

Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

Erfahrungen bei der Anwendung der DIN V-19735 und DIN V-19736 (Elutionsverfahren)

Markt(mögliche, übliche) Elutionsverfahren

- Lysimeterverfahren
- Schütteltest (DIN 38414 S4)
- Säulenversuche
- Trogeluat
- Eluatmethode nach LFU Bd. W.

Wasser ist Leben



Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

Einleitung

Der **Austrag** von Schadstoffen aus dem ungesättigten und gesättigten Bodenbereich spielt bei der Untersuchung und Beurteilung von Altlast-Verdachtsflächen, sowie anderen Bodenverunreinigungen eine große Rolle. Über die Notwendigkeit von Sanierungsmaßnahmen ist bei vielen Verdachtsflächen **der Wirkungspfad** des ungesättigten Bodenbereichs von maßgebender Bedeutung.

Wasser ist Leben

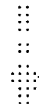
Vortrag:

Klaus Peter Sorg

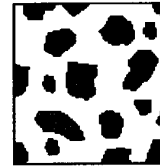
Chemisches Labor Dr. Vogt

Situationsbetrachtung

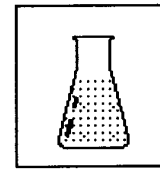
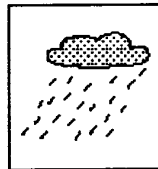
Altlast/Deponie/Boden



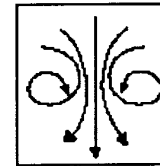
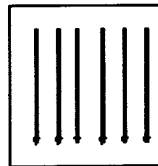
Der Feststoff
ist dicht gepackt



Wechselnde Phasen
von Auflösung
und Ausfällung



Die Bewegung
der Lösung
ist quasi-laminar



Schütteltest



Der Feststoff
ist suspendiert

Kontinuierliche
Lösung

Turbulente
Strömung

Abb. 1: Die physikalischen Bedingungen eines Schütteltests sind nahezu unveränderlich.

Wasser ist Leben



Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

Betrachtung der DIN V-19736

Zur Ableitung von Konzentrationen organischer Stoffe im Bodenwasser (z.B. Altlasten oder sonstigen schädlichen Bodenverunreinigungen) eignen sich wäßrige Eluate nach verschiedenen Verfahren (Schüttelversuche, Säulenversuche). Prinzipiell sind Säulen- und Lysimeterversuche anderen Verfahren zur Herstellung wäßriger Eluate vorzuziehen, da hierdurch die Verhältnisse unter Feldbedingungen modellhaft nachgebildet werden können.

Die natürlichen, physikalischen Randbedingungen lassen sich nur schwer oder gar nicht im Labormaßstab realisieren. Bereits bei Lysimeterversuchen, welche allerdings den realen Gegebenheiten sehr nahe kommen, ist das Ergebnis des Elutionsversuchs vom Größenverhältnis zwischen Boden- und Versuchskörper abhängig. Die begrenzten räumlichen Dimensionen der Versuchskörper führen zu sogenannten Randeffekten. Dies bedeutet, in der Kontaktzone zwischen Schüttung und dem Behälter weicht beispielsweise die Porosität des Materials von der Situation im Kern des Körpers ab.

Wasser ist Leben

Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

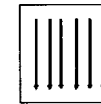
Säulenversuch



Der Feststoff ist dicht gepackt



Kontinuierliche Lösung in allen Bereichen???



Die Bewegung der Lösung quasi laminar

Abb. 2: Die physikalischen Bedingungen von Laborsäulenversuchen entfernen sich durch die kontinuierliche Durchströmung des Materials und die kurzen Untersuchungszeiträume von der realen Situation

Wasser ist Leben



Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

Schlagworte und Definitionen

Bodenwasser: Sickerwasser oder Grundwasser im unmittelbaren Kontakt mit dem kontaminierten Boden

Residuale Phase: Stoffe, die in eigener flüssiger oder pastös bis fester Phase vorliegen (z.B. Mineralöle, chlorierte Lösemittel, Transformatorenöle, Teeröle, bzw. Teer). Die residuale Phase kann nichtbenetzend, d.h. feinverteilt als Tröpfchen in den Poren vorliegen oder als benetzende Phase die Kernoberfläche beschichten.

Organische Stoffe:

- MKW (VK, Mitteldestillate, Schmieröle)
- PAK
- PCB
- Pflanzenschutzmittel
- BTEX-Aromaten
- Phenol
- Alkylphenole
- Chlorphenole
- Chlorbenzole
- LHKW

Probe in gestörter Lagerung: Probe, die dem Boden entnommen wird, ohne das Bodengefüge zu erhalten (Regelfall: Mischproben)

Probe in ungestörter Lagerung: Probe, die dem Boden mit einem Verfahren entnommen wird bei dem das Bodengefüge erhalten bleibt (Entnahme aus Schürfen mittels Stechzylinder oder Kernhülsen)

Die Säulenelution kann mit Proben in gestörter oder ungestörter Lagerung (Spezialzylinder oder- hülsen)durchgeführt werden. Im Vorfeld der Elution ist die Ausgasung leichtflüchtiger organischer Stoffe wie LHKW oder BTEX-Aromaten zu verhindern (Entnahme möglichst einer ungestörten Lagerung, gasdicht verschließen, kühl und dunkel ins Labor)

Wasser ist Leben



Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

Allgemeines

Zur Ableitung der Stoffgehalte im Bodenwasser wird eine Elution aus belastetem Bodenmaterial durchgeführt, welche den natürlichen Verhältnissen im Boden nahekommt. Die *exakte Nachbildung der natürlichen Lagerungs- und Strömungsverhältnisse im Boden ist in Laborversuchen nicht möglich* (dies betrifft vor allem den Sickerwassertransport in der ungesättigten Bodenzone).

Eine Durchströmung von schluffig-tonigem Bodenmaterial ist nicht vorgesehen - dies tritt auch unter natürlichen Bedingungen kaum auf. Die Bestimmung der Stoff-Freisetzungsraten aus aggregierten - und damit durchlässigen schluffig-tonigem Bodenmaterial ist mittels Säulenversuche möglich.

Zur praxisgerechten Bestimmung der Gehalte organischer Stoffe im Bodenwasser werden daher Säulenversuche eingesetzt, bei denen die Probe kontinuierlich mit reinem Wasser (Leitungswasser-entgast) durchströmt wird. Das Wasser nimmt Stoffe aus der Probe auf, die im Säuleneluat analysiert werden. Gleichgewichtsbedingungen werden dann erreicht, wenn sich die Stoffe während der Durchströmung relativ schnell im Wasser anreichern (z.B. durch Lösung der residualen Phase) - die Stoffkonzentration im Säuleneluat entspricht dann der Konzentration im Bodenwasser.

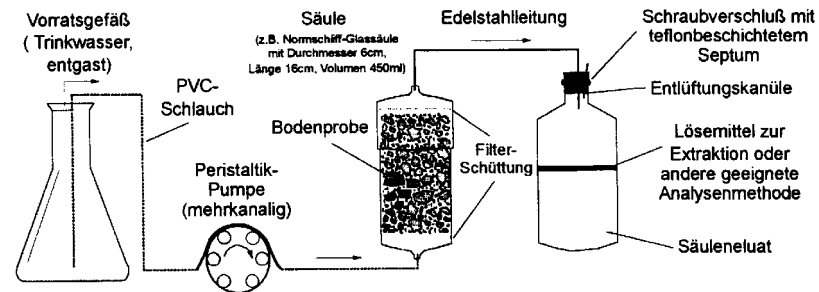
Wasser ist Leben

Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

Aufbau



Wasser ist Leben



Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

Wichtiges beim Säulenversuch

Vorbereitung für den Säulenversuch

- Entlüftetes dest. Wasser !? mit Na-Azid versetzt (zur Minimierung von Bioabbau)
Mindestbehältergröße 25- 30 l
- Achtung: Entnahmeschlauch des Vorratsbehälters muß bis auf den Boden reichen (Trockenlauf verhindern); Wichtig: "Verbrauchsmenge über Nacht" berechnen und ausreichend vorlegen
- Pumpenleistung einstellen (0,8ml/min.) mehrfach überprüfen während des gesamten Versuchs
- Auffanggefäß für kontaminiertes Wasser bereithalten
- Filtersandschichten nicht vergessen (Austrag, Trübung)

Wasser ist Leben

Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

Einbau der Bodenprobe

- **Trockener Einbau** (geeignet für Bodenproben belastet mit Phase leichter als Wasser, (z.B. Mineralöle))

Vorteil: organische Phase schwimmt beim Aufbau nicht oben auf

Nachteil: Es kann zu Lufteinschlüssen beim Einbau kommen

- **Nasser Einbau** (geeignet für Bodenproben belastet mit Phase schwerer als Wasser, (z.B. Teer, LHKW))

Vorteil: Lufteinschlüsse beim Einbau werden weitgehend verhindert

Nachteil: organische Phase schwimmt beim Aufbau oben auf

Mögliche auftretende Störungen beim Betrieb der Säule

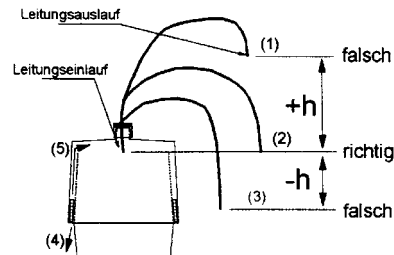


Abb. 3: Auslauf der Edelstahlleitung bzw. des Ableitungsschlauchs in verschiedenen Positionen (1), (2) und (3), die am Glasschliff ein mögliches Lecken der Säule (4) durch hydrostatischen Überdruck (+h) oder Lufttritt (5) durch hydrostatischen Unterdruck (-h) verursachen können.

Wasser ist Leben



Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt

Offene Fragen

Ansatz des Säulenversuches mit reinem Wasser oder destilliertem Wasser?

Fließgeschwindigkeit der Säulenelution variabel, definiert oder wie jede Untersuchungsstelle gerade will?

Gleichgewichtseinstellungsprüfung durch mehrere Ansätze unterschiedlicher Einwaage oder Mehrfach-Messung?

Kann die Formel bei Ungleichgewichtsbedingungen bedenkenlos verwendet werden? (Beispielrechnung)

Entsprechen Mischproben den tatsächlichen, natürlichen Gegebenheiten?

Wie kann die Ausgasung von leichtflüchtigen organischen Stoffen (LHKW, BTEX-Aromaten) während der Elution verhindert?

Wasser ist Leben



Fazit

Der Säulenversuch ist prinzipiell eine geeignete Methode zur Ermittlung der Sickerwasserkonzentration organischer Schadstoffe.

In der DIN V-19736 sind Ausführungen zum Aufbau und zur Auswertung von Säulenversuchen enthalten. Die Problematik der Erkennung von Gleichgewichts- bzw. Ungleichgewichtsbedingungen ist nicht konkretisiert. Es hat sich gezeigt, dass sich die Unterscheidung der Fallgestaltung in der Praxis oft schwierig gestaltet. In einigen Fällen konnte eine Zuordnung zu den beiden Fallgestaltungen erst nach zeitintensiven Versuchen (Ansatz mehrfacher Säulenversuche einer Probe, veränderte Flussraten) erfolgen. Dazu und zur Dauer der Säulenversuche fehlen bisher ausreichend konkrete Vorgaben für die Praxis. Es kann daher bei einer Einführung der Säulenversuche als Routine-Untersuchungsmethode nicht den Untersuchungsstellen im Einzelfall überlassen bleiben, die Auswertekriterien im Detail selbst festzulegen und danach auszuwerten (Stichworte: Richtigkeit der Analyse u. Kostendruck). Reproduzierbare Ergebnisse sind nur bei eindeutigen Verfahrensvorschriften zu erzielen.

Vergleicht man die DIN V-19736 mit der DIN 38414 S4 (LFU Empfehlung), so ist der Zeitaufwand für den Ansatz noch gleichzusetzen. Allerdings ist der weitere Zeitverlauf und Aufwand der Säulenelution durchaus größer als der Zeit- und Analysenaufwand der S4 Elution.

Im Einzelfall können die Säulenversuche bestimmt heute schon eingesetzt werden. Jedoch sollte die Anwendung im Routinebetrieb erst zum Einsatz kommen, wenn konkrete und belastbare Vorgaben definiert worden sind.

Solange halten wir die Empfehlung der LFU Bd. W. nach DIN 3414 S4 und anschließender Zentrifugation, sowie eventueller Filtration über Polycarbonatfilter, für die Ableitung von gerichtsverwertbaren Ergebnissen für sinnvoller.

Vortrag:

Klaus Peter Sorg

Chemisches Labor Dr. Vogt