Benzo(a)pyren*	1,0325	0,9299	<0,0003	<0,0003	0,0144	0,0038	0,0009	<0,0003
Dibenz(a,h)anthracen	0,4769	0,1099	<0,0003	<0,0003	n.q.	0,0042	<0,0003	<0,0003
Benzo(g,h,i)perylene*	1,1406	0,9616	<0,0003	<0,0003	0,0104	0,0128	<0,0003	0,0004
Indeno(1,2,3)pyren*	1,0998	0,8886	<0,0003	<0,0003	0,0042	0,0040	0,0006	0,0004
Σ PAK (TVO)	9,2279	9,2076	<0,0075	<0,0272	0,0675	0,0532	<0,0126	<0,0152
Σ PAK (12 EPA)	16,4708	18,5041	<0,0327	<0,0461	0,4403	(0,3507)	<0,0198	<0,0344
Phenol	<0,0229	<0,0229	<0,0229	<0,0229	<0,0229	<0,0229	<0,0229	<0,0229
2-Chlorphenol	<0,0186	<0,0186	<0,0186	<0,0186	<0,0186	<0,0186	<0,0186	<0,0186
2-Nitrophenol	<0,0286	<0,0286	<0,0286	<0,0286	<0,0286	<0,0286	<0,0286	<0,0286
2,4-/2,5-Dimethylphenol	<0,0264	<0,0264	<0,0264	<0,0264	0,0357	<0,0264	<0,0264	<0,0264
2,4-Dichlorphenol	<0,0179	<0,0179	<0,0179	<0,0179	<0,0179	<0,0179	<0,0179	<0,0179
4-Chlor-3-methylphenol	<0,0279	<0,0279	<0,0279	<0,0279	<0,0279	<0,0279	<0,0279	<0,0279
2,4,6-Trichlorphenol	<0,0264	<0,0264	<0,0264	<0,0264	<0,0264	<0,0264	<0,0264	<0,0264
2,4-Dinitrophenol	<0,0307	<0,0307	<0,0307	<0,0307	<0,0307	<0,0307	<0,0307	<0,0307
4-Nitrophenol	<0,0357	<0,0357	<0,0357	<0,0357	<0,0357	<0,0357	<0,0357	<0,0357
2-Methyl-4,6-dinitrophenol	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300
Pentachlorphenol	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300	<0,0300
o-Kresol	-	0,5570	0,3570	0,1000	0,3284	0,2428	0,1785	0,1928

*Tabelle A-4: Ergebnisse der CKW-, PAK- und Phenolanalysen von modifizierten pHstat- und S4-Tests der Proben 1, 3, 4 und 5 (der Zusatz W bezeichnet einen zweiten, unabhängigen Schütteltest der jeweiligen Probe; der * kennzeichnet die PAK nach TVO; die 3 flüchtigeren PAK Naphthalin, Acenaphthen und Fluoren wurden nicht aufgenommen)*

Analyt	PI-pH 4 [mg/kg]	PIW-pH 4 [mg/kg]	PI-pH 11 [mg/kg]	PIW-pH 11 [mg/kg]	PI-S 4 [mg/kg]	PIW-S 4 [mg/kg]
α -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008
β -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008
γ -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008	0,0022	<0,0008
δ -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008	0,0022	<0,0008
HCB	0,0006	0,0003	<0,00025	<0,00025	0,0023	0,0005
Σ CKW	0,0118	0,0035	<0,0034	<0,0034	0,0083	0,0037
PCB 28	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0007	<0,0007
PCB 52	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0007	<0,0007
PCB 118	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 153	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 138	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 180	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 194	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
Σ PCB	<0,0137	<0,0137	<0,0137	<0,0137	<0,0149	<0,0149
Phenanthren	0,0236	0,0313	0,0257	0,0200	0,00339	0,01061
Anthracen	0,0243	0,0261	0,0005	0,0004	0,00035	0,00495
Fluoranthen*	0,0896	0,1025	0,0118	0,0090	0,00919	0,03523
Pyren	0,0848	0,1047	0,0026	0,0062	0,00581	0,02962
Benzo(a)anthracen	0,0274	0,0338	0,0009	0,0015	0,00253	0,00962
Chrysen	0,0701	0,0874	0,0039	0,0023	0,00469	0,02012
Benzo(b)fluoranthen*	0,0667	0,0756	0,0035	0,0024	0,00484	0,02250
Benzo(k)fluoranthen*	0,0260	0,0289	0,0022	0,0015	0,00217	0,00908
Benzo(a)pyren*	0,0451	0,0534	0,0034	0,0028	0,00372	0,01612
Dibenz(a,h)anthracen	0,0047	0,0059	0,0007	0,0006	n.q.	0,00161
Benzo(g,h,i)perylene*	0,0409	0,0580	0,0040	0,0026	n.q.	0,01363
Indeno(1,2,3)pyren*	0,0465	0,0494	0,0010	0,0021	0,00404	0,01458
Σ PAK (TVO)	0,3148	0,3678	0,0259	0,0204	(0,02396)	0,11114
Σ PAK (12 EPA)	0,5497	0,6570	0,0602	0,0514	(0,04073)	0,18767
Phenol			<0,0057	<0,0057	<0,0061	
2-Chlorphenol			<0,0046	<0,0046	<0,0050	
2-Nitrophenol			<0,0071	<0,0071	<0,0076	
2,4-/2,5-			<0,0070	<0,0070	<0,0070	
Dimethylphenol						
2,4-Dichlorphenol			<0,0045	<0,0045	<0,0048	
4-Chlor-3-methylphenol			<0,0070	<0,0070	<0,0074	
2,4,6-Trichlorphenol			<0,0060	<0,0060	<0,0070	
2,4-Dinitrophenol			<0,0077	<0,0077	<0,0082	
4-Nitrophenol			<0,0089	<0,0089	<0,0095	
2-Methyl-4,6-			<0,0075	<0,0075	<0,0080	
dinitrophenol						
Pentachlorphenol			<0,0075	<0,0075	<0,0080	
o-Kresol			0,0072			

Tabelle A-4: Fortsetzung

Analyt	P3-pH 4 [mg/kg]	P3W-pH 4 [mg/kg]	P3-pH 11 [mg/kg]	P3W-pH 11 [mg/kg]	P3-S 4 [mg/kg]	P3W-S 4 [mg/kg]
α -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008	<0,0008
β -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	0,0008	<0,0008	<0,0008
γ -HCH	<0,0008	0,0013	<0,0008	0,0015	<0,0008	<0,0008
δ -HCH	<0,0008	0,0021	<0,0008	0,0011	<0,0008	<0,0008
HCB	0,0060	<0,00025	<0,00025	0,0018	0,0003	0,0006
Σ CKW	0,0092	0,0052	<0,0034	0,0064	0,0035	0,0038
PCB 28	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0007	<0,0007
PCB 52	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0007	<0,0007
PCB 118	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 153	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 138	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 180	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 194	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
Σ PCB	<0,0137	<0,0137	<0,0137	<0,0137	<0,0149	<0,0149
Phenanthren	0,0010	0,0007	0,0011	0,0031	n.q.	n.q.
Anthracen	0,0001	0,0001	0,0001	<0,00006	n.q.	0,00012
Fluoranthen*	0,0034	0,0015	0,0008	0,0045	0,00068	0,00092
Pyren	0,0002	0,0003	0,0002	0,0002	0,00017	0,00021
Benzo(a)anthracen	0,0002	0,0001	0,0001	0,0001	0,00009	<0,00007
Chrysen	0,0001	0,0001	<0,00006	0,0001	0,00008	<0,00007
Benzo(b)fluoranthen*	0,0005	0,0002	0,0001	0,0001	0,00012	0,00009
Benzo(k)fluoranthen*	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	<0,00007	0,00009
Benzo(a)pyren*	0,0002	0,0002	<0,00006	0,0002	0,00020	0,00020
Dibenz(a,h)anthracen	0,0016	0,0001	<0,00006	0,0001	n.q.	n.q.
Benzo(g,h,i)perylene*	<0,00006	0,0002	<0,00006	0,0001	n.q.	n.q.
Indeno(1,2,3)pyren*	<0,00006	0,0001	<0,00006	0,0001	n.q.	n.q.
Σ PAK (TVO)	0,0043	0,0023	0,0012	0,0051	(0,00107)	(0,00130)
Σ PAK (12 EPA)	0,0075	0,0037	0,0028	0,0088	(0,00141)	(0,00177)
Phenol	<0,0057		<0,0057	<0,0057		
2-Chlorphenol	<0,0046		<0,0046	<0,0046		
2-Nitrophenol	<0,0071		<0,0071	<0,0071		
2,4-/2,5-Dimethylphenol	<0,0070		<0,0070	<0,0070		
2,4-Dichlorphenol	<0,0045		<0,0045	<0,0045		
4-Chlor-3-methylphenol	<0,0070		<0,0070	<0,0070		
2,4,6-Trichlorphenol	<0,0060		<0,0060	<0,0060		
2,4-Dinitrophenol	<0,0077		<0,0077	<0,0077		
4-Nitrophenol	<0,0089		<0,0089	<0,0089		
2-Methyl-4,6-dinitrophenol	<0,0075		<0,0075	<0,0075		
Pentachlorphenol	<0,0075		<0,0075	<0,0075		
o-Kresol				0,0029		

Tabelle A-4: Fortsetzung

Analyt	P4-pH 4 [mg/kg]	P4W-pH 4 [mg/kg]	P4-pH 11 [mg/kg]	P4W-pH 11 [mg/kg]	P4-S 4 [mg/kg]	P4W-S 4 [mg/kg]
α -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	0,0024	<0,0008	<0,0008
β -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	0,0112	0,0027	<0,0008
γ -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	0,0245	<0,0008	<0,0008
δ -HCH	<0,0008	<0,0008	<0,0008	0,0054	<0,0008	<0,0008
HCB	0,0028	<0,00025	0,0013	0,0053	0,0009	0,0015
Σ CKW	0,0060	<0,0034	0,0045	0,0488	0,0060	0,0047
PCB 28	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0007	<0,0007
PCB 52	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0006	<0,0007	<0,0007
PCB 118	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 153	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 138	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 180	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
PCB 194	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0027	<0,0027
Σ PCB	<0,0137	<0,0137	<0,0137	<0,0137	<0,0149	<0,0149
Phenanthren	0,0307	0,0501	0,0639	0,0650	0,02014	0,03228
Anthracen	0,0072	0,0119	0,0192	0,0209	0,00638	0,00930
Fluoranthen*	n.q.	0,0019	n.q.	0,0085	n.q.	0,00378
Pyren	0,0020	0,0045	0,0042	0,0039	0,00194	0,00198
Benzo(a)anthracen	0,0009	0,0021	0,0014	0,0022	0,00070	0,00218
Chrysen	0,0016	0,0045	0,0019	0,0024	0,00138	0,00017
Benzo(b)fluoranthen*	0,0011	0,0044	0,0017	0,0027	0,00105	0,00184
Benzo(k)fluoranthen*	0,0003	0,0016	0,0009	0,0015	0,00020	0,00090
Benzo(a)pyren*	0,0003	0,0020	0,0018	<0,00006	0,00029	0,00027
Dibenz(a,h)anthracen	0,0004	0,0021	<0,00006	0,0010	0,00039	0,00031
Benzo(g,h,i)perylen*	0,0002	0,0016	0,0028	0,0016	0,00037	0,00056
Indeno(1,2,3)pyren*	0,0002	0,0010	0,0010	0,0009	0,00025	0,00009
Σ PAK (TVO)	(0,0021)	0,0125	(0,0082)	0,0153	(0,00216)	0,00744
Σ PAK (12 EPA)	(0,0449)	0,0877	(0,0989)	0,1112	(0,03309)	0,05366
Phenol	<0,0057		<0,0057	<0,0057		
2-Chlorphenol	<0,0046		<0,0046	<0,0046		
2-Nitrophenol	<0,0071		<0,0071	<0,0071		
2,4-/2,5-	0,0716		0,0268	0,0448		
Dimethylphenol						
2,4-Dichlorphenol	<0,0045		<0,0045	<0,0045		
4-Chlor-3-methylphenol	<0,0070		<0,0070	<0,0070		
2,4,6-Trichlorphenol	<0,0060		<0,0060	<0,0060		
2,4-Dinitrophenol	<0,0077		<0,0077	<0,0077		
4-Nitrophenol	<0,0089		<0,0089	<0,0089		
2-Methyl-4,6-	<0,0075		<0,0075	<0,0075		
dinitrophenol						
Pentachlorphenol	<0,0075		<0,0075	<0,0075		
o-Kresol				0,0089		

Tabelle A-4: Fortsetzung

Analyt	P5-pH 4 [mg/kg]	P5W-pH 4 [mg/kg]	P5-pH 11 [mg/kg]	P5W-pH 11 [mg/kg]	P5-S 4 [mg/kg]	P5W-S 4 [mg/kg]
α -HCH	<0,0075	<0,0075	<0,0075	<0,0075	0,0020	<0,0008
β -HCH	<0,0075	<0,0075	<0,0075	<0,0075	<0,0008	<0,0008
γ -HCH	<0,0075	<0,0075	<0,0075	<0,0075	0,0042	<0,0008
δ -HCH	0,0348	<0,0075	<0,0075	<0,0075	0,0066	<0,0008
HCB	<0,0025	<0,0025	<0,0025	<0,0025	0,0057	0,0004
Σ CKW	0,0598	<0,0325	<0,0325	<0,0325	0,0193	0,0036
PCB 28	<0,006	<0,006	<0,006	<0,006	<0,0007	<0,0007
PCB 52	<0,006	<0,006	<0,006	<0,006	<0,0007	<0,0007
PCB 118	<0,025	<0,025	<0,025	<0,025	<0,0027	<0,0027
PCB 153	<0,025	<0,025	<0,025	<0,025	<0,0027	<0,0027
PCB 138	<0,025	<0,025	<0,025	<0,025	<0,0027	<0,0027
PCB 180	<0,025	<0,025	<0,025	<0,025	<0,0027	<0,0027
PCB 194	<0,025	<0,025	<0,025	<0,025	<0,0027	<0,0027
Σ PCB	<0,137	<0,137	<0,137	<0,137	<0,0149	<0,0149
Phenanthren	<0,0006	<0,0006	n.q.	<0,0006	n.q.	<0,00007
Anthracen	<0,0006	0,0013	<0,0006	<0,0006	<0,00007	0,00007
Fluoranthen*	0,0265	0,0084	0,0116	0,0009	0,00484	0,00082
Pyren	0,0019	0,0165	0,0025	0,0021	0,00033	0,00020
Benzo(a)anthracen	<0,0006	0,0085	0,0009	0,0009	0,00009	0,00009
Chrysen	0,0011	0,0074	0,0023	0,0010	<0,00007	0,00008
Benzo(b)fluoranthen*	0,0013	0,0094	0,0011	0,0009	0,00008	0,00013
Benzo(k)fluoranthen*	<0,0006	<0,0006	0,0009	<0,0006	<0,00007	0,00009
Benzo(a)pyren*	<0,0006	<0,0006	0,0019	<0,0006	0,00019	<0,00007
Dibenz(a,h)anthracen	0,0011	0,0064	0,0008	0,0009	0,00008	0,00013
Benzo(g,h,i)perylene*	0,0011	0,0123	0,0013	0,0013	<0,00007	0,00024
Indeno(1,2,3)pyren*	0,0010	0,0086	0,0010	0,0009	0,00011	0,00011
Σ PAK (TVO)	0,0311	0,0399	0,0178	0,0052	0,00536	0,00146
Σ PAK (12 EPA)	0,0370	0,0806	(0,0249)	0,0113	(0,00600)	0,00210
Phenol			<0,057	<0,057		<0,0061
2-Chlorphenol			<0,046	<0,046		<0,0050
2-Nitrophenol			<0,071	<0,071		<0,0076
2,4-/2,5-Dimethylphenol			<0,066	<0,066		<0,0070
2,4-Dichlorphenol			<0,045	<0,045		<0,0048
4-Chlor-3-methylphenol			<0,070	<0,070		<0,0074
2,4,6-Trichlorphenol			<0,060	<0,060		<0,0070
2,4-Dinitrophenol			<0,077	<0,077		<0,0082
4-Nitrophenol			<0,089	<0,089		<0,0095
2-Methyl-4,6-dinitrophenol			<0,075	<0,075		<0,0080
Pentachlorphenol			<0,075	<0,075		<0,0080
o-Kresol						

Tabelle A-5: Organische Summenparameter der pHStat- und S4-Eluate von Proben 1, 3, 4 und 5 (die PAK-, PCB- und CKW-Summen wurden aus Tab. A-4 berechnet; der Zusatz W bezeichnet einen zweiten, unabhängigen Schütteltest der jeweiligen Probe)

S4- und pHStat- Versuche	Σ CKW [mg/kg]	Σ PCB [mg/kg]	Σ PAK (12 EPA-PAK) [mg/kg]	Σ PAK (TVO) [mg/kg]	DOC [mg/kg]	Σ MKW [mg/kg]	AOX [mg/kg]
P1-pH4	0,012	<0,0137	0,550	0,315	53,1	4,4	0,32
P1W-pH4	0,004	<0,0137	0,657	0,368	37,6	-	-
P1-S4	0,008	<0,0149	0,041	0,024	20,2	2,0	2,45
P1W-S4	0,004	<0,0149	0,188	0,111	22,9	5,9	-
P1-pH11	<0,003	<0,0137	0,060	0,026	53,0	8,9	0,33
P1W-pH11	<0,003	<0,0137	0,051	0,020	52,0	4,1	0,91
P3-pH4	0,009	<0,0137	0,008	0,004	603,2	1,9	0,16
P3W-pH4	0,005	<0,0137	0,004	0,002	573,7	10,2	0,45
P3-S4	0,004	<0,0149	0,001	0,001	586,1	5,2	0,20
P3W-S4	0,004	<0,0149	0,001	0,001	587,4	5,3	-
P3-pH11	<0,003	<0,0137	0,003	0,001	745,7	16,2	0,59
P3W-pH11	0,006	<0,0137	0,009	0,005	724,3	0,0	0,31
P4-pH4	<0,006	<0,0137	0,045	0,002	271,8	2,6	0,08
P4W-pH4	<0,003	<0,0137	0,088	0,012	302,2	23,6	-
P4-S4	0,006	<0,0149	0,033	0,002	410,5	2,6	0,37
P4W-S4	0,005	<0,0149	0,054	0,007	410,4	12,1	-
P4-pH11	0,004	<0,0137	0,099	0,008	352,4	5,6	0,35
P4W-pH11	0,049	<0,0137	0,111	0,015	366,2	0,0	0,34
P5-pH4	0,060	<0,137	<0,037	0,031	334,3	64,0	3,20
P5W-pH4	<0,032	<0,137	<0,081	0,040	172,6	-	-
P5-S4	0,019	<0,0149	0,006	0,005	36,5	4,0	0,27
P5W-S4	<0,004	<0,0149	0,002	0,001	172,6	4,8	-
P5-pH11	<0,032	<0,137	0,025	0,018	-	-	-
P5W-pH11	<0,032	<0,137	<0,011	<0,005	-	-	-

Tabelle A-6a: Säuren-(ANC) und Basen-Neutralisationskapazität (BNC) der untersuchten Materialien nach dem pH_{stat} -Verfahren (vgl. 3.4.2) für $pH=4$ bzw. $pH=11$ (Den Mittelwerten aus 8-10 Bestimmungen, deren Ergebnisse in Tab. A-2 einzeln aufgeführt sind, wurde die Standardabweichung beigelegt).

Feststoff	ANC ₂₄ mmol [H ⁺] / kg	BNC ₂₄ [mmol [OH ⁻] / kg]
Sand (Greppin G16c)	4	
Gießerei-Altsand (Probe 3)	22 ± 3	42 ± 3
Kupfer-Silikat-Schlacke *	50	75
Gießerei-Altsand (Probe 4)	82 ± 3	24 ± 2
Gießerei-Altsand *	90	12
Zinkhütten-Schlacke *	100	40
Humoser Oberboden (Greppin G1c)	222	
Müllverbrennungs-Asche *	740	10
Kupferschiefer-Mergel (Probe 1)	799 ± 23	49 ± 2
Mergeliger Kalkstein (Probe 2)	3091 ± 112	24 ± 2
Galvanik-Schlamm *	3250	210
Rauchgas-Reinigungsrückstand (Probe 5)	9745 ± 1803	
Braunkohlen-Filteraschen	> 10 000	

* von Obermann & Cremer [50] bestimmt

Tabelle A-6b: Vergleich der durchschnittlichen ANC₆- und Start-pH- Werte bei „normaler“ (vgl. 3.4.2) und modifizierter pHstat-Elution (vgl. 3.4.4)

	ANC - Schwermetall-Elution		ANC - Organik-Elution	
	ANC ₆ in meq/kg	Start-pH	ANC ₆ in meq/kg	Start-pH
LAU-Probe 1	410±25	9.34±0.15	304	7.82
LAU-Probe 1W	414±31	9.45±0.10	148	7.64
LAU-Probe 3	21±6	7.99±0.75	17	7.71
LAU-Probe 3W	23±3	8.38±1.03	15	7.50
LAU-Probe 4	73±3	10.29±0.08	67	10.31
LAU-Probe 4W	69±2	10.18±0.20	64	10.12
LAU-Probe 5	6988±2191	11.36±0.26	6667	11.62
LAU-Probe 5W	9752±893	11.76±0.06	8275	11.98

Tabelle A-7: Feststoff-Fluid Systemdaten für die untersuchten Materialien im Umlaufsäulenversuch

Probe	Einheit	Probe 1 Vers. 1/Vers. 2	Probe 2 Vers. 1/Vers. 2	Probe 3 Vers. 1/Vers. 2	Probe 3/S Vers. 1	Probe 4 Vers. 1/Vers. 2	Probe 4/S Vers. 1	Probe 5 Vers. 1	Probe 5/S Vers. 1
Material. (eingebaute Fraktion mit $d_{K,0.01} < 2$ mm)		Haldenmaterialien		Gießereisande			Rauchgasreinigungsrückst. 1g FA:10 g Feinsand		
Bemerkungen		Kupferschieferb rücklig	Gestein. fest	furanharzgebunden		wasserglasgebunden		entspr. 81 g FA	entspr. 87 g FA
Restfeuchte d. Materials	%	1.90	0.27	0.22	0.22	0.48	0.48	0.30	0.30
eingebautes Material. tr.	g	961.4 / 991.5	1066.1 / 1083.5	962.9 / 943.8	1015.0	1070.8 / 1064.7	1078.1	1037.1	1144.9
Fluidmasse nach Einbau	g	156.6 / 131.7	116.9 / 123.0	158.1 / 197.0	287.9	190.1 / 172.5	253.2	113.4	154.1
Einbautrockendichte	g/cm ³	1.73	1.89	1.65	1.64	1.86	1.73	1.81	1.86
Porosität (s. Text)	%	26 / 22	20 / 21	27 / 33	33	28 / 29	29	19	17
Fluidmasse Versuchsende)	g	- / 130.1	- / 143.1	- / 201.0	...	- / 175.0	...	133.7	...
Porosität (Versuchsende)	%	- / 22	- / 24	- / 34	...	- / 30	...	23	...
kf-Wert (gerundet)	m/s	- / 3.00E-07	- / 2.00E-05	- / 1.00E-05	...	- / 4.00E-07	...	3.00E-08	...
Porosität (nach kf-Best.)	%	- / 27	- / 28	- / 36	...	- / 33	...	23	...

(.. tr. " - trocken, .. Vers " - Versuch, .. S " - Versuch mit Salzlauge, ... " - Versuch noch nicht abgeschlossen, .. - " - Parameter nicht bestimmt, .. FA " -

Rauchgasreinigungsrückstand)

Die Durchlässigkeit des untersuchten Materials nimmt in der Reihenfolge der Proben (P): $P2 \approx P3 > P4 \approx P1 > P5$ ab, wobei drei Größenordnungen überstrichen werden. Einbautichten und Porositäten bewegen sich in zu erwartenden Grenzen. Interessant ist der sehr kleine k_f -Wert der Probe 5 (Rauchgasreinigungsrückstand), der eine Folge der Hydratation der Asche ist. Um den Effekt des Quellverhaltens so zu begrenzen, daß noch eine Durchströmung des Probenkörpers gewährleistet werden konnte, erfolgte die in der Tabelle angegebene Verdünnung mit gewaschenem Quarzsand im Massenverhältnis 1:10.

Tabelle A-8a: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 1, Versuch 1 auf das Eluat bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg								
		0,32	0,36	0,41	0,47	0,52	0,57	0,64	0,70	0,75
Cd	mg/L	0,011	0,036	0,031	0,036	0,031	0,030	0,029	0,028	0,039
Cr	mg/L	0,002	0,019	0,002	0,003	0,003	≤0,002	0,003	0,002	0,026
Cu	mg/L	0,023	0,090	0,061	0,024	0,050	0,045	0,046	0,052	0,052
Ni	mg/L	0,011	≤0,002	≤0,002	0,019	0,015	0,016	0,013	0,013	0,025
Pb	mg/L	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01	0,025	0,042	0,027	0,027	0,040
Zn	mg/L	0,82	2,7	3,2	3,2	2,8	3,0	3,0	2,8	3,3

Tabelle A-8b: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 1, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg								
		0,32	0,36	0,41	0,47	0,52	0,57	0,64	0,70	0,75
Cd	mg/kg	0,0021	0,0068	0,0059	0,0068	0,0059	0,0057	0,0054	0,0052	0,0074
Cr	mg/kg	0,0004	0,0036	0,0004	0,0006	0,0006	≤0,0004	0,0006	0,0004	0,0049
Cu	mg/kg	0,0043	0,017	0,012	0,0045	0,0094	0,0086	0,0087	0,0097	0,0098
Ni	mg/kg	0,0021	≤0,0004	≤0,0004	0,0036	0,0029	0,0031	0,0024	0,0024	0,0047
Pb	mg/kg	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	0,005	0,008	0,005	0,005	0,007
Zn	mg/kg	0,16	0,51	0,60	0,60	0,53	0,56	0,57	0,53	0,62

Tabelle A-9a,b: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 1, Versuch 2 auf das Eluat bzw. den Feststoff bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg	
		0,29	0,41
Cd	mg/L	0,034	0,050
Cr	mg/L	0,0023	≤0,002
Cu	mg/L	0,27	0,074
Ni	mg/L	0,038	0,030
Pb	mg/L	0,36	0,19
Zn	mg/L	4,1	4,8

Analyt	c	V/m in L/kg	
		0,29	0,41
Cd	mg/kg	0,0054	0,0078
Cr	mg/kg	0,0004	≤0,0003
Cu	mg/kg	0,043	0,012
Ni	mg/kg	0,0060	0,0047
Pb	mg/kg	0,057	0,031
Zn	mg/kg	0,64	0,77

Tabelle A-10a: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 2, Versuch 1 auf das Eluat bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg								
		0,25	0,29	0,34	0,39	0,44	0,50	0,56	0,61	0,66
Cd	mg/L	≤0.002	≤0.002	≤0.002	0,002	≤0.002	0,0027	0,0021	≤0.002	≤0.002
Cr	mg/L	≤0.002	0,002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	0,0026	0,0046	0,0084	0,0027
Cu	mg/L	0,002	0,026	0,021	0,015	0,013	0,012	0,010	0,010	0,018
Ni	mg/L	≤0.002	0,15	0,019	0,054	0,043	0,044	0,044	0,041	0,005
Pb	mg/L	≤0.010	≤0.010	≤0.010	≤0.010	0,017	≤0.010	≤0.010	≤0.010	0,011
Zn	mg/L	0,01	0,62	0,68	0,63	0,53	0,57	0,56	0,54	0,53

Tabelle A-10b: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 2, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg								
		0,25	0,29	0,34	0,39	0,44	0,50	0,56	0,61	0,66
Cd	mg/kg	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0003	0,0003	≤0.0003	0,0004	0,0003	≤0.0003	≤0.0003
Cr	mg/kg	≤0.0003	0,0003	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0003	0,0003	0,0006	0,0011	0,0004
Cu	mg/kg	0,00027	0,0035	0,0028	0,0020	0,0017	0,0015	0,0013	0,0013	0,0024
Ni	mg/kg	≤0.0003	0,019	0,0025	0,0072	0,0057	0,0058	0,0058	0,0054	0,00070
Pb	mg/kg	≤0.0013	≤0.001	≤0.001	≤0.001	0,002	≤0.001	≤0.001	≤0.001	0,001
Zn	mg/kg	0,0012	0,083	0,091	0,084	0,070	0,075	0,074	0,072	0,070

Tabelle A-11a,b: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 2, Versuch 2 auf das Eluat bzw. den Feststoff bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg	
		0,25	0,37
Cd	mg/L	≤0.002	≤0.002
Cr	mg/L	≤0.002	≤0.002
Cu	mg/L	0,0031	0,0041
Ni	mg/L	0,029	0,019
Pb	mg/L	0,065	≤0.01
Zn	mg/L	0,093	0,112

Analyt	c	V/m in L/kg	
		0,25	0,37
Cd	mg/kg	≤0.0003	≤0.0003
Cr	mg/kg	≤0.0003	≤0.0003
Cu	mg/kg	0,0004	0,0006
Ni	mg/kg	0,0040	0,0025
Pb	mg/kg	0,009	≤0.001
Zn	mg/kg	0,013	0,015

Tabelle A-12a: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 3, Versuch 1 auf das Eluat bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg									
		0,31	0,37	0,42	0,47	0,53	0,58	0,63	0,68	0,74	0,79
Cd	mg/L	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	0,005	0,0025	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002
Cr	mg/L	0,064	0,092	0,073	0,082	0,14	0,11	0,092	0,064	0,055	0,047
Cu	mg/L	0,42	0,48	0,27	0,12	0,089	0,046	0,031	0,021	0,017	0,089
Ni	mg/L	≤0,002	0,006	≤0,002	≤0,002	0,031	0,025	0,022	0,021	0,023	0,035
Pb	mg/L	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01
Zn	mg/L	0,21	0,22	0,14	0,082	0,047	0,038	0,028	0,020	0,016	0,028

Tabelle A-12b: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 3, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg									
		0,31	0,37	0,42	0,47	0,53	0,58	0,63	0,68	0,74	0,79
Cd	mg/kg	≤0,0004	≤0,0004	≤0,0004	≤0,0004	0,0010	0,0005	≤0,0004	≤0,0004	≤0,0004	≤0,0004
Cr	mg/kg	0,012	0,017	0,014	0,016	0,026	0,022	0,017	0,012	0,010	0,0090
Cu	mg/kg	0,080	0,092	0,052	0,023	0,017	0,0087	0,0059	0,0040	0,0032	0,017
Ni	mg/kg	≤0,0004	0,0011	≤0,0004	≤0,0004	0,0059	0,0048	0,0042	0,0041	0,0044	0,0066
Pb	mg/kg	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002
Zn	mg/kg	0,039	0,042	0,027	0,016	0,0089	0,0072	0,0053	0,0039	0,0030	0,0053

Tabelle A-13a,b: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 3, Versuch 2 (Ü - Überstand, g - gemischt) auf das Eluat bzw. den Feststoff bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg			
		Ü	g	Ü	g
		0,37	0,37	0,50	0,50
Cd	mg/L	0,003	0,004	≤0,002	≤0,002
Cr	mg/L	0,11	0,17	0,059	0,071
Cu	mg/L	0,45	0,47	0,13	0,14
Ni	mg/L	0,10	0,12	0,093	0,054
Pb	mg/L	0,18	0,069	0,075	0,023
Zn	mg/L	0,47	0,42	0,18	0,16

Analyt	c	V/m in L/kg			
		Ü	g	Ü	g
		0,37	0,37	0,50	0,50
Cd	mg/kg	0,0006	0,0009	≤0,0005	≤0,0005
Cr	mg/kg	0,026	0,040	0,014	0,017
Cu	mg/kg	0,11	0,11	0,031	0,033
Ni	mg/kg	0,023	0,028	0,022	0,013
Pb	mg/kg	0,041	0,016	0,018	0,0054
Zn	mg/kg	0,11	0,099	0,043	0,037

Tabelle A-14a: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 4, Versuch 1 auf das Eluat bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg									
		0,29	0,34	0,39	0,44	0,49	0,54	0,58	0,63	0,68	0,72
Cd	mg/L	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	0,005	≤0,002	≤0,002	0,0031	≤0,002	0,0021
Cr	mg/L	0,029	0,029	0,033	0,021	0,024	0,012	0,01	0,04	0,0085	0,01
Cu	mg/L	0,14	0,13	0,091	0,12	0,20	0,21	0,24	0,59	0,34	0,74
Ni	mg/L	0,054	0,049	0,074	0,052	0,092	0,08	0,08	0,16	0,08	0,09
Pb	mg/L	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01	≤0,01	0,03	0,02	0,11	0,043	0,11
Zn	mg/L	0,055	0,061	0,028	0,02	≤0,005	0,026	0,031	0,19	0,04	0,06

Tabelle A-14b: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 4, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg									
		0,29	0,34	0,39	0,44	0,49	0,54	0,58	0,63	0,68	0,72
Cd	mg/kg	≤0,0004	≤0,0004	≤0,0004	≤0,0004	0,0009	≤0,0004	≤0,0004	0,0006	≤0,0004	0,0004
Cr	mg/kg	0,0051	0,0051	0,0059	0,0037	0,0043	0,0021	0,0018	0,0064	0,0015	0,0025
Cu	mg/kg	0,024	0,023	0,016	0,021	0,036	0,038	0,043	0,105	0,060	0,131
Ni	mg/kg	0,0096	0,0087	0,013	0,0092	0,016	0,014	0,015	0,028	0,013	0,016
Pb	mg/kg	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002	0,005	0,004	0,019	0,008	0,019
Zn	mg/kg	0,0098	0,0108	0,0050	0,0036	≤0,0009	0,0047	0,0056	0,034	0,0063	0,0098

Tabelle A-15a,b: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 4, Versuch 2 (Ü - Überstand, g - gemischt) auf das Eluat bzw. den Feststoff bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg			
		Ü	g	Ü	g
		0,31	0,31	0,43	0,43
Cd	mg/L	≤0,002	≤0,002	≤0,002	≤0,002
Cr	mg/L	0,069	0,063	0,032	0,027
Cu	mg/L	2,01	2,03	0,30	0,29
Ni	mg/L	0,32	0,26	0,16	0,12
Pb	mg/L	0,18	0,074	0,077	0,036
Zn	mg/L	0,057	0,051	0,032	0,021

Analyt	c	V/m in L/kg			
		Ü	g	Ü	g
		0,31	0,31	0,43	0,43
Cd	mg/kg	≤0,0004	≤0,0004	≤0,0004	≤0,0004
Cr	mg/kg	0,013	0,012	0,0060	0,0050
Cu	mg/kg	0,37	0,38	0,057	0,054
Ni	mg/kg	0,059	0,049	0,029	0,022
Pb	mg/kg	0,034	0,014	0,014	0,0067
Zn	mg/kg	0,011	0,0095	0,0060	0,0039

Tabelle A-16a: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 5, Versuch 1 auf das Eluat bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg				
		3.4	5.0	6.6	8.1	9.4
Cd	mg/L	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002
Cr	mg/L	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002
Cu	mg/L	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002
Ni	mg/L	0,014	≤0.002	≤0.002	≤0.002	0,0045
Pb	mg/L	≤0.01	≤0.01	≤0.01	≤0.01	≤0.01
Zn	mg/L	0,034	0,020	0,022	0,036	0,032

Tabelle A-16b: Schwermetall-Konzentrationen aus Umlaufsäulenversuchen Probe 5, Versuch 1 auf den Feststoff bezogen

Analyt	c	V/m in L/kg				
		3.4	5.0	6.6	8.1	9.4
Cd	mg/kg	≤0.003	≤0.003	≤0.003	≤0.003	≤0.003
Cr	mg/kg	≤0.003	≤0.003	≤0.003	≤0.003	≤0.003
Cu	mg/kg	≤0.003	≤0.003	≤0.003	≤0.003	≤0.003
Ni	mg/kg	0,023	≤0.003	≤0.003	≤0.003	0,008
Pb	mg/kg	≤0.017	≤0.017	≤0.017	≤0.017	≤0.017
Zn	mg/kg	0,0579	0,0335	0,0373	0,0617	0,0540

Tabelle A-17: Leuchthemmung bei Bakterien (*Vibrio fischeri*)

Probe	Verdünnung	Original-pH	Test-pH	5 min	15 min	30 min
P1/pH _{stat} 4	unverdünnt	4.00	4.00	95%	99%	99%
			7.00	73%	96%	98%
P1W/pH _{stat} 4	unverdünnt	4.00	4.00	95%	98%	99%
			7.00	98%	97%	99%
P1/S4	unverdünnt	8.60	8.60	0%	-3%	-9%
P1W/S4	unverdünnt	8.60	8.60	4%	0%	13%
P1/pH _{stat} 11	unverdünnt	10.24	10.24	11%	5%	-1%
			7.00	12%	26%	19%
P1W/pH _{stat} 11	unverdünnt	10.26	10.26	11%	7%	0%
			7.00	16%	23%	23%
P2/pH _{stat} 4	unverdünnt	4.74	4.74	26%	20%	18%
			7.00	21%	22%	23%
P2W/pH _{stat} 4	unverdünnt	4.65	4.65	29%	23%	22%
			7.00	23%	24%	27%
P2/S4	unverdünnt	8.80	8.80	-10%	-14%	-18%
P2W/S4	unverdünnt	6.56	6.56	7%	2%	-4%
			7.00	11%	12%	14%
P2/pH _{stat} 11	unverdünnt	10.21	10.21	4%	-6%	-16%
			7.00	14%	16%	20%
P2W/pH _{stat} 11	unverdünnt	10.23	10.23	6%	-3%	-13%
			7.00	23%	27%	26%
P3/pH _{stat} 4	unverdünnt	4.13	4.00	55%	56%	58%
			7.00	33%	35%	37%
P3W/pH _{stat} 4	unverdünnt	3.99	4.00	28%	32%	37%
			7.00	29%	31%	34%
P3W/S4	unverdünnt	7.60	7.60	10%	8%	7%
P3/pH _{stat} 11	unverdünnt	10.38	10.38	25%	23%	21%
			7.00	38%	38%	48%
P3W/pH _{stat} 11	unverdünnt	10.38	10.38	21%	17%	15%
			7.00	13%	135	23%
P4/pH _{stat} 4	unverdünnt	4.02	4.00	49%	52%	57%
			7.00	31%	30%	33%
P4/S4	unverdünnt	9.26	7.00	31%	355	38%
			11.00	53%	56%	57%
P4/pH _{stat} 11	unverdünnt	10.09	10.09	32%	27%	24%
			7.00	13%	14%	18%
P4W/pH _{stat} 11	unverdünnt	10.48	10.48	32%	29%	25%
			7.00	24%	26%	nicht lesbar
P5/pH _{stat} 4	unverdünnt	4.00	4.00	24%	28%	33%
P5W/pH _{stat} 4	unverdünnt	4.00	4.00	-5%	-8%	-3%
			7.00	52%	60%	67%
P5/S4	unverdünnt	12.50	12.50	90%	99%	99%
P5W/S4	unverdünnt	12.50	12.50	85%	99%	100%

Tabelle A-18: Akuter Mortalitätstest mit Brachionus calyciflorus (Rotifera)

Probe	Verdünnung	Original-pH	Test-pH	Mortalität
P1/pHstat 11	unverdünnt	11,00	11,00	74,2%
P1W/pHstat 11	unverdünnt	11,00	11,00	86,7%
P2/pHstat 4	unverdünnt	4,00	4,00	100,0%
P2W/pHstat 4	unverdünnt	4,00	4,00	100,0%
P2W/S4	unverdünnt	8,50	8,50	36,7%
P2/pHstat 11	unverdünnt	11,00	11,00	44,8%
P2W/pHstat 11	unverdünnt	11,00	11,00	68,9%
P3/pHstat 4	unverdünnt	4,00	4,00	100%
			7,00	4%
P3/S4	unverdünnt	7,70	7,00	45%
P3/pHstat 11	unverdünnt	11,00	11,00	100,0%
P3W/pHstat 11	unverdünnt	11,00	11,00	100,0%
P4/pHstat 4	unverdünnt	4,00	4,00	100%
			7,00	0%
P4W/pHstat 4	unverdünnt	4,00	7,00	7%
P4/S4	unverdünnt	4,00	4,00	100%
			7,00	0%
P4W/S4	unverdünnt	10,00	7,00	0%
			10,00	7%
P4/pHstat 11	unverdünnt	11,00	11,00	100,0%
P4W/pHstat 11	unverdünnt	11,00	11,00	93,3%

Tabelle A-19: Toxizitätsprofil - Probe 1 (S4-Eluat)

Test-pH	Leuchthemmung 30 min, V. fischeri (%)	Rotifera akute Mortalität (%)	Urease Enzymhemmung (%)	Zytotoxizität, R1, NR-Test (% tote Zellen)
7,16	15±3	7±0,9	56±11	24±5
7,02	10±2	17±2,5	54±13	37±3

Sektion Chemische Ökotoxikologie
UFZ-Umweltforschungszentrum Leipzig-Halle GmbH
Permoserstraße 15
D-04318 Leipzig
Telefon 0341/235-2309
Telefax 0341/235-2401