

Freie Universität Berlin
Fachbereich Geowissenschaften

Inverser Säulenversuch
zur Beurteilung der Auswirkungen von
Bodeninjektionsmitteln
auf Boden und Grundwasser

-

Laborvergleichsuntersuchung und ökotoxikologische Bewertung
am Beispiel von Polyacrylaten/Acrylatgelinjektionen

Dissertation
zur Erlangung des akademischen Grades
Doctor rerum naturalium

Vorgelegt von
Dipl.-Geogr. Robert Rainer Wagner

2011

1. Gutachter: Professor Dr. mult. Dr. h. c. Konstantin Terytze
Freie Universität Berlin,
Fachbereich Geowissenschaften

2. Gutachter: Priv.-Doz. Dr. Georg-Joachim Tuschewitzki
Universität Bonn,
Institut für Hygiene und Öffentliche Gesundheit

Datum der Disputation: 08.07.2011

Erklärung:

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Dissertation selbstständig angefertigt und keine anderen als die von mir angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe. Ich erkläre weiterhin, dass die Dissertation bisher nicht in dieser oder anderer Form in einem anderen Prüfungsverfahren vorgelegen hat.

Berlin, den 04.03.2011

Dipl.-Geogr. Robert Wagner

DANKSAGUNG

Hiermit möchte ich mich bei den Personen bedanken, die zum Entstehen dieser Arbeit beigetragen haben, insbesondere bei

Herrn Prof. Dr. mult. Dr. h. c. Konstantin Terytze (Freie Universität Berlin) für die Betreuung dieser Dissertation sowie seinen fachlichen und stets motivierenden Beistand;

Herrn Priv.-Doz. Dr. Georg-Joachim Tuschewitzki (Universität Bonn) für die freundliche Annahme und Begutachtung der Dissertation;

Frau Michaela Dumm (Freie Universität Berlin) für ihre unermüdliche Diskussionsbereitschaft sowie die guten fachlichen Anregungen und die Hilfe bei der technischen Umsetzung sowie Herrn Dipl.-Geogr. René Schatten und Frau Dr. Ines Vogel für ihren Einsatz;

Frau Maike Mai (Technische Universität Berlin) und Herrn Dr. Andreas Koch (Hygieneinstitut Gelsenkirchen) für ihre immerwährende Gesprächsbereitschaft;

Frau Dr. Angela Pawel (Deutsches Institut für Bautechnik), Frau Dr. Kerstin Hund-Rinke (Fraunhofer-Institut für Molekularbiologie und Angewandte Oekologie) und Frau Dr. Ute Hornig (MFPA Leipzig) für ihre freundliche Unterstützung;

meinen Kolleginnen und Kollegen im Fachbereich Geowissenschaften, der AG Organische Umweltgeochemie sowie allen, die mir mit Rat und Tat geholfen haben, für ihren Zuspruch und ihrer Bereitschaft zum Meinungsaustausch.

Ganz besonderer Dank gilt meiner Frau Monika Sennekamp-Wagner, die mir während des Entstehens dieser Arbeit den Rücken frei gehalten hat, geduldig ertragen und ausdauernd unterstützt hat.

Ich widme diese Arbeit meiner Familie.

Kurzzusammenfassung

Kenntnisse über das Auslaugverhalten von Bauprodukten sind für die objektive Bewertung eines möglichen Gefährdungspotenzials mobilisierbarer umweltrelevanter Stoffe erforderlich. Aus diesem Grund sind praxisnahe Eluatherstellungen vorgesehen.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser - Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung – mit Hilfe der Durchführung einer Laborvergleichsuntersuchung auf ihre Qualität hin zu überprüfen und weiter zu entwickeln. Darüber hinaus sollte der Einfluss der Verwendung von deionisiertem Wasser auf die Freisetzung von mobilisierbaren Inhaltsstoffen untersucht werden.

Um die Vergleichbarkeit des Elutionsverfahrens zu prüfen, wurde deshalb eine Vergleichsuntersuchung mit 3 Laboren organisiert und durchgeführt.

Die ermittelten Vergleichsvariationskoeffizienten ergaben gute Reproduzierbarkeiten für die untersuchten Parameter, mit Vergleichsvariationskoeffizienten ≤ 25 %. Als wichtige Einflussfaktoren auf die Vergleichbarkeit des Verfahrens konnten die Form der gebildeten Probekörper und die unterschiedlichen Leitfähigkeiten der Elutionsmittel (Trinkwässer) identifiziert werden.

In den Untersuchungen zur Auswirkung von Polyacrylaten auf Böden und Grundwasser zeigte das hier untersuchte Polyacrylat einen eng begrenzten Austrag an Inhaltsstoffen, der bereits nach weniger als 24 h das Niveau des Ausgangswertes wieder erreichte. In den durchgeführten terrestrischen und aquatischen Tests traten geringe Beeinträchtigungen auf. Die freigesetzten Inhaltsstoffe sind leicht biologisch abbaubar, so dass davon ausgegangen werden kann, dass keine langfristige Beeinträchtigung vorliegt.

Die Versuche mit deionisiertem Wasser zeigten im Vergleich zu den Trinkwasserelutionen eine wesentlich höhere Freisetzung an. Im Durchschnitt lag diese bei über 200 %.

Die durch das deionisierte Wasser hervorgerufenen Unterschiede im Vergleich zur Kontrolle wirkten sich auch auf die ökotoxikologischen Untersuchungsergebnisse aus.

Abstract

Knowledge of the leaching behaviour of construction materials is necessary for the assessment of environmentally hazardous substances. For this reason leaching tests are intended.

The objective of the thesis was the testing of the inverse elution method (Percolation method) in a laboratory comparison test for creating the basis of standardisation of the elution procedure. Furthermore the impact of demineralised water on the release of mobilizable substances should be examined.

The comparison analysis regarding the standardisation of the inverse column elution was performed in three laboratories. The results of the laboratory comparison test showed acceptable reproducibility of the parameters for polyacrylate (injection) and cement glue (installation), with variation coefficients beyond 25 %. The form of the created construction samples and the different conductivities of eluents (drinking waters) were identified for having the most important influence on the comparability of the procedures.

The investigations concerning the assessment of impacts of polyacrylate on soils and groundwater resulted in a closely limited discharge reaching the level of the initial value after less than 24 h again.

Ecotoxicological tests mostly showed a low adverse effect. Only alga test indicated a high risk potential. But since the substances are easy degradable a long term impact is not expected.

The leaching tests with demineralised water indicated a substantially higher release compared to the elution with drinking water of more than 200%.

The higher release rates resulted in higher effects on ecotoxicological tests, too.

Inhaltsverzeichnis	I - III
Abbildungsverzeichnis	IV - VII
Tabellenverzeichnis	VII - X
Abkürzungsverzeichnis	XI - XII
Formelverzeichnis	XIII
1 Einleitung und Zielstellung	1
1.1 Problemstellung	2
1.2 Zielstellung	3
2 Stand der Forschung	4
2.1 Bodeninjektionsmittel	4
2.1.1 Anwendung und Einsatzgebiete	4
2.1.2 Injektionsmittelarten	6
2.1.2.1 Zemente	7
2.1.2.2 Silikatgele	7
2.1.2.3 Acrylate	8
2.1.2.4 Polyurethan	9
2.1.2.5 Epoxidharze (kalthärtend)	10
2.1.3 Umweltverträglichkeit	11
2.2 Bewertung von Bauprodukten	15
2.3 Elutionsverfahren zur Abschätzung des Freisetzungsverhaltens von Bauprodukten	19
2.3.1 Überblick	19
2.3.2 Säulenversuch mit inverser Fließrichtung	23
2.3.2.1 Entwicklung des Säulenversuchs mit inverser Fließrichtung	23
2.3.2.2 Aufbau Säulenanlage	24
2.3.2.3 Funktionsweise und Durchführung	25
3 Laborvergleichstest	27
3.1 Vorbereitung und Planung	27
3.2 Durchführung	29
3.2.1 Säulenvorbereitung	29
3.2.2 Windkesselanlage	30
3.2.3 Injektion/Einbau der Bauprodukte	32
3.2.4 Probennahme und Versuchsende	33
3.3 Datenauswertung	34
3.4 Ergebnisse	35
3.4.1 Rohdaten	35
3.4.2 Versuchsbedingungen	37
3.4.3 Probekörper	37
3.4.4 Vergleich (Verfahrenskenndaten)	40

3.4.4.1 Zusammenfassung Verfahrenskenndaten inverser Säulenversuch	42
3.4.4.2 Referenzlösung	44
3.4.4.3 Einflüsse	45
3.5 Zusammenfassung Vergleichsuntersuchung	46
4 Auswirkungen von Acrylatgelinjektionen auf Boden und Grundwasser	47
4.1 Freisetzungsmechanismen	47
4.2 Bestimmung des Freisetzungsverhaltens und der Auswirkungen auf Boden und Grundwasser	50
4.2.1 Charakterisierung des verwendeten Polyacrylates	51
4.2.2 Eluatherstellung, Charakterisierung und biologische Testverfahren	52
4.2.2.1 Eluatherstellung	52
4.2.2.2 Charakterisierung	53
4.2.2.3 Biologische Testverfahren	54
4.2.3 Ergebnisse	59
4.2.3.1 Eluatcharakterisierung (Parameter)	59
4.2.3.2 Mischproben	66
4.2.3.3 Aquatische Ökotoxtests	68
4.2.3.4 Terrestrische Ökotoxtests	70
4.2.3.5 Abbaubarkeit	75
4.2.3.6 NMR-Untersuchungen	77
4.3 Bewertung der Auswirkungen von Polyacrylaten auf Boden und Grundwasser	78
4.3.1 PAC 1 und PAC 2	78
4.3.2 Vergleich mit weiteren Polyacrylatelutionen	81
5 Einfluss von deionisiertem Wasser auf das Freisetzungsvverhalten von Bauprodukten im inversen Säulenversuch	86
5.1 Freisetzungsvverhalten in Äabhängigkeit der Ionenstärke der Bodenlösung/ Elutionsmittels	86
5.2 Versuchsansätze und durchgeführte Untersuchungen	88
5.3 Ergebnisse	90
5.3.1 Verwendeter Sand	90
5.3.2 Gebildete Probekörper	91
5.3.3 Eluatcharakterisierung	93
5.3.4 Ökotoxizitätstests	101
5.3.4.1 Aquatische Ökotoxizität	102
5.3.4.2 Terrestrische Ökotoxizität	103
5.4 Zusammenfassung	104

6	Weiterentwicklung und Normierung der inversen Säulenelution	106
6.1	Verfahrens Anpassung	106
6.1.1	Säulensand, Sandfüllung und Säulenspülung	106
6.1.2	Elutionsmittel und –dauer	110
6.1.3	Einbau, Injektion und die Bildung gleichförmiger Prüfkörper	111
6.1.4	Charakterisierung der erhaltenen Injektionskörper	113
6.1.5	Mischproben für biologische Tests	115
6.1.6	Berechnung der Freisetzung	116
6.1.7	Prüfbericht	121
6.1.8	Verfahrenskenndaten	122
6.2	Zulassung von Bodeninjektionsstoffen	122
6.2.1	Bedeutung für die Grundsätze	122
6.2.2	Der inverse Säulenversuch als Prognoseinstrument	123
6.2.3	Anforderung an die Zulassung	124
6.2.4	Normierungsbestrebungen	127
7	Zusammenfassung	128
8	Literaturverzeichnis	133
9	Glossar	140
10	Anhang	143

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Anwendungsbereiche von Bodeninjektionsmitteln in Abhängigkeit zur Korngröße	5
Abbildung 2: Flächige Abdichtung eines Bauwerkes durch sich überlagernde Einzelinjektionen	6
Abbildung 3: Übersicht über die Gruppe der Bodeninjektionsmittel	6
Abbildung 4: Freisetzung von löslichen Bestandteilen aus einer Zementsteinmatrix	11
Abbildung 5: Zeitlicher Verlauf der Grundwasserbeeinflussung durch ein Wasserglassystem	12
Abbildung 6: Verschiedene Bauweisen und Ort der Einhaltung der Geringfügigkeitsschwellen	15
Abbildung 7: Ablaufschema zur Bewertung von Bauprodukten hinsichtlich Boden- und Grundwasser	17
Abbildung 8: Säulenaufbau – Säule mit umgekehrter Fließrichtung	23
Abbildung 9: Windkesselanlage (WKA)	31
Abbildung 10: Sandsäule und Windkesselanlage	32
Abbildung 11: Kurvenverlauf TOC und ermittelte Boxplots des Polyacrylats	36
Abbildung 12: Zementleimkörper der VU	37
Abbildung 13: Polyacrylatkörper der VU	38
Abbildung 14: Variationskoeffizienten CVR [%] der VU Polyacrylat (1) und der VU Zementleim (2)	41
Abbildung 15: Struktur vernetzter Polymere im ungespannten und gespannten Zustand	48
Abbildung 16: Schematische Darstellung eines injizierten Acrylates mit vom Grundwasser durchströmtem Oberflächenbereich	48
Abbildung 17: Grundreaktion von Acrylatmonomeren unter Einfluss eines Radikals zu polymerisiertem Acrylat	51
Abbildung 18: Vorgehensweise zur Vereinigung der einzelnen Fraktionen zu Mischproben der Maximal- und Abklingphase	55
Abbildung 19: Atmungskurve eines unbelasteten Bodens	57
Abbildung 20: DOC-Verlauf der Eluatfraktionen (links) und der DOC Austrag über die Versuchszeit (oben) von PAC 1	59

Abbildung 21: Kumulierte freigesetzte organische Verbindungen (DOC) innerhalb der Elutionsdauer von 91 Stunden aus PAC 1	60
Abbildung 22: elektr. Leitfähigkeiten der gesammelten Fraktionen zu PAC 1	61
Abbildung 23: gebildete Baukörper im PAC 1 Versuch, links Säule A, mitte Säule B und rechts	62
Abbildung 24: TOC-Verlauf der Eluatfraktionen (links) und der TOC Austrag über die Versuchszeit (oben) von PAC 2	63
Abbildung 25: Kumulierte, freigesetzte organische Verbindungen (TOC) innerhalb der Elutionsdauer von 69 Stunden aus PAC 2	63
Abbildung 26: elektr. Leitfähigkeiten der gesammelten Fraktionen zu PAC 2	64
Abbildung 27: Gebildete Baukörper im PAC 2 Versuch	65
Abbildung 28: Potenzielle Nitrifikation von LUFA 2.3 eine und zwölf Wochen nach Behandlung mit Eluat PAC 1	71
Abbildung 29: Bodenatmungskurven des Testbodens Lufa 2.3 eine Woche nach Behandlung mit den Mischfraktionen von PAC 1	71
Abbildung 30: Bodenatmungskurven des Testbodens Lufa 2.3 zwölf Wochen nach Behandlung mit den Mischfraktionen von PAC 1	72
Abbildung 31: Wirkungen von PAC 1 auf die Bodenatmung (Parameter CR) nach ein- und zwölfwöchiger Inkubation	72
Abbildung 32: Potenzielle Nitrifikation von LUFA 2.3 eine und zwölf Wochen nach Behandlung mit Eluat PAC 2 und einer Positivkontrolle (Cu)	73
Abbildung 33: Bodenatmungskurven des Testbodens Lufa 2.3 eine Woche nach Behandlung mit den Mischfraktionen von PAC 2 und einer Positivkontrolle (Cu)	74
Abbildung 34: Bodenatmungskurven des Testbodens Lufa 2.3 eine Woche nach Behandlung mit den Mischfraktionen von PAC 2 und einer Positivkontrolle (Cu)	74
Abbildung 35: Wirkungen von PAC 2 und der Positivkontrolle (Cu) auf die Bodenatmung (Parameter CR) nach ein- und zwölfwöchiger Inkubation	75
Abbildung 36: Wiederfindungsrate organischer Inhaltsstoffe (bezogen auf DOC) von PAC 1 und 2 sowie des Referenzansatzes und der Toxizitätskontrollen im OECD-Screening-Test	76
Abbildung 37: TOC-Verläufe dreier im Säulenversuch eluierter Acrylate	81

Abbildung 38: TOC-Verläufe zweier im Säulenversuch eluierter Acrylate, PAC I mit unterschiedlichen Einbauverfahren	82
Abbildung 39: Verlauf einer Acrylatinjektion aus früheren Untersuchungen	83
Abbildung 40: Austauschprinzip von Ca^{2+} aus einer CaCl -Lösung gegen andere Kationen	87
Abbildung 41: Ausbildung einer Schichtung und auftretende Holzkohlepartikel im verwendeten Säulensand aus dem Baumarkt im oberen Teil der Säule.	90
Abbildung 42: Aufgetretene Trübung in den Versuchsansätzen	91
Abbildung 43: links oben: eingefülltes Bauprodukt in die vorbereitete Sandsäule, rechts oben: gebildeter, halb ausgebauter Probekörper, links unten: Aufsicht auf ausgebauten und gereinigtem Probekörper, rechts unten: seitliche Ansicht auf Probekörper	92
Abbildung 44: Elutionsansätze und deren kumulierte TOC-Freisetzung in Abhängigkeit zum Volumen des gebildeten Probekörpers (a), zur Masse des gebildeten Probekörpers (b)	93
Abbildung 45: pH-Werte der Eluatfraktionen (Balkendarstellung) und Mittelwerte (Fraktion 1 - 12 gleich 0 – 6 Stunden nach Einbau des Polyacrylates, Fraktion 13 – 14 gleich 2 – 3 Tag)	95
Abbildung 46: Verlauf der pH-Wert Änderung der Eluatfraktionen im Vergleich zum pH-Wert des Elutions-wassers (EW)	96
Abbildung 47: Verlauf der elektr. Leitfähigkeit der Eluatfraktionen PAC T, PAC D0 und PAC DM	96
Abbildung 48: Verlauf der Leitfähigkeit (MW der Ansätze) in den ersten 6 Stunden nach Einbau des Polyacrylates und Zunahme (in %) der Leitfähigkeit in den Ansätzen mit deionisiertem Wasser im Vergleich zur Elution mit Trinkwasser (Balkendarstellung)	98
Abbildung 49: Verlauf der freigesetzten organischen Inhaltsstoffe (TOC) der Eluatfraktionen PAC T, PAC D0 und PAC DM	98
Abbildung 50: Verlauf des TOC (MW der Ansätze) in den 15 Eluatfraktionen und Zunahme (in %) des TOC in den Ansätzen mit deionisiertem Wasser und der CaCl_2 -Lsg. im Vergleich zur Elution mit Trinkwasser (Balkendarstellung)	99
Abbildung 51: links: Verlauf der kumulierten TOC Freisetzung (MW), rechts: gesamte kumulierte TOC-Freisetzung mit Standartabweichung	101

Abbildung 52: Hemmung der potenziellen Nitrifikation durch die Eluate der Maximalphasen von PAC T, PAC D0 und PAC DM	103
Abbildung 53: Abhängigkeit der Oberfläche des Injektionskörpers von der Porosität des Sandes	108
Abbildung 54: Vergleich zweier Sande bei der Elution von Polyacrylat mit Trinkwasser	109
Abbildung 55: Unterschiedliche Ausprägung der Probekörper in Abhängigkeit zur Viskosität des eingefüllten Bauproduktes, a) Zementleim und b) Polyacrylat	111
Abbildung 56: Entstandene Injektionskörper der Vergleichsuntersuchung. Die Oberfläche des unförmigen Injektionskörpers wurde mittels Aluminiumfolie bestimmt. Die Werte (oben) zeigen eine deutliche Differenz zwischen rund und unförmig.	114
Abbildung 57: Ausschnitte von Oberflächen zweier Injektionskörper (nach Ausbau, gewaschen)	116
Abbildung 58: Berechneter Konzentrationsverlauf im Bereich der nichtkontinuierlichen Probenahme	119
Abbildung 59: Feucht– Trockenwechsel und einhergehende Masseänderung von Acrylatgelen	126

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Zuordnung Einbau und empfohlene Prüfverfahren	19
Tabelle 2: Überblick über verwendete Elutionsverfahren zur Beurteilung der Wirkung von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser	21
Tabelle 3: Verfahren zur Bestimmung der allgemeinen Parameter und des TOC	33
Tabelle 4: Prüfkörper Zementleim	38
Tabelle 5: Prüfkörper Polyacrylat	39
Tabelle 6: Standardabweichung in Prozent der Volumina der gebildeten Baukörper	40
Tabelle 7: Verfahrenskenndaten Vergleichsuntersuchung inverser Säulenversuch – Polyacrylat	42
Tabelle 8: Verfahrenskenndaten Vergleichsuntersuchung inverser Säulenversuch – Zementleim	43
Tabelle 9: Parameter Referenzlösung	44
Tabelle 10: Standardabweichungen Parameter Referenzlösung	44
Tabelle 11: Anmischmengen der Teilkomponenten des Polyacrylats (PAC 1)	52
Tabelle 12: Anmischmengen der Teilkomponenten des Polyacrylats (PAC 2)	53
Tabelle 13: Kurzcharakterisierung des Referenzbodens LUFA 2.3	56
Tabelle 14: Gewicht und Volumen der gebildeten Probekörper sowie eluierte organische Verbindungen in 91 h Elutionsdauer – PAC 1	61
Tabelle 15: Gewicht und Volumen der gebildeten Probekörper sowie eluierte organische Verbindungen in 69 h Elutionsdauer - PAC 2	64
Tabelle 16: Parameter der Mischfraktionen – Polyacrylat (PAC 1)	66
Tabelle 17: Parameter der Mischfraktionen – PAC 2	66
Tabelle 18: Ergebnisse der Schwermetall- und Ionenanalyse mittels ICP-OES	67
Tabelle 19: Prozentuale Hemmwerte für jede Testkonzentration, Einzelwerte der Hemmung [%] im Leuchtbakterientest	68
Tabelle 20: Prozentuale Hemmwerte für jede Testkonzentration, Einzelwerte der Hemmung [%] im Algentest	68

Tabelle 21: Prozentuale Hemmwerte für jede Testkonzentration, Einzelwerte der Hemmung [%] im Algentest in der Wiederholung	69
Tabelle 22: Zusammenfassung ökotoxikologische Testergebnisse	70
Tabelle 23: Abbau organischer Inhaltsstoffe (DOC) von PAC 1 und 2 sowie des Referenzansatzes und der Toxizitätskontrollen im OECD-Screening-Test	76
Tabelle 24: Ergebnisse NMR-Untersuchungen an ausgewählten Eluaten	77
Tabelle 25: Berechnete organische Kohlenstoffgehalte	77
Tabelle 26: Eingesetzte Eluate und ihre DOC-Konzentration	78
Tabelle 27: Klassifikation der Eluate gemäß DIBt-Grundsätzen (2009) hinsichtlich ihrer Toxizität	79
Tabelle 28: DOC-Konzentration der eingesetzten Eluate und Hemmwirkung im Nitrifikationstest in % nach ein- und zwölfwöchiger Inkubation	80
Tabelle 29: Ökotoxikologische Testergebnisse von untersuchten Polyacrylateluaten aus der Maximalphase bzw. aus der Fraktion mit der höchsten TOC Konzentration	84
Tabelle 30: Eingesetzten Elutionswässer und deren Leitfähigkeiten bei 20°C	88
Tabelle 31: Anmischmengen der Teilkomponenten des Polyacrylats	89
Tabelle 32: Kennwerte des eingesetzten Säulensandes	90
Tabelle 33: Ergebnisse der Blindwertanalyse und der Elutionswässer (in Klammern)	91
Tabelle 34: Gewicht und Volumen der gebildeten Probekörper	92
Tabelle 35: Überblick über die Parameter TOC, elektr. Leitfähigkeit und pH-Wert in den Eluaten der Parallelen von PAC T, PAC D0 und PAC DM	94
Tabelle 36: Vergleich der durchschnittlichen Leitfähigkeiten und der Maximalwerte der Versuchsansätze	97
Tabelle 37: Vergleich der durchschnittlichen TOC-Konzentrationen und Maximalwerte der Versuchsansätze	99
Tabelle 38: Vergleich der kumulierten TOC Freisetzung über den gesamten Versuchszeitraum	100

Tabelle 39: Charakterisierte Mischproben der Maximalphasen von PAC T, PAC D0 und PAC DM	101
Tabelle 40: Aufgetretene Hemmwirkungen im Leuchtbakterienlumineszenztest	102
Tabelle 41: Aufgetretene Hemmwirkungen im Grünalgentest	102
Tabelle 42: Ergebnisse der Wirkung der Maximalphasen auf die Leistung der Nitrifikanten	103
Tabelle 43: Auswahl erhältlicher Quarzsande (nach Hasse, 2000)	107
Tabelle 44: Vergleich von glatter und faltiger Aluminiumfolie	114
Tabelle 45: Eluatmengen für ausgewählte ökotoxikologische Tests und Abbautest	115
Tabelle 46: Errechnete Freisetzung auf Grundlage unterschiedlicher Berechnungsmethoden	119
Tabelle 47: Berechneter Gesamt- TOC bei veränderlichen Pumpraten	120
Tabelle 48: Testkombination zur Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser (farblich hervorgehoben sind die Herstellerangaben und die resultierende Testkombination)	125

Abkürzungsverzeichnis

A, B, C	Bezeichnung der Säulen
AP	Abklingphase
BP	Bauprodukt
BW	Blindwert
C _{org} -Gehalt in %	organischer Kohlenstoff in %
C _R	Kumulative CO ₂ -Abgabe von Substratzugabe bis zum Zeitpunkt des Peakmaximums in der Kontrolle
CSB	Chemischer Sauerstoffbedarf
DEA	Diethanolamin
DIBt	Deutsches Institut für Bautechnik
DIN	Deutsches Institut für Normung
DOC	Dissolved Organic Carbon (Gelöster organischer Kohlenstoff)
EC ₅₀	Effektive Konzentration; Konzentration, bei der 50 % der Versuchsorganismen einen bestimmten Effekt zeigen
EN	Europäische Normen
EW	Elutionswasser
F36	Bezeichnung für Sand einer Charge aus dem Quarzwerk Frechen
Fh-IME	Fraunhofer-Institut für Molekularbiologie und Angewandte Oekologie
FMPA	Forschungs- und Materialprüfungsanstalt
FNU	Formazine Nephelometric Units (Kalibriereinheit gemäss der Norm ISO 7027 für Trübungsmessungen im Streulichtverfahren, basiert auf Formazin-Lösung)
Fr.	Fraktion
FU	Freie Universität Berlin
G _A	Verdünnungsstufe G einer Probe, in der das Wachstum der Algen um weniger als 20 % gehemmt wird
G _L	Verdünnungsstufe G einer Probe, in der die Lichtemission der Leuchtbakterien um weniger als 20 % gehemmt wird
G-Werte	Diejenige Verdünnungsstufe, die nicht mehr als 20 % Effekt hervorruft
IC ₅₀	mittlere inhibitorische Konzentration, ist die Konzentration eines Inhibitors, bei der eine halbmaximale Inhibition beobachtet wird
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (Optische Emissionsspektrometrie mittels induktiv gekoppeltem Plasma)
ISO	International Organization for Standardization
LUFA 2.3	Referenzboden
MP	Maximalphase
MPA	Materialprüfungsanstalt bzw. Materialprüfanstalt
MW	Mittelwert

n. a.	nicht auswertbar
n. b. b.	nicht bestimmbar
n. b.	nicht bestimmt
n. d.	nicht durchgeführt
n. U.	Nachuntersuchung
N. z. Schb.	Neigung zur Schaumbildung
NMR	Nuclear Magnetic Resonance (Kern(spin)resonanzspektroskopie oder NMR-Spektroskopie)
NO ₂ -N	Stickstoffanteil des Nitrits
OECD	Organization of Economic Cooperation and Development
PAC	Polyacrylat
PLFA	Phosphorlipidfettsäure(n)
PMMA	Polymethylmethacrylat
PTFE	Polytetrafluorethylen
PU	Polyurethan
PVC	Polyvinylchlorid
Q _R	Respiratorischer Aktivierungsquotient
R ²	Bestimmtheitsmaß
RefeSol 01-A	Referenzboden (Braunerde)
ST, STAW, STABW	Standardabweichung
TEA	Triethanolamin
TM	Trockenmasse
TOC	Total Organic Carbon (Gesamtgehalt an organischem Kohlenstoff)
TU	Technische Universität Berlin
VU	Vergleichsuntersuchung
WHK _{max}	maximale Wasserhaltekapazität
WKA	Windkesselanlage
ZL	Zementleim

Formelverzeichnis

Formelzeichen	Einheit	Bedeutung
c_{BW}	mg/l	Konzentration eines Stoffes x im Blindwert
c_i	mg/l	Konzentration eines Stoffes x in der Fraktion i
c_{i-1}	mg/l	Konzentration eines Stoffes x in der vorhergehenden Fraktion i-1
CV_R	%	Vergleichsvariationskoeffizient
CV_r	%	Wiederholvariationskoeffizient
$d\psi/dl$	-	Gefälle eines frei fließenden Grundwassers
F_i	mg	Freisetzung im Eluat der Fraktion i
F_{max}	mg /m ²	kumulative Freisetzung über die gesamte Elutionszeit bis Fraktion n bezogen auf eine Oberfläche
K_f -Wert	m/s	Durchlässigkeitsbeiwert
n	-	Anzahl der ausreißerfreien Einzelwerte
n_A	-	Anzahl der Ausreißerwerte
n_{AP}	-	Anteil der Ausreißer
O	m ²	Oberfläche des gebildeten Prüfkörpers
P	l/h	Pumprate
P_i	l/h	Pumprate in der Fraktion i
s_R	divers	Vergleichsstandardabweichung
s_r	divers	Wiederholstandardabweichung
t_P	h	Probenahmezeit der Fraktion i
v	m/d	Filtergeschwindigkeit
V_i	l	Eluatvolumen der Fraktion i
x	divers	Gesamtmittelwert
Δt_i	h	Zeitdauer des Elutionsschrittes bei Fraktion i in h ($t_i - t_{i-1}$)

1 Einleitung und Zielsetzung

Die Umweltverträglichkeit von Bauprodukten ist ein wichtiges Thema im vorsorgenden Boden- und Grundwasserschutz. Speziell im Bereich der Bauwerksabdichtung und -verfestigung können die Schutzgüter Boden und Grundwasser durch den Kontakt mit dem injizierten Bauprodukt (Injektionsmittel) nachhaltig beeinträchtigt werden.

Als Injektionsmittel kommen dabei u.a. wässrige und nichtwässrige Kunststofflösungen, Zementsuspensionen und Wasserglassysteme zum Einsatz. Insbesondere bei den Kunststoffsystemen kann je nach Fragestellung auf eine Vielzahl von Produktklassen (z.B. Polyurethan, Epoxidharz und Polyacrylat) mit unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen und dadurch erzielten unterschiedlichen Viskositäten und Reaktionsgeschwindigkeiten zurückgegriffen werden. Bestimmungsgemäß werden diese Produkte im Bereich von Boden und Grundwasser bei Bausohlabdichtungen oder zur Verpressung wasserführender Risse eingesetzt. Dabei kann die Abdichtung partiell oder flächenhaft erfolgen. Eine unmittelbare Kontrolle des Injektionserfolges ist dabei in der Regel nicht möglich (Hohmann, 2009; Rudolph und Hornig, 1999).

Um den Anforderungen des Wasserrechts und des Bodenschutzrechts zu genügen, sind derartige Produkte auf ihre Konformität zu überprüfen, da oft nicht unerhebliche Mengen bedenklicher anorganischer und organischer Stoffe aus den Produkten freigesetzt werden können und zu einer ungewollten Verlagerung in andere Bodenschichten oder in das Grundwasser führen.

Mit den Grundsätzen zur „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ des DIBt existiert eine Bewertungsgrundlage hinsichtlich der Besorgnis des Entstehens einer schädlichen Boden- und Grundwasserverunreinigung. Die Grundsätze sehen eine zweistufige Bewertung von Bauprodukten vor. Stufe 2 der Grundsätze beinhaltet die Ermittlung und Bewertung der mobilisierbaren Inhaltsstoffe von Bauprodukten (DIBt, 2009). Kenntnisse über das Auslaugverhalten von Bauprodukten sind für die objektive Bewertung eines möglichen Gefährdungspotenzials mobilisierbarer umweltrelevanter Stoffe erforderlich. Aus diesem Grund sind praxisnahe Eluat-herstellungen vorgesehen, mit dem Ziel, „Freisetzungsraten für die ökotoxikologisch relevanten Stoffe festzustellen“ (DIBt, 2009, S. 10).

1.1 Problemstellung

Für Bauprodukte zur Injektion in den Boden wird in den Grundsätzen zur „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ des DIBt der Säulenversuch mit inverser Fließrichtung genannt (DIBt, 2009). Für dieses Verfahren liegt eine Arbeitsanweisung des Hygieneinstituts Gelsenkirchen vor¹. Das Verfahren wurde 2003 am Hygieneinstitut unter der Projektleitung von Dr. Schössner erarbeitet. Als Ergebnis wurde ein standardisierter Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung entwickelt, der als Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten zur Bodeninjektion und Kanalsanierung auf Boden und Grundwasser dient. Dieses Verfahren ist unter den für die Bauproduktprüfung zuständigen Prüfanstalten anerkannt und wird von diesen zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser verwendet.

Bisher wurden jedoch keine Untersuchungen zur Vergleichbarkeit dieses Verfahrens durchgeführt. Da in der Arbeitsanweisung u.a. eine Elution mit Trinkwasser vorgesehen ist und es keine detaillierten Anweisungen zur Aufbereitung von evtl. getrübbten Eluaten existieren, ist es dringend erforderlich, die Vergleichbarkeit dieses Verfahrens zu belegen. Gerade die Verwendung von Trinkwasser beeinflusst das Auslaugverhalten der zu prüfenden Bauprodukte. Trinkwasser besitzt je nach Region unterschiedliche Zusammensetzungen und Konzentrationen an gelösten Mineralstoffen (Wasserhärte). Diese Unterschiede in der Qualität des Trinkwassers lassen es nur eingeschränkt als geeignetes Elutionsmittel für Laboruntersuchungen erscheinen, da man davon ausgehen muss, dass in den Laboren abweichende Ergebnisse erzielt werden und eine Vergleichbarkeit nur eingeschränkt vorliegt.

Bei der Entwicklung des Verfahrens wurde aus zwei Gründen Trinkwasser gewählt. Zum einen sollten die vorherrschenden Bedingungen bei der Injektion ins Grundwasser nachgebildet werden und zum anderen sollte Trinkwasser als Elutionsmittel die Praktikabilität des Säulenversuches im Labor steigern.

Eine Verwendung von deionisiertem Wasser zur Elution von Bauprodukten wird im Vergleich zu Trinkwasser eine erhöhte Konzentration an mobilisierten Inhaltsstoffen verursachen, die wahrscheinlich zu höheren Toxizitäten in ökotoxikologischen Tests führen und eine unter tatsächlichen Bedingungen nicht eintretende Gefahr signalisieren können.

Bei der Weiterentwicklung der Methode der inversen Säulenelution ist deshalb neben der Aufnahme der bisherigen Erfahrungen auch die Umstellung des Verfahrens auf deionisiertes Wasser² mit und ohne die Ionenstärke erhöhende Zusätze³ zu prüfen. Der Einfluss auf die weitere Bewertung nach den Grundsätzen zur „Bewertung der

¹ Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung – Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser. Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung des Hygieneinstituts Gelsenkirchen. Stand 09-2005

² Nach Qualität 3 mit einer maximalen Leitfähigkeit von 0,5 µS/cm nach DIN ISO 3696.

³ CaCl₂ mit verschiedenen Konzentrationen (z.B. 0,01 M)

Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ des DIBt, ist ebenfalls zu betrachten.

Um eine Vergleichbarkeit und Justiziabilität des Elutionsverfahrens zu gewährleisten, sind eine Vergleichsuntersuchung mit mehreren Laboren und die Vorbereitung eines Normierungsverfahrens erforderlich.

1.2 Zielstellung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, die Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser - Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung – weiter zu entwickeln und durch die Durchführung eines Laborvergleichstests die Qualität der aktuellen Methode zu überprüfen.

Dies soll anhand von zwei Injektionsmitteln (Zementleim und Polyacrylat) untersucht werden. Bei der Überarbeitung des Verfahrens soll neben der Praktikabilität vor allem die Vergleichbarkeit des Verfahrens im Vordergrund stehen. Dabei werden folgende Punkte berücksichtigt:

- Einfluss verschiedener Trinkwässer
- Einfluss von deionisiertem Wasser und einer CaCl_2 -Lösung auf das Freisetzungverhalten
- Verwendung einer unabhängigen Injektionsmethode (Windkesselanlage)
- Erfahrungen der Prüflaboratorien
- Zeitdauer des Elutionstests
- Charakterisierung der gebildeten Injektionskörper
- Berechnung der Freisetzungsraten

Das Auslaugverhalten von Bauprodukten und die Wirkung der erhaltenen Eluate auf aquatische und terrestrische Organismen spielt bei der Zulassung von Bauprodukten eine entscheidende Rolle. Ein weiteres Anliegen dieser Arbeit ist es deshalb, eine Aussage über den Einfluss der Verwendung von deionisiertem Wasser auf die Testergebnisse der ökotoxikologischen Untersuchungen und schließlich auf die Bewertung der Umweltverträglichkeit im Zulassungsverfahren zu liefern.

Die Ergebnisse sollen in die Vorbereitung eines Normierungsverfahrens für den Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser münden.

2 Stand der Forschung

2.1 Bodeninjektionsmittel

Materialien zum Einpressen (Injektion) in den Untergrund werden seit langer Zeit im klassischen Spezialbau verwendet. Beschaffenheit und Aufnahmefähigkeit des Untergrundes bestimmen dabei die Art des Injektionsmittels. In Abhängigkeit vom beabsichtigten Ergebnis - Abdichtung bzw. Verfestigung - und den Bodenverhältnissen nennt die DIN 4093 (09.1987):

- Zementpaste
- Mörtel
- Zementsuspension
- Tonzementsuspension
- Wasserglassysteme
- wässrige und nichtwässrige Kunststofflösungen.

Die Kunststoffsysteme weisen eine Vielzahl von speziellen Entwicklungen, die unterschiedliche Viskositäten und Reaktionsgeschwindigkeiten zeigen, auf. Dabei werden oft nicht unerhebliche Mengen anorganischer und organischer Produkte sowie anorganischer Produkte mit organischen Härtern oder Reaktanten eingesetzt (Kutzner, 1991).

2.1.1 Anwendung und Einsatzgebiete

Injektionen werden im Locker- und Festgestein vorgenommen. Ziel ist, vorkommende Hohlräume, Klüfte und Poren mit dem Injektionsmittel zu verschließen und damit den Untergrund abzudichten oder zu verfestigen. Die Einsatzgebiete liegen bei der Verfestigung des Baugrundes und der Abdichtung von Baugruben und Bauwerken.

Die angewendeten Injektionsverfahren werden unterschieden in bodenverdrängende Verfahren und das Porensystem des Bodens ausfüllende Verfahren (Brameshuber und Vollpracht, 2004). Zu letzteren Verfahren zählen die Auffüllinjektionen, die vorhandene Hohlräume, Klüfte und Poren ohne Veränderung ihrer Struktur mit Injektionsmittel füllen. Der dabei entstehende zusammenhängende Injektionskörper bewirkt sowohl eine Abdichtung als auch eine Verfestigung des Fest- und Lockergesteins.

Zu den strukturverändernden Verfahren zählen die Aufbrech- und Verdichtungsinjektionen. Diese verwandten Verfahren verändern den umgebenden Untergrund durch hydraulischen Druck oder durch Verdrängung von Lockergestein in unmittelbarer Nähe zur Injektionsquelle. Die Aufbrechinjektion dient der Abdichtung von Festgestein und der Verfestigung von Lockergestein. Die Verdichtungsinjektion wird zur Tragfähigkeitserhöhung des Locker-gesteins eingesetzt. Bei beiden Injektionsarten entstehen nicht zusammenhängende Injektionskörper (Kutzner, 1991).

Die Anwendung der verschiedenen zum Einsatz kommenden Bodeninjektionsmittel (vgl. Kap. 2.1.2) ist abhängig von der Durchlässigkeit und Injizierfähigkeit des Porensystems im Lockergestein und den Kluftweiten des Kluftsystems im Festgestein. In Abbildung 1 sind die Anwendungsbereiche von Bodeninjektionsmitteln im Lockergestein aufgeführt.

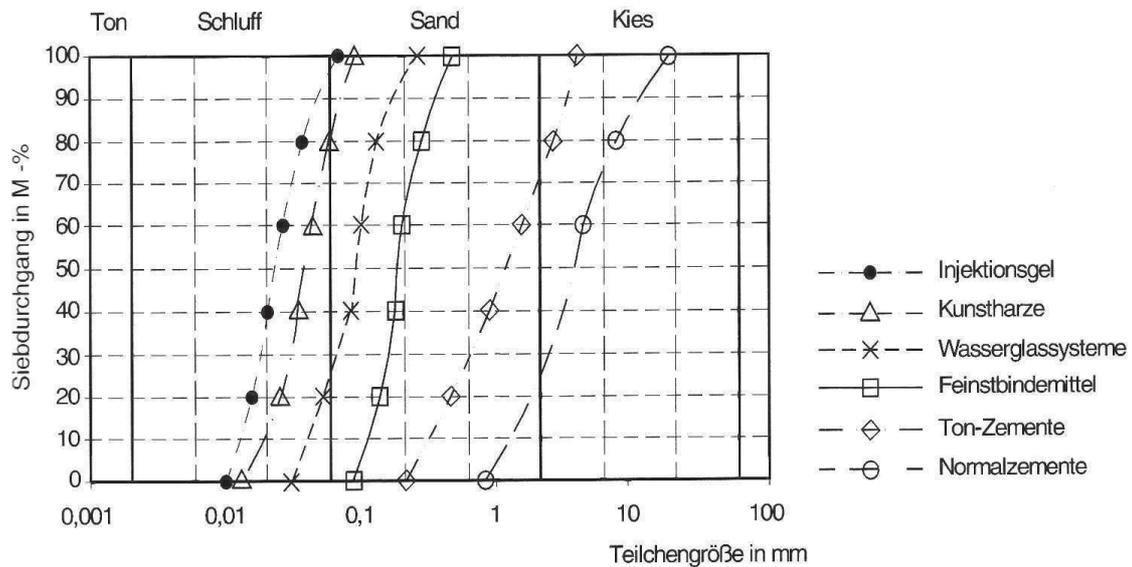


Abbildung 1: Anwendungsbereiche von Bodeninjektionsmitteln in Abhängigkeit zur Korngröße (Quelle: Stein et al., 1992)

Nachträgliche Bauwerksabdichtungen müssen vorgenommen werden, wenn durch Überbeanspruchung, Verschleiß sowie durch Herstellungs- und Verarbeitungsfehler Schäden auftreten, die das Eindringen von Grundwasser, Sickerwasser oder Feuchte durch anstehendes Wasser begünstigen. Bei enger städtischer Bebauung, bei Tiefgaragen oder bei Tunnelanlagen ist der geschädigte Bauwerksaußenbereich jedoch nicht mehr zugänglich. Da Innenabdichtungen nur selten erfolgreich angewendet werden (Haack et al., 2003), wird ein Injektionsverfahren eingesetzt, das Kunststoffe (Injektionsgele) von der Bauwerksinnenseite nach außen an die Bauwerksaußenseite und damit in den anstehenden Boden injiziert (Rudolph und Hornig, 1999) (Abb. 2). Dieses Sonderverfahren wird als Gelschleierinjektion bezeichnet. Die abdichtende Wirkung wird durch das Vermischen des Injektionsgels mit dem anstehenden Baugrund und der Ausbildung eines Gelschleiers an der Bauwerksaußenseite erzielt.

Das injizierte Gel breitet sich im zugängigen Porensystem aus. Dabei wird vorhandenes Wasser verdrängt. Nach einer produktspezifischen Reaktionszeit (Aushärtezeit) bildet sich ein elastischer Injektionskörper aus, der jeglichen Wassertransport unterbindet (Rudolph und Hornig, 1999).

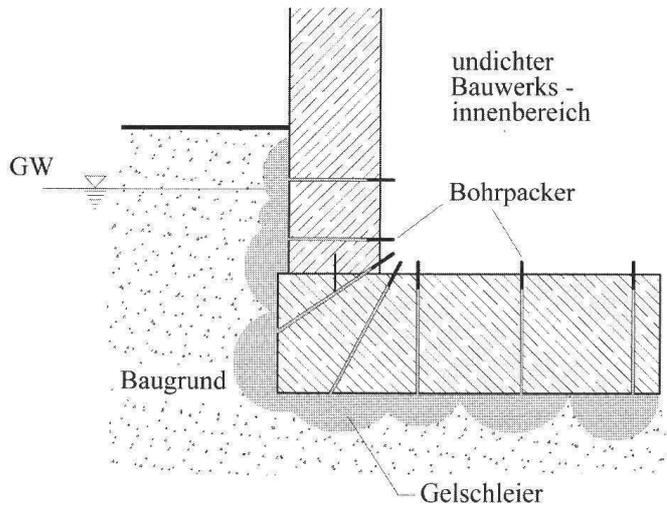


Abbildung 2: Flächige Abdichtung eines Bauwerkes durch sich überlagernde Einzelinjektionen (Quelle: Haack et al., 2003 - Copyright Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Reproduced with permission)

2.1.2 Injektionsmittelarten

Injektionsmittel lassen sich anhand ihrer physikalischen Eigenschaften im Bezug zu ihrer Viskosität und Fließgrenze während der Verarbeitungszeit sowie ihrer Festigkeit und Durchlässigkeit im ausgehärteten Zustand unterscheiden (Abb. 3).

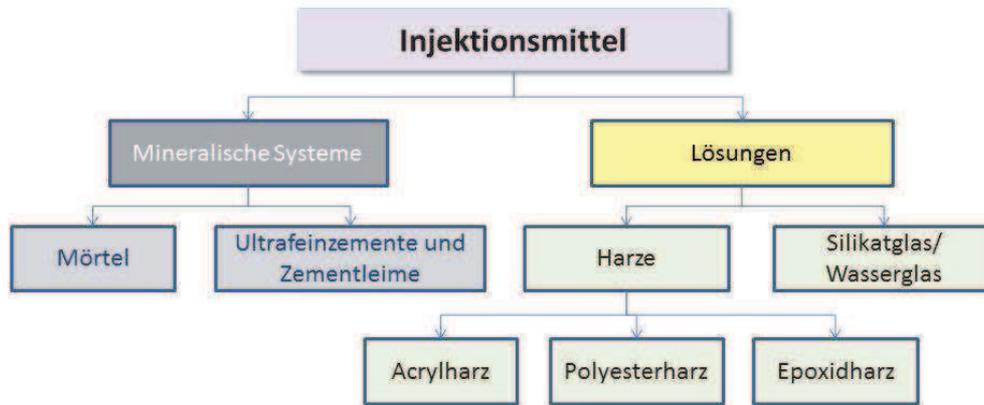


Abbildung 3: Übersicht über die Gruppe der Bodeninjektionsmittel (angelehnt an Martens, 1998)

Als Bodeninjektionsmittel können u. a. Zemente, Silikate und verschiedene Kunststoffe eingesetzt werden. Diese können als Suspensionen, Lösungen oder Mörtel verwendet werden. Die Art und die Form eines eingesetzten Injektionsmittels richten sich nach den jeweiligen Randbedingungen im Baugrund. Dabei werden hauptsächlich Bodenkennwerte, Schichtungsverhältnisse, Grundwasserstände und -fließgeschwindigkeiten für eine Auswahl zu Grunde gelegt (DIN EN 12715, 10.2000).

Im Folgenden werden die gängigsten Injektionsmittelarten im Einzelnen betrachtet.

2.1.2.1 Zemente

Injektionsmittel auf Zementbasis werden in Form von Pasten bei der Verfüllung von Hohlräumen und Großklüften sowie für Grobkies angewendet (Martens, 1998). Suspensionen auf Basis von Feinzement vermögen bis in den enggestuften Feinsand zu penetrieren (Shimoda und Ohmori, 1982). Für herkömmliche Zemente (z.B. Portlandzemente) gilt als unterste Anwendungsgrenze Grobsand (Kutzner, 1991).

Bei den Zementen handelt es sich um hydraulische Bindemittel, die mit Wasser verrührt werden. Die Fließeigenschaften der Zementsuspensionen sind stark vom zugegebenen Wasser abhängig. Je mehr Wasser verwendet wird, umso besser ist die Injizierfähigkeit der jeweiligen Zementsuspension. Bonzel und Dahms (1972) ermittelten einen praktikablen Wasser/Zement-Bereich zwischen Faktor 0,7 und 2,0. Zementpasten weisen einen Faktor von 0,3 bis 0,5 auf (Kutzner, 1991).

Ein weiteres wichtiges Kriterium bei der Verarbeitung der Zementsuspensionen ist das Sedimentierverhalten. Bei der Injektion ist es wichtig, dass die Feststoffkörner des Zements sich nicht oder nur zu einem geringen Maße absetzen. Je feiner der Zement gemahlen ist und je kleiner der Wasser/Zement-Faktor ist, umso größer ist die Absetzzeit der Feststoffkörner (Kutzner, 1991). Um Zementsuspensionen zu stabilisieren wird Bentonit in geringen Mengen (1 bis 4% bezogen, auf das Zementgewicht) zugegeben.

Die Durchlässigkeit der Zementsuspensionen ist abhängig vom Ausgangswassergehalt. Ein Wasser/Zement-Faktor von 0,8 stellt nach Kutzner (1991) die Grenze zu erhöhter Durchlässigkeit dar. Die geringsten Durchlässigkeiten zeigen demnach Zementpasten.

Um die Eigenschaften von Suspensionen auf Zementbasis im Hinblick der Injizierfähigkeit zu verbessern, können eine ganze Reihe von Zusatzmitteln zugefügt werden. So können Stabilität, Viskosität, Fließfähigkeit und Abbindezeit beeinflusst werden (Kutzner, 1991).

2.1.2.2 Silikatgele

Silikatgele sind die am häufigsten verwendeten chemischen Injektionsmittel (Martens, 1998). In der Praxis finden Silikatgele Anwendung bei der Abdichtung von Baugruben im Grundwasserbereich. Das Silikatgel wird so in den Untergrund eingepresst, dass eine dichte Injektionssohle unterhalb der Baugrubensohle entsteht. Dabei werden pro m² ca. 500 Liter Injektionsmittel eingesetzt (Prochnau-John und Strathmann, 2008).

Als Ausgangsstoff für Silikatgele wird Natriumsilikat (Wasserglas) verwendet. Dieses wird in Wasser gelöst. Bei Zugabe eines anorganischen (z.B. Natriumaluminat) oder organischen Härter (verschiedene Ester) setzt der Prozess der Gelbildung ein (Kutzner, 1991) und es bildet sich ein sog. Weichgel aus. Das Mischungsverhältnis zwischen Wasserglas/Wasser/ Härter bestimmt entscheidend die Gelzeit. Nach Kirsch (1982) sind Weichgele 30 bis 90 Minuten injizierfähig. Die eingesetzten Wasserglassysteme haben meist einen Anteil (Volumenprozent) an Wasserglas von 10 bis 20%. Der Anteil des Härter liegt bei 1,4 bis zu 2% und der des Wassers bei 80 bis 87% (Brauns et al., 1996).

Weichgele zeichnen sich durch geringe Viskositäten aus, die durch Zugabe von Wasser beeinflusst werden können. Weichgele eignen sich aufgrund ihrer geringen Viskositäten für die Injektion bis in den Schluffbereich hinein und werden zu Abdichtungszwecken, z.B. zur Herstellung von Dichtungssohlen eingesetzt (Brauns et al., 1996). Die Durchlässigkeit des ausgehärteten Weichgels ist dabei u.a. abhängig von der Konzentration an Natriumsilikat (Martens, 1998).

Wenn der Volumenanteil an Wasserglas auf über 50% erhöht wird und organische Härter mit einem Volumenanteil von bis zu 20% zugegeben werden, entstehen Hartgele.

Durch den hohen Anteil an Wasserglas besitzen Hartgele eine höhere Viskosität. Dies führt zu einer eingeschränkten Injizierfähigkeit im Vergleich zu den Weichgelen. Hartgele penetrieren darum nur bis in den Mittelsand hinein (Martens, 1998).

Eine Sonderform bildet das nacheinander Injizieren von Wasserglas und Chlorcalcium (Joosten-Verfahren). Das Verfahren wurde für eine schnelle Verfestigung von grobkörnigen Böden entwickelt und ist bedingt auch für feinkörnige Böden geeignet (Hölzer, 2000). Die Aushärtezeit kann zwischen 20 Minuten und mehreren Stunden variiert (eingestellt) werden. Dabei spielen bei Hartgelen Umgebungstemperaturen eine große Rolle. So verkürzt sich die Aushärtezeit bei einer Temperaturerhöhung um 10°C auf 20 Minuten (Poremba, 1976).

Weichgele wie Hartgele scheiden durch Synäreseprozesse Flüssigkeiten aus. Dabei verringert sich das Volumen des Gels (Kutzner, 1991). Des Weiteren entstehen bei der Weichgelbildung u.a. folgende Reaktionsprodukte: Natronlauge (gelöste Na^+ und OH^- Ionen), Al^{3+} -Ionen und Kieselsäure (Brauns et al., 1996).

2.1.2.3 Acrylate

Bodeninjektionsmittel auf Acrylatbasis (Methacrylatharze) werden im Baugewerbe unter anderem als Bauwerksabdichtungen und Kanalsanierungsmittel eingesetzt (Stein et al., 1991). Sie wurden auf Grund ihrer toxischen Vorgängerprodukte, der Acrylamide, die 1978 vom Markt genommen wurden, entwickelt (Martens, 1998).

Acrylatgele sind Mehrkomponentensysteme. Sie bestehen aus polymeren und monomeren Acrylaten und Methacrylaten sowie zusätzlichen Additiven und Härttern. Mehrfunktionelle Monomere werden zur räumlichen Vernetzung der polymeren Acrylate zugegeben (Martens, 1998). Acrylatmonomere stellen ungesättigte Verbindungen dar, die durch Aneinanderlagerung gesättigte Makromoleküle bilden. Die Aushärtung erfolgt durch eine radikalische Redox-Polymerisation bei der die Acrylatmonomere zu langen Kettenmolekülen verknüpft werden (Deutsche Bauchemie, 2004).

Acrylate besitzen hervorragende Fließeigenschaften und lassen sich von einigen Sekunden bis zu mehreren Minuten einstellen. Durch ihre geringe Viskosität können sie bis in den Schluff hinein injiziert werden (Martens, 1998). Clarke (1982) konnte zeigen, dass die Gelzeit der Injektionsmittel auf Acrylatbasis durch die Umgebungstemperatur

stark beeinflusst wird. Zum Beispiel lässt sich durch Kühlen des Anmischwassers die Gelzeit hinauszögern.

Zur Trockenlegung von feuchtem Mauerwerk werden Gelschleierinjektionen eingesetzt (vgl. Kap. 2.1.1). Dabei wird das Injektionsmittel von der Innenseite des Bauwerkes nach außen in den anstehenden Boden eingepresst. Als meist verwendetes Injektionsmittel wird dabei Acrylatgel verwendet (Prochnau-John und Strathmann, 2008).

2.1.2.4 Polyurethan

Seit den 50er Jahren werden Injektionsmittel auf Polyurethanbasis eingesetzt. Diese werden unterschieden in Polyurethanharze, -schäume und -gele, die aus Polyolen und Polyisocyanaten über eine Polyadditionsreaktion gebildet werden. Zusätzlich kommen Additive wie u.a. Schaumstabilisatoren, Vernetzer, Katalysatoren und Inhibitoren zum Einsatz (Hornig, 2010).

Die Harze auf Polyurethanbasis sind 2-Komponenten-Produkte, die in der A-Komponente aus Polyolen und in der B-Komponente aus Polyisocyanaten bestehen. Es bilden sich je nach Rohstofftyp elastische bis starre Injektionskörper (Elastomere) aus (Hornig, 2010).

Polyurethanschaum bildet sich aus Polyurethan-Prepolymeren (1-Komponenten-Schaum). Prepolymere werden aus einem Überschuss von Polyisocyanaten mit Polyolen gebildet. Dabei entstehen im geringen Maße freie, reaktive Isocyanatgruppen, die mit Wasser unter CO_2 -Abgabe reagieren (Hornig, 2010). Charakteristisch für Polyurethanschaum ist das während der Reaktion eintretende Aufschäumen, was zu einer Volumenzunahme führt. Der dabei entstehende Eigendruck des Injektionsmittels führt zu einer „Sekundärinjektion“ in den umgebenden Baugrundbereich (Kutzner, 1991). Die Reaktionen bei Wasserzugabe zu einem ausgehärteten Injektionskörper verlaufen sehr schnell (Haack et al., 2003).

Polyurethangele werden in Abwandlung zu den Polyurethanschäumen mit hydrophilen Seitengruppen modifiziert. Diese reagieren bei Kontakt mit Wasser. Die Reaktion überwiegt im Vergleich zur Schaumreaktion, so dass sich ein Gel ausbildet (Hornig, 2010).

Die wasserundurchlässigen Injektionskörper können in Abhängigkeit des zugefügten Wasseranteils fest bis flexibel ausgebildet sein. Über die Variation des Wassergehaltes kann begrenzt die Reaktionszeit des Materials beeinflusst werden. Bei einem Verhältnis von 1:10 (Polymerkomponente zu Wasser) bildet sich ein sehr weiches Gel mit geringer mechanischer Stabilität (Haack et al., 2003).

2.1.2.5 Epoxidharze (kalthärtend)

Kalthärtende Epoxidharze sind reaktive Kunstharze, die u.a. zur Sanierung von Abwasserleitungen aus Steinzeug, Beton und Stahlbeton eingesetzt werden und aus mehreren Komponenten bestehen.

Zu ihrer Verwendung benötigen kalthärtende Epoxidharze geeignete Härtungsmittel (Deutsche Bauchemie, 2001). Darüber hinaus werden ihnen Verdünnungsmittel und Formulierungsstoffe wie Füllstoffe, Pigmente, Additive und Modifizierungsmittel zugesetzt. Durch das Anmischen der Komponenten in einem vorgegebenen Verhältnis entsteht ein Reaktionsharz, das innerhalb einer bestimmten Zeit bei Umgebungstemperatur aushärtet. Als Ergebnis entsteht ein duroplastischer Kunststoff mit einer dreidimensionalen, netzartigen Struktur, der chemisch inert, unschmelzbar und von hoher mechanischer Festigkeit und Härte ist (Deutsche Bauchemie, 2001).

Das Epoxidharz wird durch Umsetzung von Polyphenolen (im Baubereich meist Bisphenol-A (BPA)) mit Epichlorhydrin hergestellt. Es handelt sich um Polyether mit Epoxidgruppen in Endstellung, die durch weitere Vernetzung bzw. Härtung feste Kunststoffe ergeben.

Die Reaktion von BPA mit Epichlorhydrin ist das wichtigste Verfahren zur Herstellung von Epoxidharzen (Leisewitz und Schwartz, 1998).

Für die weitere Verarbeitung sind reaktive Verdüner notwendig, die wie das Epoxidharz, reaktionsfähige Epoxidgruppen enthalten, jedoch auf der Basis von Monophenolen oder aliphatischen Alkoholen aufgebaut sind (Deutsche Bauchemie, 2001).

Zur Aushärtung des EP-Harzes werden Härtungsmittel eingesetzt, welche häufig aus Polyaminen, Polyphenolen sowie Katalysatoren zusammengesetzt sind (Leisewitz und Schwarz, 1998).

2.1.3 Umweltverträglichkeit

Der geringste Einfluss auf die Umwelt wird durch Injektionsmittel in Form von **Suspensionen auf Zementbasis** ausgeübt (Martens, 1998). Die Schwermetallgehalte in Portlandzement liegen für die meisten Elemente i.d.R. innerhalb der Spannweiten der Lithosphäre.

Lediglich die Gehalte an Arsen, Blei, Zink und Chrom können in Portlandzement über denen der Lithosphäre liegen (Hohberg, 2003).

Die zugefügten Füllstoffe und Zusatzmittel zur Verbesserung der Injektionsmitteleigenschaften der Zementsuspensionen können die Umweltbilanz der Zementsuspensionen beeinträchtigen. Dabei werden die Zusatzmittel aus gemahlene Industrieschlacken und aus Natriumwasserglas als problematisch angesehen (Martens, 1998). In Industrieschlacken werden einige Elemente wie u.a. Antimon, Arsen, Blei, Cadmium, Chrom, Kupfer und Nickel stark angereichert (Hohberg, 2003).

Aufgrund der Ausfällung durch einen hohen pH-Wert und der immobilisierenden Wirkung von Calcium-Ionen im Porenwasser werden u.a. Schwermetalle im Zementleim zurück gehalten (Abb. 4). Das Auslaugen von Schwermetallen im ausgehärteten Zement wird durch das Einbinden in die Zementsteinmatrix verhindert (Hohberg, 2003).

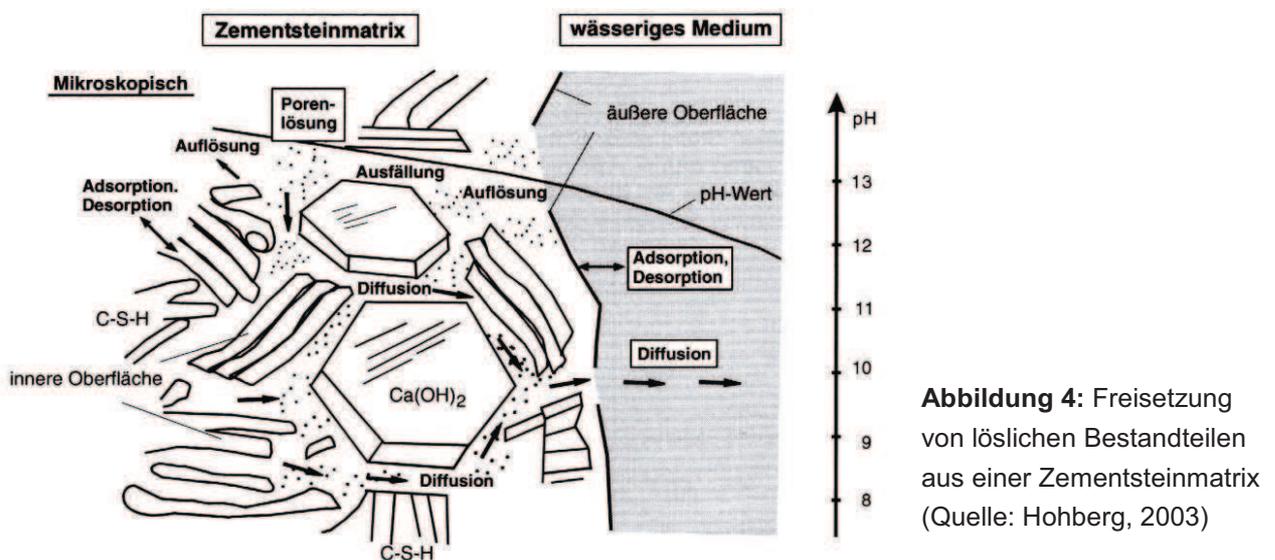


Abbildung 4: Freisetzung von löslichen Bestandteilen aus einer Zementsteinmatrix (Quelle: Hohberg, 2003)

Bei **Silikatgelen (Wasserglassystemen)** kommt es u.a. durch Synäreseflüssigkeit aus dem Injektionskörper, den Reaktionsprodukten und mit verfrachteten Nebenprodukten (Verunreinigungen der Ausgangsprodukte) wie As, Cu, Hg, Ti und Zn im mg Bereich sowie nicht ausreagierte stark verdünnte Injektionsmittelkomponenten zu einem Eintrag von Fremdstoffen in den Untergrund (Brauns et al., 1996). In Untersuchungen aus den frühen neunziger Jahren konnten Müller-Kirchenbauer und Savidis (1982) in einiger Entfernung zu Injektionskörpern aus Weich- und Hartgelen erhebliche Mengen an

Schwermetallen, organischen Substanzen und Salzen im Grundwasser nachweisen (Abb. 5). Aufgrund dieser Untersuchungen wurde von der Verwendung von organischen Reaktiven in Silikatgelen gewarnt.

Des Weiteren wurde auf einen erhöhten Stoffaustrag während der Injektion und aus den Randbereichen des noch nicht ausgehärteten Injektionskörpers hingewiesen. Anorganische Weichgele besitzen nach Kutzner (1991) erheblich geringere Auslaugraten an umweltgefährdenden Stoffen. Die Wasserhaltung bei Baumaßnahmen schränkt den Austrag auf ein Minimum ein.

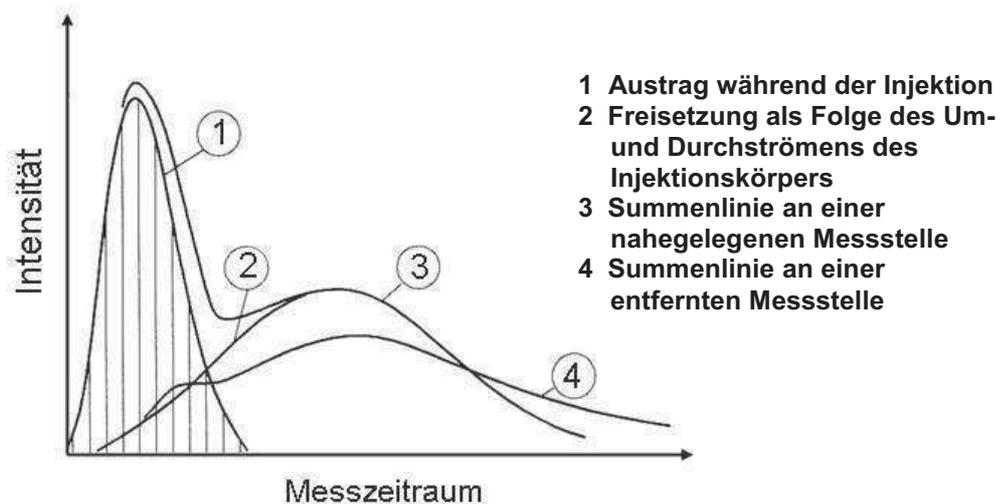


Abbildung 5: Zeitlicher Verlauf der Grundwasserbeeinflussung durch ein Wasserglassystem (anorganisches Hartgel) (verändert nach: Kutzner, 1991 – Mit freundlicher Genehmigung des Verlages)

Die Auslaugung von pH-Wert-erhöhenden Inhaltsstoffen führte in den 90er Jahren bei Baumaßnahmen in Berlin zu Huminstofffreisetzungen ins Grundwasser (Prochnau-John und Strathmann, 2008).

Injektionsmittel auf **Acrylatbasis** entwickelten sich aus den Acrylamiden und Polyacrylamiden, die ein hohes Umweltgefährdungspotenzial besitzen. Sie sind von allen derzeit bekannten Polymerinjektionsmitteln am umweltverträglichsten. Aus den injizierten Acrylaten kommt es vor allem in den ersten Minuten nach dem Einbringen in den gesättigten oder ungesättigten Boden zu Stoffausträgen einer hohen Anzahl von Einzelkomponenten und deren Spaltprodukte. Dies trifft vor allem auf organische Bestandteile aus dem Randbereich des Aushärtungskörpers zu. Nach dem Maximum des Stoffaustrages, d.h. mit zunehmender Aushärtung, verringert sich der Austrag erheblich. Außerdem können Natrium-, Calcium-, Magnesium- und Sulfatverbindungen diffusionsbedingt den Injektionskörper verlassen (Martens, 1998). Je länger die Gelierzeit ist, umso weiter reicht die mögliche Ausbreitung des Acrylates im Baugrund. Dabei erhöht sich die Gefahr eines Austrages durch Durchmischung mit anstehenden, fließenden Wasser (Prochnau-John und Strathmann, 2008).

Umströmungsuntersuchungen von Martens (1998) zeigten, dass das noch nicht ausreagierte Injektionsmittel Acrylatmonomere und Aktivatorreste in den Boden und das Grundwasser abgibt. Diese wirken stark CSB-erhöhend. Bei den Untersuchungen unter Strömungsbedingungen wurden nach 2 Stunden Elutionszeit CSB-Spitzenwerte von 8000 mg O₂/l bei einer 5 l -Injektion gemessen, damit wurden die Werte der Trinkwasserverordnung (TVO) von 5 mg O₂/l bei weitem überschritten. Nach 22 Stunden gingen die Werte unter die Nachweisgrenze zurück. Den Angaben von Stein et al. (1992) folgend, wurden in den durchgeführten Untersuchungen verschiedene Injektionsmittel auf Acrylatbasis hinsichtlich ihrer Auslaugungstendenz in der Aushärtungsphase getestet.

Einzelne Injektionsmittel zeigten dabei Aktivitätshemmungen im Leuchtbakterientest und einen verzögerten biologischen Abbau. Die einzelnen Komponenten, vor allem die beigefügten Beschleuniger, können auf Wasserorganismen schädlich wirken (Deutsche Bauchemie, 2004). Eine Zusammenfassung der toxikologischen und ökotoxikologischen Wirkungen ist bei Giese (2007) aufgeführt. In terrestrischen Ökotoxizitätstests konnte nachgewiesen werden, dass Acrylate und deren eluierbare Inhaltstoffe auf verschiedene Testböden eine signifikante Wirkung erzielten. Bei einem DOC von 745 mg/l im Eluat zeigte sich z.B. eine um bis zu 79% verringerte Nitrifikationsleistung im Vergleich zu einem Kontrollboden (Terytze et al., 2005).

Polyurethane zählen durch ihre sehr schnelle Reaktion im Kontakt mit Wasser zu den unbedenklichen Produkten. So stellen Donel und Feder (1981) fest, dass beim Einkomponentenschaum nur ausgehärtete Materialien mit dem Wasser verschleppt werden können und diese physiologisch unbedenklich seien. Bei Verwendung geeigneter Rezepturen sind nur unwesentliche Beeinträchtigungen des anstehenden Wassers zu erwarten (Kutzner, 1991).

Epoxidharze (EP-Harze) sind reaktionsfähige Verbindungen, die durch die verschiedenen Komponenten physiologischen Wirkungen und ggf. Beeinträchtigungen bei Organismen erzielen. Auf Wasserorganismen wirken die flüssige EP-Harze und Härter giftig. Beide Komponenten werden in die Wassergefährdungsklassen (WGK) 2 – 3 eingestuft. Ausgehärtete EP-Harze oder Härter werden in die WGK 1 eingestuft oder als nicht wassergefährdende Stoffe behandelt (Deutsche Bauchemie, 2001). Das Epoxidharz gilt als nicht wasserlöslich und wenig mischbar mit Wasser, was in Elutionsversuchen zu geringen Austrägen führte (vgl. Terytze et al., 2007).

Der kritischste Bestandteil des Epoxidharzes ist Bisphenol-A (BPA). Auf akute Wirkungen weisen die Werte für Algen, Crustaceen und Fische hin. Schon bei geringen Konzentrationen (1 - 10 mg/l) zeigt BPA toxische Effekte (Giese, 2007). Dabei waren Algen ein sensiblerer Testorganismus als Crustaceen und Fische. BPA wird jedoch gut biologisch abgebaut (Halbwertszeit ≤ 4 Tage).

Terytze et al. (2007) fanden bei den Untersuchungen von Epoxidharzeluaten eine deutliche Hemmung der Lichtemission von *Vibrio fischeri* im Leuchtbakterienlumineszenztest (EC50 von 2 und 4%). Die Wirkung auf die mikrobielle Atmung und Nitrifizierer war allerdings geringfügig.

2.2 Bewertung von Bauprodukten

Die Betrachtung der Umweltverträglichkeit von Bauprodukten hat in den letzten Jahren zunehmend an Bedeutung gewonnen. Dabei wird, neben den Auswirkungen auf das Grundwasser, verstärkt auch die Beeinflussung von Böden diskutiert.

Bauprodukte enthalten eine Vielzahl organischer und anorganischer Verbindungen, die u.a. durch Ausgasung und Auswaschung in den umgebenden Boden und das Grundwasser emittieren und die Umwelt und die menschliche Gesundheit gefährden können.

Auf europäischer Ebene wird die Normierung und Zulassung von Bauprodukten durch die EG Bauproduktenrichtlinie (89/106/EWG) geregelt. Das europäische Normungs- und Zulassungswesen ist dabei verantwortlich für die Ausarbeitung technischer Details.

Als wesentliche Anforderungen an Bauprodukte werden "mechanische Festigkeit und Standsicherheit; Brandschutz; Hygiene, Gesundheit und Umweltschutz; Nutzungssicherheit; Schallschutz; Energieeinsparung und Wärmeschutz" in der EG-Bauproduktenrichtlinie genannt. In dem EG-Grundlagendokument 3 „Hygiene, Gesundheit und Umweltschutz“ werden allgemeine Anforderungen an Bauprodukte unter den Aspekten Innenraumlufte, Wasserversorgung, Entsorgung von Abwasser und festen Abfällen sowie Umwelt gestellt, die in der nationalen Gesetzgebung und Normung weiter umgesetzt werden müssen.

In Deutschland werden die Vorgaben der EG- Bauproduktenrichtlinie durch das Bauproduktengesetz (BauPG) umgesetzt. In § 5 BauPG wird dargelegt, dass bei der Erteilung einer allgemeinen bauaufsichtlichen Zulassung für Bauprodukte sowie europäischer technischer Zulassungen der Boden- und Grundwasserschutz zu beachten ist.

Für die Zulassung von Bauprodukten ist das Deutsche Institut für Bautechnik (DIBt) zuständig. Ein wesentlicher Bestandteil der Zulassung nichtnormierter Bauprodukte ist die Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser. Im November 2000 wurde erstmals ein Bewertungskonzept formuliert und als „Merkblatt zur Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ veröffentlicht (Pawel, 2009). Dieses Merkblatt wurde seit Erscheinen mehrfach überarbeitet und liegt nun unter dem Titel „Grundsätze zur Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ für die allgemeine bauaufsichtliche Zulassung für Bauprodukte in der aktuellen Version von Mai 2009 vor.

In den Grundsätzen werden vorsorgeorientierte Anforderungen des Boden- und Grundwasserschutzes berücksichtigt. Bei der Überarbeitung des Merkblattes wurden insbesondere der Ablauf biologischer Prüfungen anhand vorliegender Erfahrungen detailliert dargestellt und Bewertungskriterien angepasst (Pawel, 2009).

Im Hinblick auf eine europäische Harmonisierung soll bei der Vorbereitung von Leitlinien für europäisch technische Zulassungen das in den Grundsätzen beschriebene Konzept

zur Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Böden und Grundwasser für Einzelzulassungen nach Artikel 9.2 der Bauproduktenrichtlinie als deutscher Standpunkt eingebracht werden (Giese, 2007).

Nach den Zulassungsgrundsätzen des DIBt sind erdberührte Bauteile, die direkt auf dem Boden aufliegen oder in Kontakt mit dem Boden treten, sowie Bauprodukte, die bei der Gründung von baulichen Anlagen verwendet werden, zu bewerten (Abb. 6).

Dabei sind die chemische Zusammensetzung der Bauprodukte und deren mögliche Auswirkungen auf die Beschaffenheit von Boden und Grundwasser zu prüfen (DIBt, 2009).

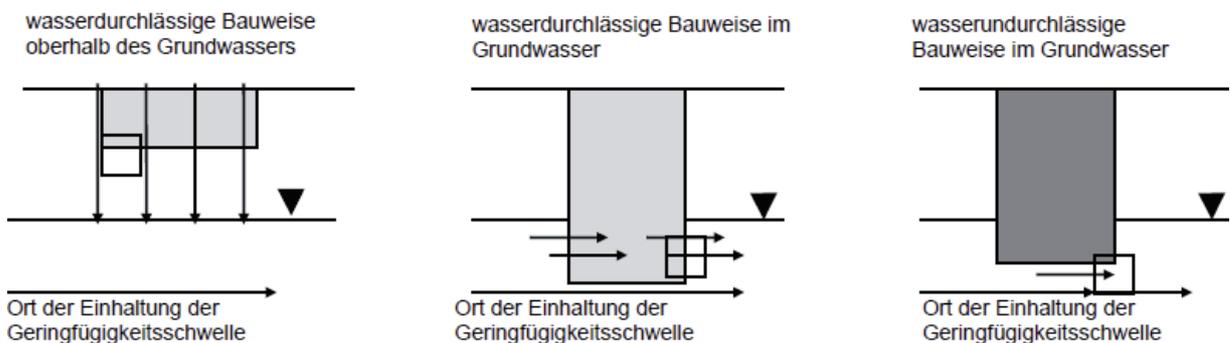


Abbildung 6: Verschiedene Bauweisen und Ort der Einhaltung der Geringfügigkeitsschwellen (Quelle: DIBt, 2009)

Das Bewertungskonzept des DIBt besteht aus drei Teilen. Einem allgemeinen Bewertungskonzept (Teil I), einem das allgemeine Bewertungskonzept konkretisierenden Teil (Teil II) und einem die anzuwendenden Analyseverfahren auflistenden Teil (Teil III).

Das allgemeine Bewertungskonzept (Teil I) sieht eine zweistufige Bewertung von Bauprodukten für deren Zulassung vor.

In der Stufe 1 werden alle Inhaltsstoffe des zu bewertenden Bauproduktes ermittelt (Rezepturen sind vom Hersteller offen zu legen) und bewertet. Bei der Bewertung werden definierte Ausschlusskriterien und gesicherte Erkenntnisse über die Unbedenklichkeit aller Inhaltsstoffe herangezogen sowie ein Abgleich mit bereits auf der Grundlage des Merkblattes bewerteten Bauprodukten gleichartiger Zusammensetzung durchgeführt. Wenn die Nachweise über alle Inhaltsstoffe des zu bewertenden Bauproduktes belegen, dass keine Gefahren für Böden und Grundwasser zu erwarten sind oder andere geprüfte Bauprodukte gleichartiger Zusammensetzung als unbedenklich eingestuft worden sind, kann ein Bauprodukt nach der Prüfung der Stufe 1 zugelassen werden (DIBt, 2009), anderenfalls wird nach Stufe 2 geprüft.

Stufe 2 beinhaltet die Ermittlung und Bewertung der mobilisierbaren Inhaltsstoffe, die durch Grund- oder Sickerwasser aus dem zu bewertenden Bauprodukt ausgewaschen oder durch Diffusion aus dem Bauprodukt freigesetzt werden können. Es wird gefordert,

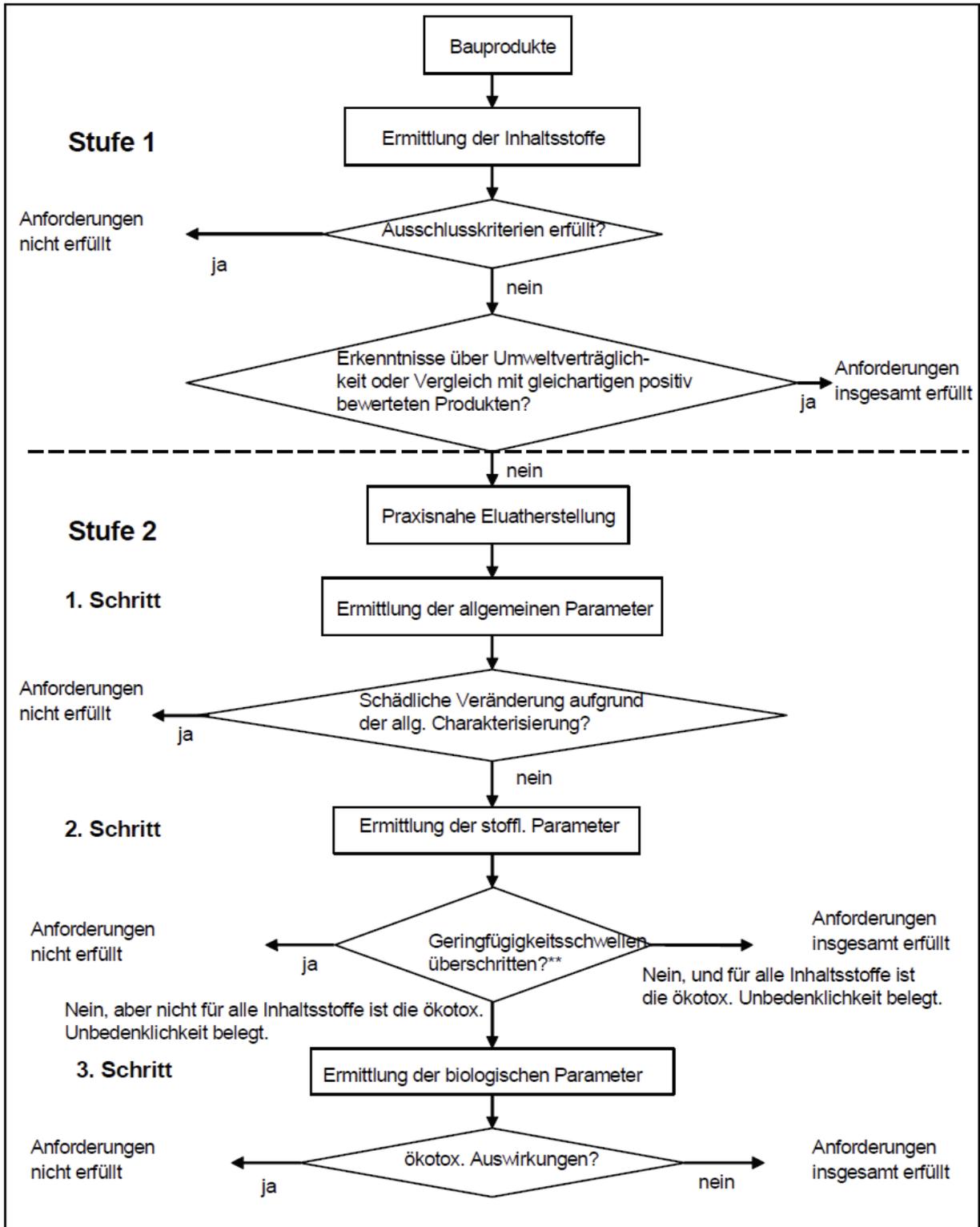
dass die Geringfügigkeitsschwellen am Ort der Einhaltung der Geringfügigkeitsschwellen nicht überschritten werden und keine ökotoxikologisch relevanten Wirkungen auftreten (DIBt, 2009). Um eine mögliche Freisetzung von Inhaltsstoffen aus dem Bauprodukt zu prüfen, müssen praxisnahe Eluate der zu testenden Bauprodukte hergestellt werden.

Die erhaltenen Bauprodukteluat werden in drei Schritten untersucht und bewertet. Der erste Schritt umfasst die Ermittlung und Bewertung der allgemeinen Parameter wie: pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, Geruch, Färbung, Trübung und Neigung zur Schaumbildung. Im zweiten Schritt werden die stofflichen Parameter bestimmt und bewertet. Dazu werden die im Eluat gemessenen Stoffkonzentrationen mit den Geringfügigkeitsschwellen (GFS)⁴ verglichen. Die Anforderungen der Zulassungsgrundsätze des DIBt gelten als erfüllt, wenn die Geringfügigkeitsschwellen eingehalten werden oder der Nachweis erbracht wird, dass für alle zu erfassenden Stoffe, für die keine Geringfügigkeitsschwellen existieren, keine relevanten ökotoxikologischen Wirkungen zu erwarten sind. Werden eine oder mehrere Geringfügigkeitsschwellen überschritten oder wird der TOC-Gehalt als nicht unbedenklich eingestuft, erfüllen die Bauprodukte die Anforderungen der Zulassungsgrundsätze nicht (DIBt, 2009).

In einem dritten Schritt sind anhand der Eluate aus den Bauprodukten biologische Parameter zu ermitteln und entsprechende Testverfahren durchzuführen. Dieser Schritt erfolgt, wenn in den vorangegangenen Untersuchungen die ökotoxikologische Unbedenklichkeit nicht belegt werden konnte. Die Untersuchungen umfassen das biologische Abbauverhalten und die Ermittlung der ökotoxikologischen Auswirkungen der mobilisierbaren Inhaltsstoffe auf Böden und Grundwasser (DIBt, 2009).

Wenn die Ergebnisse eines oder mehrerer Testverfahren die Bewertungskriterien des DIBt-Merkblattes für die ökotoxikologischen Testverfahren und den biologischen Abbauteil nicht erfüllen, entspricht das Bauprodukt nicht den Zulassungsanforderungen (vgl. Abb. 7).

⁴ Geringfügigkeitsschwellen werden definiert als diejenigen Stoffkonzentrationen, bei denen trotz einer Erhöhung der Stoffgehalte gegenüber regionalen Hintergrundwerten keine relevanten ökotoxischen Wirkungen auftreten können und die Anforderungen der Trinkwasserverordnung oder entsprechend abgeleiteter Werte eingehalten werden (LAWA, 2004).



** unter Berücksichtigung der relevanten Übertragungsfunktionen

Abbildung 7: Ablaufschema zur Bewertung von Bauprodukten hinsichtlich Boden- und Grundwasserschutz (Quelle: DIBt, 2009)

Teil II konkretisiert das allgemeine Bewertungskonzept anhand ausgewählter Bauprodukte. Dabei werden je nach Anwendungsfall, ob ein Bauprodukt in der

ungesättigten oder gesättigten Bodenzone eingebaut wird und ob es sich um eine wasserdurchlässige oder undurchlässige Bauweise handelt, Elutionsverfahren und zu untersuchende Parameter festgelegt (Strathmann, 2009).

Für Teil II liegt zurzeit nur Kapitel 1 „Betonausgangsstoffe und Beton“ vor. Weitere Kapitel über ausgewählte Bauprodukte (Kanalrohrsanierungsmittel und Schleierinjektionsmittel) sind in Vorbereitung. Für andere Bauprodukte, z.B. Bodeninjektionsmittel, erfolgt nach Strathmann (2009) eine Bewertung nach Prüfplänen, die auf Basis der DIBt-Grundsätze erhoben werden. Für Kanalrohrsanierungsmittel, Schleierinjektionsmittel und Bodeninjektionsmittel wird als geeignetes Elutionsverfahren zur Überprüfung der auslaugbaren Inhaltsstoffe der Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung (Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung, Hygieneinstitut des Ruhrgebietes, 2003) genannt.

2.3 Elutionsverfahren zur Abschätzung des Freisetzungsverhaltens von Bauprodukten

Bei der Beurteilung des Gefährdungspotenzials von Injektionsmitteln für Boden und Grundwasser spielt die Herstellung von Eluaten für die Ermittlung allgemeiner, stofflicher und biologischer Parameter eine zentrale Rolle. Da Untersuchungen unter natürlichen Bedingungen im Freiland nur mit hohem Aufwand und hohen Kosten zu realisieren sind, müssen im Labor realitätsnahe Elutionsverfahren genutzt werden. Die Qualität der Untersuchungsergebnisse ist dabei abhängig von der Güte des Elutionsverfahrens und der Qualität der Eluate.

2.3.1 Überblick

Die Forderung nach Elutionsverfahren, die die anwendungs- und produktspezifischen Randbedingungen eines Bauproduktes berücksichtigen, lässt ein gemeinsames Testverfahren für die unterschiedlichen Bauprodukte nicht zu. Bei der Beurteilung des Auslaugverhaltens von Bauprodukten kommen deshalb eine Vielzahl von Elutionsverfahren wie z.B. Schütteltests, Säulentests und Trogverfahren zum Einsatz. Gemeinsam haben sie das Ziel, die Freisetzung von ökologisch relevanten Stoffen in den umgebenden Boden und das Grundwasser zu erfassen. Daneben existieren eine Reihe von spezielle Verfahren, die für spezielle Bauprodukte und Probekörper bzw. Anwendungsbereiche entwickelt wurden (vgl. DIBt, 2009, Anhang I-C).

Elutionsverfahren können in statische und dynamische Verfahren eingeteilt werden.

Statische Tests haben zum Ziel, die maximale Konzentration an auslaugbaren Inhaltsstoffen zu erhalten. Die Elution einer Untersuchungsprobe findet in einer definierten Menge Flüssigkeit, über einen bestimmten Zeitraum und ohne Austausch der Elutionsflüssigkeit statt. Zu den statischen Tests zählen u.a. der Schütteltest und der Standtest.

Bei dynamischen Verfahren wird die Elutionsflüssigkeit kontinuierlich oder in Intervallen erneuert. Im Gegensatz zu statischen Testverfahren kann man hierbei den Austrag über die Zeit bewerten und das Verhalten gegenüber fließendem Wasser simulieren. Zu den dynamischen Tests zählen Umströmungs- und Durchströmungstests, bei dem die Probe mit ständig neuem Elutionsmittel in Kontakt tritt und kontinuierlich oder stufenweise von Elutionsflüssigkeit durch- oder umströmt wird. Dynamische Verfahren werden häufig in Form von Säulentests durchgeführt.

Nach DIBt (2009) werden Elutionsverfahren u.a. anhand der Lage des Bauproduktes zur gesättigten Bodenzone (Grundwasserspiegel) sowie aufgrund ihrer Durchlässigkeit für Wasser ausgewählt. Bei der Auswahl der Elutionsverfahren kommt es darauf an, "dass aus den gemessenen Stoffkonzentrationen im Eluat auf die Belastung des Sickerwassers bzw. des Kontaktgrundwassers geschlossen werden kann" (DIBt, 2009, S. 11).

Dabei werden vier grundlegende Einbauweisen unterschieden:

- 1) wasserdurchlässige Bauweisen oberhalb des Grundwasserspiegels,
- 2) wasserundurchlässige Bauweisen oberhalb des Grundwasserspiegels,
- 3) wasserdurchlässigen Bauweisen im Grundwasser sowie
- 4) wasserundurchlässige Bauweisen im Grundwasser.

In Tabelle 1 sind, hinsichtlich den vier grundlegenden Einbauweisen, Vorschläge für Elutionsverfahren aufgeführt, die bei der Bewertung des Bauproduktes herangezogen werden sollen.

Tabelle 1: Zuordnung Einbau und empfohlene Prüfverfahren (nach DIBt, 2009 und Prochnau-John und Strathmann, 2008)

Lage (Fall)	Trogverfahren/ Standtest	Schütteltest	Säulentest
wasserdurchlässige Bauweisen oberhalb des Grundwasserspiegels		X	X
wasserundurchlässige Bauweisen oberhalb des Grundwasserspiegels*	X		X
wasserdurchlässige Bauweisen im Grundwasser	X	X	X
wasserundurchlässige Bauweisen im Grundwasser	X		X

* Nur durchzuführen, wenn eine relevante Mobilisierung von Inhaltsstoffen zu erwarten ist (vgl. Kap. 2.2).

Schütteltests (Batch tests) eignen sich für stückiges bis feinkörniges Material. Durch das Schütteln der Probe mit dem Elutionsmittel werden auslaugbare/mobilisierbare Stoffe freigesetzt. Nach dem Abtrennen der Feststoffe durch Filtration werden die jeweiligen Komponenten im Eluat nach vorgegebenen Analyseverfahren bestimmt. Mit dieser Methode erfolgt eine Auslaugung umweltrelevanter Stoffe unter definierten Bedingungen. Schütteltests wurden zur Untersuchung von Schlämmen, Sedimenten und Bodenproben entwickelt. Mit dieser Methode lassen sich jedoch keine Aussagen zum Langzeitverhalten

oder Prognosen zum Freisetungsverhalten unter realen Bedingungen treffen. Das zerkleinerte Material wird durch Abrieb des Probenmaterials, bedingt durch die Schüttelbewegung, zusätzlich beansprucht. Dies kann zu erhöhten Eluatkonzentrationen führen. Der Vorteil des Verfahrens liegt in seiner schnellen Durchführung und der langjährigen Anwendung. Viele der bestehenden Grenzwerte (z.B. LAGA-Mitteilung 20) beziehen sich auf den Schütteltest (z.B. modifizierte DIN 38414-4 (DEV-S4-Verfahren)).

Zur Bestimmung der Auslaugung von zementgebundenen Baustoffen, Mineralstoffen und Straßenbaustoffen werden **Trogverfahren (Standtests)** (z.B. DIN EN 1744-3, 11.2002) eingesetzt.

Das Verfahrensprinzip besteht darin, einen definierten Probenkörper auf einem Siebeinsatz zu betten und mit einem Eluenten zu versetzen. Dabei kann der Eluent gerührt werden. Der Trogversuch ist ansonsten dem DEV-S4 Verfahren ähnlich. Das Eluat wird nach Versuchsende abgezogen und nach den vorgegebenen Analyseverfahren untersucht (Ehrnsperger und Misch, 2004). Da das Probenmaterial im Originalzustand verbleibt und nur der Eluent bewegt wird, wird der Standtest als ein Auslaugtest mit hoher Praxisrelevanz angesehen (Göttges und Volland, 1998).

Bestimmt durch die Dauer des Versuches unterscheidet man zwischen Kurz- und Langzeitstandtests. Im Kurzzeitstandtest werden bei einer Auslaugdauer von 24 Stunden im wesentlichen Wash-Off-Effekte und Auf- bzw. Ablösungsmechanismen (Hohberg, 2003) untersucht. Zur Beurteilung von Auslaugungen auf Grund von Diffusionsprozessen ist der Langzeitstandtest (Dauer 56 bzw. 64 Tagen) notwendig. Dieser liefert auch Aussagen über die Zeitabhängigkeit der Auslaugung. Nach Hohberg (2003) überwiegen in den ersten sieben Tagen Lösungsprozesse (Wash-Off-Effekte), danach wird die Auslaugung von Stoffen durch Diffusionsprozesse bestimmt.

Bei **Säulenversuchen** werden Bodenmaterialien mit einer in Abhängigkeit von Porenvolumen und Wassergehalt berechneten Fließgeschwindigkeit gleichmäßig durchströmt oder umströmt (z.B. NEN 7343, 02.1995). Die Elution der Stoffe wird durch das Durch- bzw. Umströmen der Probe mit dem Elutionsmittel erreicht. Dabei kann das Elutionsmittel immer frisch zugeführt oder im Kreis geführt werden. Säulenversuche eignen sich für stückiges bis feinkörniges Material, sowie für injizierfähige Bauprodukte.

Bei Bauprodukten, die nachträglich in Böden aushärten, ist besonders die Aushärtephase von Interesse. Der Vorteil des inversen Säulenversuches nach Schössner ist, diese Phase durch Einbringen des unausgehärteten Bauproduktes auf Auslaugungstendenzen hin zu prüfen. Durch die kontinuierliche Perkolation des Bauproduktes wird anschließend das ausgehärtete Bauprodukt auf diffusionsbedingte Freisetzung geprüft. Es können Wasser-Feststoffverhältnisse (W/F-Verhältnisse) simuliert werden, die in der Praxis erst nach Jahren auftreten.

Der Säulenversuch zur Beurteilung des Freisetungsverhaltens von Bodeninjektionsmitteln wird im folgenden Kapitel näher betrachtet.

Einen Überblick über die wichtigsten Elutionsverfahren zur Bewertung von Bauprodukten gibt Tabelle 2.

Tabelle 2: Überblick über verwendete Elutionsverfahren zur Beurteilung der Wirkung von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser (nach DIBt, 2009)

Schüttelverfahren	
DIN EN 12457 (01.2003) Teil 1 bis 4	Charakterisierung von Abfällen - Eluierung; Deklarationstest für die Auslaugung von körnigen Abfällen und Schlämmen - Deutsche Fassung prEN 12457:1999
Modifizierte DIN 38414-4 (TR LAGA, entspricht TP Min-STB, Teil 7.1.1)	Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4) Für mineralische Baustoffe
Säulenverfahren	
Inverse Säulenelution (nach Schössner)	Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung, Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung, Hygiene-Institut des Ruhrgebietes, Stand 09.2005
TP Min-StB Teil 7.1.3	Perkolationsverfahren, Überregnen
TP Min-StB Teil 7.1.4	Perkolations-pH4-stat-Verfahren
NEN 7343 (02.1995)	Leaching characteristics of solid earthy and stony building and waste materials. Leaching tests. Determination of the leaching behaviour of inorganic components from granular materials with the column test
Trogverfahren (Standtests)	
DIN EN 1744-3 (11.2002)	Prüfverfahren für chemische Eigenschaften von Gesteinskörnungen, Teil 3: Herstellung von Eluatn durch Auslaugung von Gesteinskörnungen
DAfStb-Richtlinie (05.2005)	Bestimmung der Freisetzung anorganischer Stoffe durch Auslaugung aus zementgebundener Baustoffe
TP Min-StB Teil 7.1.2 bzw. LAGA EW 98T	Auslaugung von Mineralstoffen, Straßenbaustoffen und zementgebundener Baustoffe
NEN 7345 (02.1995)	Leaching characteristics of solid earthy and stony building and waste materials. Leaching tests: Determination of the leaching behaviour of inorganic components from building monolithic waste materials with the diffusion test

2.3.2 Säulenversuch mit inverser Fließrichtung

Nach den Grundsätzen des DIBt (2009) sind Bauprodukte, die nach dem Einbringen komponentenweise oder als Gemisch direkt mit dem Boden bzw. mit dem Grundwasser in Kontakt kommen, bevor sie zu einem festen Produkt aushärten, sowohl in der Aushärtungsphase als auch als ausgehärtetes Bauprodukt zu untersuchen und zu bewerten. Ebenso sind mögliche Mobilisierungseffekte zu berücksichtigen (DIBt, 2005). Im Säulenversuch soll daher der natürliche Eintrittspfad von potenziellen Schadstoffen aus im Boden aushärtenden Bauprodukten simuliert werden, da davon auszugehen ist, dass mögliche Schadstoffe in der Reaktions- und Aushärtungsphase aus den Bauprodukten herausgelöst und im umgebenden Boden verteilt oder in Richtung Grundwasser transportiert werden. Damit wird ein „worst case“ im Hinblick auf das Bodenporenwasser dargestellt, in dem die Kontaminanten im Boden vorliegen.

2.3.2.1 Entwicklung des Säulenversuchs mit inverser Fließrichtung

Für die Elution von Injektionsmitteln wurde im Hygiene-Institut des Ruhrgebiets 1985 ein halbdynamisches Prüfverfahren entwickelt. Dabei wurden vor allem Injektionsmaterialien auf Polyurethanbasis untersucht. In einen mit nassem Sand gefüllten Trog wurden die zu testenden Injektionsmaterialien eingebracht und das zugegebene Wasser in Abständen zur Analyse abgezogen und durch frisches Wasser ersetzt (Schössner et al., 1987).

Durch die Verwendung der auch auf der Baustelle angewandten Geräte und deren Verpress- und Mischtechniken zur Injektion des Untersuchungsmaterials, wurde das Verfahren maßgeblich von Stein und Gersum weiterentwickelt (Gersum, 1993).

Schössner entwickelte das Trogverfahren danach zu einem Säulenversuch weiter, mit dem es möglich war Injektionsmittel und Flutungssysteme zur Kanalsanierung in einem herkömmlichen Labor zu untersuchen. Der Säulenversuch wurde so konzipiert, dass Trinkwasser von unten nach oben (invers) durch die Säule strömt. Damit sollte ein schwerkraftbedingtes Absinken des Injektionsgutes und damit ein Verstopfen der Auslauföffnung verhindert werden (Schössner und Kunz, 2004).

Für die Bewertung von Baustoffen wurde im Auftrag des DIBt das Elutionsverfahren überarbeitet und optimiert. Ziel war die Erarbeitung einer standardisierten Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten zur Bodeninjektion und Kanalsanierung auf Boden und Grundwasser. Schössner (2005) kommt nach der Untersuchung von Bodeninjektions- und Kanalsanierungsmitteln zu dem Schluss, dass der von ihm entwickelte Säulenversuch für die ökotoxikologische Prüfung von Bauprodukten geeignet ist. Darüber hinaus ermöglicht das Verfahren die Erfassung der Freisetzungsdynamik mobilisierbarer Inhaltstoffe aus dem Bauprodukt heraus. Für Injektionsmaterialien wie Weichgele, Polyacrylate und Polyurethane ergaben die Untersuchungen hinreichend gute Reproduzierbarkeiten im Parallelversuch (Schössner und Kunz, 2004).

Als Elutionswasser wurde von Schössner und Kunz (2004) die Verwendung von mittelhartem Trinkwasser (Härtebereich II) vorgeschlagen. "Extrem hartes Wasser sollte entweder teilweise enthärtet oder mit entmineralisiertem Wasser gemischt werden; weiches Wasser (z.B. Talsperrenwasser) ist aufzuhärten" (Schössner und Kunz, 2004, S. 30). Darüber hinaus wurden die Rahmenbedingungen wie Säulenmaterial, Versuchsanordnung, zu verwendender Prüfsand und zu verwendendes Prüfwasser, Fließgeschwindigkeit und Probenahme definiert.

Als sehr aufwendig wurde die Verwendung der auch in der Praxis verwendeten Pumpen für die Durchführung der Injektionen angesehen. Als Alternative schlugen Schössner und Kunz (2004) die Verwendung von sog. Doppelkartuschen vor. Wobei ausreichende Erfahrungen mit dieser Technik noch nicht vorlagen.

Die Standardisierung des Verfahrens führte zur Aufnahme der inversen Säulenelution als Standardprüfmethode für Bodeninjektions- und Kanalsanierungsmittel in das damalige DIBt-Merkblatt (heute Grundsätze) „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“.

2.3.2.2 Aufbau Säulenanlage

Die für die Elution von Bodeninjektions- und Kanalsanierungsmitteln verwendete Säulenanlage nach Schössner (2005) setzt sich aus einer 50 cm hohen und 30 cm im Durchmesser breiten Acrylglassäule, einem 30 (± 5) Liter fassenden Vorratsbehälter zur Wasserspeicherung für die Wasserförderung der Schlauchpumpe mit Trinkwasserzulauf, einem thermostatisierten Wasserbad, einer Schlauchpumpe mit einer Förderrate von mind. 4l/h und diversem Zubehör (Pumpenschläuche, Verbindungsschläuche, Schlauchverbinder) sowie Auffanggefäßen für die Prüfwasserfraktionen zusammen (Abb. 8,).

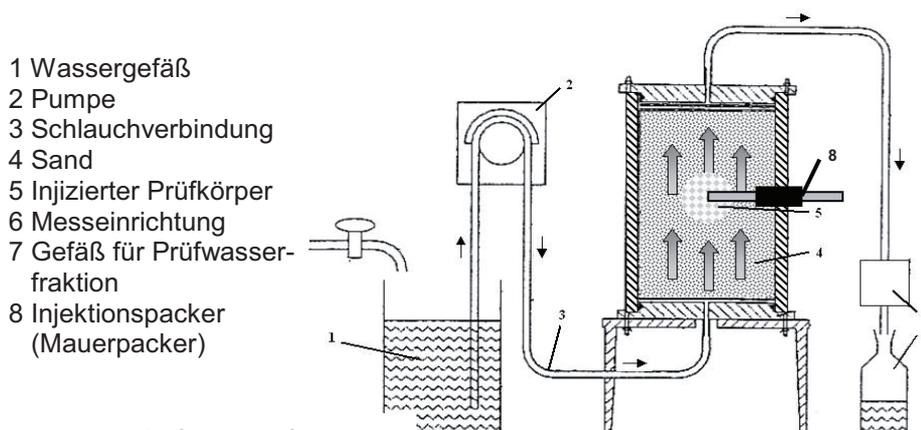


Abbildung 8: Säulenaufbau – Säule mit umgekehrter Fließrichtung (Anonym, 2005)

Das Acrylglasrohr ist am unteren Ende auf einen der zwei Deckel mit Dichtungsring fest aufgesetzt, der obere Deckel kann zum Einfüllen des Quarzsandes abgenommen werden. Der obere Deckel ist durch 4 Gewindestangen mit dem unteren Deckel verbunden. In den Deckeln befinden sich Öffnungen für den Wasserein- und -austritt.

Der Schlauch für die Trinkwasserzufuhr wird auf die untere Schlauchtülle gesteckt und mit dem Förderschlauch der Schlauchpumpe durch ein Verbindungsstück verbunden. Das andere Ende des Förderschlauches der Pumpe wird mit einem weiteren Stück Schlauch verbunden, das dann aus dem Vorratsbehälter Trinkwasser ($20 \pm 2^\circ\text{C}$) fördert.

Für die Prüfung von Injektionsmaterialien wird vor dem Befüllen der Säule mit Sand der Mauerpacker in die hierfür vorgesehene Öffnung der Säule wasserdicht eingebaut.

Als nächstes wird Wasser in die Säule gepumpt (bis etwa zu einem Drittel der Säulenhöhe). Eine Filzscheibe wird auf den Grund der Säule gelegt und dann der Sand sukzessive eingefüllt (bis etwa zu einem Drittel der Säulenhöhe). Durch weiteres Zupumpen des Wassers während des Einfüllens von Sand wird ein möglichst lufttraumfreies Einschlämmen erreicht. Die Säule ist soweit zu füllen, dass die Filzplatte und der Deckel dicht auf der Sandfüllung aufliegen.

Mit Hilfe der 4 Gewindestangen werden beide Deckel wasserdicht miteinander und mit der Platte des Stativs verschraubt. Die Schlauchtülle des oberen Deckels wird ebenfalls mit einem Schlauch verbunden, der das aus der Säule austretende Wasser ableitet (zum Verwerfen in einen Abguss oder später für die Probenahme).

2.3.2.3 Funktionsweise und Durchführung Säulenanlage

Die im Folgenden dargelegte Funktionsweise und Durchführung des Säulenversuches ist der Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung des Hygiene-Instituts des Ruhrgebiets entnommen (Stand: 09.2005).

Bei der Säulenelution mit umgekehrter Fließrichtung wird die Sandsäule von unten nach oben mit Wasser durchflossen. Das zu untersuchende Bauprodukt wird unter festgelegten Bedingungen über den Packer in die sandgefüllte Säule injiziert oder per Hand eingebaut und mit dem Elutionsmittel Trinkwasser für mehrere Tage im Aufwärtsstrom bei einer Fließrate von 4 l/h^5 eluiert.

Nach Einbringung des Prüfmaterials und beendeter Reaktion (Gelphase) wird die Elution gestartet. Die Reaktionszeit (Gelzeit) ist materialabhängig und muss daher berücksichtigt werden (Herstellerangaben beachten). Das aus der Säule austretende Prüfwasser wird fraktionsweise aufgefangen. Das Verfahren liefert wässrige Eluate die physikalisch und chemisch nach bestehenden Standardverfahren analysiert werden können.

⁵ Bei einer Pumprate von 4 l/h resultiert im einzusetzenden Sand eine Fließgeschwindigkeit von $4,5$ bis $5,5 \text{ m/d}$. Durch das Umströmen des Injektionskörpers steigt die Fließgeschwindigkeit im engsten Bereich zwischen Injektionskörper und Säulenwand auf 8 bis $8,8 \text{ m/d}$. Grundwasserabstandsgeschwindigkeiten (v_a) liegen generell zwischen 1 und 10 m/d (Schössner und Kunz, 2004).

Vor dem Einbringen des zu untersuchenden Materials muss die Sandfüllung der Säule 24 Stunden mit Trinkwasser gespült werden. Hierzu wird mit der Pumpe Wasser aus dem Vorratsbehälter von unten nach oben durch die Säule gepumpt (Förderleistung: $4 \pm 0,2$ Liter pro Stunde). Das oben aus der Säule austretende Wasser wird während des Spülvorgangs verworfen.

Nach dem 24-stündigen Spülen wird unmittelbar vor Testbeginn eine Fraktion des Prüfwassers (1 Liter) als Blindwert aufgefangen.

Das zu untersuchende Volumen beträgt 1 Liter⁶ des zu bewertenden Bauproduktes.

Das Einbringen von Produkten kann prinzipiell auf zwei verschiedenen Wegen erfolgen.

Einbau: Das in der Säule befindliche Wasser wird bis zur Höhe der Öffnung für den Mauerpacker abgelassen. Der Deckel der sandgefüllten Säule wird geöffnet und der feuchte Sand bis zur Höhe der Öffnung für den Mauerpacker entfernt. In der Mitte wird eine möglichst runde Sandmulde geschaffen die später das Produkt aufnehmen soll.

Die Komponenten des Produktes werden nach Herstellerangaben vorbereitet (z.B. in Lösung gebracht oder abgemessen) und vermischt. 1000 ml des Produktes werden vorsichtig in die Mulde überführt.

Der entnommene Sand wird nach der Hälfte der abgelaufenen Reaktionszeit (Gelzeit) wieder in die Säule gefüllt. Anschließend wird die Säule verschlossen.

Injektion: Die Komponenten des Produktes werden nach Herstellerangaben vorbereitet (z.B. in Lösung gebracht oder abgemessen). Die Probenmenge (z.B. Komponente A + Komponente B) sollte 1000 ml nicht übersteigen.

Bei einem schnell reagierenden Zweikomponenten-System erfolgt die Injektion mit den auch in der Praxis verwendeten Pumpen mit Mischkopf; die Reaktion beginnt im Moment der Injektion (während und nach Passieren des Mauerpackers).

Bei Zweikomponenten-Systemen, die langsam reagieren, werden die Komponenten vorgemischt. Die anschließende Injektion kann dann mit einer einfachen Pumpe durchgeführt werden.

Nach Ende der Reaktionszeit wird die Durchströmung der Säule ($4 \pm 0,2$ Liter pro Stunde) gestartet und das austretende Prüfwasser sofort in Fraktionen von je 2 ($\pm 0,1$) Liter (Gefäße: 2-Liter-Messbecher) aufgefangen. Die 2-Liter-Mischfraktionen werden dann jeweils in eine 1-Liter Flasche umgefüllt.

Dabei findet eine kontinuierliche Probenahme der 2-Liter-Fraktionen während der ersten 6 bis 8 Stunden nach Start der Durchströmung statt.

Am 2. bis 8. Tag ist die Entnahme von jeweils 2 Proben (je $1 \pm 0,1$ Liter) im Abstand von ca. 8 Stunden vorzunehmen.

⁶ Bei stark aufschäumenden Bauprodukten (z.B. Polyurethane) wird ein Volumen von 500 ml eingesetzt/injiziert.

Am 14. Tag ist die Entnahme von jeweils 2 Proben (je $1 \pm 0,1$ Liter) im Abstand von ca. 8 Stunden zur Bestimmung der „Abklingphase“ vorzunehmen. Bei mineralischen Systemen werden die Fraktionen der Abklingphase nach einer Versuchsdauer von 28 Tagen entnommen.

Die abgefüllten Proben werden bis zur weiteren Verwendung kühl (4 bis 8°C) aufbewahrt.

3 Laborvergleichsuntersuchungen

Die inverse Säulenelution ist Bestandteil der Grundsätze zur „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ des DIBt und wird u.a. zur Elution von Bodeninjektions- und Kanalsanierungsmitteln verwendet. Als Grundlage für die Durchführung der inversen Säulenelution dient eine Arbeitsanweisung des Hygieneinstituts Gelsenkirchen (Stand 09.2005). Das Verfahren ist unter den für die Bauproduktprüfung zuständigen Prüfanstalten anerkannt.

Die Vergleichbarkeit dieses Verfahrens wurde bisher nicht belegt. In der Arbeitsanweisung zur Durchführung der inversen Säulenelution ist eine Elution mit Trinkwasser vorgesehen. Trinkwasser besitzt je nach Region unterschiedliche Zusammensetzungen und Konzentrationen an gelösten Mineralstoffen (Wasserhärte).

Diese Unterschiede in der Qualität des Trinkwassers lassen es nur eingeschränkt als geeignetes Elutionsmittel für Laboruntersuchungen erscheinen, da man davon ausgehen muss, dass in den Laboren durch den Einfluss verschiedener Trinkwässer abweichende Ergebnisse erzielt werden und eine Vergleichbarkeit nur eingeschränkt vorliegt.

Darüber hinaus besteht auf Grund der in weiten Teilen nicht detailliert beschriebenen Arbeitsanweisung, ein großer Spielraum in der Ausführung des Verfahrens.

Um die Vergleichbarkeit des Elutionsverfahrens zu prüfen und wichtige Informationen für die Weiterentwicklung der Arbeitsanweisung zur inversen Säulenelution zu gewinnen, wurde eine Vergleichsuntersuchung mit mehreren Laboren organisiert und durchgeführt.

3.1 Vorbereitung und Planung

Zur Teilnahme an der Vergleichsuntersuchung (VU) wurden neben der Freien Universität acht weitere Laboratorien eingeladen. Von diesen acht bestand nur bei zwei Laboren das Interesse und die Bereitschaft zur Teilnahme. Die Gründe für die Absagen bei den anderen sechs Laboratorien lagen an einem zu hohem Aufwand und hohen Kosten für die Labore.

Die VU wurde aus diesen Gründen mit drei Laboren durchgeführt:

MFPA Leipzig, Projektleiterin: Frau Dr. Hornig

Hygieneinstitut Gelsenkirchen, Projektleiter: Herr Dr. Koch

Freie Universität Berlin, AG Organische Umweltgeochemie, Projektleiter: Herr Prof. Dr. Terytze

Auf zwei vorbereitenden Treffen wurden mit den teilnehmenden Laboren der zeitliche Ablauf, die zu verwendenden Bauprodukte, der Aufbau des Elutionsversuchs, das Injektionsverfahren (Windkesselanlage), die zu untersuchenden Parameter und die

zugrunde liegenden Arbeitsanweisungen erörtert. Im Folgenden werden die, mit den Teilnehmern, behandelten Punkte kurz vorgestellt.

Zeitlicher Ablauf:

Nach Absprache mit den teilnehmenden Laboren wurden die Monate Juli – September 2009 für die VU ausgewählt. Dabei sollten bis Mitte September die Elutionen durchgeführt und bis spätestens Ende September die Ergebnisse übermittelt werden.

Der zeitliche Ablauf der VU stellte sich wie folgt dar:

Tag 1: Füllen der 3 Säulen mit Sand und 24h-Spülung

Tag 2: BP-Injektion/Einbau und Start, Beprobung in den ersten 6 Stunden 1/2stündlich

Tag 3 bis 4: 2 Beprobungen im Abstand von 8 Stunden und Ende am 4. Tag

Tag 5: Entleeren und Säubern der Säulen, Beurteilung des BP-Körpers (Form, Größe, Gewicht, Volumen)

Bauprodukte:

Die Bauprodukte wurden vor Beginn an die teilnehmenden Labore versendet oder persönlich ausgeliefert. Als Bauprodukte kamen zum Einsatz:

Injektionsstoff auf Zementleimbasis (versetzt mit einem Biozid)

Injektionsgel auf Acrylatbasis (Polyacrylat)

Die Bauprodukte wurden auf Grund der unterschiedlichen Einbauweise und der verschieden zu erwartenden hohen TOC Freisetzungen ausgewählt.

Der Einbau des Zementleims erfolgte per Hand. Das Polyacrylat wurde mittels Windkesselanlage injiziert.

Der Zementleim wurde zusätzlich mit einem Biozid angemischt, um gut messbare TOC Konzentrationen zu erlangen, da Zementleime eine relativ niedrige TOC Freisetzung zeigen.

Parameter:

Als Parameter wurden TOC, pH-Wert, Leitfähigkeit, Trübe (FNU) und Temperatur sowie Farbe, Geruch und Neigung zur Schaumbildung untersucht⁷. Für den Zementleim wurden zusätzlich die Schwermetalle Cd, Cr, Cu, Ni, Pb und Zn sowie As bestimmt. Die Schwermetallanalysen erfolgten für alle Proben der VU-Teilnehmer aus Kostengründen an der FU Berlin. Farbe, Geruch und Neigung zur Schaumbildung wurden vereinfacht ermittelt. Eine Beurteilung erfolgte nach den Abstufungen: keine, schwache, starke.

⁷ Diese entsprechen den allgemeinen Parametern des DIBt, wie sie in den Grundsätzen zur „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ aufgeführt sind.

Arbeitsanweisungen:

Zur Vorbereitung der Arbeitsanweisungen für die VU wurden mehrere Versuche zum Einbau bzw. zur Injektion der Bauprodukte in die Säulen sowie zur Elution der Bauprodukte durchgeführt. Die dabei gesammelten Erfahrungen wurden u.a. in einer modifizierten Arbeitsanweisung „Elution von Bauprodukten – Perkulationsverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von Bodeninjektionsmitteln“ auf Basis der Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung „Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung“ (Stand 2003) des Hygieneinstituts Gelsenkirchen umgesetzt.

Weitere entwickelte Arbeitsanweisungen sind im Folgenden aufgelistet (vgl. Anhang 1):

- Anmischung Polyacrylat
- Anmischung Zementleim
- Injektion Polyacrylat
- Einbau Zementleim
- Messparameter Neigung zur Schaumbildung
- Messparameter Farbe
- Messparameter Geruch
- Liste zu verwendender Verfahren

Die Arbeitsanweisungen wurden allgemeinverständlich für die teilnehmenden Labore gestaltet und neben den notwendigen Sicherheitsdatenblättern frühzeitig bereitgestellt.

Weiterhin wurde ein Formular (VU Eingabemaske Säulenelution Bauprodukte) für die Versuchsbedingungen, die Auswertung der Ergebnisse und die Liste der zu verwendenden DIN-Normen versandt.

Als qualitätssichernde Maßnahme zur Unterstützung der Bewertung der Ergebnisse der VU wurde eine Referenzlösung mit den relevanten Inhaltsstoffen zeitgleich mit den Bauprodukten versandt. Die Auslieferung der Referenzlösungen erfolgte zeitnah nach der Herstellung. Bis zur Auslieferung wurden die Referenzlösungen bei 4°C im Dunkeln aufbewahrt.

3.2 Durchführung

3.2.1 Säulenvorbereitung

Die Säulen waren nach der modifizierten Arbeitsanweisung „Elution von Bauprodukten – Perkulationsverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von Bodeninjektionsmitteln“ (vgl. Kap. 2.3.2.2) vorzubereiten. Der dabei zur Säulenfüllung zu

verwendende Sand stammte aus einer Charge des Quarzwerks Frechen und wurde durch eine Spediteursfirma an die FU Berlin geliefert. Von dort wurde der Sand auf die Teilnehmer aufgeteilt und persönlich bereitgestellt. Es wurde ein eng gestufter Feinsand gewählt (0,09 – 0,355 mm), mit einer mittleren Korngröße von 0,17 mm. Der eingesetzte Sand zeichnet sich durch eine hohe chemische Reinheit aus. Sein SiO₂-Gehalt liegt über 99%.

Der Sand wurde, um Luftblasen zu vermeiden, nach und nach in die Säule eingeschlämmt. Anschließend erfolgte die Spülung des Sands in der Säule über 24 Stunden mit der vorgegebenen Fließgeschwindigkeit von 4 l/h.

Nach der 24-Stunden-Spülung, wurde ein Blindwert abgenommen. Dafür wurde 1 Liter des austretenden Eluats aufgefangen und in eine Braunglasflasche abgefüllt.

Für den Vergleichstest mit Zementleim musste für den Einbau das Wasser bis kurz unter dem Packer abgepumpt werden. Das entsprach ca. 2,5 Liter Wasser aus der Säule.

Für den Vergleichstest mit Polyacrylat sollte 1 Liter Wasser aus der Säule abgepumpt werden. Grund war das Austreten von Wasser in Vorversuchen, an Verbindungsstücken bei der Injektion von Polyacrylat in eine vollständig gesättigte Säule.

3.2.2 Windkesselanlage

Die Windkesselanlage ist eine Laborvorrichtung zum Einpressen von fließfähigen Bodeninjektionsmitteln in die mit Sand gefüllte Acrylglasäule. Die Windkesselanlage wurde durch Rudolph (2008) an der MFPA Leipzig entwickelt und ersetzt die als sehr aufwendig für Injektionen im Labor angesehenen aus der Praxis kommenden Injektionspumpen (vgl. auch Schössner und Kunz, 2004).

Der Aufbau der Windkesselanlage ist der Abbildung 9 zu entnehmen. Im Wesentlichen besteht sie aus folgenden Einzelteilen:

- PMMA Zylinder DI = 140 mm, h = 200 mm
- Glaszylinder DI = 118 mm, h = 140 mm zur Aufnahme des Injektionsmaterials
- quadratische Grundplatte aus Aluminium unten ohne Öffnung
- quadratische Grundplatte aus Aluminium oben mit mittiger Öffnung
Ø 110 mm
- Druckdeckel mit integriertem Ansaugrohr / Überlaufschlauch und einer Lufteinlassöffnung, die mit der Druckluftanlage verbunden ist; der Deckel wird über 2 Schnellspannverschlüsse gegen die obere Grundplatte verspannt.

Die Grundplatten sind über 4 Gewindestäbe miteinander verspannt.

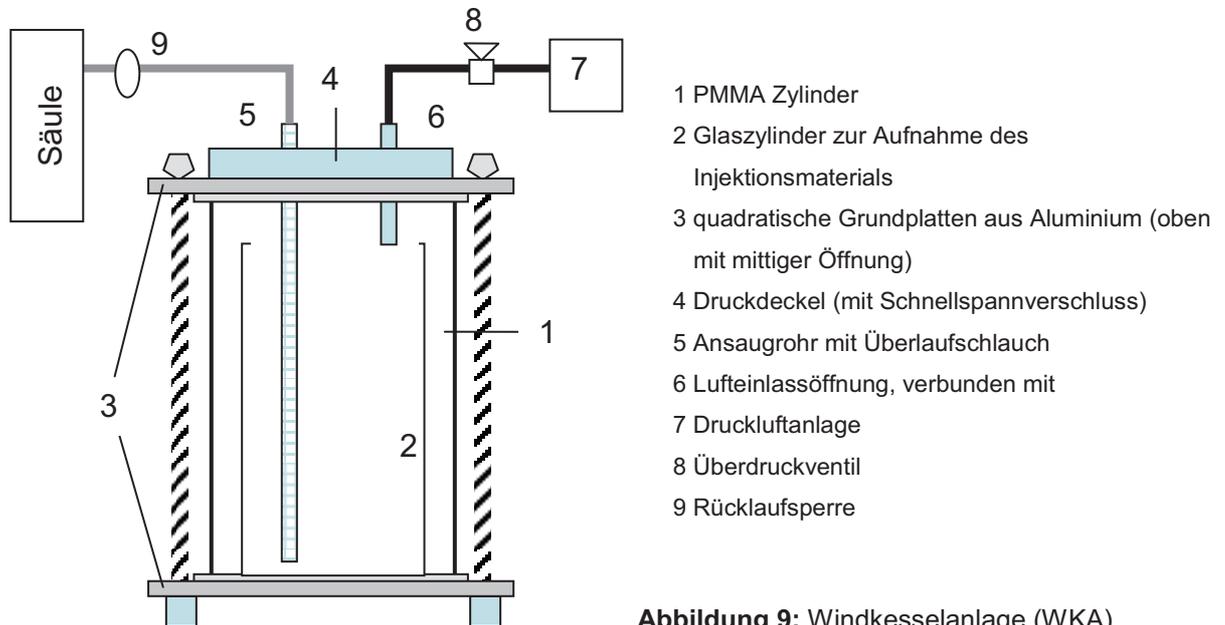


Abbildung 9: Windkesselanlage (WKA)

Die Windkesselanlage wird mit der Acrylglassäule über den Überlaufschlauch verbunden. Die zu untersuchende Probe wird je nach Bauprodukt und Aushärtezeit im angemischten Zustand oder als Teilkomponente in das Aufnahmegefäß gegeben und vermischt (z.B. bei schnell reagierenden Systemen). Dabei sind alle Bauprodukte geeignet, die bei Zimmertemperatur länger als 1 Minute zur Reaktion benötigen⁸. Bei Injektionsprodukten die kürzere Aushärtezeiten besitzen, kann über die Verwendung von vorgekühlten Einzelkomponenten und Anmischwasser eine höhere Reaktionszeit erzielt werden. Die Windkesselanlage wird verschlossen und ein Druck von 1 - 4 bar angelegt (kann durch Vorversuche ermittelt werden). Das flüssige Produkt wird auf diese Weise in die Säule injiziert. Das Überdruckventil wird als Sicherung eingesetzt, wenn das Produkt z.B. auf Grund von Verstopfung des Mauerpackers nicht injiziert werden kann und ein Druckablass notwendig wird. Die Rücklaufsperrung ist bei erfolgter Injektion sofort zu schließen, um einen Rücklauf des Produktes aus der Säule in die Windkesselanlage zu vermeiden. Nach erfolgter Injektion sind das Ansaugrohr sowie der Glaszylinder sofort zu reinigen, da Bauproduktreste im ausgehärteten Zustand schwieriger zu entfernen sind und eine erneute Injektion verzögern würden.

⁸ Durch Vorversuche mit der Windkesselanlage konnte die Dauer von 1 Minute ermittelt werden. Das ist die Zeit, die für das Handling vom Einfüllen der einzelnen Komponenten bis zum Verschließen und Injizieren des Bauproduktes benötigt wird.

In Abbildung 10 ist die mit der Sandsäule verbundene Windkesselanlage dargestellt.

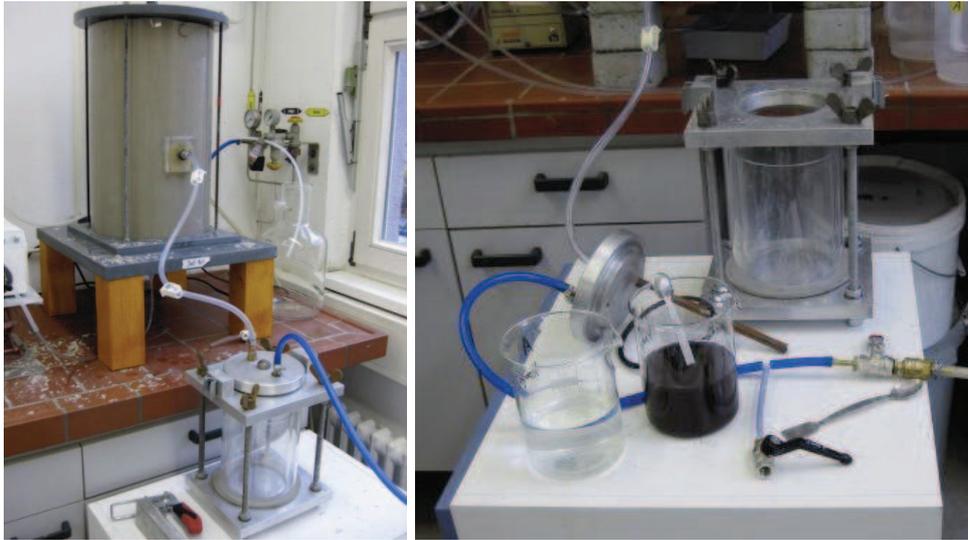


Abbildung 10: Links: An die Sandsäule angeschlossene Windkesselanlage, Rechts: geöffnete Windkesselanlage mit einzelnen Komponenten eines Polyacrylates vor der Vereinigung

3.2.3 Injektion/Einbau der Bauprodukte

Die Injektion des **Polyacrylats** fand mittels Windkesselanlage (WKA) in die wassergesättigte Säule statt. Für jedes Bauprodukt wurden 1,1 Liter Polyacrylat angemischt, da ca. 100 ml in der WKA verblieben. Das Anmischen der beiden vorgemischten Komponenten erfolgte durch Verrühren direkt in der WKA.

Vor Einbau des **Zementleims** erfolgte mit Hilfe eines Kunststoffrohrs (oder Ähnlichem), die Schaffung eines definierten Hohlrums im Sand. Nach Abpumpen der Säule wurde der Deckel geöffnet und mit einer Schaufel sowie einem Kunststoffrohr (AD 110 mm) eine ca. 30 cm tiefe Mulde in der Mitte der Säule vorgegraben. Der entnommene Sand wurde gelagert.

In diese vorgefertigte Öffnung wurde 1 Kilogramm (ca. 600 ml) des Bauprodukts eingefüllt. Die Anmischung erfolgte kurz vorher durch ein Rührgerät (Bohrmaschine mit Rühraufsatz).

Nach kurzer Zeit konnte vorsichtig mit der Verfüllung des Lochs unter Verwendung des vorher entnommenen Sands begonnen werden. Nach abgeschlossener Auffüllung wurde die Säule mit dem Deckel wieder verschlossen.

Alle Einzelheiten bezüglich der Anmischung und des Einbaus/der Injektion können den jeweiligen Arbeitsanweisungen im Anhang 1 entnommen werden.

3.2.4 Probenahme und Versuchsende

Nach Injektion des **Polyacrylates** in die gesättigte Sandsäule wurde 10 min (Aushärtezeit) nach Vereinigung der beiden Ausgangskomponenten die Durchströmung der Säule (4 + 0,2 Liter pro Stunde) gestartet und das austretende Prüfwasser in Fraktionen von je 2 (\pm 0,1) Liter (Gefäße: 2-Liter-Messbecher) aufgefangen. Die 2-Liter-Mischfraktionen wurden dann jeweils in eine 1-Liter Flasche umgefüllt. Zur Bestimmung der Parameter war eine Teilmenge abzunehmen.

Die Aufsättigung der Säule nach Anmischen des **Zementleims** begann nach 90 min Aushärtezeit mit einer Fließrate von ebenfalls 4l/h. Das austretende Prüfwasser wurde analog zur Vorgehensweise beim Polyacrylat in Fraktionen von je 2 (\pm 0,1) Liter aufgefangen und in eine 1-Liter Flasche umgefüllt.

Nach Ablauf der festgelegten Prüfzeit wurde die Durchströmung der Säulen beendet und der entstandene Injektionskörper in der Regel zeitnah ausgebaut. Vor dem Vermessen bzw. einer direkten Volumenbestimmung und der Bestimmung des Gewichtes wurde der Injektionskörper vorsichtig mit Wasser abgespült. Die Injektionskörper wurden fotografiert.

Für die Bestimmung der Parameter waren folgende, in Tabelle 3 aufgeführte Messverfahren vorgegeben.

Tabelle 3: Verfahren zur Bestimmung der allgemeinen Parameter und des TOC

Parameter	Verfahren
pH-Wert	DIN 38404-5 (07.2009)
elektrische Leitfähigkeit	DIN EN 27888 (11.1993)
Geruch	DIN EN 1622 (10.2006) (Anhang C – Qualitatives, vereinfachtes Verfahren)
Färbung	DIN EN ISO 7887 (12.1994) (Hauptabschnitt II)
Trübung	DIN EN ISO 7027 (04.2000)
Neigung zur Schaumbildung *	Arbeitsanweisung FU Berlin
TOC	DIN EN 1484 (08.1997)

* Verfahren ist als Arbeitsanweisung beigefügt (Anhang 1)

Alle Eluate des Zementleims incl. der Blindwerte wurden zur Schwermetallbestimmung (ICP-OES) an die FU Berlin (AG Organische Umweltgeochemie) gesandt.

3.3 Datenauswertung

Für die VU wurde für jedes zu untersuchende Bauprodukt eine Eingabemaske entwickelt und ausgegeben, die per E-Mail an die FU Berlin (AG "Organische Umweltgeochemie") zurück zu senden waren. In den Eingabemasken waren sowohl die Untersuchungsergebnisse als auch die für die Versuchsdurchführung relevanten Randbedingungen anzugeben. Jede Datenmaske enthielt ein vorbereitetes Arbeitsblatt, in dem die Analysenergebnisse automatisch zusammengefasst wurden.

Die Auswertung der VU erfolgte auf Grundlage der klassischen Statistik nach DIN 38402-42 (09.2005) - Ringversuch zur Verfahrensvalidierung. Die Ergebnisse wurden dabei zu Zwecken der Anonymisierung kodiert. Für die rechnergestützte Auswertung wurde die Statistiksoftware SPSS (*Version 17.0*) und Excel (*Version 2000*) verwendet.

Als Sollwerte wurde für jeden Parameter der Gesamtmittelwert aller Labore herangezogen. Die berechneten Gesamtmittelwerte wurden entsprechend den Normvorgaben unter Berücksichtigung der abgegebenen Einzelwerte der teilnehmenden Labore ermittelt.

Für die Parameter der Referenzlösung wurden vereinfacht die Standardabweichungen und deren Variationskoeffizienten bestimmt.

Durch die geringe Teilnehmerzahl wurde auf eine Ausreißereliminierung auf Basis eines zu stark abweichenden Labormittelwertes (Typ 2) und einer zu hohen laborinternen Standardabweichung (Typ 3), wie sie die DIN 38402-42 (09.2005) vorgibt, verzichtet. Es wurde jedoch auf einzelne laborinterne Ausreißer geprüft (Typ 1).

Der Ausschluss von Teilnehmern wegen Verfahrensfehlern wurde auf Grund der geringen Teilnehmerzahl nicht berücksichtigt. Jedoch wurde das Auftreten von Verfahrensfehlern gekennzeichnet.

Die Auswertung der VU-Ergebnisse war in drei Phasen aufgeteilt. In Phase 1 wurde geprüft, ob ein direkter Vergleich der jeweiligen Einzelfractionen möglich ist oder ob eine Anpassung der Fraktionen bei unterschiedlich einsetzendem Parameteranstieg erfolgen muss. Dafür wurden, um eine bessere Vergleichbarkeit zu erlangen, alle Daten der Parameter Leitfähigkeit und TOC blindwertbereinigt, um bei diesen Parametern einer Verfälschung durch den Einfluss des Trinkwassers zu entgehen. Des Weiteren wurden auf Basis des TOC die 3 Fraktionen mit dem höchsten Anteil an TOC und die Fraktionen, die den 90%-Anteil an TOC beinhalten⁹, ausgewählt. Die Parameter dieser Fraktionen der Maximalphasen wurden auf Grund der in den realen Untersuchungen für die Bestimmung ökotoxikologischer Parameter gebildeten Mischproben (Maximalphase) bei den weiteren Auswertungen ebenfalls herangezogen. Gleichzeitig wurden die Randbedingungen der Versuchsdurchführung ausgewertet, welche die Teilnehmer in den Datenmasken mitgeteilt hatten. Dabei wurden aufgetretene Verfahrensfehler oder Abweichungen

⁹ Bildung der 90%TOC Mischfraktion siehe Anhang 3

vermerkt. In Phase 2 erfolgte eine Ausreißerermittlung (Typ 1). In Phase 3 der Auswertung wurden die verbliebenen Ergebnisse nochmals einer intensiven Plausibilitätsprüfung unterzogen. Beispielsweise wurde bei stark vom Gesamtmittelwert abweichenden Messwerten ein Vergleich mit den Ergebnissen der Referenzlösung des entsprechenden Labors vorgenommen und Rücksprache mit den betreffenden Teilnehmern gehalten.

Die Ergebnisse der VU der abschließenden Betrachtung werden im nächsten Kapitel auszugsweise vorgestellt und diskutiert.

3.4 Ergebnisse

3.4.1 Rohdaten

Die Ergebnisse der Elutionen des **Zementleimes** zeigen einen geringen Austrag an Inhaltsstoffen an. Chrom war als einziges Schwermetall durch einen nennenswerten Austrag neben den Parametern pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, Trübung, TOC, Geruch und Neigung zur Schaumbildung für die VU relevant. Die weiteren analysierten Schwermetalle wurden aus dem Rohdatensatz herausgenommen, da sie a) nicht nachgewiesen wurden bzw. unter der Bestimmungsgrenze lagen oder b) durch das verwendete Trinkwasser als Elutionsmittel bereits im Blindwert höher als in den einzelnen Fraktionen enthalten und so nicht geeignet für die weitere Auswertung waren.

Die Elutionen des **Polyacrylates** zeigten einen deutlichen Austrag an Inhaltsstoffen an. Wesentliche Parameter sind der TOC und die elektrische Leitfähigkeit.

Alle gelieferten Ergebnisse (Rohdaten) der Parameter der VU sind im Anhang 2 aufgeführt.

Beim **Vergleich der einzelnen Fraktionen** untereinander bzw. des Elutions(Parameter)-verlaufs aller Säulen zeigt sich, dass eine direkte Gegenüberstellung der einzelnen Fraktionen nicht möglich ist. Die Parameterkurven zeigen einen versetzten Verlauf, der zu großen Streuungen der Werte, hohen Standardabweichungen, Extremwerten und Ausreißern führt und keine sinnvolle Auswertung ermöglichte.

Dies sei kurz für den TOC aufgeführt. In Abbildung 11 sind sämtliche TOC-Verläufe dargestellt. Es wird ersichtlich, dass der Austrag an TOC in einigen Säulen früher einsetzt als in anderen und dadurch die Werte stark um den Mittelwert streuen.

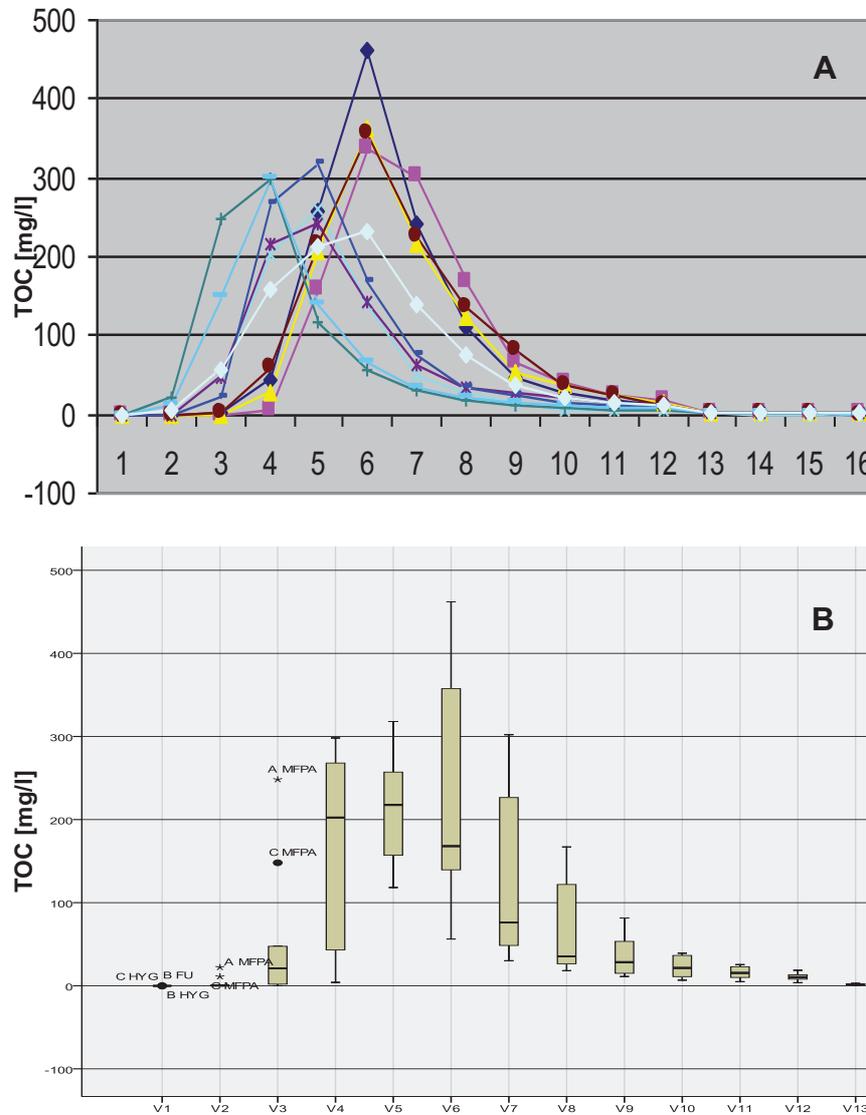


Abbildung 11: Kurvenverlauf TOC (A) und ermittelte Boxplots pro Fraktion (B) des Polyacrylats mit Extremwerten und Ausreißern (Blindwertbereinigt)

3.4.2 Versuchsbedingungen

Die Versuchsbedingungen der jeweiligen Labore sind dem Anhang 4 zu entnehmen.

Die **Auswertung der Daten zu den Versuchsbedingungen** ergab folgende Abweichungen zu den bereitgestellten Arbeitsanweisungen:

- Zu hohe Raumtemperatur/Wassertemperatur bei Labor C 10 bei Versuch Polyacrylat Säule A und B
- Kein abgepumptes Wasser bei Labor C 10 bei Versuch Polyacrylat Säule A, B und C vor Injektion
- Zu früher Elutionsbeginn (60 min statt 90 min) bei Labor C 12 bei Versuch Zementleim in allen drei Säulen

Weitere Unterschiede zwischen den Laboren bestanden bei der Menge an übrig gebliebenen Sand im Versuch Zementleim nach Wiedereinbau des Sandes und bei den Mengen an nichtinjiziertem Polyacrylat.

Die ermittelten Punkte wurden bei der weiteren Auswertung berücksichtigt und ihr Einfluss qualitativ bestimmt.

3.4.3 Probekörper

Zementleim: Die Probekörper des Zementleims weisen bei allen Teilnehmern identische Formen auf. So bilden sich durch den definierten Einbau Zylinder, mit einseitiger kalottenförmiger Ausrundung aus (Abb. 12). Die Ausrundung ist bedingt durch das Auffüllen des Sandes. Dieser drückt in das noch weiche Bauprodukt und verdrängt dieses nach außen.



Abbildung 12: Zementleimkörper der VU

In Tabelle 4 sind die Maße der ausgebauten Probekörper aufgeführt. Labor 12 lieferte hierbei keine Ergebnisse zur Masse des gebildeten Zementkörpers.

Tabelle 4: Prüfkörper Zementleim

Labor (Code)	Prüfkörper	Masse [g]	Oberfläche [cm ²]	Volumen [cm ³]
12	D	n. b.	404	596
	E	n. b.	403	600
	F	n. b.	398	584
10	A	1160	533	662
	B	1182	533	661
	C	1172	533	639
8	A	1212	471	680
	B	1202	452	670
	C	1143	424	600

n. b.: nicht bestimmt

Durch den definierten Einbau sind die Volumen der ausgebildeten Baukörper sehr gut vergleichbar und besitzen mit ca. 6% eine geringe Standardabweichung (vgl. Tab. 6).

Polyacrylat: Die Injektionskörper des Polyacrylates weisen hingegen unterschiedliche Ausformungen (kugelförmig über unregelmäßig kugelförmig bis hin zu unförmig) auf. Dabei sind die einzelnen Ausformungen für die Teilnehmer charakteristisch (Abb. 13).



Abbildung 13: Polyacrylatkörper der VU

Grund dafür könnten u.a. verschiedene Lagerungen des eingefüllten Sandes sein oder Undichtigkeiten am verwendeten Packer. In Tabelle 5 sind die Maße der ausgebauten Probekörper aufgeführt. Die Bestimmung der Oberfläche bei Labor 8 war auf Grund der Baukörperform nicht möglich.

Ein direkter Vergleich der Oberflächen war ebenfalls auf Grund der Schwierigkeiten bei der Bestimmung bei unförmigen Probekörpern nicht möglich. Hier bleibt nur der visuelle Vergleich zur Bestimmung der Vergleichbarkeit. Die Probekörper des Teilnehmers Labor Code 8 weisen durch die unförmige Ausbildung wahrscheinlich die höchste äußere Oberfläche auf. Eine ideale Kugelform und damit die geringste Oberfläche ist annähernd bei Labor Code 12 entstanden.

Tabelle 5: Prüfkörper Polyacrylat

Labor (Code)	Prüfkörper	Masse [g]	Oberfläche [cm ²]	Volumen [cm ³]
12	D	n. b.	907,9	2572
	E	n. b.	774,4	2026
	F	n. b.	804,3	2144
10	A	4189	200x160x160 [mm]*	2230
	B	4406	190x150x160 [mm]*	2332
	C	4791	240x190x130 [mm]*	2347
8	A	4091	n. b. b.	2270
	B	4029	n. b. b.	2210
	C	4146	n. b. b.	2250

*Abmessung, n. b.: nicht bestimmt, n. b. b.: nicht bestimmbar

Ein Vergleich der Baukörpervolumina zeigt, dass eine gute Übereinstimmung zwischen den Laboren besteht (ca. 7% Standardabweichung) (Tab. 6).

Tabelle 6: Standardabweichung in Prozent der Volumina der gebildeten Baukörper

Polyacrylat	Volumen [cm ³]	MW	STAW [cm ³]	STAW [%]	Zementleim	Volumen [cm ³]	MW	STAW [cm ³]	STAW [%]
12	2572				12	596,00			
	2026	2247,33	287,29	12,78		600,00	593,33	8,33	1,40
	2144					584,00			
10	2230				10	662,00			
	2332	2303,00	63,66	2,76		661,00	654,00	13,00	1,99
	2347					639,00			
8	2270				8	680,00			
	2210	2243,33	30,55	1,36		670,00	650,00	43,59	6,71
	2250					600,00			
MW [cm ³]	2264,56	2264,56			MW [cm ³]	632,44	632,44		
STAW [cm ³]	150,72	33,35			STAW [cm ³]	37,39	33,93		
STAW %	6,66	1,47			STAW %	5,91	5,36		

3.4.4 Vergleich (Verfahrenskennndaten)

Ein wesentliches Ziel der VU bestand in der Ermittlung von Verfahrenskennndaten für den inversen Säulenversuch entsprechend der DIN 38402-42. Um die von den Teilnehmern gelieferten Ergebnisse sinnvoll auswerten zu können, wurden aus den Daten der Einfeldfraktionen theoretische Mischfraktionen abgeleitet. Als Leitparameter diente der TOC. Es wurden rechnerisch folgende Mischfraktionen zur besseren Vergleichbarkeit der Labore ermittelt:

- die 90%TOC Mischfraktion und
- die Mischfraktion aus den 3 höchsten TOC-Fraktionen.

Des Weiteren wurde der

- Gesamt-TOC und
- für Zementleim zusätzlich der Gesamt-Chrom

ermittelt und für die weitere Auswertung herangezogen. Weiterhin wurde bei den Parametern der Referenzlösung der Variationskoeffizient bestimmt. Die Verfahrenskennndaten sind für den Säulenversuch in Abschnitt 3.4.4.1 für die zu ermittelnden Parameter tabellarisch zusammengestellt und in Abschnitt 3.4.4.2 sind die Parameter der Referenzlösung aufgeführt.

Insgesamt ergaben die ermittelten Vergleichsvariationskoeffizienten akzeptable Reproduzierbarkeiten für die untersuchten Parameter sowohl für Polyacrylat (Injektion) und Zementleim (Einbau). Betrachtet man die Parameter TOC, pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit, besitzt die inverse Säulenelution nach Schössner eine gute Reproduzierbarkeit, die Vergleichsvariationskoeffizienten sind für Polyacrylat und Zementleim $\leq 25\%$. Die Trübung besitzt auf Grund des niedrigen Messwertebereichs die höchsten Vergleichsvariationskoeffizienten, ähnlich des Variationskoeffizienten in der Referenzlösung (vgl. Kap. 3.4.4.2).

Die Parameter Geruch, Farbe und Neigung zur Schaumbildung konnten nur eingeschränkt ausgewertet werden, da eine Behandlung der erhaltenen qualitativen Werte nach DIN 38402-42 nicht möglich ist. Als Mittelwert wurden die Einstufungen herangezogen, die bei den einzelnen Werten überwogen. Die abgegebenen Einstufungen für diese Parameter besaßen überwiegend gute Übereinstimmungen.

Vergleicht man die unterschiedlich gebildeten Maximalphasen untereinander, stellt man fest, dass die Bildung der Mischfraktion der 3-höchsten-TOC-Fractionen die beste Vergleichbarkeit zwischen den Laboren bei den Parametern elektrische Leitfähigkeit und TOC liefert. In Abbildung 14 ist dies für die Parameter Temperatur, pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, Trübung und TOC sowie Chrom für Polyacrylat und Zementleim dargestellt. Die gebildete 90%-TOC Mischfraktion zeigt hingegen bei allen Parametern (Ausnahme: Gesamt Chrom) die größten Vergleichsvariationskoeffizienten und damit eine geringere, aber immer noch gute, Reproduzierbarkeit.

Der Parameter Chrom weist neben der Trübung den größten Vergleichsvariationskoeffizienten mit bis zu 58% auf.

Eine graphische Auswertung der o.g. Parameter mittels Boxplots ist im Anhang 5 beigefügt.

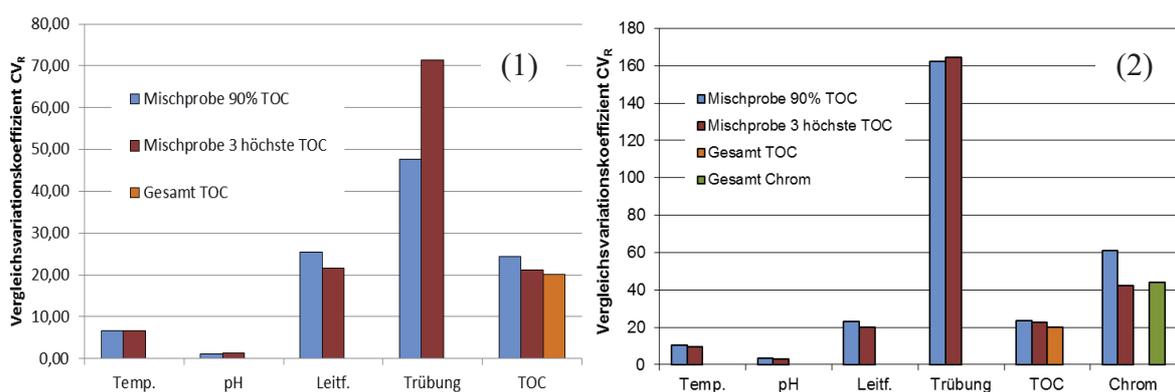


Abbildung 14: Variationskoeffizienten CV_R [%] der VU Polyacrylat (1) und der VU Zementleim (2)

3.4.4.1 Zusammenfassung Verfahrenskenndaten inverser Säulenversuch

Die Verfahrenskenndaten auf Grundlage der Vergleichsuntersuchung sind in den folgenden Tabellen 7 und 8 aufgeführt.

Tabelle 7: Verfahrenskenndaten Vergleichsuntersuchung inverser Säulenversuch – Polyacrylat

Merkmal	Fraktion	Dimension	Anzahl der Labore	Anzahl der		Anteil der Ausreißer	Gesamt- mittelwert	Vergleichs- standard- abweichung	Vergleichs- variations- koeffizient	Wiederhol- standard- abweichung	Wiederhol- variations- koeffizient
				freien Einzel- werte	Ausreißer- werte						
			n	n _A	n _{AP} [%]	X	s _R	CV _R [%]	s _r	CV _r [%]	
pH-Wert			3	9	0	0,00	7,65	0,08	1,07	0,05	0,62
Leitf.		µS/cm	3	9	0	0,00	316,14	80,32	25,41	60,80	19,23
Trübung		FNU	3	8	1	11,11	0,21	0,10	47,62	0,10	47,62
TOC	Misch- probe	mg/l	3	9	0	0,00	182,98	44,69	24,42	35,48	19,39
Geruch	90% TOC		3	9	0	0,00	schwach organisch				
Farbe			3	9	0	0,00	farblos				
Schaum			3	9	0	0,00	stark nicht stabil				
<hr/>											
pH-Wert			3	9	0	0,00	7,59	0,10	1,29	0,07	0,98
Leitf.		µS/cm	3	9	0	0,00	416,43	90,41	21,71	56,66	13,61
Trübung		FNU	3	9	1	11,11	0,14	0,10	71,43	0,02	14,29
TOC	Misch- probe 3	mg/l	3	8	1	11,11	235,52	50,07	21,26	24,66	10,47
Geruch	höchste TOC		3	9	0	0,00	schwach organisch				
Farbe			3	9	0	0,00	farblos				
Schaum			3	9	0	0,00	stark nicht stabil				
<hr/>											
TOC	Gesamt TOC	mg	3	9	0	0,00	967,12	193,98	20,06	144,25	14,92

Tabelle 8: Verfahrenskennndaten Vergleichsuntersuchung inverser Säulenversuch – Zementleim

Merkmal	Fraktion	Dimension	Anzahl der Labore	Anzahl der		Anteil der Ausreißer	Gesamt- mittelwert	Vergleichs- standard- abweichung	Vergleichs- variations- koeffizient	Wiederhol- standard- abweichung	Wiederhol- variations- koeffizient
				Einzel- werte	Ausreißer- werte						
			l	n	n _A	n _{AP} [%]	X	s _R	CV _R [%]	s _r	CV _r [%]
pH-Wert			3	9	0	0,00	8,60	0,28	3,27	0,15	1,79
Leitf.		µS/cm	3	9	0	0,00	114,62	26,45	23,08	18,18	15,86
Trübung	Misch- probe	FNU	3	8	1	11,11	0,53	0,86	162,26	0,65	122,64
TOC	90%	mg/l	3	9	0	0,00	17	4,09	23,50	3,34	19,22
Geruch	TOC		3	9	0	0,00	geruchlos				
Farbe			3	9	0	0,00	farblos				
Schaum			3	9	0	0,00	keine				
Chrom		µg/l	3	8	1	11,11	12,86	7,83	60,91	3,56	27,72
<hr/>											
pH-Wert			3	9	0	0,00	8,69	0,28	3,18	0,10	1,14
Leitf.		µS/cm	3	9	0	0,00	134,00	26,77	19,98	18,56	13,85
Trübung	Misch- probe 3	FNU	3	9	0	0,00	0,56	0,92	164,29	0,66	117,86
TOC	höchste	mg/l	3	9	0	0,00	20	4,60	22,84	3,67	18,24
Geruch	TOC		3	9	0	0,00	geruchlos				
Farbe			3	9	0	0,00	farblos				
Schaum			3	9	0	0,00	keine				
Chrom		µg/l	3	9	0	0,00	13,19	5,55	42,11	4,78	36,21
<hr/>											
TOC	Gesamt TOC	mg	3	8	1	11,11	96	19,44	20,21	13,25	13,77
<hr/>											
Chrom	Gesamt Chrom	µg	3	8	1	11,11	85,44	37,71	44,13	11,57	13,54

3.4.4.2 Referenzlösung

Die übermittelten Daten der Referenzlösung (Tab. 9) stellen ein wichtiges Hilfsmittel für die Bewertung der VU-Ergebnisse dar. Der Beitrag der Bestimmungsverfahren zum Vergleichsvariationskoeffizienten konnte dadurch abgeschätzt werden.

Tabelle 9: Parameter Referenzlösung

Referenz- lösung	pH- Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumb.
Labor		[μ S/cm]	[FNU]	[mg/l]			
12	2,37	3350	0,36	169	stark organisch	schwach gelblich	schwach, nicht stabil
10	2,43	3170	3,14	150	schwach organisch	farblos	schwach, nicht stabil
8	2,39	3290	0,48	160	schwach organisch	farblos	stark, nicht stabil

Die ermittelten Parameter TOC, elektr. Leitfähigkeit und pH-Wert zeigen eine gute Übereinstimmung (Tab. 10). Die qualitativen Parameter Geruch, Farbe und Neigung zur Schaumbildung wurden leicht abweichend bestimmt. Der Parameter Trübung zeigt auch hier eine sehr große Abweichung, verursacht durch den niedrigen Messwertbereich.

Tabelle 10: Standardabweichungen Parameter Referenzlösung

Referenzlösung	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC
		[μ S/cm]	[FNU]	[mg/l]
MW	2,40	3270,00	1,33	159,67
STABW	0,03	91,65	1,57	9,50
STABW %	1,27	2,80	118,46	5,95

Insgesamt zeigen die erhaltenen Standardabweichungen einen geringen Einfluss der Bestimmungsverfahren auf die erhaltenen Verfahrenskenndaten.

3.4.4.3 Einflüsse

Um Einflussfaktoren auf die Verfahrenskenndaten zu identifizieren, wurden in einem ersten Schritt die in Kapitel 3.4.2 ermittelten Abweichungen zur Arbeitsanweisung bewertet und in einem zweiten Schritt die Einflüsse der eingesetzten Elutionswässer (Trinkwasser) und der gebildeten Oberflächen der Baukörper überprüft.

Die eingetretenen Abweichungen zur Arbeitsanweisung, wie hohe Raumtemperatur und kein abgepumptes Wasser vor Injektion beim Versuch mit Polyacrylat haben keinen offensichtlichen Einfluss auf die zu bestimmenden Parameter. Das nicht abgepumpte Wasser bei Labor 10 wirkt sich nur auf eine Verschiebung des Kurvenverlaufes aus (vgl. Kap. 3.4.1).

Der zu frühe *Elutionsbeginn* bzw. die Verringerung der Aushärtezeit im Versuch Zementleim könnte jedoch Einfluss auf die Mobilisierung von Chrom aus dem Baukörper gehabt haben. Dieser mögliche Effekt wird aber überlagert durch den Einfluss des Elutionswassers des Teilnehmers Labor Code 12. Das Elutionswasser besitzt eine ca. um 1/6 geringere elektrische Leitfähigkeit (Ionenstärke) als das der anderen Teilnehmer. Dies könnte dazu geführt haben, dass vermehrt Ionen und Schwermetalle, bedingt durch das größere Gleichgewichtsgefälle, in Lösung gegangen sind. Eine höhere elektrische Leitfähigkeit ist jedoch in den Fraktionen des Zementleimes des Teilnehmers nicht nachweisbar, im Gegensatz zu den Fraktionen des Polyacrylates, wo die höchsten Werte für die elektrische Leitfähigkeit bestimmt wurden.

Die Form bzw. die äußere Oberfläche der Baukörper haben einen Einfluss auf die Höhe der mobilisierten Inhaltsstoffe. Die Polyacrylat-Probekörper des Teilnehmers Labor Code 8 weisen durch die unförmige Ausbildung des Probekörpers die höchste äußere Oberfläche auf. Dieser Teilnehmer weist ebenfalls die höchsten TOC-Werte auf. Der Einfluss der Form der Probekörper zwischen den anderen zwei Teilnehmern auf die TOC-Werte sind durch den zusätzlichen Einfluss der geringeren Leitfähigkeit von Labor Code 12 nicht nachweisbar.

Als größte Einflüsse auf die Vergleichbarkeit des Verfahrens können somit die Form der gebildeten Probekörper und die unterschiedlichen Leitfähigkeiten der Elutionsmittel (Trinkwasser) identifiziert werden, die jedoch in dieser Vergleichsuntersuchung vernachlässigbar erscheinen. Eine höhere Ähnlichkeit der gebildeten Probekörper und der eingesetzten Elutionswässer könnten vermutlich eine noch bessere Reproduzierbarkeit zwischen den Laboren bewirken.

3.5 Zusammenfassung Vergleichsuntersuchung

Die Durchführung der Vergleichsuntersuchung (VU) zur Normierung der **inversen Säulenelution** erfolgte mit 3 Laboren. Es wurden zwei Bauprodukte in jeweils 3 Parallelen mit dem Elutionsmittel Trinkwasser eluiert. Als Parameter wurden TOC, pH-Wert, Leitfähigkeit, Trübe (FNU) und Temperatur sowie Farbe, Geruch und Neigung zur Schaumbildung bestimmt. Zusätzlich wurden in den Eluatens des Bauproduktes Zementleim die Schwermetalle ermittelt.

Die Elutionen des **Polyacrylates** führten zu einem deutlichen Austrag an Inhaltsstoffen. Wesentliche Parameter sind der TOC und die elektrische Leitfähigkeit. Die Parameter elektrische Leitfähigkeit und TOC des **Zementleimes** zeigen hingegen einen geringen Austrag an Inhaltsstoffen an. Chrom war als einziges Schwermetall durch einen nennenswerten Austrag als Parameter für die VU relevant.

Ein wesentliches Ziel der VU bestand in der **Ermittlung von Verfahrenskennwerten** für den inversen Säulenversuch entsprechend der DIN 38402-42. Aus den Einzelfraktionen wurde die "90%TOC-Fraktion", die "3 höchsten TOC-Fraktionen" und der "Gesamt-TOC" sowie für Zementleim der "Gesamt-Chrom" ermittelt und für die weitere Auswertung herangezogen.

Insgesamt ergaben die ermittelten Vergleichsvariationskoeffizienten akzeptable Reproduzierbarkeiten für die untersuchten Parameter sowohl für Polyacrylat (Injektion) als auch für Zementleim (Einbau). Betrachtet man die Parameter TOC, pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit, besitzt die inverse Säulenelution nach Schössner eine **gute Reproduzierbarkeit**, mit **Vergleichsvariationskoeffizienten $\leq 25\%$** für die untersuchten Bauprodukte Polyacrylat und Zementleim. Der Parameter Chrom weist neben der Trübung den größten Vergleichsvariationskoeffizienten mit bis zu 58% auf.

Vergleicht man die unterschiedlich gebildeten Maximalphasen untereinander, stellt man fest, dass die Methode der "3-höchsten-TOC-Fraktion" die beste Vergleichbarkeit zwischen den Laboren liefert.

Als wichtige **Einflussfaktoren** auf die Vergleichbarkeit des Verfahrens konnten die **Form der gebildeten Probekörper** und die unterschiedlichen **Leitfähigkeiten der Elutionsmittel** (Trinkwasser) identifiziert werden.

4 Auswirkungen von Acrylatgelinjektionen auf Boden und Grundwasser

Wie bereits in Kapitel 2.1.2.3 ausgeführt, wurden Bodeninjektionsmittel auf Acrylatbasis (Methacrylatharze) auf Grund der als toxisch eingestuften Vorgängerprodukte Acrylamide bzw. Polyacrylamide entwickelt (Martens, 1998).

Polyacrylate gelten derzeit als die umweltverträglichsten Polymerinjektionsmittel. Dennoch können einzelne Komponenten auf Wasser- und Bodenorganismen schädliche Wirkungen hervorrufen (vgl. Kap. 2.1.3). Vor allem der bei Wasserzutritt mögliche Austrag von nicht unerheblichen Mengen bedenklicher anorganischer und organischer Bestandteile aus dem noch nicht ausgehärteten Injektionskörper kann schädliche Effekte auf Boden und Grundwasser bewirken. Die Baustellenpraxis zeigt dabei, dass bei Sanierungen meist nicht sparsam mit Injektionsmitteln umgegangen wird (Irrgartinger, 2007). Das liegt auch darin begründet, dass eine Kontrolle der Injektion und des gebildeten Injektionskörpers nicht möglich ist, da der abgedichtete Bereich nicht zugänglich ist. Eine negative Grundwasserbeeinflussung kann deshalb durch derartige Abdichtungsinjektionen nicht ausgeschlossen werden.

Ist der Injektionskörper ausgehärtet, d.h. die Polymerisationsreaktion ist abgeschlossen, ist die Gefahr einer Boden- und Grundwasserkontamination gering, da keine nennenswerten Stoffmengen mehr an die Umgebung abgegeben werden. Eine Grundwassergefährdung kann allerdings auftreten, wenn es zu einer fehlerhaften Ausführung der Injektion kommt. Sollte beispielsweise das Anmischen der einzelnen Komponenten nicht dem vorgegebenen Mischungsverhältnis entsprechen, kann eine unvollständige Reaktion der Komponenten miteinander nicht ausgeschlossen werden (Hornig und Rudolph, 2000). Nach Martens (1998) kann das der Fall sein, wenn die Länge der Gelzeit verändert wird, und daraus nicht-äquimolare Mischungsverhältnisse durch einseitige Konzentrationsänderung der Aktivatoren (z.B. Triethanolamin) resultieren. Schädliche Einzelkomponenten könnten dann das umliegende Erdreich kontaminieren und so eine Grundwassergefährdung hervorrufen.

Auf Grund der Marktbedeutung und der zunehmenden Verwendung von Polyacrylaten zur nachträglichen flächenhaften Mauerwerksabdichtung (Gelschleierinjektion) sind zur Einhaltung der Anforderungen des Wasserrechts und des Bodenschutzrechts Untersuchungen zum Freisetzungsverhalten und der Umweltauswirkung notwendig.

4.1 Freisetzungsmechanismen

Um die Freisetzung von Stoffen aus einem Bauprodukt heraus zu betrachten, muss zuerst der Stofftransport innerhalb des Baukörpers betrachtet werden. Dieser wird bestimmt durch die Diffusion mobiler Bestandteile.

Die Diffusion wird ausgelöst, wenn ein Konzentrationsunterschied (Konzentrationsgefälle) innerhalb eines Systems auftritt. Generell besteht die Bestrebung Konzentrationsunterschiede durch Teilchenfluss auszugleichen. Dieser Ausgleich ist zeitabhängig und vollzieht sich i.d.R. langsam, in Abhängigkeit zur Größe des Konzentrationsgefälles und der verfügbaren Poren im Baukörper bzw. dessen Struktur.

Polyacrylate befinden sich nach beendeter chemischer Reaktion und Aushärtung in einem elastischen Zustand. Die Verbindung der Makromoleküle ist weitmaschig vernetzt und von einem Kapillarsystem durchzogen, in dem Wasser aufgenommen werden kann. Je länger die Reaktionszeit des Produktes bis zur Aushärtung ist, umso ausgeprägter ist die sich bildende Netzwerkstruktur (Hornig und Rudolph, 2000). Nach Abschluss der Reaktion bilden Polyacrylatinjektionen einen abdichtenden Komplex, der sich durch Wasserzutritt auf Grund der Quellfähigkeit des Polymernetzwerkes noch verstärkt (Abb. 15). Durch die Quellfähigkeit kommt es jedoch in Folge der größeren Abstände zwischen den Polymerketten zu einer erhöhten inneren Diffusionsgeschwindigkeit und Freisetzung. Rudolph und Hornig (1999) weisen darauf hin, dass die Stärke des Quelleffektes durch unterschiedliche Inhaltsstoffe beeinflusst wird.

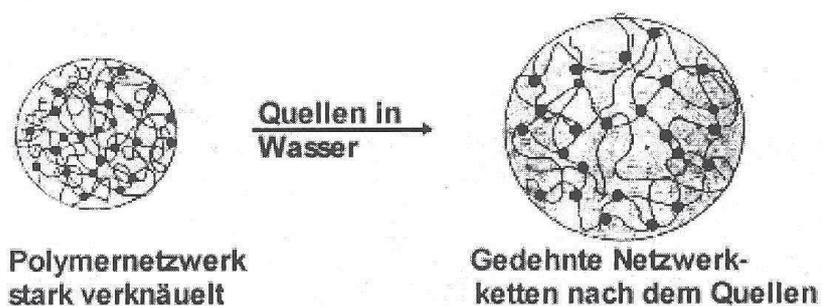


Abbildung 15: Struktur vernetzter Polymere im ungespannten und gespannten Zustand (Quelle: Brameshuber und Vollpracht, 2004)

Durch die hohe Variabilität der Polymerkettenlängen ergeben sich unterschiedliche Diffusionsgeschwindigkeiten für freie Polymere, die neben den reinen chemischen auch physikalischen Einflüssen, wie Verhakung und Verschlaufung, unterliegen (Martens, 1998). Die Verschlaufung der Polymerketten hängt u.a. vom Verhältnis zwischen Aktivator und Initiator und damit von der Gelzeit ab. Eine Veränderung des Aktivatorgehaltes führt zu einem veränderten Polymerisierungs- und Verschlaufungsgrad und damit zu unterschiedliche Diffusionsgeschwindigkeiten.

Bei der Injektion des Polyacrylates vermischt sich dies unter Verdrängung des Porenwassers mit dem Bodenmaterial. Dabei beeinflussen Bodenbestandteile und die chemische Zusammensetzung des Bodens die Diffusion freier Polymere und Ionen. Martens (1998) fand heraus, dass hauptsächlich CaCO_3 und Fe(III) -Verbindungen für diesen Einfluss verantwortlich sind.

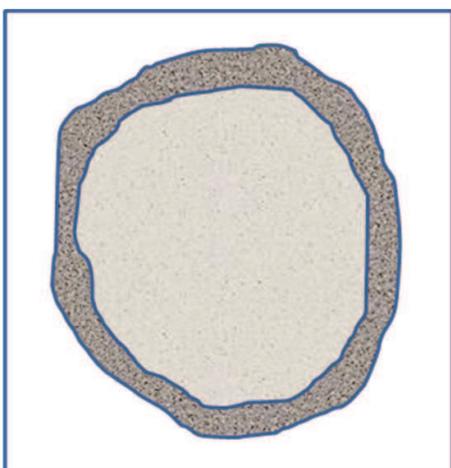
Eisen(III) – Ionen verursachen eine Radikalisierung der Acrylatmonomere und erhöhen die Monomerradikalkonzentration im Injektionsmittel. Dies führt zu kürzeren Gelzeiten, was kürzere Polymerketten zur Folge hat. Daraus resultiert eine höhere Diffusionsgeschwindigkeit die zu einem erhöhten Austrag beiträgt (Jasmund et al., 1993).

Diffusionserhöhend wirkt ebenfalls CaCO_3 im Boden. CaCO_3 führt durch Reaktion mit Hydroniumionen aus der Redoxpolymerisation zu einer CO_2 -Entwicklung. Dabei entstehen Bläschen im Acrylat, die von Wasser langsam ausgefüllt werden und zu einer Erhöhung der Diffusionsgeschwindigkeit führen (Martens, 1998).

Generell sind Polyacrylate sehr undurchlässig. Schreyer und Kessler (1995) fanden in Drucktopfversuchen (Druck von 1 bar) zur Wasserdurchlässigkeit nur bei einem von acht Versuchen eine geringe Wasserdurchlässigkeit. Eine mögliche Freisetzung von Inhaltstoffen wird sich deshalb auf die Randbereiche des Injektionskörpers beschränken.

Im Übergang zwischen Baukörper und Bodenmaterial kommt es zu zwei verschiedenen Freisetzungprozessen, die stark von der vorhandenen Grundwassersituation abhängen. Wenn das Produkt in die ungesättigte Zone injiziert und nicht durch Sickerwasser stark umströmt wird, werden Diffusionsprozesse die Freisetzung bestimmen (Brameshuber und Vollpracht, 2004). Dabei kommt es solange zur Freisetzung von mobilisierbaren Inhaltstoffen, bis ein Gleichgewicht zwischen Injektionskörper und Bodenwasser hergestellt ist, vorausgesetzt, das Gleichgewicht wird nicht vorher durch zutretendes Sickerwasser gestört. Die im Bodenwasser auftretenden Konzentrationen werden in Abhängigkeit der Löslichkeit des Inhaltsstoffes dementsprechend hoch sein.

Wird der Injektionskörper stark von Wasser umströmt, wie es z.B. der Fall ist, wenn direkt in strömendes Grundwasser injiziert wird, stellt sich kein Gleichgewicht zwischen Boden-/Grundwasser und Injektionskörper ein. Die Konzentration im Grundwasser wird dabei geringer sein. Im Gegensatz zu Gleichgewichtsbedingungen kann in Abhängigkeit zur Zeit mehr aus dem Injektionskörper freigesetzt werden. Das betrifft vor allem Stoffe die eine kleine Löslichkeit aufzeigen (Brameshuber und Vollpracht, 2004). Bei strömenden Bedingungen tritt der Diffusionsprozess weit hinter den Auswaschungsmechanismus zurück. Dies betrifft verstärkt die erste Zeit nach der Injektion.



Wenn der unausgehärtete Probekörper mit strömendem Grundwasser in Berührung kommt oder das Polyacrylat direkt in strömendes Grundwasser injiziert wird, kommt es zur Ausbildung einer nicht eindeutigen Phasengrenze zwischen Injektionskörper und umgebendem Boden (Abb. 16). Das bedeutet, dass das Grundwasser teilweise durch den Baukörper strömt. Dies betrifft vor allem die Randbe-

Abbildung 16: Schematische Darstellung eines injizierten Acrylates mit vom Grundwasser durchströmtem Oberflächenbereich (dunklere Zone) (verändert nach Karol, 1990)

reiche des Injektionskörpers und führt zu einer Verdünnung und unvollständigen Polymerisation (Martens, 1998). In der Folge werden unvollständig polymerisierte Monomere aus der Oberfläche herausgelöst und mit dem Grundwasser verfrachtet. Dies kann auch ausgehärtete Injektionskörper, die durch ungünstige Mischverhältnisse unvollständig polymerisierte Monomeranteile aufweisen, betreffen. Durch die Verdünnung im Oberflächenbereich wird außerdem die Gelzeit verlängert. Dadurch können bei direktem Wasserzutritt noch nicht reagierte Inhaltstoffe über einen längeren Zeitraum ausgelöst werden. Aus der Oberfläche der Injektionskörper können dabei Konservierungsstoffe, Pufferreste, Stabilisatoren, unvernetzte und kurzkettige Polymere sowie Restmonomere herausgelöst werden (Martens, 1998).

Der Austrag von Spaltprodukten kann nach Martens (1998) in verschiedenen Phasen der Polymerisation auftreten. Während der Radikalbildung bei der Redoxreaktion zwischen den Aktivatoren aus Komponente A und der Komponente B (Härter) können durch nicht äquimolare Massenverhältnisse Ungleichgewichte auftreten, wobei einzelne Redoxpartner ungebunden bleiben und eluierbare Spaltprodukte bilden. In der anschließenden Inhibitionsphase (Gelzeit) können sich sehr stabile und nicht-reaktionsfreudige Verbindungen aus Stabilisatoren (Komponente A1), Sauerstoff und Radikalen aufbauen, die nicht mit den Acrylatmonomeren reagieren, so dass sie nicht im weiteren Polymerisationsprozess eingebunden werden und ebenfalls eluierbar sind. Des Weiteren können nach der Polymerisation bei ungünstigen Mischverhältnissen ungebundene Stoffe der Inhaltstoffe übrigbleiben.

Darüber hinaus tragen herausgelöste Kationen des Sandes zur Freisetzung aus dem Injektionskörper bei (Martens, 1998).

4.2 Bestimmung des Freisetzungsverhaltens und der Auswirkungen auf Boden und Grundwasser

Im Folgenden werden die Untersuchungsergebnisse eines Acrylatgels (Polyacrylat) vorgestellt, das mit Hilfe des inversen Säulenversuches eluiert und ökotoxikologisch bewertet wurde. In Kapitel 4.3 werden diese Ergebnisse mit Untersuchungen aus zwei früheren Forschungsprojekten zur Bewertung der ökotoxikologischen Auswirkungen von Bauprodukten auf Böden¹⁰ aus den Jahren 2003 und 2005 sowie Literaturdaten verglichen.

¹⁰ Forschungsprojekte: "Validierung des Ammoniumoxidations- und Bodenatmungstests als Bestandteil einer ökotoxikologischen Testbatterie zur Bewertung der ökotoxikologischen Auswirkungen von Bauprodukten auf Böden" (Laufzeit 2004/05) und "Ermittlung der Eignung des Ammoniumoxidations- und Bodenatmungstests zur Bewertung der ökotoxikologischen Auswirkungen von Bauprodukten auf Böden" (Folgevorhaben, Laufzeit 2005/06)

4.2.1 Charakterisierung des verwendeten Polyacrylates

Das für die Untersuchungen eingesetzte Polyacrylat mit der Bezeichnung MC – Go – GI 2010 wurde durch die Firma MC Bauchemie bereitgestellt. Geliefert wurde das Produkt in einem Gebinde (30 kg) bestehend aus 4 Teilen, den flüssigen Teilkomponenten A1, A2 und A3 sowie der Teilkomponente B (Pulver). Komponente A1 stellte dabei die Hauptkomponente mit 27,5 kg dar.

Da sich das verwendete Produkt im Entwicklungsstadium befindet, muss an dieser Stelle auf eine nähere Charakterisierung verzichtet werden. Im Folgenden wird kurz auf die grundlegenden Bestandteile und Reaktionsmechanismen von Polyacrylaten eingegangen.

Bei Injektionsmitteln auf Polyacrylatbasis handelte es sich um Mehrkomponentensysteme, die aus polymeren und monomeren Acrylaten und Methacrylaten sowie zusätzlichen Additiven bestehen. Als Grundverbindung dient die Methacrylsäure die durch Veresterung zu Methacrylsäureester reagieren. Diese (Meth)Acrylatmonomere (Komponente A) stellen ungesättigte Verbindungen dar, die durch Aneinanderlagerung gesättigte Makromoleküle bilden (Abb. 17). Die Aushärtung erfolgt durch Verknüpfung zu langen Kettenmolekülen (radikalische Redox-Polymerisation) (Deutsche Bauchemie, 2004). Die radikalische Polymerisation wird durch die Zugabe eines Initiators verursacht, dessen hochreaktive Moleküle (Radikale mit einem ungepaarten Elektron) sofort mit den C=C-Doppelbindung der Monomermoleküle reagieren. Um die nötige Energie für diese Reaktion aufzubringen wird die sogenannte Redox-Polymerisation angewendet. Redoxsysteme initiieren, im Gegensatz zu thermischen Radikalstartern, bereits bei tiefen Temperaturen eine Radikalbildung (Rauch-Puntigam und Völker, 1967). Hierbei erzeugen Redoxmittel wie Triethanolamin die polymerisationsauslösenden Radikale (Martens, 1998).

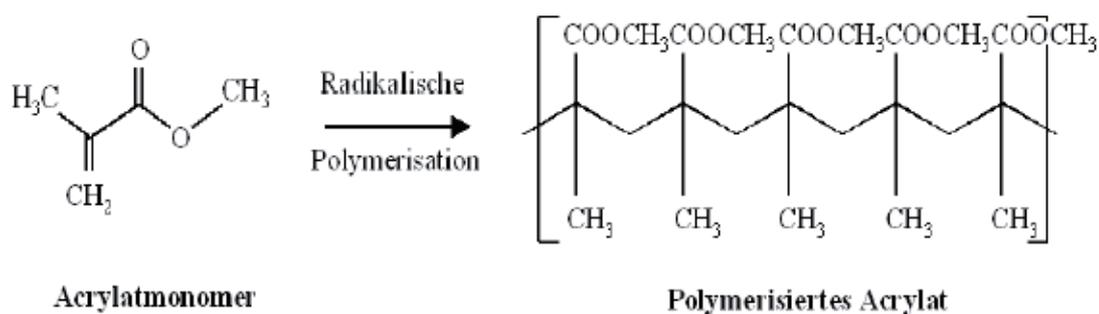


Abbildung 17: Grundreaktion von Acrylatmonomeren unter Einfluss eines Radikals zu polymerisiertem Acrylat (nach Deutsche Bauchemie, 2004)

4.2.2 Eluatherstellung, Charakterisierung und biologische Testverfahren

4.2.2.1 Eluatherstellung

Der Aufbau und die Vorbereitung der Säulen sowie die Elution des Bauproduktes erfolgten nach der Arbeitsanweisung des Hygieneinstituts Gelsenkirchen (Stand 2003) (vgl. Kap. 2.3.2). Die Untersuchungen wurden jeweils an drei parallelen Säulen durchgeführt.

Das untersuchte Polyacrylat wurde dabei einmal genau nach Herstellerangaben zubereitet (Tab. 11) und per Hand in die vorbereitete, für 24 h gespülte Sandsäule eingebracht. In einer weiteren Versuchsreihe wurde das gleiche Bauprodukt mit einer verringerten B-Komponente (Tab 12) in die ebenfalls vorbereitete, für 24 h gespülte Sandsäule injiziert. Die Verringerung der Komponente B führte zu einer Verlängerung der Gelzeit des Produktes.

Im Folgenden sind die Versuchsbedingungen näher aufgeführt:

Einbau des nach Herstellerangaben angemischten Polyacrylates (PAC 1)

Zum Einbau des Polyacrylates wurden die Säulen geöffnet, der Sand bis zur Höhe des Mauerpackers entfernt und eine Kuhle zur Aufnahme des Polyacrylates vorbereitet. Die Zubereitung erfolgte nach Herstellerangaben. Es wurde dabei ein ganzes Gebinde (27,5 kg Teilkomponente A 1) zubereitet. Die drei Teilkomponenten der Komponenten A wurden vorab vermischt. Komponente B war ein Pulver was in Leitungswasser aufgelöst wurde. Das Mischungsverhältnis beider Komponenten war 1,2 (A) : 1 (B) (Tab. 11).

Tabelle 11: Anmischmengen der Teilkomponenten des Polyacrylats (PAC 1)

Komponente	Menge [kg]	Gemisch
A1	27,5	30 kg Komponente A
A2	0,5	
A3	2,0	
B	0,5 in 25 H ₂ O	25 kg Komp. B (2%ige B-Lösung)

Kurz vor Einfüllen wurden die Komponenten A und B vereinigt und für 10 s gemischt und anschließend sofort in die vorbereitete Kuhle eingefüllt. Nach einer Aushärtezeit von ca. 40 – 60 s wurde der Sand sofort wieder in die Säule eingebracht und die Säule verschlossen. Nach insgesamt 10 min Aushärtezeit wurde die Elution mit der Aufsättigung (Fließrate von 4 l/h) begonnen.

Injektion des Polyacrylates mit veränderter B-Komponente (PAC 2)

Die Injektion erfolgte mittels Windkesselanlage in die mit Sand gefüllte wassergesättigte Säule. Das Bauprodukt wurde in Anlehnung an die Herstellerangaben angemischt. Die einzige Veränderung war eine geringere Menge an Natriumpersulfat (Komp. B), so dass die mit Wasser angemischte B Komponente eine 1% Natriumpersulfatlösung darstellte. Das Mischungsverhältnis zwischen den Hauptkomponenten war ebenfalls 1,2 (A) : 1 (B) (Tab. 12).

Tabelle 12: Anmischmengen der Teilkomponenten des Polyacrylats (PAC 2)

Komponente	Menge [g]	Gemisch
A1	1648,8	1,8 kg Komponente A
A2	28,8	
A3	118,8	
B	15 g in 1500ml H ₂ O	1,5 kg Komp. B (1%ige B-Lösung)

Für die Versuchsreihe wurde gerade soviel Bauprodukt angemischt, wie benötigt wurde. Pro Säule bedeutete dies, dass 1,1 kg in die Windkesselanlage eingefüllt wurden. Da bei der Injektion immer ein Rest in der Windkesselanlage verbleibt, wurden insgesamt zwischen 1,02 und 1,035 kg in die wassergesättigten Säulen injiziert. Die Aushärtezeit betrug zwischen 4,50 und 6,30 min, bedingt durch längere Kühlzeit der einzelnen Komponenten je Säule. Die Elution wurde nach 3 min gestartet, so dass das Bauprodukt im Zustand der unvollendeten Aushärtung umströmt wurde.

4.2.2.2 Charakterisierung

Vor dem Einbau bzw. der Injektion wurden jeweils eine Probe des Elutionswassers und eine Probe des Blindwertes je Säule entnommen und bei 4°C bis zur Analyse gelagert.

Nach begonnener Elution wurde das Eluat in 2 Liter Messbechern aufgefangen und diese alle 30 min durch ein neues Probengefäß ersetzt. Die Probenahmezeiten der Eluate wurden aufgezeichnet. Die Parameter pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, Geruch, Färbung, Trübung und Neigung zur Schaumbildung und die Eluattemperatur wurden sofort bestimmt und die Eluate zur weiteren Verwendung bei 4°C gelagert (vgl. Verfahren Tab. 3 in Kapitel 3.2.4).

Die Berechnung der Gesamtfreisetzung an TOC erfolgte wie in Kapitel 6.1.6 beschrieben. Für die Bestimmung der Freisetzungsrates jedes Elutionsschritts wurde die Berechnung nach (1) gewählt.

Für die Betrachtung der Frachten an ausgelaugten Inhaltsstoffen wurden nach beendeter Elution die Säulen leer gepumpt, der Sand entfernt und die entstandenen Probekörper ausgebaut, fotografiert und vermessen, gewogen und ihr Volumen bestimmt.

Des Weiteren wurde für den Nachweis von Inhaltsstoffen und die Aufklärung der Molekülstruktur an ausgewählten Proben eine NMR Spektroskopie durchgeführt. Dazu wurden drei Proben an die Forschungs- und Materialprüfanstalt (FMFA) in Stuttgart versandt.

4.2.2.3 Biologische Testverfahren

Die Ermittlung und Bewertung der biologischen Parameter ist ein zentraler Punkt bei der Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser¹¹. Gefordert sind aquatische und terrestrische Testverfahren sowie die Durchführung eines Abbautests nach OECD, Guideline 301. Als aquatische Testverfahren sind der Leuchtbakterien-Lumineszenz-Hemmtest (DIN ISO 11348-2)/Leuchtbakterienwachstumstest (DIN 38412-37), der Algentest (DIN 38412-33), der Daphnientest (DIN 38412-30), der Fischtest/Fischeitest (DIN 38412-31) sowie der umu- bzw. Ames-Test (DIN 38415-3) genannt (DIBt, 2009).

Als terrestrische Tests sollen der Ammoniumoxidationstest (DIN ISO 15685) und die mikrobielle Atmung (nach DIN ISO 17155) in das Bewertungskonzept aufgenommen werden.

In den hier betrachteten Untersuchungen wurden neben den zwei o.g. terrestrischen Tests, die aquatischen Ökotoxizitätstests Leuchtbakterien-Lumineszenz-Hemmtest und Algentest eingesetzt, sowie der Abbautest nach OECD, Guideline 301 durchgeführt.

Für die biologischen Untersuchungen wurde nach der Charakterisierung der Eluate Mischproben gebildet. Zur Bildung der Mischproben wurde der ermittelte TOC/DOC herangezogen. Dabei wurde eine Mischprobe für die Maximalkonzentrationen an TOC/DOC (Maximalphase) und eine für die abklingende TOC/DOC-Konzentration (Abklingphase) gebildet (Abb. 18). Um den Einfluss unterschiedlich hoher Konzentrationen an TOC auf die Bodenbiologie zu beurteilen wurden die Maximalphasen von PAC 1 und PAC 2 unterschiedlich gebildet:

PAC 1: Die Eluate der Maximalphase wurden aus den Eluatfraktionen, die 90% des TOC/DOC-Gehaltes beinhalteten, gebildet. Dabei wurden die Fraktionen mit den höchsten TOC/DOC bis zu 90% des Gesamt-TOC/DOC ausgewählt und zu gleichen Teilen vereinigt (vgl. Anhang 3). Alle Einzelfraktionen mit einem TOC/DOC > 5 mg/l wurden in die Berechnung mit einbezogen. Aus jeder Säulenparallele wurde eine

¹¹ vgl. Grundsätze des DIBt zur Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser, Ausgabe Mai 2009

Mischprobe der Maximalphase gebildet. Für die Abklingphase wurden die Eluatfraktionen aller drei Säulen, die nicht für die Maximalphase herangezogen wurden, volumenanteilig zu einer Mischprobe vereinigt.

PAC 2: Die Vereinigung der Eluatfraktionen erfolgte aus den 4 Fraktionen mit den höchsten TOC/DOC Konzentrationen. Aus jeder Säulenparallele wurde eine Mischprobe der Maximalphase gebildet. Für die Abklingphase wurden das gleiche Vorgehen wie bei PAC 1 gewählt.

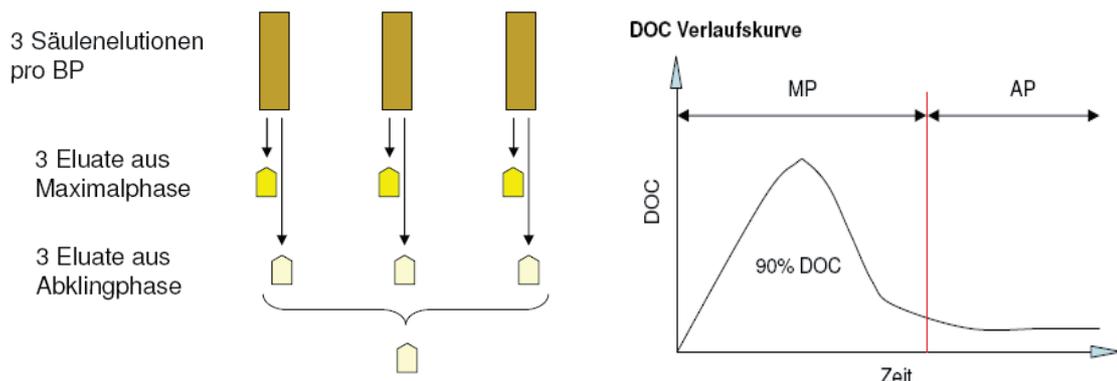


Abbildung 18: Vorgehensweise zur Vereinigung der einzelnen Fraktionen zu Mischproben der Maximal- (MP) und Abklingphase (AP)

Die Mischproben der Maximal- und Abklingphasen der Eluate wurden wie die Einzelfraktionen auf die Parameter Geruch, Färbung, Trübung und Neigung zur Schaumbildung analysiert und anhand von pH-Wert, elektrischer Leitfähigkeit und DOC/TOC charakterisiert.

Um die Wirkung der während der Elution ausgelaugten Inhaltsstoffe auf die Lebensraumfunktion von Böden zu beurteilen, wurden folgende zwei **terrestrische Ökotoxizitätstests** an der *TU Berlin, Institut für Ökologie, Landschaftsbau und Abfallbelastung der Landschaft* durchgeführt:

- Bestimmung der potenziellen Nitrifizierung – Schnellverfahren mittels Ammoniumoxidation, nach DIN ISO 15685 (09.2004)
- Bestimmung der Abundanz und Aktivität der Bodenmikroflora mit Hilfe von Atmungskurven, nach DIN ISO 17155 (06.2003)

Um die Auswirkungen von schädlichen Inhaltstoffen auf Böden zu untersuchen, müssen unkontaminierte Referenzböden mit den Bauprodukteluatn versehen (kontaminiert) werden. Als Testboden wurde dabei der Boden LUFA 2.3 ausgewählt (Tab. 13).

Tabelle 13: Kurzcharakterisierung des Referenzbodens LUFA 2.3

Boden	pH-Wert	Corg in %	Sand in %	Schluff in %	Ton in %	Max. Wasserhaltekapazität (WHK _{max}) in %
Lufa 2.3	6,4	1,0	61	30	9	34,1

Nach der Probenahme wurden die Böden bei 4 °C gelagert. Circa drei Wochen vor Versuchsbeginn wurden diese gleichmäßig an der Luft auf ca. 25% der maximalen Wasserhaltekapazität (WHK_{max}) getrocknet, anschließend auf ≤ 2 mm gesiebt und wieder bei 4 °C eingelagert.

Die zu testenden Eluate wurden direkt bzw. möglichst schnell nach Lieferung auf den Boden aufgebracht. Dabei wurde 1 kg TM Boden mit 667 g Eluat für 24h überstaut. Anschließend wurde der Eluatüberstand abdekantiert. Die im Boden verbliebene Flüssigkeitsmenge wurde durch schonendes Trocknen auf 50 % der WHK_{max} reduziert. Die so erhaltenen Bodenproben wurden in Weckgläsern im Dunkeln bei 20°C 12 Wochen inkubiert. Jeweils nach einer Woche und nach zwölf Wochen wurde die potenzielle Nitrifikation bestimmt und Bodenatmungskurven aufgenommen.

Auftretende Verdunstungsverluste während der zwölfwöchigen Inkubationszeit wurden durch Wiegen der Probengefäße ermittelt und durch Zugabe (Aufsprühen) von Elutionswasser (Trinkwasser) ausgeglichen. Als Kontrollvariante diente das Wasser, was nach der 24-stündigen Spülphase vor Einbringen der Bauprodukte in die Säule entnommen wurde.

Der *Bodenatmungstest* wurde mit Hilfe des Vergleichs der Atmungskurven der mit Bauprodukteluat kontaminierten Böden und der Atmungskurven des unkontaminierten, nur mit Trinkwasser versehenen Referenzbodens ausgewertet. Die Grundlage dieses Tests bildet die Tatsache, dass aerobe Mikroorganismen ihre Energie aus der Atmung, d.h. der Oxidation organischer Nährstoffe durch molekularen Sauerstoff gewinnen. Mit Hilfe der analytischen Bestimmung des Stoffwechselproduktes CO₂ werden die metabolischen Aktivitäten von Mikroorganismen in Bodenproben bestimmt und zur Bewertung der Bodenqualität herangezogen. Als Beurteilungsparameter wird speziell der kumulative Atmungsquotient C_R herangezogen (Abb. 19).

Der *Nitrifikationstest* wird anhand der Bildung von Nitrit im Vergleich zur Kontrolle bewertet. Die Ammoniumoxidation ist der erste Schritt der autotrophen Nitrifikation und wird zur Bewertung der potenziellen Aktivität von nitrifizierenden Bakterien im Boden genutzt. Der Parameter Ammoniumoxidation reagiert im Vergleich zur metabolischen Aktivität von Mikroorganismen empfindlicher auf schädliche Einflüsse, die z.B. von Bodenkontaminationen ausgelöst wurden.

Die Ergebnisse der terrestrischen Tests werden als Hemmung bzw. Förderung im Vergleich zum Kontrollboden angegeben. Alle Abweichungen zur Kontrolle die dabei 25% überschreiten, werden als kritisch betrachtet.

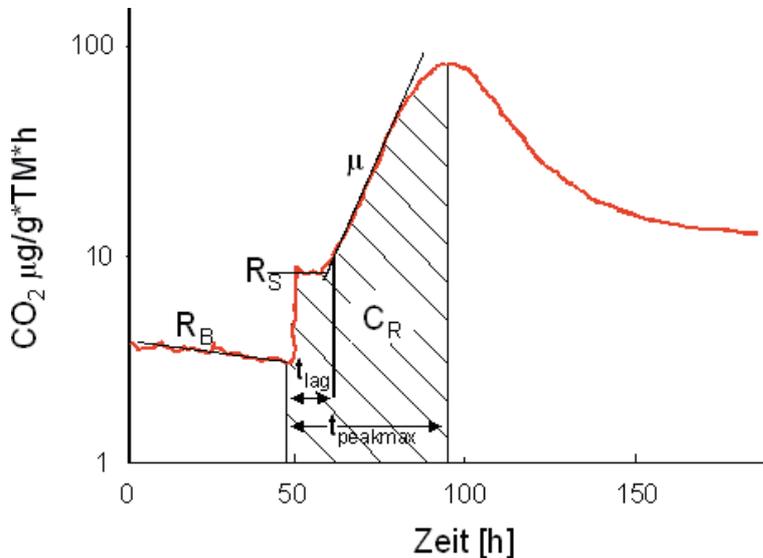


Abbildung 19: Atmungskurve eines unbelasteten Bodens, kumulative CO₂-Abgabe (C_R) zeigt die Menge des abgegebenen CO₂ vom Zeitpunkt der Substratzugabe bis zum Erreichen des Peakmaximums in der Kontrolle an. Dabei wird die Fläche unter der Kurve von der Substratzugabe bis zum Zeitpunkt des Peakmaximums berechnet (nach Wilke et al., 2000).

Anhand von **aquatischen Testverfahren** wird beurteilt, ob das injizierte Bauprodukt ein über den Wasserpfad austragbares ökotoxisches Potenzial besitzt und eine Beeinträchtigung der Rückhaltefunktion von Böden besteht.

Folgende zwei Verfahren wurden am Fraunhofer-Institut für Molekularbiologie und Angewandte Oekologie (IME) in Schmallenberg mit den Eluaten durchgeführt:

- Leuchtbakterienlumineszenztest: nach DIN EN ISO 11348-2 (05.2009) mit flüssig getrockneten Bakterien (*Vibrio fischeri*)
- Algenwachstumshemmtest: nach DIN 38412-33 mit Grünalgen (*Desmodesmus subspicatus*)

Die Eluatproben wurden nach Eingang bis zu der jeweiligen Testdurchführung dunkel bei 4 °C gelagert und innerhalb von einer Woche untersucht. Die Eluate wurden, falls erforderlich, vor der Testung auf einen pH 7 ± 0,2 mit HCl eingestellt. Alle Tests wurden mit 4 Wiederholungen angesetzt.

Der *Leuchtbakterienlumineszenztest* ist ein statischer Kurzzeittest (Batchtest), der zur Untersuchung von Abwasser und wässrigen Lösungen von Prüfsubstanzen, wie z.B. wässrigen Bodeneluaten, dient. Das marine Leuchtbakterium *Vibrio fischeri* gilt dabei als Modellorganismus für die Biolumineszenz. Bei einer Störung des Stoffwechsels (z.B. durch die Einwirkung von Chemikalien) ist die bakterielle Leuchtintensität vermindert. Bei diesem Test werden verschiedene Verdünnungen des Bodeneluats mit der Leuchtbakteriensuspension zusammengebracht.

Der *Algenwachstumshemmtest* mit der Grünalge *Desmodesmus subspicatus* ist in Süß- und Brackwasser weit verbreitet. Sie ist ein Vertreter der zur Photosynthese befähigten Organismen. Der Wachstumshemmtest von *Desmodesmus subspicatus* ist ebenfalls ein statischer Test (Batch-Test) zur Beurteilung der chronischen Toxizität von Stoffen im wässrigen Medium über Verdünnungsstufen (Hund, 1994).

Alle Ergebnisse der aquatischen ökotoxikologischen Tests erfolgen als G-Werte. Bei dem G-Wert handelt es sich um diejenige Verdünnungsstufe, die gerade nicht mehr als 20 % Effekt hervorruft. Dieser Wert dient der Beurteilung der Eluate. Das Eluat des Bauprodukts sollte eine maximal zulässige Hemmung der Lichtemission von weniger als 20 % bis zur Verdünnungsstufe 8 ($G_L \leq 8$) erreichen. Im Algentest soll das Eluat die maximal zulässige Hemmung von weniger als 20 % bis zur Verdünnungsstufe 4 ($G_A = 4$) oder bereits bei geringeren Verdünnungen erreicht haben (DIBt, 2009).

Um die **Abbaubarkeit** von organischen Inhaltstoffen im Eluat zu beurteilen, wurde von jedem Bauprodukt ein Eluat aus der Maximalphase ausgewählt und mit dem statischen Abbauersuch gemäß OECD 301 E (OECD-Screening-Test) untersucht.

Die Testsubstanz, bzw. in diesem Fall das Bauprodukteluat, wurde als einzige Kohlenstoffquelle einem Mineralmedium zugesetzt. Als Inokulum diente Kläranlagenauslauf. Der Test wurde bis zum Erreichen einer Plateauphase fortgeführt (maximal 28 Tage). Gemäß Vorschrift soll die Kohlenstoffkonzentration im Testansatz zum Zeitpunkt 0 zwischen 10 und 40 mg/L betragen. Die Polyacrylateluate wurden mit 40 mg DOC/L eingesetzt. Das Ansatzvolumen betrug nach Richtlinie 1 Liter.

Für eine Testreihe wurden folgende Ansätze untersucht:

- | | |
|---|-------------|
| 1) Inokulum-Blindwert (Mineralmedium + Inokulum): | 2 Replikate |
| 2) Referenz-Ansatz (Na-Benzoesat + Mineralmedium + Inokulum): | 1 Ansatz |
| 3) Probe 1 (Eluat 1 + Mineralmedium + Inokulum): | 2 Replikate |
| 4) Toxizitätskontrolle (Eluat 1 + Na-Benzoesat + Mineralmedium + Inokulum): | 1 Ansatz |
| 5) Phys.-chem. Kontrolle I (Eluat 1 + $HgCl_2$ + Mineralmedium + Inokulum): | 1 Ansatz |
| 6) Phys.-chem. Kontrolle II (Eluat 1 + $HgCl_2$ + Mineralmedium): | 1 Ansatz |

Der Abbau wurde anhand des DOC-Gehaltes verfolgt. Am Tag 0 (Testansatz), 3, 7, 17, 21 und 28 erfolgte die Bestimmung. Dafür wurden jeweils 10 ml entnommen und an einem TOC-Analysator 5050A von *Shimadzu* analysiert.

Die Inhaltsstoffe gelten als abbaubar, wenn der DOC nach 28 Tagen eine Abbaurrate von mindestens 70% erreicht.

Die Ergebnisse des Abbautes wurden danach mit den ökotoxikologischen Untersuchungen in Beziehung gesetzt, um die Abbaubarkeit toxischer Substanzen beurteilen zu können.

4.2.3 Ergebnisse

4.2.3.1 Eluatcharakterisierung (Parameter)

Im Folgenden werden die wichtigsten Parameter der PAC 1- und PAC 2- Eluate aufgeführt. Ausführliche Ergebnistabellen mit allen untersuchten Parametern sind im Anhang 6 beigefügt.

PAC 1: Der Verlauf der Parameter TOC/DOC, pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, Trübung, Temperatur, Farbe und Geruch sowie Neigung zur Schaumbildung der drei Parallelsäulen wurde aufgenommen. Dabei zeigten die Parameter TOC/DOC und die elektrische Leitfähigkeit die größten Veränderungen im Vergleich zum Elutionswasser. Das Elutionswasser wurde während der Elution mehrmals beprobt und analog zu den Bauprodukteluaten untersucht. Über den gesamten Versuchszeitraum zeigte das Elutionswasser nur geringe Veränderungen des pH-Wertes (7,66 – 7,84), der elektr. Leitfähigkeit (631 – 639 $\mu\text{S}/\text{cm}$) und des DOC (3,0 – 3,3 mg/l) an. Nach 24 stündigem Spülen der Säule sind die Werte des entnommenen Blindwertes nahezu identisch mit denen des Elutionswassers.

Durch den Einbau des Polyacrylats per Hand, kam es in den Säulen zu zwei unterschiedlichen Szenarien. In Säule A und C ist das Produkt größtenteils in der vorbereiteten Kuhle in der Säule verblieben, während in Säule B das Produkt versickerte und so einen größeren Prüfkörper ausbildete. Dieser Unterschied wird in den Kurvenverläufen deutlich. In Abbildung 20 ist der Verlauf des Leitparameters DOC über die entnommenen Eluatfraktionen sowie über die Versuchszeit aufgetragen.

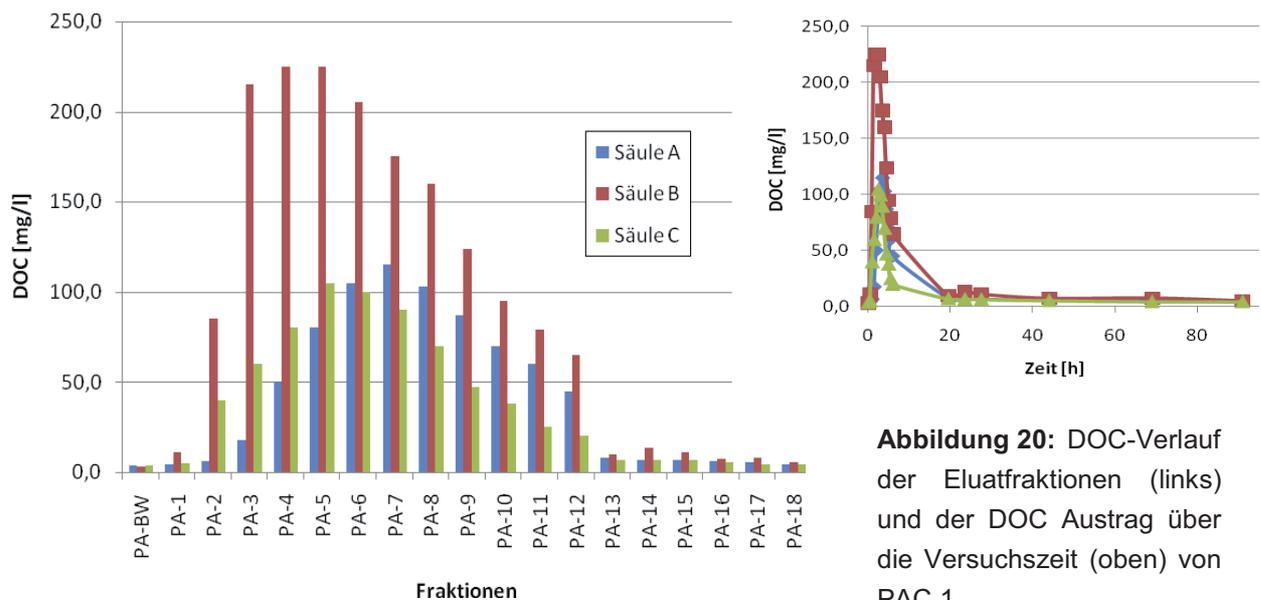


Abbildung 20: DOC-Verlauf der Eluatfraktionen (links) und der DOC Austrag über die Versuchszeit (oben) von PAC 1

Das Maximum des Austrages wurde im Mittel in der 4ten –8ten Fraktion (DOC > 100 mg/l) mit bis zu 225 mg/l DOC (Säule B) ermittelt. Betrachtet man den zeitlichen Verlauf der Freisetzung an gelösten organischen Verbindungen, so ist dieser im Wesentlichen auf den ersten Versuchstag beschränkt. Bereits am Ende des ersten Tages ging die Freisetzung zurück und erreichte am 2. Tag einen stabilen Wert, der sich gering über dem Niveau des Elutionswassers einpegelte.

Innerhalb der ersten sechs Stunden wurden in Säule B ca. 3.300 mg gelöste organische Verbindungen freigesetzt. Das sind 55 % der innerhalb von 91 Stunden gesamten eluierten 6.000 mg DOC. Es wird deutlich, dass es nach einem raschen Freisetzen von Inhaltstoffen zu einer geringen, aber kontinuierlichen Freisetzung aus den Probekörpern heraus kommt (Abb. 21).

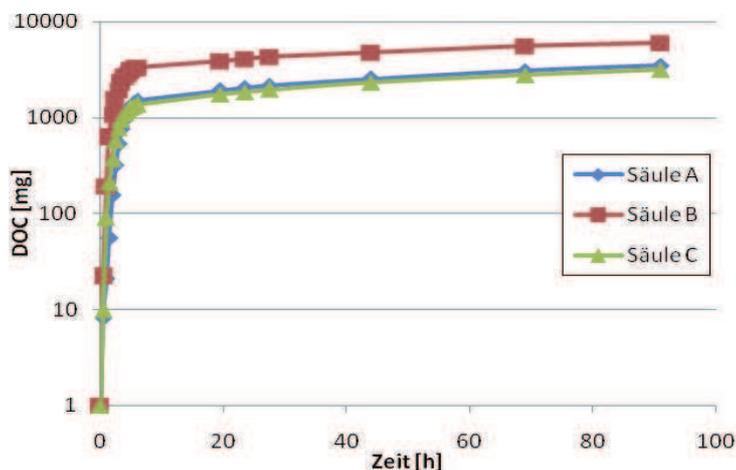


Abbildung 21: Kumulierte freigesetzte organische Verbindungen (DOC) innerhalb der Elutionsdauer von 91 Stunden aus PAC 1

Der Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit ist analog zum DOC-Verlauf. Das Maximum liegt ebenfalls in der 3ten – 9ten Fraktion. Ab Fraktion 13 (2. Tag) ist die elektr. Leitfähigkeit wieder auf das Niveau des Elutionswassers sowie des Blindwerts gesunken (Abb. 22).

Der pH-Wert weist durch den Einfluss des Polyacrylates keine große Veränderung auf und pendelt während der gesamten Elution zwischen 7,7 und 8,3.

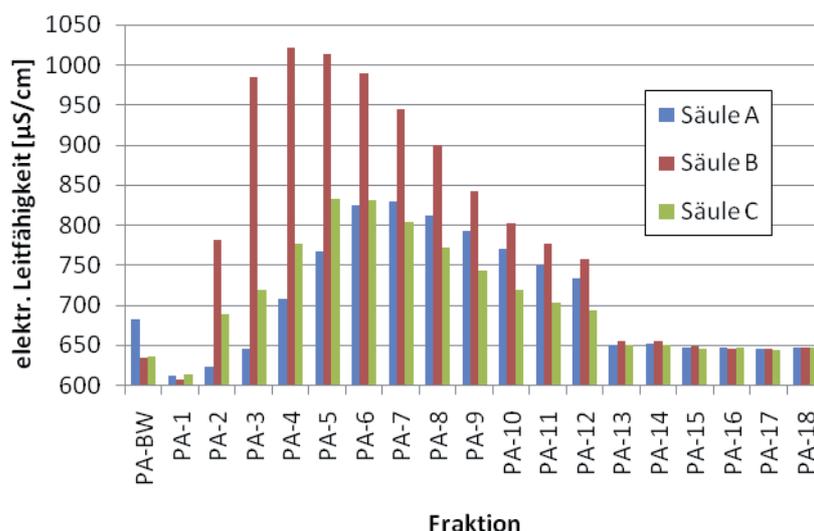


Abbildung 22: elektr. Leitfähigkeiten der gesammelten Fraktionen zu PAC 1

Die Ergebnisse verdeutlichen den Einfluss der ausgebildeten Probekörper auf die Höhe der eluierbaren Inhaltsstoffe. In Tabelle 14 ist die Masse der nach Ausbau gesäuberten und gewogenen Probekörper und deren Volumen im Vergleich zum gesamt eluierten DOC aufgeführt.

Tabelle 14: Gewicht und Volumen der gebildeten Probekörper sowie eluierte organische Verbindungen in 91 h Elutionsdauer– PAC 1

	Säule A	Säule B	Säule C
Gewicht [g]	2197	3049	1704
Volumen [ml]	1600	1970	1340
DOC Fracht [mg]	3473	6008	3158
Verhältniss DOC - Masse	1,58	1,97	1,85
Verhältniss DOC - Volumen	2,17	3,05	2,36

Das gebildete Verhältnis zwischen Masse/ Volumen des gebildeten Baukörpers zum gesamten freigesetzten DOC zeigt deutlich, dass in der Säule B pro Masse- und Volumeneinheit die höchste Menge an DOC freigesetzt wird.

In Abbildung 23 sind die ausgebauten Probekörper abgebildet. Der bläuliche Bereich ist der nicht im Sand versickerte Anteil des Polyacrylates.



Abbildung 23: gebildete Baukörper im PAC 1 Versuch, links Säule A, mitte Säule B und rechts Säule C

PAC 2: Der Verlauf der Parameter TOC/DOC, pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, Trübung, Temperatur, Farbe und Geruch sowie Neigung zur Schaumbildung wurden analog zu PAC 1 aufgenommen. Das Elutionswasser wurde während der Elution ebenfalls mehrmals beprobt und wie die Bauprodukteluate untersucht. Das Elutionswasser zeigte nur geringe Veränderungen des pH-Wertes (7,74 – 7,89) und der elektr. Leitfähigkeit (616 – 634 $\mu\text{S}/\text{cm}$). Der TOC wies hingegen mit 2,0 – 5,0 mg/l größere Schwankungen über den Versuchszeitraum auf als bei PAC 1. Nach 24 stündiger Säulenspülung sind die Werte des entnommenen Blindwertes nahezu identisch mit den Mittelwerten der Parameter des Elutionswassers.

In Abbildung 24 ist der Verlauf des Leitparameters TOC über die entnommenen Eluatfraktionen sowie über die Versuchszeit aufgetragen.

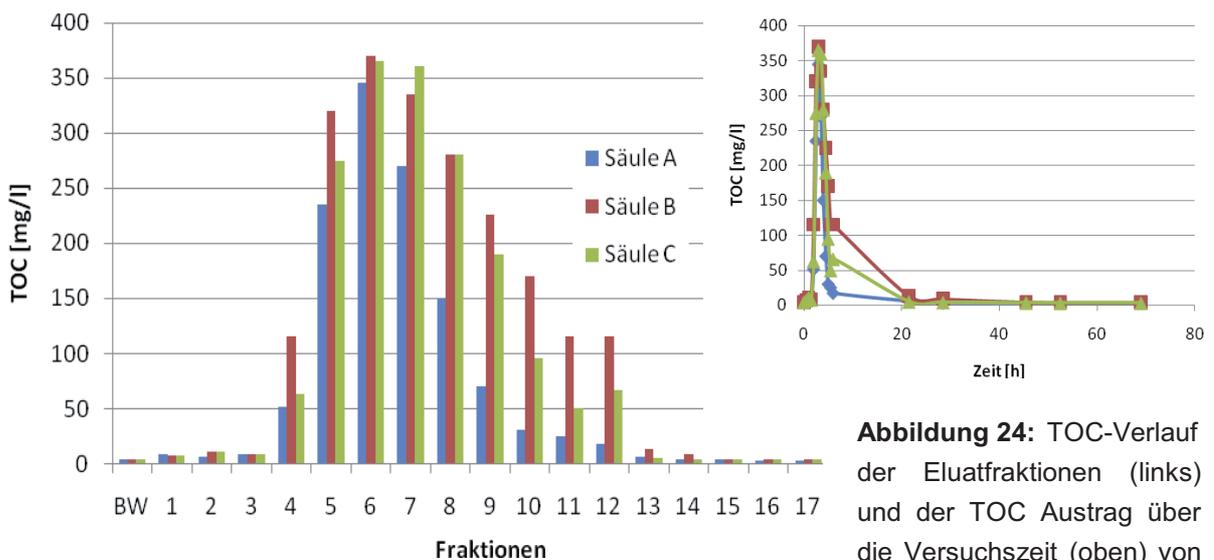


Abbildung 24: TOC-Verlauf der Eluatfraktionen (links) und der TOC Austrag über die Versuchszeit (oben) von PAC 2

Das Maximum des Austrages (TOC > 100 mg/l) wurde im Mittel in der 5ten – 9ten Fraktion mit bis zu 370 mg/l TOC (Säule B) ermittelt. Betrachtet man den zeitlichen Verlauf der Freisetzung an gelösten organischen Verbindungen, so ist dieser wie bei PAC 1 im Wesentlichen auf den ersten Versuchstag beschränkt. Am 2. Tag erreichte das Eluat einen stabilen Wert, der sich gering über dem Niveau des Elutionswassers einpegelte.

Innerhalb der ersten sechs Stunden wurden in Säule B 4.100 mg gelöste organische Verbindungen freigesetzt. Das sind ca. 2/3 der innerhalb von 69 Stunden gesamten eluierten 6.100 mg TOC (Abb. 25). Wie zu erwarten, kam es auch wie bei PAC 1 nach

einem raschen Freisetzen von Inhaltstoffen zu einer geringen, aber kontinuierlichen Freisetzung aus den Probekörpern.

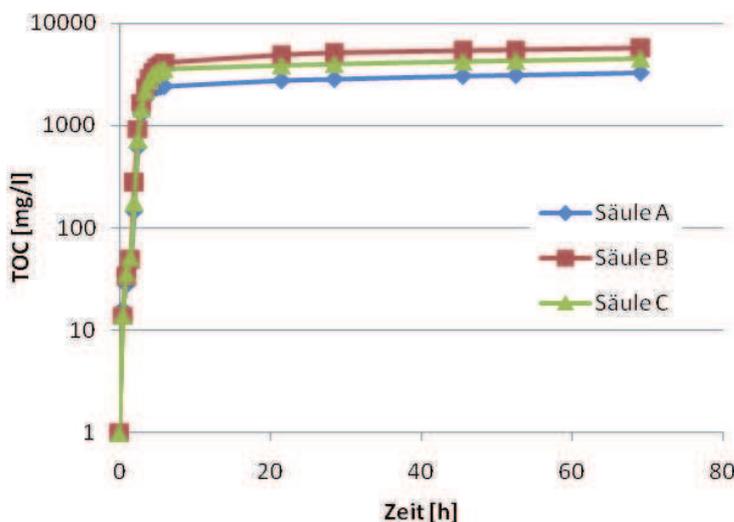


Abbildung 25: Kumulierte, freigesetzte organische Verbindungen (TOC) innerhalb der Elutionsdauer von 69 Stunden aus PAC 2

Der Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit ist analog dem TOC-Verlauf. Das Maximum liegt ebenfalls in der 5ten – 8ten Fraktion (> 1.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$). Am 2. Tag (Fraktion 13) ist die

elektr. Leitfähigkeit wie bei PAC 1 auf das Niveau des Elutionswassers sowie des Blindwerts gesunken (Abb. 26).

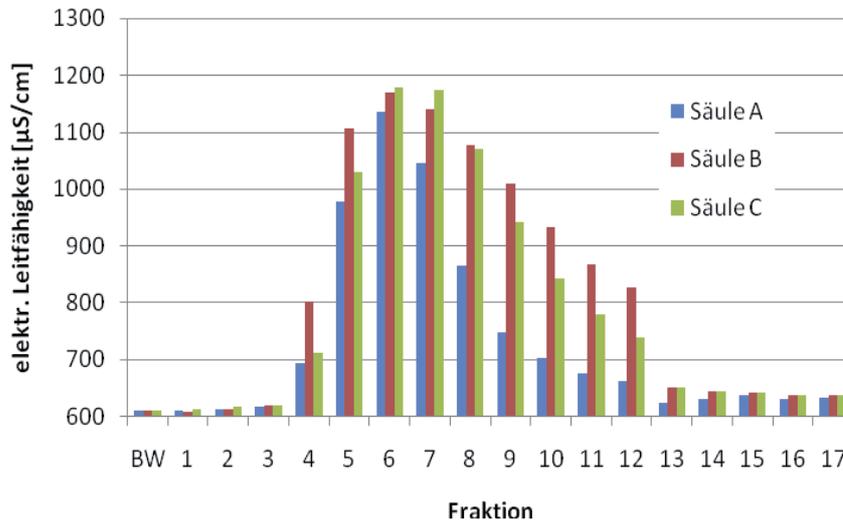


Abbildung 26: elektr. Leitfähigkeiten der gesammelten Fraktionen zu PAC 2

Der pH-Wert weist durch die Injektionen des Polyacrylates keine große Veränderung auf und pendelt während der gesamten Elution im Mittel zwischen 7,85 und 7,95.

In Tabelle 15 ist die Masse der nach Ausbau gesäuberten und gewogenen Probekörper und deren Volumen im Vergleich zum gesamt eluierten DOC aufgeführt.

Tabelle 15: Gewicht und Volumen der gebildeten Probekörper sowie eluierte organische Verbindungen in 69 h Elutionsdauer - PAC 2

	Säule A	Säule B	Säule C
Gewicht [g]	3880	4584	3910
Volumen [ml]	2250	2375	2250
DOC Fracht [mg]	3290	5780	4480
Verhältniss DOC - Masse	0,85	1,26	1,15
Verhältniss DOC - Volumen	1,46	2,43	1,99

Trotz vergleichbarem Gewicht und Volumen der Probekörper in Säule A und C kommt es zu einer unterschiedlichen Freisetzung an organischen Verbindungen. In Säule B bildete sich der Probekörper mit dem größten Volumen und der größten Masse aus, bei gleichzeitiger höchster Freisetzung an organischen Verbindungen über den gesamten Versuchszeitraum von 69 Stunden. Betrachtet man die gebildeten Probekörper in Abbildung 27, so erkennt man die unterschiedliche Struktur der Oberflächen, die dafür eine Ursache sein können. In Säule B entwickelte sich ein nach oben stark poröser

Probekörper. Die Probekörper in Säule A und C sind vergleichbar geformt, besitzen jedoch eine unterschiedlich raue/poröse Oberfläche.



Abbildung 27: gebildete Baukörper im PAC 2 Versuch, links Säule A, mitte Säule B und rechts Säule C

Für eine Betrachtung der Freisetzung wäre die Oberfläche der Probekörper von Interesse. Diese ist jedoch auf Grund der unförmigen Ausbildung und der porösen Oberflächen nicht exakt möglich. Um trotzdem eine annähernde Aussage über den Einfluss der Oberfläche auf die Freisetzung aus Polyacrylatkörpern treffen zu können, wird in Kapitel 6.1.4 die Oberflächenproblematik eingehender behandelt.

4.2.3.2 Mischproben

Zur Bildung der Mischfraktionen von **PAC 1** wurde der Anteil herangezogen, der in der Summe den 90%igen Anteil des DOC integrierte. Als Grenze wurden 5 mg/l DOC angesetzt. In Tabelle 16 sind die Mischfraktionen und die dazugehörigen Parameter aufgeführt.

Tabelle 16: Parameter der Mischfraktionen – Polyacrylat (PAC 1)

Mischfraktion/ Säule	Fraktion	pH- Wert	elektr. Leitf. [μ S/cm]	N. z. Schb.	TOC [mg/l]	DOC [mg/l]
MP-A,	4-11	7,97	784	schwach	86	84
MP-B,	2-10	8,04	920	deutlich	150	150
MP-C,	2-10	8,01	766	schwach	72	70
AP-A-C,	13-18	7,98	649	keine	6,9	6,7

N. z. Schb. = Neigung zur Schaumbildung

Durch die Bildung der Mischproben aus den Fraktionen 4-11 bzw. 2–10 kommt es zu einer starken Verdünnung der TOC/DOC Konzentration. Die Mischfraktionen der Maximalphasen, die u.a. in den nachfolgenden biologischen Tests untersucht wurden, weisen eine TOC/DOC-Konzentration von 70 bis 150 mg/l auf. Der pH-Wert liegt bei allen Mischfraktionen bei ca. 8.

In Tabelle 17 sind die Ergebnisse der Schwermetall- und Ionenanalyse der Mischproben aufgeführt. Es ergaben sich keine Überschreitungen der Geringfügigkeitsschwellenwerte und der Grenzwerte für Trinkwasser. Im Vergleich zur Abklingphase weisen Chrom, Kalium, Magnesium, Natrium, Chlorid und Sulfat in den Maximalphasen erhöhte Konzentrationen auf. Nitrat und Arsen sind wiederum in der Abklingphase leicht erhöht.

Die Mischfraktionen von **PAC 2** wurden, um relativ hohe DOC-Gehalte zu erhalten, nur aus den 4 höchsten DOC-Fraktionen gebildet. In Tabelle 17 sind die Mischfraktionen und die dazugehörigen Parameter aufgeführt.

Tabelle 17: Parameter der Mischfraktionen – PAC 2

Misch- fraktion/ Säule	Fraktion	pH- Wert	elektr. Leitf. [μ S/cm]	Geruch	N. z. Schb.	TOC [mg/l]	DOC [mg/l]
MP-A	5 - 8	7,97	1008	sehr schwach org.	deutlich	295	265
MP-B	5 - 8	7,97	1114	schwach org.	deutlich	365	330
MP-C	5 - 8	7,93	1104	sehr schwach org.	deutlich	370	330
AP-A-C	13-17	7,98	637	sehr schwach org.	schwach	8	8,7*

*Der höhere DOC (im Vergleich zum TOC) kommt durch den niedrigen Messbereich bei Verdünnung der Messprobe zustande, N. z. Schb. = Neigung zur Schaumbildung

Die TOC/DOC Konzentration ist durch die weniger starke Verdünnung mit bis zu 370 mg/l TOC mehr als doppelt so hoch wie in den PAC 1 Mischfraktionen. Der pH-Wert liegt ebenfalls bei allen Mischfraktionen bei ca. 8. Durch die geringere Verdünnung ist noch in den Mischfraktionen ein sehr schwacher bis schwacher organischer Geruch wahrzunehmen. Die Schaumbildung ist in den Mischfraktionen der Maximalphasen deutlich ausgeprägt.

Die Ergebnisse der Schwermetall- und Ionenanalyse zeigen keine Überschreitungen der Geringfügigkeitsschwellenwerte und der Grenzwerte für Trinkwasser an. Im Vergleich zur Abklingphase weisen Kupfer, Zink, Kalium, Magnesium, Natrium und Phosphat in den Maximalphasen erhöhte Konzentrationen auf. Nitrat ist in der Abklingphase leicht erhöht (Tab. 18).

Die Konzentration an Al, Cd, Co, Ni, Pb, Fe und Mn liegen unter der Nachweisgrenze.

Tabelle 18: Ergebnisse der Schwermetall- und Ionenanalyse mittels ICP-OES

Probe	As	Ba	Ca	Cr	Cu	Zn	K	Mg	Na	Sr	PO ₄ ⁻	NO ₃ ⁻	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻
	µg/l	mg/l	mg/l	µg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l
PAC 1- MP-A	< 1	0,06	98,5	0,14	< 0,001	0,01	4,05	35,86	48,76	0,31	0	0,50	71	135
PAC 1- MP-B	< 1	0,06	96,82	0,14	< 0,001	< 0,001	4,14	65,7	50,87	0,31	0	0,20	60	106
PAC 1- MP-C	2,48	0,06	100,3	0,11	< 0,001	< 0,001	4,17	32,44	49,73	0,31	0	1,00	65	116
PAC 1- AP	2,5	0,07	98,76	0,07	< 0,001	0,01	3,73	12,28	46,39	0,31	0	3,00	46	77
PAC 2- MP-A	< 1	0,08	105	< 0,01	0,37	0,04	4,0	91,3	42,9	0,32	2	2,00	48	100
PAC 2- MP-B	< 1	0,07	101	< 0,01	0,09	0,03	4,0	116	44,2	0,32	2	1,00	58	110
PAC 2- MP-C	< 1	0,08	102	< 0,01	0,42	0,06	4,0	112	43,2	0,32	3	1,50	49	103
PAC 2- AP	< 1	0,08	98,8	< 0,01	0,08	< 0,001	3,6	12,5	42,0	0,3	1	4,00	54	100

4.2.3.3 Aquatische Ökotoxtests

In den aquatischen Tests wurden die im vorigen Kapitel aufgeführten Mischfraktionen untersucht. Dabei wurden die in Tabelle 19 und 20 aufgeführten Ergebnisse ermittelt.

Eine pH-Wert-Korrektur über NaOH oder HCl war für den Leuchtbakterientest nicht erforderlich¹². Im Algentest wurden die Proben dagegen auf den geforderten pH-Wert von $7,0 \pm 0,2$ eingestellt.

Im Leuchtbakterientest sind die Proben vor dem Test gemäß Richtlinie aufzusalzen. Dabei entspricht der geforderte Salzgehalt von 2 % NaCl einer Leitfähigkeit von 28 mS/cm. Aufgrund der niedrigen Leitfähigkeit der Eluate wurde der in den Proben vorhandene Salzgehalt beim Aufsalzen der Proben nicht berücksichtigt.

Tabelle 19: Prozentuale Hemmwerte für jede Testkonzentration, Einzelwerte der Hemmung [%] im Leuchtbakterientest

Probe	Konzentration [Eluat in %]							
	80,0	50,0	33,3	25,0	16,7	12,5	8,3	6,25
PAC 1– MP - A	19,4	9,0	2,1	3,1	0	0,6	0	0
PAC 1– MP - B	7,6	2,1	1,7	1,1	0	0	2,9	0
PAC 1– MP - C	6,1	6,2	4,6	3,4	2,5	4,5	2,3	1,8
PAC 1- AP	1,0	3,2	1,1	1,0	1,9	0,7	1,1	1,1
PAC 2 - MP - A	23,4	10,0	13,3	--- ¹	4,4	5,0	2,9	1,7
PAC 2 - MP - B	23,5	22,2	20,3	20,4	18,9	13,8	5,8	5,4
PAC 2 - MP - C	25,5	20,6	14,5	15,4	11,8	6,8	--- ¹	5,9
PAC 2 - AP	10,6	5,6	0	0	0	0	4,4	0

¹ tolerierbare Abweichung der Parallelproben überschritten

Tabelle 20: Prozentuale Hemmwerte für jede Testkonzentration, Einzelwerte der Hemmung [%] im Algentest

Probe	Konzentration [Eluat in %]							
	80,0	50,0	33,3	25,0	16,7	12,5	8,3	6,25
PAC 1– MP - A	100	100	92,3	83,9	63,5	40,7	44,4	37,4
PAC 1– MP - B	100	100	100	100	100	88,2	82,9	84,8
PAC 1– MP - C	100	100	94,1	75,0	63,7	59,3	36,2	48,4
PAC 1- AP	18,6	16,3	8,9	0 ¹	0 ¹	0 ¹	0 ¹	17,9
PAC 2 - MP - A	100	100	100	100	100	100	100	100
PAC 2 - MP - B	100	100	100	100	100	100	100	100
PAC 2 - MP - C	100	100	100	100	100	100	100	100

¹ Stimulation

¹² Im Leuchtbakterientest hat der pH-Wert der Eluate gemäß Richtlinie zwischen pH 6 und 8 zu liegen.

Es wird deutlich, dass die Testorganismen unterschiedlich reagieren. Während im Leucht-bakterientest bei keinem Eluat eine Hemmung auftrat, die über dem festgelegten Schwellenwert lag, reagierten die Algen auf die Eluate der Maximumphase der Polyacrylateluat mit einer deutlichen Hemmung. Die Schwellenwerte wurden hier überschritten. Im Eluat aus der Abklingphase war dagegen keine Toxizität mehr nachweisbar.

Bei den Eluaten der Probe PAC 2 - MP aus der Maximalphase war eine vollständige Hemmung des Algenwachstums in allen Konzentrationen zu verzeichnen. Aufgrund dieses Befundes, wurde zur Absicherung der Ergebnisse der Algentests mit den Eluaten der Probe PAC 2 - MP wiederholt. Von den Proben PAC 2-MP-A, PAC 2-MP-B und PAC 2-MP-C wurde nochmals die höchste Testkonzentration sowie eine 1 : 1000 Verdünnung (ca. G = 1024) durchgeführt. Generell haben sich die ersten Ergebnisse bestätigt. Die Proben PAC 2-MP-A, PAC 2-MP-B und PAC 2-MP-C führen unverdünnt zur vollständigen Hemmung. Bei der 1 : 1000-Verdünnung ist eine Abschwächung der Hemmwirkung zu verzeichnen (Tab. 21). Somit lagen toxische Substanzen vor, deren Wirkung (Hemmung des Grünalgenwachstums) durch eine Verdünnung reduziert werden konnte. Bei dieser hohen Verdünnung war jedoch immer noch eine toxische Wirkung zu verzeichnen. Die absoluten Messwerte der Replikate in der höchsten Verdünnung zeigten keine auffälligen Schwankungen auf.

Tabelle 21: Prozentuale Hemmwerte für jede Testkonzentration, Einzelwerte der Hemmung [%] im Algentest in der Wiederholung

Probe Wiederholung	Konzentration [Eluat in %]								
	80,0	50,0	33,3	25,0	16,7	12,5	8,3	6,25	0,1
PAC 2 - MP - A	100	n.d.	47,3						
PAC 2 - MP - B	100	n.d.	47,4						
PAC 2 - MP - C	100	n.d.	45,4						
PAC 2 - AP	0 ¹	0 ¹	0 ¹	0 ¹	0 ¹	0 ¹	0 ¹	0 ¹	0 ¹

¹ Stimulation; n.d. = nicht durchgeführt

Im Gegensatz hierzu lässt sich im Eluat aus der Abklingphase ein leichtes Algenwachstum feststellen. Das Ausmaß der Stimulation ist dabei nicht konzentrations-abhängig. Eine Ursache für das stimulierte Wachstum ist nicht bekannt. Effekte im Kontrollansatz, wie ein schlechtes Wachstum, können die Stimulation jedoch nicht hervorgerufen haben.

In Tabelle 22 sind die G-Werte zusammengefasst dargestellt.

Tabelle 22: Zusammenfassung der ökotoxikologische Testergebnisse

Probenbezeichnung	Leuchtbakterientest		Algentest	
	G _L - Wert	EC ₅₀ [%]	G _A - Wert	EC ₅₀ [%]
PAC 1– MP - A	1	n.b. ¹	> 16	< 0,6
PAC 1– MP - B	1	n.b. ¹	> 16	< 0,6
PAC 1– MP - C	1	n.b. ¹	> 16	< 0,6
PAC 1- AP	1	n.b. ¹	1	n.b. ¹
PAC 2 - MP - A	2	n.b. ¹	>> 16 (>1024 ³)	n.a. ²
PAC 2 - MP - B	6	n.b. ¹	>> 16 (>1024 ³)	n.a. ²
PAC 2 - MP - C	3	n.b. ¹	>> 16 (>1024 ³)	n.a. ²
PAC 2 - AP	1	n.b. ¹	1 ³	n.b. ¹

¹ n.b. = Nicht bestimmbar; Toxizität zu gering; ² n.a. = Nicht auswertbar; keine Konzentrations-Wirkungs-Beziehung; vollständige Hemmung bei den getesteten Konzentrationen; ³ n.U. = Nachuntersuchung

4.2.3.4 Terrestrische Tests

Die zu testenden Mischfraktionen von PAC 1 und PAC 2 wurden direkt bzw. möglichst schnell nach Lieferung auf den Boden aufgebracht. Die so erhaltenen Bodenproben wurden 12 Wochen lang inkubiert. Jeweils nach einer Woche und nach zwölf Wochen wurden die potenzielle Nitrifikation bestimmt und Bodenatmungskurven aufgenommen (vgl. Kap. 4.2.2).

Die Mischfraktionen von **PAC 1** der Maximalphasen zeigten eine 9-14%ige Hemmung auf die **potenzielle Nitrifikation** nach der ersten Woche (Abb. 28). Nach zwölfwöchiger Inkubation verstärkte sich dieser Effekt in allen Ansätzen leicht. Das Eluat der Abklingphase hingegen hatte keine signifikante Wirkung.

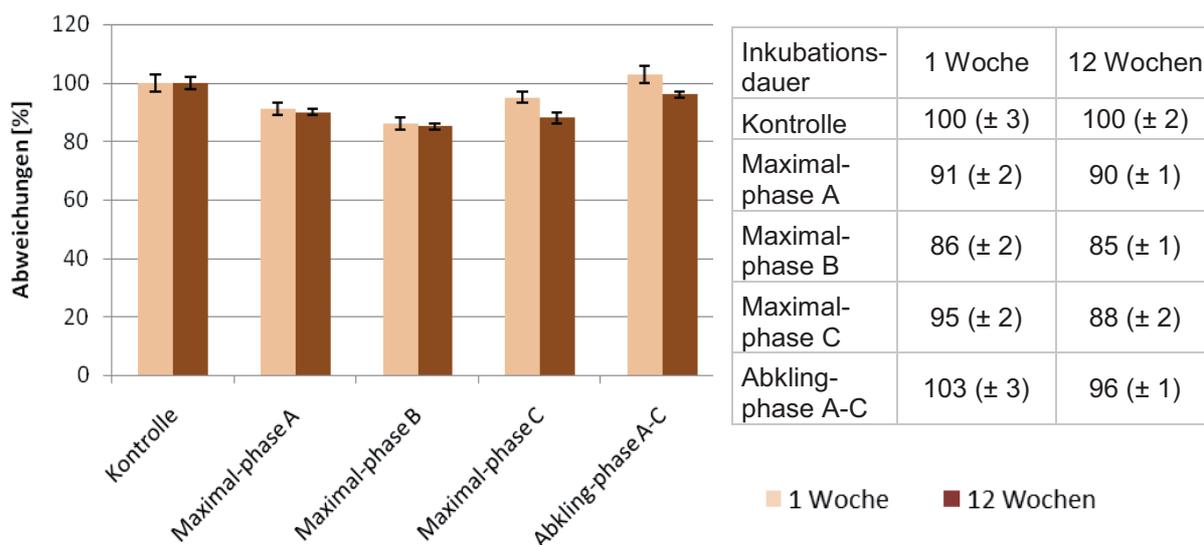


Abbildung 28: Potenzielle Nitrifikation von LUFA 2.3 eine und zwölf Wochen nach Behandlung mit Eluat PAC 1 (Werte in Prozent zur Kontrolle ± Standardabweichung)

Die Eluate der Mischfraktionen von **PAC 1** führten im **Bodenatmungstest** nach Zugabe des Glukose-Substrates nach der ersten Inkubationswoche zu Atmungskurven mit normalem Verlauf. Bei Kontrolle und Abklingphase traten Peaks mit einer Peakschulter auf (Abb. 29).

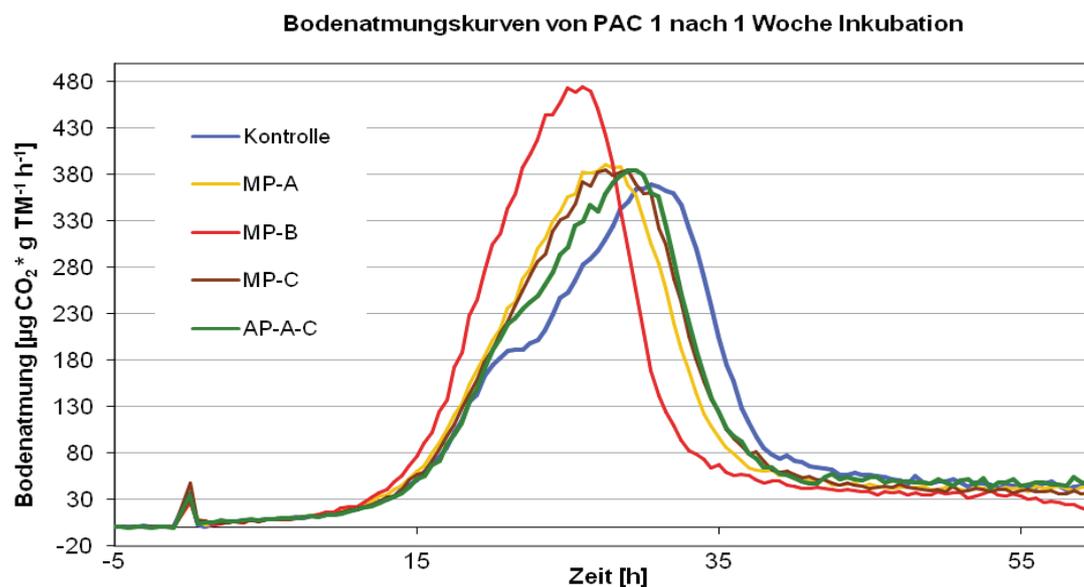


Abbildung 29: Bodenatmungskurven des Testbodens Lufa 2.3 eine Woche nach Behandlung mit den Mischfraktionen von PAC 1

Nach zwölfwöchiger Inkubation führt die gleiche Substratzugabe zu einem unerwarteten Doppelpeak in den Atmungskurven aller Ansätze (Abb.30).

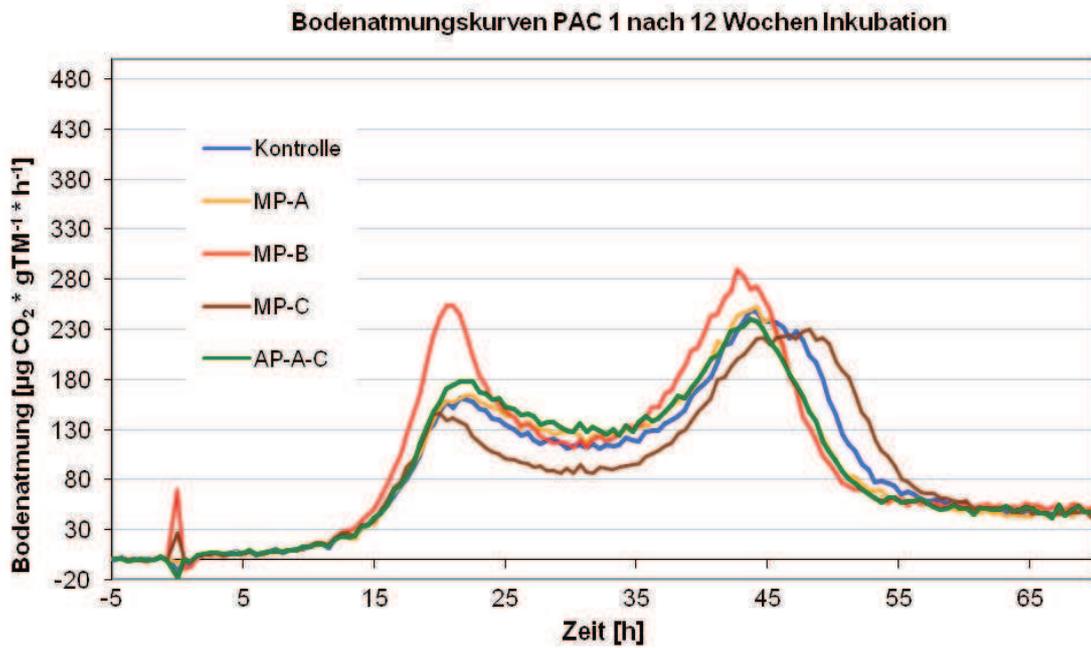


Abbildung 30: Bodenatmungskurven des Testbodens Lufa 2.3 zwölf Wochen nach Behandlung mit den Mischfraktionen von PAC 1

Dabei wiesen die einzelnen Varianten insbesondere nach einer Woche Unterschiede im Verlauf auf. Die größten Unterschiede zur Kontrolle waren bei den Atmungskurven der Maximalphase B zu verzeichnen. Im Gegensatz zur Nitrifikation sind diese Unterschiede in den Atmungskurven jedoch als Förderung zu interpretieren.

Die aus den Atmungskurven abgeleitete kumulative Atmung C_R (Abb. 31) zeigten bis auf die Maximalphase B überwiegend geringe Förderungen an.

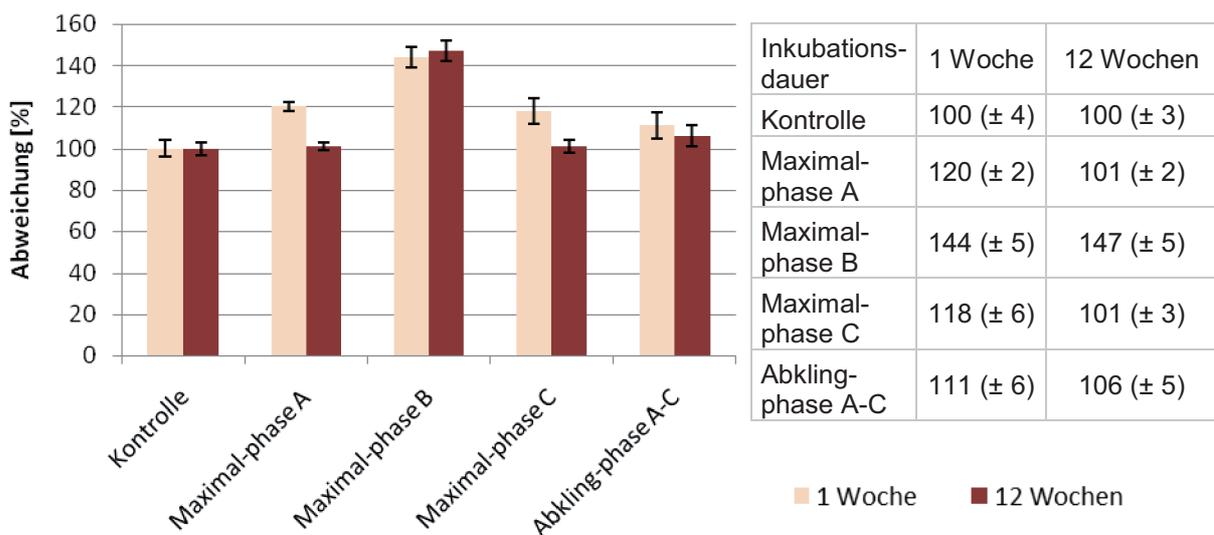


Abbildung 31: Wirkungen von PAC 1 auf die Bodenatmung (Parameter C_R) nach ein- und zwölfwöchiger Inkubation (dargestellt: Werte in Prozent zur Kontrolle ± prozentuale Standardabweichung)

In der Messung nach einer Woche Inkubation lag die Förderung bei 11-44 %. Auch nach zwölf Wochen war zumindest in der Variante Maximalphase B noch eine deutliche Förderung des Parameters C_R (47 %) vorhanden. In den Varianten Maximalphase A und C hingegen wurden nach 12 Wochen keine Wirkungen auf den Parameter C_R festgestellt.

Die **PAC 2**-Mischfraktionen der Maximalphasen bewirkten eine deutliche Hemmung der **potenziellen Nitrifikationsaktivität** (Abb. 32). Beim ersten Inkubationstermin nach einer Woche lag die Hemmung in dem mit Eluat aus der Maximalphase behandelten Boden zwischen 16 und 28 %; nach zwölf Wochen war noch eine 10- bis 13 %ige Hemmung zu verzeichnen. Das Eluat der Abklingphase dagegen hatte einen tendenziell fördernden Effekt.

Die Positivkontrolle mit 2000 mg Cu kg⁻¹ TM führte erwartungsgemäß zu einer nahezu vollständigen Hemmung der Nitrifikationsaktivität.

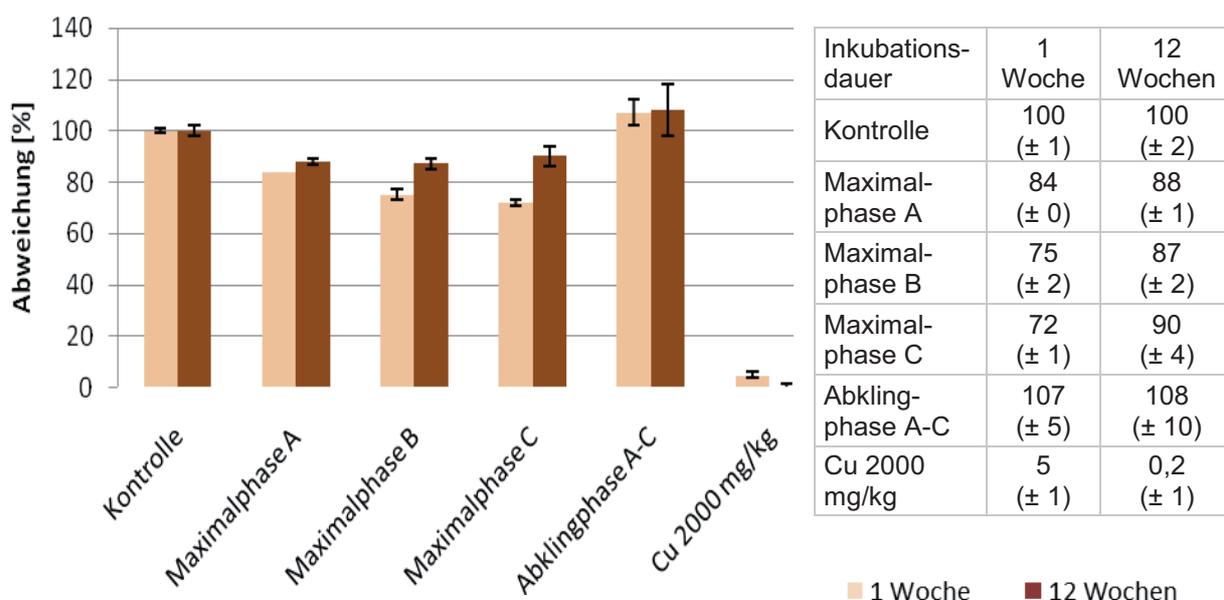


Abbildung 32: Potenzielle Nitrifikation von LUFA 2.3 eine und zwölf Wochen nach Behandlung mit Eluat PAC 2 und einer Positivkontrolle (Cu) (Werte in Prozent zur Kontrolle ± Standardabweichung)

Die Maximalphasen der **PAC 2**-Mischfraktionen zeigten im **Bodenatmungstest** ähnliche Kurvenverläufe wie bei PAC 1. Zum ersten Inkubationstermin nach einer Woche war in der Kontrolle wie auch im mit Eluat der Abklingphase behandelten Boden eine Peakschulter im Wachstumspeak festzustellen. Die Varianten mit den Eluaten aus der Maximalphase zeigten diese Peakschulter nicht; hier wurde das Peakmaximum deutlich eher erreicht als in der Kontrolle. Die Positivkontrolle zeigte erwartungsgemäß ein extrem verzögertes Wachstum (Abb. 33).

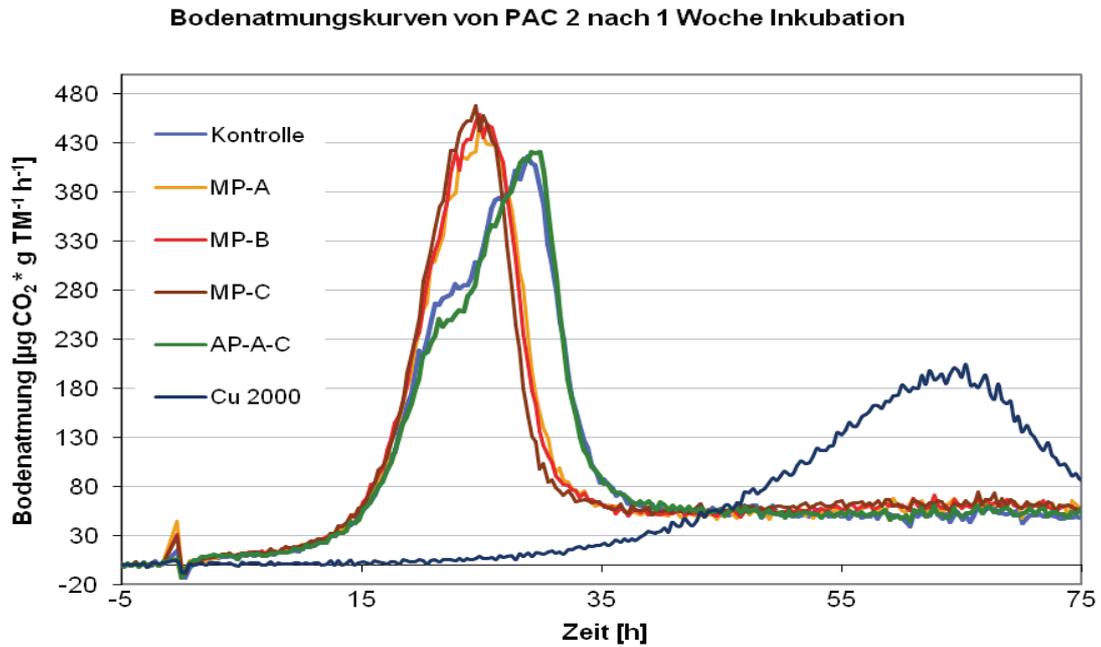


Abbildung 33: Bodenatmungskurven des Testbodens Lufa 2.3 eine Woche nach Behandlung mit den Mischfraktionen von PAC 2 und einer Positivkontrolle (Cu)

Zum zweiten Inkubationstermin nach zwölf Wochen waren nur noch sehr geringe Unterschiede zwischen Kontrolle und den mit Eluat behandelten Varianten zu beobachten. Nur der Kurvenverlauf der Positivkontrolle unterschied sich noch deutlich (Abb. 34).

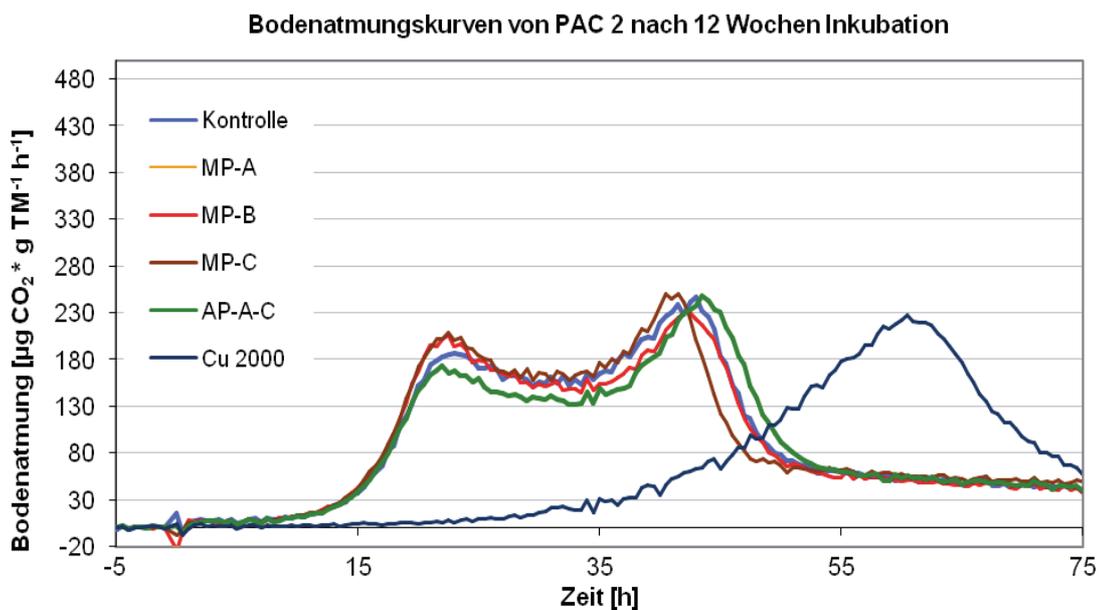


Abbildung 34: Bodenatmungskurven des Testbodens Lufa 2.3 eine Woche nach Behandlung mit den Mischfraktionen von PAC 2 und einer Positivkontrolle (Cu)

Der Parameter C_R zeigte wiederum eine Förderung durch die Eluate der Maximalphase an. Nach einwöchiger Inkubation tritt eine Förderung von 14-16 % in der kumulativen Atmung im Vergleich zur Kontrolle auf. Nach zwölfwöchiger Inkubation sinkt die Förderung auf 8-10 %. Die Positivkontrolle zeigte zu beiden Inkubationsterminen erwartungsgemäß deutlich die Hemmwirkung des Kupfers an (Abb. 35).

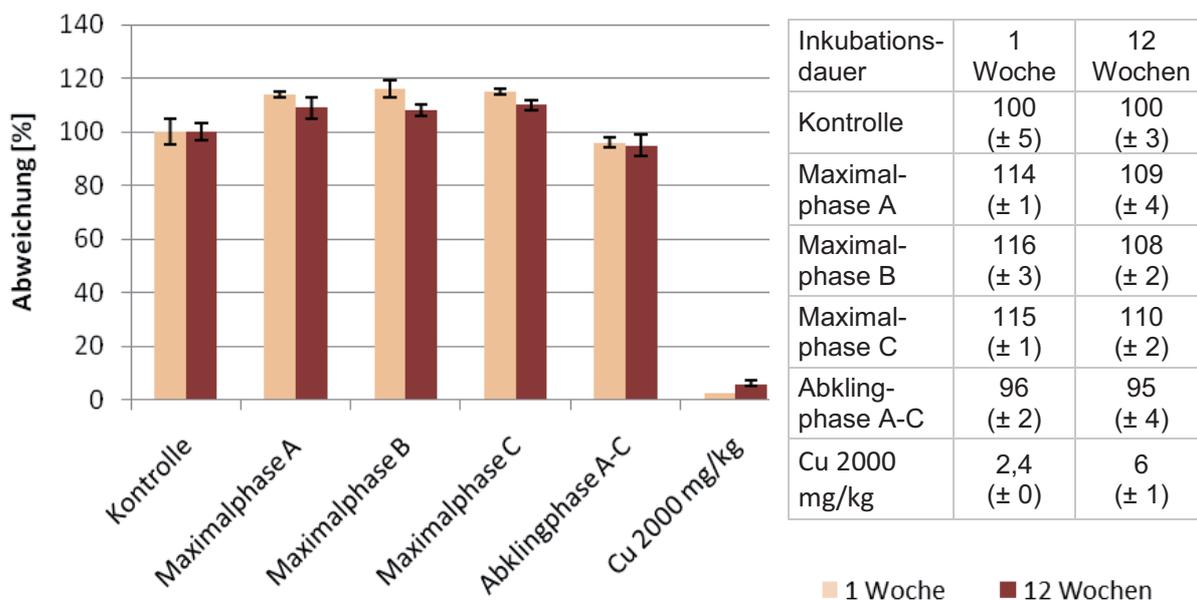


Abbildung 35: Wirkungen von PAC 2 und der Positivkontrolle (Cu) auf die Bodenatmung (Parameter C_R) nach ein- und zwölfwöchiger Inkubation (dargestellt: Werte in Prozent zur Kontrolle ± prozentuale Standardabweichung)

Die nach zwölf Wochen aufgezeichneten Doppelpeaks waren auf Schimmelpilze zurückzuführen, die sich während der zwölfwöchigen Inkubation bildeten (vgl. Anhang 7).

4.2.3.5 Abbaubarkeit

Die Ergebnisse der DOC-Gehalte sowie des prozentualen Abbaus im OECD-Screening-Test sind in Tabelle 23 und Abbildung 36 dargestellt.

Die Produkte PAC 1 und PAC 2 sind gut abbaubar. Beide Produkte erreichten einen Abbaugrad über 70 %.

Der Abbau der Referenzsubstanz beträgt an Tag 3 mehr als 70 % und belegt somit die Gültigkeit des Tests¹³. Die Toxizitätskontrollen zeigen ebenfalls einen schlüssigen Verlauf.

¹³ Nach Richtlinie muss die Referenzsubstanz zu mindestens 70 % innerhalb von 10 Tagen, nachdem ein Abbau von 10 % überschritten ist, abgebaut werden.

Tabelle 23: Abbau organischer Inhaltsstoffe (DOC) von PAC 1 und 2 sowie des Referenzansatzes und der Toxizitätskontrollen im OECD-Screening-Test

Messzeitpunkt	Referenzansatz			PAC 1 - MP - B			Toxizitätskontrolle			PAC 2 - MP - B			Toxizitätskontrolle		
	mg/l	Wiederfindungsrate %	Abbau-rate %	mg/l	Wiederfindungsrate %	Abbau-rate %	mg/l	Wiederfindungsrate %	Abbau-rate %	mg/l	Wiederfindungsrate %	Abbau-rate %	mg/l	Wiederfindungsrate %	Abbau-rate %
0	38,41	100,00	0,00	38,66	100,00	0,00	74,75	100,00	0,00	37,69	100,00	0,00	72,16	100,00	0,00
1	25,31	65,90	34,10	33,35	86,26	13,74	66,76	89,31	10,69	34,87	92,52	7,48	68,03	94,33	5,67
3	9,79	25,50	74,50	30,29	78,35	21,65	64,75	86,62	13,38	33,17	88,01	11,99	54,79	75,97	24,03
7	3,19	8,30	91,70	19,41	50,21	49,79	56,32	75,34	24,66	10,14	26,90	73,10	37,38	51,83	48,17
10	2,15	5,60	94,40	13,81	35,72	64,28	49,76	66,57	33,43	10,26	27,22	72,78	31,32	43,43	56,57
14	1,54	4,00	96,00	12,15	31,43	68,57	30,17	40,36	59,64	8,84	23,45	76,55	23,37	32,40	67,60
23	0,54	1,40	98,60	12,43	32,15	67,85	12,87	17,22	82,78	5,07	13,45	86,55	13,59	18,84	81,16
28	0,23	0,60	99,40	10,46	27,06	72,94	11,01	14,73	85,27	4,54	12,05	87,95	13,38	18,55	81,45

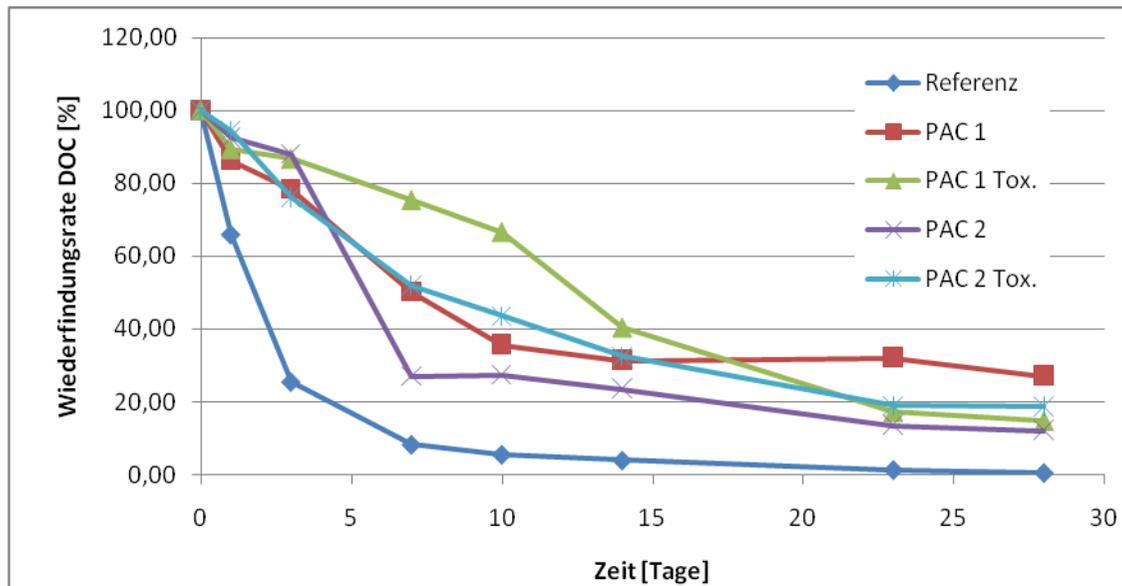


Abbildung 36: Wiederfindungsrate organischer Inhaltsstoffe (bezogen auf DOC) von PAC 1 und 2 sowie des Referenzansatzes und der Toxizitätskontrollen im OECD-Screening-Test

4.2.3.6 NMR-Untersuchungen

Für den Nachweis von Inhaltsstoffen und die Aufklärung der Molekülstruktur wurde an drei Proben eine NMR Spektroskopie durchgeführt. Folgende Proben wurden von der FMPA Stuttgart untersucht:

- PAC 1 – MP – B
- PAC 2 – MP – A
- PAC 2 – MP – B

In Tabelle 24 und 25 sind die Ergebnisse der NMR-Untersuchungen und die berechneten organischen Kohlenstoffgehalte aufgeführt.

Tabelle 24: Ergebnisse NMR-Untersuchungen an ausgewählten Eluaten

Inhaltsstoffe mg/l	TEA	DEA	Formiat	Acetat	Ethy. Glykol	Acrylsäure
PAC 1 – MP - B	12	< 0,1	6,5	6,3	90	240
PAC 2 – MP – A	7	< 1	< 1	< 1	95	430
PAC 2 – MP – B	15	< 1	< 1	< 1	130	580

Tabelle 25: Berechnete organische Kohlenstoffgehalte

Ergebnisse als mg C/l	TEA	DEA	Formiat	Acetat	Di-/Ethy. Glykol	Acryl- säure	Summe	ermittelter DOC*
PAC 1 – MP - B	6	< 1	3	2,5	35	98	144,5	150
PAC 2 – MP – A	4	< 1	< 1	< 1	38	216	258	265
PAC 2 – MP – B	7	< 1	< 1	< 1	50	290	347	330

* Der DOC wurde in den Maximalphasen messtechnisch an der FU Berlin bestimmt.

Als wesentlicher Bestandteil der Polyacrylateluete wurde Acrylsäure bestimmt. Daneben wurden Ethylenglykol und Diethylenglykol und im geringen Maße auch Triethanolamin detektiert. Es besteht eine gute Übereinstimmung der daraus berechneten organischen Kohlenstoffgehalte mit den ermittelten DOC-Konzentrationen¹⁴.

¹⁴ Bei kleinen DOC-Gehalten wird ein Vergleich von berechnetem C aus NMR-Gehaltsbestimmungen noch ungenau. Sofern jedoch eine bestimmte Menge in der Probe vorliegt, stimmen die Ergebnisse in der Regel gut überein (schriftliche Mitteilung: Dr. Volland, FMPA Stuttgart).

4.3 Bewertung der Auswirkungen von Polyacrylaten auf Boden und Grundwasser

4.3.1 PAC 1 und PAC 2

Durch die Fließgeschwindigkeit von 4 l/h simuliert der inverse Säulenversuch die Strömungsbedingungen (Mittelsand) an der Außenwand eines Bauwerkes. Damit liefert der Säulenversuch realitätsnahe Ergebnisse, mit denen er eine Bewertung der Auswirkungen von Bodeninjektionsmitteln auf Boden und Grundwasser ermöglicht.

Das hier untersuchte Polyacrylat zeigt in den Elutionstests in den ersten Fraktionen einen deutlichen Anstieg der elektrischen Leitfähigkeit und einen Austrag an organischen Verbindungen (bis zu 350 mg/l, vgl. Kap. 4.2.3.1). Dieser Austrag ist zeitlich eng begrenzt und bereits bei weniger als 24 h ist das Niveau des Ausgangswertes wieder erreicht.

Die Ökotoxikologischen Untersuchungen mit den Eluaten der Maximal- und Abklingphasen zeigten je nach Test unterschiedliche Ergebnisse. Tabelle 26 gibt eine Übersicht über die in den ökotoxikologischen Tests eingesetzten Polyacrylateluate und deren DOC-Konzentration.

Tabelle 26: Eingesetzte Eluate und ihre DOC-Konzentration

	PAC 1 MP-A	PAC 1 MP -B	PAC 1 MP -C	PAC 1 AP	PAC 2 MP-A	PAC 2 MP -B	PAC 2 MP -C	PAC 2 AP
DOC in mg/l	84	150	70	7	265	330	330	9

In den **aquatischen Tests** zeigte der Leuchtbakterientest keine Toxizität an. Dagegen wirkten die Eluate der Maximalphase des Polyacrylats deutlich toxisch auf den Testorganismus **Grünalge**. Im Gegensatz dazu war in den Abklingphasen der Polyacrylateluate ebenfalls keine Toxizität zu erkennen.

Zur Beurteilung der Ergebnisse und der Bewertung der Umweltwirkung von Bauprodukten wurden vom DIBt Schwellenwerte festgelegt (vgl. DIBt 2009). Danach gilt ein Eluat als toxisch, wenn ein G-Wert im Leuchtbakterientest und im Algentest von 8¹⁵ überschritten wird. Durch die Ergebnisse im Algentest zeigen alle Eluate aus den Maximalphasen ein ökotoxikologisches Gefährdungspotenzial an (Tab. 27).

¹⁵ Bei Produkten die nachträglich aushärten ist der G-Wert im Algentest 8 anstatt 4 (DIBt, 2009).

Tabelle 27: Klassifikation der Eluate gemäß DIBt-Grundsätzen (2009) hinsichtlich ihrer Toxizität

Probenbezeichnung	Leuchtbakterientest G_L - Wert	Algentest G_A - Wert
PAC 1– MP - A	-	+
PAC 1– MP - B	-	+
PAC 1– MP - C	-	+
PAC 1- AP	-	-
PAC 2 - MP - A	-	+
PAC 2 - MP - B	-	+
PAC 2 - MP - C	-	+
PAC 2 - AP	-	-

"+" = toxisch; "-" = untoxisch

Die Konzentration an Acrylsäure, die in den NMR-Untersuchungen detektiert wurden, und die Wirkungen im Grünalgentest bei 0,1% (45% - 47% Hemmung) der PAC 2 Eluate der Maximalphase stimmen gut mit den Toxizitätswerten in Sicherheitsdatenblättern überein. Die Wirkung der Acrylsäure auf Wasserorganismen wird in der Literatur mit sehr giftig eingestuft. Acrylsäure besitzt eine Algentoxizität auf *Desmodesmus subspicatus* von IC_{50} : 0,13 mg/l (72h). Die Bioabbaubarkeit wird als gut eingeschätzt (81%/28 d OECD 301 D) (Merck 2007).

Da die Untersuchungen im wässrigen Medium erfolgten, kann mit der Methode jedoch nicht zwischen der freien Säure und deren Salz unterschieden werden. Ob und ggf. welches Acrylsäuresalz vorliegt und ob über die Dissoziation des Salzes eine freie Acrylsäure gebildet werden kann, ist u.a. von der Art des Acrylsäuresalzes abhängig. Zur Klärung dieser Frage wäre eine Probe des eingesetzten Acrylsäuresalzes notwendig gewesen, die jedoch nicht vorlag¹⁶.

Nach Auskunft der Firma MC Bauchemie liegt in den gebildeten Eluaten wahrscheinlich das Salz der Acrylsäure vor. Dieses hat eine wesentlich geringere Toxizität (IC_{50} : 171 mg/l) und würde die Wirkung der Eluate auf *Desmodesmus subspicatus* nicht erklären.

Möglicherweise kam es durch die Freisetzung von Acrylatoligomeren (Polycarboxylaten) zu einer Komplexierung der in den Tests eingesetzten Nährstoffen/Nährstofflösungen. In JACC (1993) wird auf die komplexierenden Eigenschaften von Polycarboxylaten gegenüber Calcium, Eisen und Aluminium hingewiesen. Die für das Algenwachstum nötigen Nährstoffe könnten so den Algen nicht mehr zur Verfügung gestanden und die Hemmung in den Testansätzen verursacht haben.

¹⁶ Schriftliche Mitteilung von Herrn Dr. Volland, FMPA Stuttgart

In Böden dürfte dieser Effekt durch die ständige Nachlieferung (Gleichgewichtseinstellung) von Nährstoffen allerdings stark eingeschränkt wirken. Somit ist in Verbindung mit der guten Abbaubarkeit der Inhaltsstoffe und der zeitlich eng begrenzten Freisetzung von keiner Gefährdung für das Grundwasser auszugehen.

In den **terrestrischen Tests** wurden in den Versuchsansätzen signifikante Wirkungen beobachtet. Schädliche Bodenveränderungen, welche die Lebensraumfunktion von Bodenorganismen einschränken, müssen reversibel sein, d.h. nach 100 Tagen müssen die Veränderungen zu einem Kontrollboden in einem noch zu tolerierenden Bereich liegen (Malkomes, 1985).

Im **Nitrifikationstest** traten Hemmeffekte bis zu 28 % in der ersten Woche auf. Tabelle 28 gibt eine Übersicht über die Wirkung der eingesetzten Polyacrylateluat im Nitrifikationstest.

Tabelle 28: DOC-Konzentration der eingesetzten Eluate und Hemmwirkung im Nitrifikationstest in % nach ein- und zwölfwöchiger Inkubation

	PAC 1 MP-A	PAC 1 MP -B	PAC 1 MP -C	PAC 1 AP	PAC 2 MP-A	PAC 2 MP -B	PAC 2 MP -C	PAC 2 AP
DOC in mg/l	84	150	70	7	265	330	330	9
1 Woche	9	14	5	0	16	25	28	0
12 Wochen	10	15	12	4	12	13	10	0

Die Ergebnisse des Nitrifikationstests spiegeln die Empfindlichkeit der chemoautotrophen Nitrifikanten (*Nitrosomas*, *Nitrobacter*) wieder. In sandigen Böden mit geringen C_{org} -Gehalten existieren geringe Populationsdichten dieser Spezialisten, die deutlich anfälliger auf Stoffeinträge reagieren. Nach zwölfwöchiger Inkubationszeit überschreitet jedoch kein Eluat den Schwellenwert von 25 % Abweichung zur Kontrolle. Die eingetretene Hemmung der potenziellen Nitrifikation ist daher tolerierbar.

Bei der **Bodenatmung** sind generell Förderungen in den zur Bewertung ausgewählten Parametern zu verzeichnen. Diese sind mit Ausnahme von PAC 1 -MP -B (47% Förderung in der zwölften Woche) < 20% zur Kontrolle. Der Bodenatmungstest, der die Wirkung auf die Gesamtheit der aeroben und fakultativ anaeroben, heterotrophen Bodenmikroorganismen darstellt, kann Störungen durch Stoffeinträge im Vergleich zum Nitrifikationstest besser ausgleichen. Förderungen können neben der Verwertung organischer Inhaltsstoffe als C-Quelle, jedoch auch auf überlagernde Effekte wie eine erhöhte Stressatmung oder auf eine Veratmung von abgetöteten, empfindlicheren Mikroorganismengruppen zurückzuführen sein (Giese, 2007). Nach zwölfwöchiger Inkubation gehen die Förderungen meist zurück und sind ebenfalls tolerierbar.

Die Untersuchungen des ausgewählten Polyacrylates ergeben auf Grund der erhaltenen Ergebnisse einer zeitlich eng begrenzten Freisetzung an organischen Verbindungen, der guten Abbaubarkeit und der ökotoxikologischen Wirkungen zusammenfassend nur eine geringe Gefährdung von Boden und Grundwasser.

Die Acrylat-Eluate beinhalten eine Summe von organischen Verbindungen (Stoffgemisch) die durch den DOC quantifiziert werden. Welche Verbindungen vorliegen, bleibt jedoch unbeantwortet. Die NMR-Untersuchung grenzte dies zwar ein, ließ jedoch keine eindeutige Aussage zu. Gelöste Acrylatmonomere und Methacrylate wirken TOC erhöhend und sind auf Grund der Molekülgrößen und -struktur gut abbaubar (Martens, 1998). Der Abbau von Mischkontaminationen erfolgt jedoch sequentiell. Dies wird durch die Ergebnisse der Abbautests bestätigt.

4.3.2 Vergleich mit weiteren Polyacrylatelutionen

Um die erhaltenen Ergebnisse mit weiteren Polyacrylatelutionen zu vergleichen, wurden Daten aus der Literatur sowie eigene, im Jahre 2005 durchgeführte Untersuchungen, herangezogen.

In Abbildung 37 sind die Untersuchungsergebnisse zweier Forschungsvorhaben zum Auslaugverhalten von u.a. Acrylaten von Brameshuber und Vollpracht (2004, 2009) dargestellt. Die Konzentration an gelösten organischen Verbindungen steigt steil auf bis zu 1071 mg/l an um danach ebenso rasch, innerhalb weniger Fraktionen auf das Niveau des Blindwertes wieder abzufallen. Innerhalb zweier Tage wurden ca. 16.000 mg TOC aus dem gebildeten Injektionskörper freigesetzt (Brameshuber und Vollpracht, 2004).

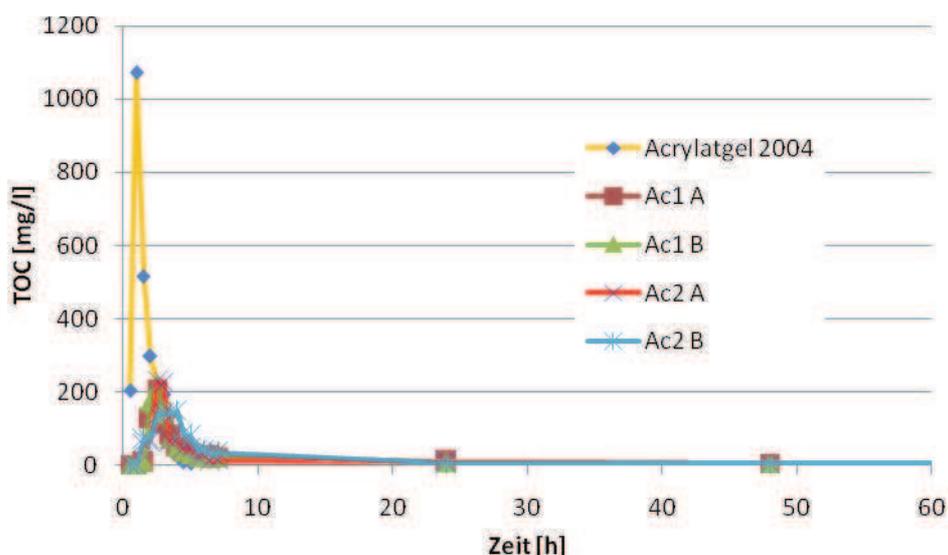


Abbildung 37: TOC-Verläufe dreier im Säulenversuch eluierter Acrylate (Daten aus: Brameshuber und Vollpracht, 2004 und 2009)

Die zu einem späteren Zeitpunkt durchgeführten Acrylatuntersuchungen an zwei handelstypischen Produkten (Ac1 und Ac2) zeigen einen ähnlichen TOC-Verlauf. In den ersten Stunden wird der größte Anteil an verfügbaren organischen Verbindungen ausgetragen. Der TOC erreicht jedoch nur einen maximalen Wert von knapp 230 mg/l. Die Analyse auf Natrium, Kalium und Chlorid weist nur marginale Konzentrationserhöhungen auf. Sulfat zeigte einen signifikanten Anstieg. Brameshuber und Vollpracht (2009) führen den TOC auf freigesetzte Mono- und Oligomere sowie Triethanolamin zurück.

Von Schössner und Kunz (2004) wurden zwei Polyacrylate zur Rissverpressung bzw. Schleierinjektion im Rahmen der Erarbeitung einer standardisierten Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten untersucht. Dabei wurden Versuche mittels Injektion und Versuche, in denen das Polyacrylat in eine vorbereitete Kuhle in die Säule eingefüllt wurde, durchgeführt. Der Verlauf des TOC ist vergleichbar mit den vorigen Ergebnissen. Die unterschiedliche Einbringung in die Säule (Injektion und Einbau per Hand) wird von Schössner und Kunz (2004) bei der Beurteilung des Einflusses von Polyacrylaten auf das umströmende Wasser als vergleichbar angesehen. PAC II zeigt im Vergleich zu PAC I eine geringere Freisetzung an organischen Verbindungen an (Abb. 38).

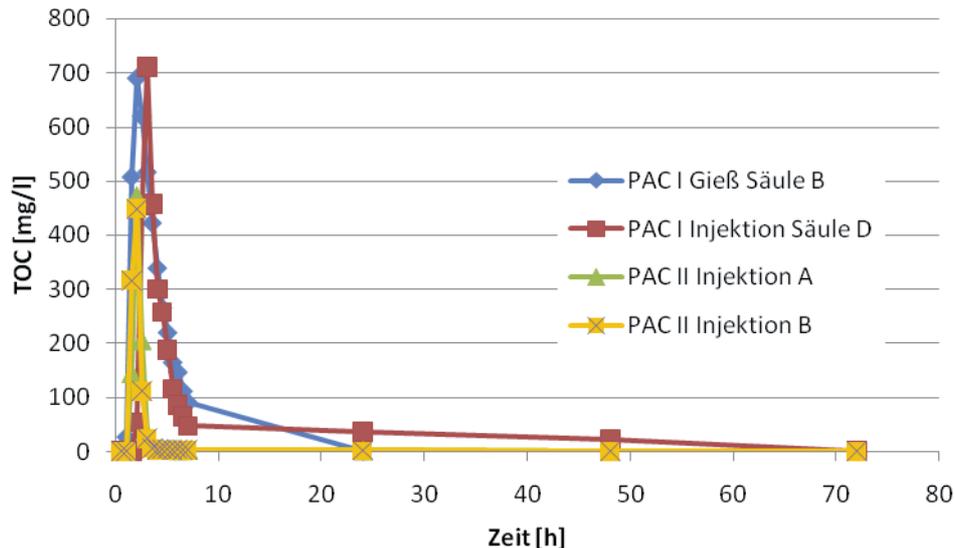


Abbildung 38: TOC-Verläufe zweier im Säulenversuch eluierter Acrylate, PAC I mit unterschiedlichen Einbauverfahren (Daten aus: Schössner und Kunz, 2004)

Umströmungsversuche von Martens (1998) zeigen ebenfalls einen deutlichen Austrag an organischen Verbindungen an. Der gemessene Parameter CSB weist einen Pik von 3500 mg O₂/l bei einer 1 l Injektion eine Stunde nach Injektionsbeginn unter Strömungs-

bedingungen auf. Diese führt Martens auf einen Austrag an Acrylatmonomeren zurück, der nach 12 Stunden unter die Nachweisgrenze zurückgeht.

In Abbildung 39 ist der Verlauf der elektrischen Leitfähigkeit und der TOC-Verlauf eines im Jahre 2005 eluierten Polyacrylats dargestellt (Terytze et al., 2005). Ein Kilogramm (ca. 1°Liter) des untersuchten Polyacrylats wurde per Hand angemischt und in die vorbereitete Sandsäule gefüllt. Nach einer Aushärtungszeit von 25 min wurde mit der Durchströmung der Säule begonnen. Die Elution und die Charakterisierung der Eluate erfolgten am Hygieneinstitut Gelsenkirchen.

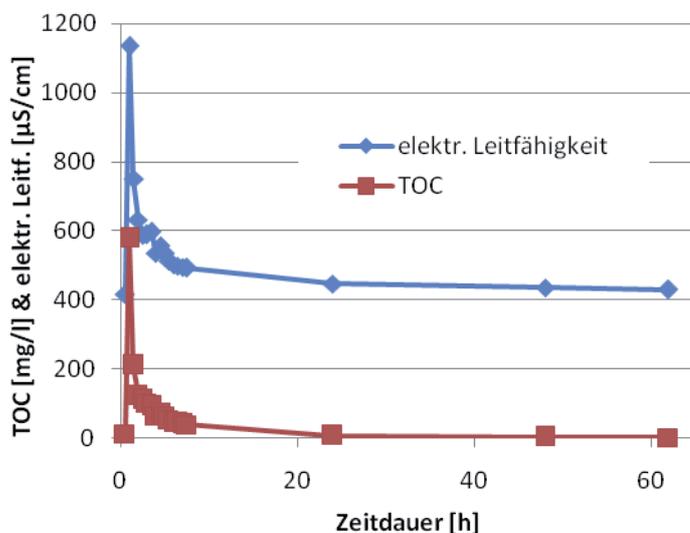


Abbildung 39: Verlauf einer Acrylatinjektion aus früheren Untersuchungen (Daten aus: Terytze et al. (2005)).

Die Ergebnisse von Terytze et al. (2005) zeigen ebenso wie die obigen Ergebnisse von Martens (1998), Brameshuber und Vollpracht (2004 und 2009) und Schössner und Kunz (2003), dass aus Polyacrylaten nur in einem eng begrenzten Zeitfenster mit einem Austrag an Inhaltsstoffen zu rechnen ist.

In Terytze et al. (2005 und 2007) und Schössner und Kunz (2004) wurden mit den, aus den Einzelfractionen der höchsten TOC Konzentrationen gebildeten Maximalphasen, ökotoxikologische Tests durchgeführt. In allen Untersuchungen wurden der Algen-Wachstumshemmtest und der Leuchtbakterientest durchgeführt. In Terytze et al. (2005 und 2007) wurden im Rahmen der Evaluierung ausgewählter biologischer Testverfahren zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Böden zwei terrestrische Ökotoxizitätstests, der Bodenatmungstest und der Nitrifikationstest, mit den Eluaten der Polyacrylate durchgeführt.

In Tabelle 29 sind die Ergebnisse dieser Untersuchungen zusammengestellt. In den terrestrischen Tests zeigt das Eluat mit einem DOC von 745 mg/l die höchsten Wirkungen. Das Eluat mit einer DOC-Konzentration von 272 mg/l bewirkt entgegengesetzt zu allen anderen Eluaten eine Förderung der Nitrifikation in der ersten Woche, die in der

zwölften Woche in eine 27% Hemmung umschlägt. In den aquatischen Tests korreliert die Wirkung mit der Konzentration an DOC. Dies ist in den Versuchen von Schössner und Kunz (2004) nicht der Fall. Das Eluat mit der geringeren TOC Konzentration weist eine deutlich höhere Wirkung in den aquatischen Tests auf.

Die Ergebnisse zeigen das Auftreten von toxischen Inhaltsstoffen an. Diese korrelieren mit der kurzen Phase des Austrages an TOC aus den Polyacrylaten am ersten Tag der Elution. Ist der TOC wieder auf das Ausgangsniveau gesunken, sind keine ökotoxischen Wirkungen mehr nachweisbar (Terytze et al., 2005, 2007 und Schössner und Kunz, 2004).

Tabelle 29: Ökotoxikologische Testergebnisse von untersuchten Polyacrylateluaten aus der Maximalphase (Terytze et al., 2005 & 2007) bzw. aus der Fraktion mit der höchsten TOC Konzentration (Schössner und Kunz)

Test		Terytze et al. (2005)	Terytze et al. (2007)	Schössner und Kunz (2004)	
				PAC I ²	PAC II
	TOC bzw. DOC in mg/l	745	272	684	461
Nitrifikation ³	1 Woche	-79	30 ¹	--	--
	12 Woche	-50	-27	--	--
Bodenatmung C _R ³	1 Woche	37	11	--	--
	12 Woche	49	18	--	--
Leuchtbakterien G _L		16	3	< 2	3
Alge G _A		>>32	n.b.	< 8	> 8

¹ "Ausreißer", ² Mittelwert aus Gieß- und Injektionsversuchen, ³ im Vergleich zu einer unkontaminierten Kontrolle; Förderung (+), Hemmung (-)

Vergleicht man die Ergebnisse in der Literatur mit den Ergebnissen aus den vorigen Kapiteln, wird deutlich, dass von Bodeninjektionsmitteln auf (Poly)Acrylatbasis unter den vorgegebenen Bedingungen keine anhaltend erhöhte Belastung mit organischen Inhaltsstoffen zu erwarten ist. Das Freisetungsverhalten gleicht in allen ausgewerteten Untersuchungen einem Verlauf, der kurz nach Elutionsstart eine steil ansteigende Parameterkurve (z.B. TOC, elektr. Leitfähigkeit und Ionen) aufweist, die schon kurz darauf ein Maximum erreicht um nach einigen Stunden wieder auf das Ausgangsniveau abzusinken.

Bei der Verwendung der getesteten Polyacrylate nach Herstellerangaben wird es deshalb nur zu einer kurzzeitigen Beeinflussung des umgebenden Bodens und des Grundwassers

kommen. Die Inhaltsstoffe sind leicht biologisch abbaubar, so dass davon ausgegangen werden kann, dass keine langfristige Beeinträchtigung vorliegt. Die ermittelten Algentoxizitäten im Maximum der Freisetzung von organischen Inhaltstoffen liegen teilweise über dem in den DIBt Grundsätzen angegebenen Wert von $G_A < 8$. In den Grundsätzen wird jedoch darauf hingewiesen, dass "höhere GA-Werte unter Berücksichtigung der Ergebnisse des biologischen Abbaus bewertet werden und kein alleiniges Ausschlusskriterium sind" (DIBt, 2009, S. 16).

5 Einfluss von deionisiertem Wasser auf das Freisetzungverhalten von Bauprodukten im inversen Säulenversuch

Entsprechend den Grundsätzen zur „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ des DIBt sind im Teil II - Bewertungskonzepte für spezielle Bauprodukte - praxisnahe Eluatherstellungen vorgesehen. Das zurzeit für die Bestimmung des Freisetzungsverhaltens von Bodeninjektions- und Kanalsanierungsmittel angewendete inverse Säulenverfahren verwendet als Elutionsmittel Trinkwasser. Bei der durchgeführten Vergleichsuntersuchung wurde als einer der größten Einflüsse auf die Vergleichbarkeit des Verfahrens die unterschiedliche Leitfähigkeit der Elutionsmittel (Trinkwässer) identifiziert (vgl. Kapitel 3.4.4.3).

Der inverse Säulenversuch ist zudem der einzige, in den Grundsätzen des DIBt im Teil II genannten Elutionsversuche, der Trinkwasser verwendet. Alle anderen Versuche zur Ermittlung der mobilisierbaren Inhaltsstoffe eines zu bewertenden Bauproduktes verwenden als Elutionsmittel entmineralisiertes/deionisiertes Wasser. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse untereinander, z.B. Trogverfahren/Standtest mit Ergebnissen des inversen Säulenversuches, ist deshalb nicht gegeben.

Im Rahmen einer möglichen Normierung des inversen Säulenversuchs, wurde die weiterentwickelte Arbeitsanweisung am 10.11.2010 im Unterausschuss Eluierungsverfahren (NA 119-01-02-05 UA) des DIN vorgestellt. In der Diskussion wurde vor allem die Verwendung von Trinkwasser als Elutionsmittel in Frage gestellt.

Für die weiteren Normierungsbestrebungen erscheint es deshalb notwendig, das Verfahren auf deionisiertes Wasser umzustellen. Um zu überprüfen, welchen Einfluss deionisiertes Wasser auf das Auslagverhalten von Polyacrylaten im Vergleich zu Trinkwasser besitzt, wurden Säulentests mit deionisiertem Wasser und einer ca. 0,01 molaren CaCl_2 -Lösung als Elutionsmittel sowie mit Trinkwasser durchgeführt. Die erhaltenen Eluate wurden anschließend ökotoxikologisch untersucht, um den Einfluss auf die Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser nach den Grundsätzen des DIBt zu betrachten.

5.1 Freisetzungverhalten in Abhängigkeit der Ionenstärke der Bodenlösung/ Elutionsmittels

Im inversen Säulenversuch, der unter gesättigten Bedingungen durchgeführt wird, beeinflusst die Ionenstärke des Elutionswassers das Verteilungsgleichgewicht zwischen Bodenmatrix, eingebrachtem Baukörper (Oberfläche) und Bodenlösung sowie das Diffusionsverhalten.

Die Ionenstärke des Sickerwassers hat ebenfalls eine große Bedeutung für die Partikelstabilität in der Bodenzone und spielt eine entscheidende Rolle bei partikelgebundenen

Schadstoffausträgen.

Sickerwässer sind verschiedenen Einflüssen, wie z.B. der mineralisch, organischen Zusammensetzung der durchflossenen Bodenpassage und klimatischen Bedingungen wie Regenintensität und Verdunstungsprozessen unterworfen. Veränderungen der Ionenstärke und des pH-Wertes des Sickerwassers verändern die Oberflächenladungen und –potenziale (Ryan und Elimelech, 1996), die zur Mobilisierung von Partikeln führt. Die dabei hauptsächlich mobilisierten Partikel sind Verwitterungsprodukte wie (Schicht)Silikate, Eisen-, Aluminium- und Manganoxide sowie Karbonatverbindungen (Kretschmar et al., 1999).

Mobilisierungsversuche an Sandsubstraten von Christ (2004) verdeutlichen den Einfluss der Ionenstärke auf den Austrag von Partikeln. So konnte anhand von Trübungsbestimmungen nachgewiesen werden, dass die Verringerung der Ionenstärke zu einer zusätzlichen Mobilisierung von natürlichen Partikeln führt. Dabei erfolgte ein Anstieg des Partikeltransportes um 1mg/l.

Eine Verringerung der Ionenstärke im Sickerwasser führt zu einer Ausdehnung der elektrischen Doppelschicht der Partikel. Die dabei auftretende, gegenseitig verstärkte Abstoßung führt durch eine Verringerung der verfügbaren Anlagerungsplätze zur Mobilisierung angelagerter Partikel (Liu et al., 1995).

Für Stoffe bzw. Produkte im Boden, die mit Sicker- oder Grundwasser in Berührung kommen, beeinflussen Faktoren wie u.a. der pH-Wert und die Ionenstärke das Verteilungsgleichgewicht. Ein Anstieg der Ionenstärke führte bei Raber (1996) zu einer geringeren Freisetzung von PAK in Säulenversuchen. Bei der Untersuchung eines Altlastenbodens wurden Elutionsversuche mit bidestilliertem Wasser durchgeführt, die zeigten, dass die Elution mit bidestilliertem Wasser zu einer Destabilisierung der Bodenaggregate durch Ionenauswaschung führt, die erhöhte Austräge an PAK nach sich zieht (Mahro et. al, 2006).

Der Einsatz von CaCl_2 -Lösungen führt im Allgemeinen zu einem Austausch (Austauscherreaktion der Ton, Humus und Metalloxide) der Ca^{2+} Ionen mit anderen Kationen (Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , H^+), die im Eluat nachweisbar sein müssten (Kuntze et al., 1994). Der Entzug der Ca^{2+} Ionen aus der Lösung wird durch eine äquivalente Menge an sorbierten Ionen beglichen (Abb. 40).

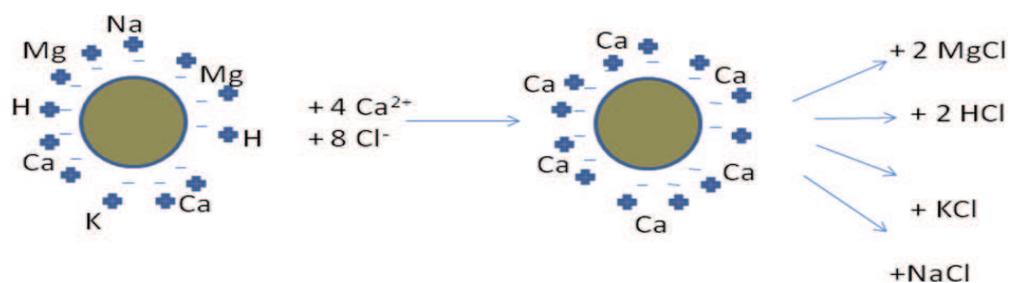


Abbildung 40: Austauschprinzip von Ca^{2+} aus einer CaCl_2 Lösung gegen andere Kationen (verändert nach Kuntze et al., 1994)

Bei der Verwendung von deionisiertem Wasser, kommt es durch die Lösung von atmosphärischem Kohlenstoff im Wasser zur Einstellung eines mittel sauren pH-Wertes (pH 5 – 6). Die H^+ -Ionen werden durch die Kationen im Sand abgepuffert, was zur Freisetzung von anderen Kationen führt.

Die Oberflächen von Baukörpern stehen ebenfalls als Austauschsysteme zur Verfügung. Ionische Polymere werden demnach in gleicher Weise beeinflusst, wie anorganische Ionen und unterliegen den Sorptionsprozessen. Je länger die Kettenlänge des Polymers ist, desto stärker ist die Adsorption. Des Weiteren kommt der Ladungsdichte auf der Polymerkette sowie der Ionenstärke der Lösung eine große Rolle zu (Horn, 2002).

5.2 Versuchsansätze und durchgeführte Untersuchungen

Zur Abschätzung des Einflusses deionisierter Elutionswässer auf das Auslaugverhalten von Polyacrylat wurden drei Säulentests mit jeweils zwei Parallelen durchgeführt. Die zur Elution eingesetzten Elutionsmittel waren a) Trinkwasser, b) deionisiertes Wasser und c) eine 0,012 molare $CaCl_2$ -Lösung. Die Leitfähigkeiten der Elutionsmittel sind in Tabelle 30 aufgeführt.

Tabelle 30: Eingesetzten Elutionswässer und deren Leitfähigkeiten bei 20°C

Bezeichnung	PAC T	PAC D0	PAC DM
Elutionswasser	Trinkwasser	deionisiertes Wasser	$CaCl_2$ -Lsg. (0,012 mol)
Leitfähigkeiten [$\mu S/cm$]	600	5	1000

Pro Versuchsreihe wurden drei Säulenelutionen durchgeführt. Dabei wurden folgende Ansätze gewählt:

- Erste Versuchsreihe: PAC T 1, PAC D0 1 und PAC D0 2
- Zweite Versuchsreihe: PAC T 2, PAC DM 1 und PAC DM 2

Die Säulen wurden nach der modifizierten Arbeitsanweisung „Elution von Bauprodukten – Perkulationsverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von Bodeninjektionsmitteln“ vorbereitet. Zur Säulenfüllung wurde Spielsand aus einem nahegelegenen Baumarkt verwendet, der in die Säule eingeschlämmt wurde. Anschließend erfolgte die Spülung des Sands in der Säule über 24 Stunden mit der vorgegebenen Fließgeschwindigkeit von 4 l/h.

Nach einer Spüldauer von 24 Stunden, wurde ein Blindwert pro Säule aufgefangen. Dafür wurde 1 Liter des austretenden Eluats in eine Braunglasflasche abgefüllt.

Das Anmischen der einzelnen Komponenten des Polyacrylates MC-Go-GL 2010 erfolgte in Anlehnung an die in der Vergleichsuntersuchung verwendeten Arbeitsanweisung. Für

eine Säule wurden 1,1 kg Polyacrylat benötigt. Für alle drei Säulen wurden deshalb zusammen 3,3 kg nach Herstellerangaben angemischt (Mischverhältnis: 6 Teile Komponente A zu 5 Teilen Komponente B). Die Komponenten A und B wurden getrennt voneinander vorgemischt. Jede Komponente wurde in einem Gefäß angerührt, und anschließend auf drei Einzelgefäße aufgeteilt. Damit wurde sichergestellt, dass das Mischverhältnis der einzelnen Komponenten in jeder Testparallele gleich war. Für die Komponente B wurde Wasser auf ca. 8°C vorgekühlt (Tab. 31). Die Gelzeit belief sich durch die Kühlung des Wassers auf ca. 4:50 min.

Tabelle 31: Anmischmengen der Teilkomponenten des Polyacrylats

Komponente	Menge [g]	Gemisch
A1	1648,8	1800 g Komponente A
A2	28,8	
A3	118,8	
B	15 g in 1500ml H ₂ O	1500 g Komp. B (1%ige B-Lösung)

Das verwendete Polyacrylat wurde per Hand in die vorbereitete Sandsäule eingebracht. Die Vereinigung der Komponente A und B erfolgte kurz vor Einbringen in die Säule.

Zum Einbau des Polyacrylates wurden die Säulen geöffnet, der Sand bis zur Höhe des Mauerpackers entfernt und eine Kuhle zur Aufnahme des Polyacrylats vorbereitet. Um eine definierte Einbauöffnung zu erhalten, wurde ein Kunststoffrohr (AD 110 mm) verwendet. Dieses wurde in den Sand gedrückt, wieder entfernt und der vom Rohr erfasste Sand per Hand aus der Säule ausgebaut, so dass ein definierter Hohlraum entstand.

In diese vorgefertigte Öffnung wurde das Polyacrylat eingefüllt. Nach eingesetzter Aushärtung, wurde der ausgebaute Sand wieder in die Säule gefüllt und mit der Hand angedrückt. Danach wurde die Säule verschlossen und nach insgesamt 10 min nach Vereinigung der Komponenten A und B mit der Elution begonnen.

Das austretende Eluat wurde in 2 Liter Messbechern aufgefangen und die Probenahmezeiten aufgezeichnet. Die Parameter pH-Wert, elektr. Leitfähigkeit, Geruch, Färbung, Trübung und Neigung zur Schaumbildung sowie die Temperatur wurden über 3 Tage bestimmt und die Eluate zur weiteren Verwendung bei 4°C gelagert.

Aus den Einzelfractionen pro Säulendurchlauf wurde eine Mischfraktionen aus den drei Fraktionen mit dem höchsten TOC (Maximalphase) gebildet. Die Parallelen wurden anschließend vereint. Die Mischfraktionen der Maximalphasen wurden für aquatische Ökotoxizitätstests (Leuchtbakterienlumineszenztest und Algenwachstumshemmtest) und einen terrestrischen Ökotoxizitätstest (Bestimmung der potenziellen Nitrifizierung, Schnellverfahren mittels Ammoniumoxidation) an Unterauftragnehmer versandt (vgl. Kap. 4.2.2.3).

5.3 Ergebnisse

5.3.1 Verwendeter Sand

Der in den Versuchen eingesetzte Sand aus einem nahegelegenen Baumarkt zeigte beim Einbau, bzw. Einschlämmen in die Säule eine Schichtung auf, die auch durch größte Bemühungen nicht beseitigt werden konnte. Daneben traten Verunreinigungen in Form von Holzkohlepartikeln auf (Abb. 41). In der weiteren Auswertung wurde dieser Umstand berücksichtigt.



Beim eingesetzten Sand handelt es sich um einen weitgestuften Mittelsand, mit einer mittleren Körnung von 0,23 mm und einer Porosität von $n = 0,35$. Die Untersuchung auf weitere Bestandteile ergaben die in Tabelle 32 aufgeführten Ergebnisse.

Tabelle 32: Kennwerte des eingesetzten Säulensandes

C_{org} [%]	pH	Fe [mg]	Ca [mg]	Mg [mg]	S [mg]
0,47	4,51	2583	1080	740	170

Abbildung 41: Ausbildung einer Schichtung und auftretende Holzkohlepartikel im verwendeten Säulensand aus dem Baumarkt im oberen Teil der Säule.

Nach 24 stündiger Spülung wurden im austretenden Säuleneluat (Blindwert) des Sandes teilweise immer noch große Unterschiede zum Elutionswasser gemessen. Vor allem die verwendete Sandcharge in der zweiten Elutionswoche für die Testreihe PAC T 2, PAC DM 1 und PAC DM 2 zeigte größere Unterschiede. So sind die pH-Werte wesentlich geringer als die der Elutionswässer. Vor allem in den Ansätzen PAC DM 1 und 2 traten saure Blindwerte auf. Im Ansatz PAC DM 1 ist zusätzlich die elektr. Leitfähigkeit um ca. 140 $\mu\text{S}/\text{cm}$ erhöht (Tab. 33).

In den Ansätzen mit reinem deionisiertem Wasser (PAC D0) ist die starke und wiederkehrende Trübung auffallend. Die anderen vier Ansätze zeigen hingegen nur am Anfang bis Fraktion 2 eine Trübung, die auf Einbaueffekte zurückzuführen ist.

Tabelle 33: Ergebnisse der Blindwertanalyse und der Elutionswässer (in Klammern)

Fraktionen	T 1	T 2	D0 1	D0 2	DM 1	DM 2
Elution	1. Woche	2. Woche	1. Woche	1. Woche	2. Woche	2. Woche
pH-Wert	7,64 (7,61)	6,86 (7,68)	5,41 (4,76)	5,86 (4,50)	3,36 (5,26)	4,14 (5,08)
Elektr. Leitf.	608 (609)	632 (613)	4 (3)	8 (3)	1157 (1020)	1044 (1032)
TOC	4,6 (1,9)	6,3 (3,3)	1,8 (0,3)	0,5 (0,5)	0,9 (0,8)	0,1 (0)
Trübung	< 1 (< 1)	< 1 (< 1)	542 (< 1)	202 (< 1)	< 1 (< 1)	< 1 (< 1)
Farbe	leicht gelblich (farblos)	leicht gelblich (farblos)	leicht gelblich (farblos)	leicht gelblich (farblos)	farblos (farblos)	farblos (farblos)

Die starke Trübung in den Eluatlen von PAC D0 ist auf die anfänglich fehlende Ionenstärke des Elutionsmittels zurückzuführen. Die dadurch verstärkte Freisetzung von Schluffpartikeln führt zu den hohen Trübungswerten (Abb. 42).

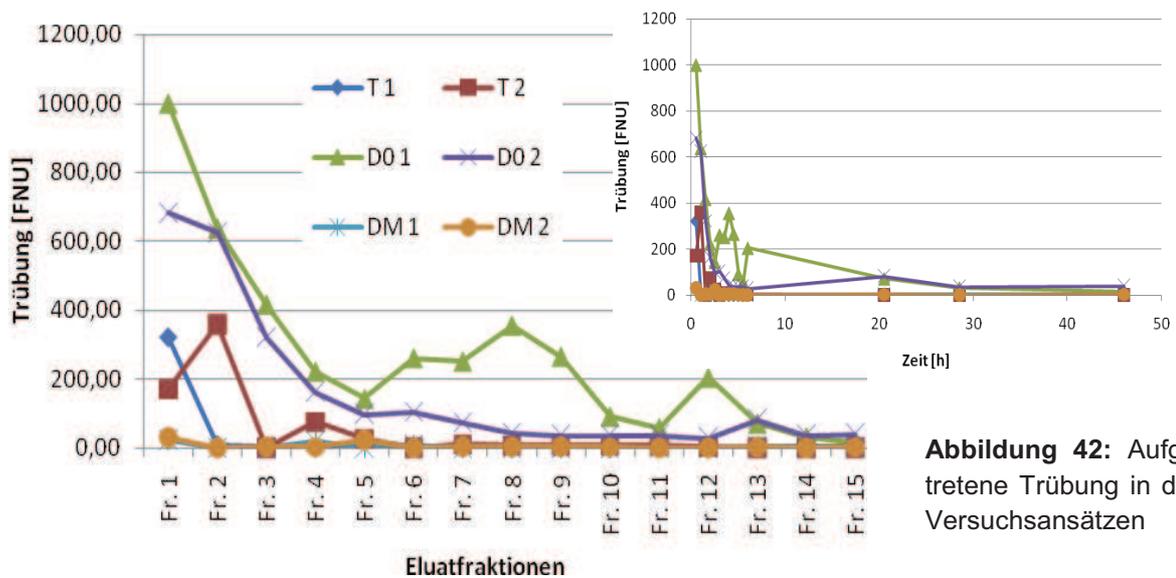


Abbildung 42: Aufgetretene Trübung in den Versuchsansätzen

5.3.2 Gebildete Probekörper

Nach Einfüllen des angemischten Polyacrylats in die vorbereiteten Sandsäulen, ist das Bauprodukt zu einem Teil in der Sandsäule nach unten und seitlich in den umgebenden Sand ver- bzw. eingesickert. Dies ist bei allen sechs Elutionstests unterschiedlich aufgetreten. Die sich dadurch ausgebildeten Probekörper zeigen eine Bienenstock ähnliche Form, mit einer ca. 3 – 5 cm tiefen Einhöhung in der Oberseite (Abb. 43). Die Oberfläche der Bauprodukte ist größtenteils stark porös. Jedoch treten an vielen Stellen weniger poröse bis glatte, bänderförmige Flächen auf. Die Ursache dafür ist vermutlich der verwendete Säulensand, der beim Einbau eine Schichtung aufzeigte.



Abbildung 43: links oben: eingefülltes Bauprodukt in die vorbereitete Sandsäule, rechts oben: gebildeter, halb ausgebauter Probekörper, links unten: Aufsicht auf ausgebauten und gereinigtem Probekörper, rechts unten: seitliche Ansicht auf Probekörper

Ein Einfluss der Elutionsmittel auf die Oberflächenstruktur besteht jedoch nicht, da alle gebildeten Probekörper die gleiche Struktur aufwiesen.

Unterschiede traten jedoch in der Masse und dem Volumen der gebildeten Probekörper auf (Tab. 34).

Tabelle 34: Gewicht und Volumen der gebildeten Probekörper

	PACT 1	PACT 2	PAC D0 1	PAC D0 2	PAC DM 1	PAC DM 2
eingebaute Bauproduktmenge [g]	1102	1100	1103	1101	1100	1100
Gewicht [g]	4095	3140	3006	3535	2559	3228
Volumen [ml]	2290	1900	1750	2275	1550	1900
Dichte [g/ml]	1,79	1,65	1,72	1,55	1,65	1,70

So differieren die Massen zwischen 2559 g und 4095 g und die Volumina zwischen 1550 ml und 2290 ml.

Der Einbau des Polyacrylates per Hand in eine definierte zylindrische Hohlform erbrachte somit nicht das gewünschte Ergebnis der besseren Vergleichbarkeit. Durch die annähernd gleiche Viskosität mit Wasser am Anfang der Polymerisationsreaktion, versickert das eingefüllte Polyacrylat teilweise im Sand und verdrängt Wasser aus den angrenzenden Poren. Je größer die Masse des gebildeten Probekörpers, desto mehr ist das Polyacrylat im umgebenden Sand eingedrungen bzw. versickert.

Um einen möglichen Einfluss der gebildeten Probekörper auf die gemessenen Parameter zu beurteilen, wurden die im folgenden Kapitel näher beschriebenen kumulierten Freisetzungen mit den in Tabelle 34 dargestellten Werten in Beziehung gesetzt. In Abbildung 44 sind die kumulierten TOC-Freisetzungen für jeden Elutionsversuch gegen das Volumen (a) und gegen die Masse (b) aufgetragen.

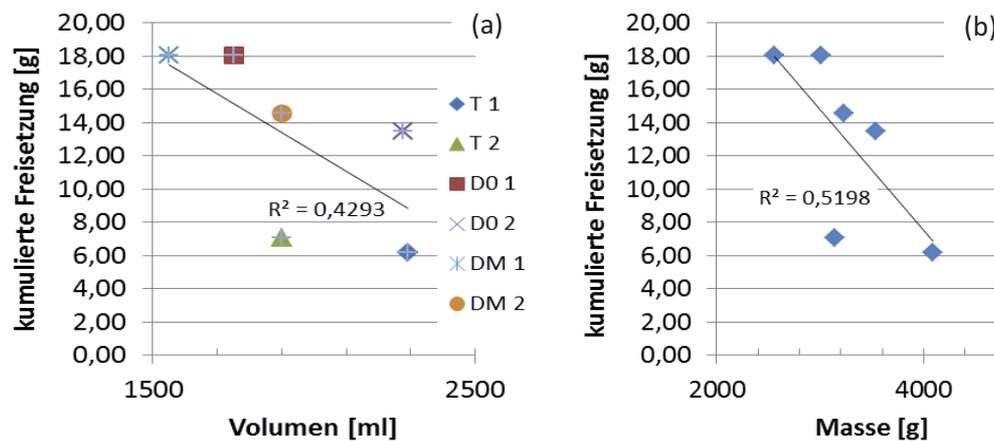


Abbildung 44: Elutionsansätze und deren kumulierte TOC-Freisetzung in Abhängigkeit zum Volumen des gebildeten Probekörpers (a), zur Masse des gebildeten Probekörpers (b)

Der Zusammenhang zwischen den dargestellten Merkmalen kumulierte Freisetzung, Volumen und Masse ist schwach negativ ausgeprägt, was bedeuten würde, dass mit zunehmendem Volumen bzw. mit zunehmender Masse die Freisetzung sinkt. Da jedoch generell die Freisetzung mit zunehmendem Volumen steigt, weil dadurch auch eine Oberflächenzunahme einhergeht, müssen die Unterschiede in den erhaltenen Freisetzungen zwischen den Parallelen durch andere Faktoren beeinflusst sein.

5.3.3 Eluatcharakterisierung

Die Ergebnisse der Eluatuntersuchungen mit Trinkwasser für die Parameter TOC, elektrische Leitfähigkeit und pH-Wert sind in Tabelle 35 dargestellt.

Tabelle 35: Überblick über die Parameter TOC, elektr. Leitfähigkeit und pH-Wert in den Eluaten der Parallelen von PAC T, PAC D0 und PAC DM

Fraktionen	TOC [mg/l]						elektr. Leitf. [µS/cm]						pH-Wert					
	T 1	T 2	D0 1	D0 2	DM 1	DM 2	T 1	T 2	D0 1	D0 2	DM 1	DM 2	T 1	T 2	D0 1	D0 2	DM 1	DM 2
BW	4,6	6,3	1,8	0,5	0,9	0,1	608	632	4	8	1157	1044	7,64	6,86	5,41	5,86	3,36	4,14
EW 1	1,9	3,3	0,3	0,5	0,8	0	609	613	3	3	1020	1032	7,61	7,68	4,76	4,50	5,26	5,08
Fr. 1	11,8	128	65	70	29	19	571	562	112	122	1141	1065	7,97	7,33	5,02	4,94	4,00	4,28
Fr. 2	195	400	195	355	930	340	834	1253	363	576	2340	1408	7,89	7,01	5,01	5,38	4,07	4,95
Fr. 3	350	560	420	505	1220	620	1120	1346	652	798	2780	1900	7,69	6,95	5,28	5,71	5,40	5,41
Fr. 4	430	480	700	650	1250	840	1190	1320	1130	1032	2810	2220	7,56	6,94	5,40	5,83	5,55	5,56
Fr. 5	425	380	988	964	1050	860	1202	1237	1594	1530	2580	2250	7,50	6,96	5,54	5,71	5,60	5,62
Fr. 6	346	340	750	850	900	810	1094	1114	1181	1447	2270	2160	7,51	6,88	5,74	5,89	5,55	5,76
Fr. 7	265	290	750	650	690	610	971	997	1124	960	1981	1878	7,51	6,96	6,09	6,24	5,53	5,72
Fr. 8	210	230	610	450	500	470	882	898	930	756	1745	1682	7,50	6,95	6,16	6,28	5,41	5,63
Fr. 9	160	190	475	350	390	350	817	825	839	602	1563	1525	7,52	6,95	6,19	6,28	5,32	5,59
Fr. 10	115	150	430	310	300	280	769	774	728	487	1433	1417	7,50	6,96	6,22	6,29	5,25	5,52
Fr. 11	85	85	395	245	--	--	734	735	624	396	1338	1355	7,52	6,99	6,26	6,27	5,17	5,46
Fr. 12	75	75	375	210	160	180	708	709	599	331	1270	1317	7,53	6,98	6,26	6,21	5,09	5,41
EW 2	1,1	4,2	0,3	0,8	1,3	1,1	609	610	3	3	1021	1029	7,63	7,31	4,90	4,47	5,66	5,11
Fr. 13	10	11	49	20	28	37	622	620	99	53	1062	1064	7,55	7,21	6,29	6,14	4,58	5,15
EW 3	0	3,5	0	1	0,5	1,6	650	599	3	3	1042	1037	7,54	7,58	5,17	4,87	5,30	5,18
Fr. 14	6	11	33	9	18	19	616	611	69	37	1081	1071	7,46	7,25	6,09	5,90	4,43	5,06
Fr. 15	6	8,7	27	13	10	8	621	596	66	38	1061	1042	7,55	7,34	5,83	5,81	4,20	4,91
EW 4	1	3,9	0,3	2,5	0	0,5	612	590	3	3	1030	1026	7,57	7,61	4,47	4,45	5,28	5,13

Die Ergebnisse der einzelnen Parameter werden im Folgenden parameterweise dargestellt.

Betrachtet man den Verlauf des pH-Wertes in Abbildung 45, so ist der Unterschied zwischen den pH-Werten der Elutionsmittel (EW 1 – 3) zu erkennen, die sich auch in den pH-Werten der Polyacrylateluatate widerspiegeln. Trinkwasser weist einen geringen Einfluss auf den pH-Wert der Eluate von PAC T auf und bleibt über die gesamte Versuchszeit nahezu konstant im neutralen Bereich. Die Ansätze mit deionisiertem Wasser ohne Zusatz (PAC D0 1 und 2) weisen eine Veränderung des Ausgangs-pHs von leicht sauer bis in den nahezu neutralen Bereich (6,3) auf. Der pH-Verlauf der Ansätze mit CaCl_2 ist ähnlich, bleibt aber im leicht sauren Bereich und fällt ab Fraktion 7 wieder ab. In den Blindwerten (BW) und den ersten beiden Fraktionen ist der schon angesprochene Einfluss des Sandes zu erkennen.

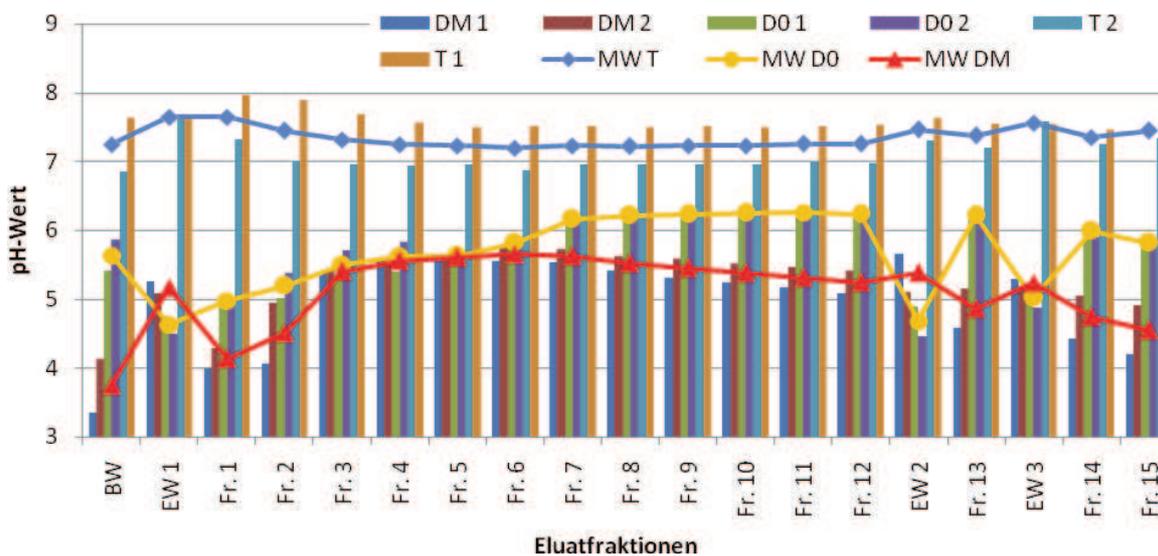


Abbildung 45: pH-Werte der Eluatfraktionen (Balkendarstellung) und Mittelwerte (Fraktion 1 - 12 gleich 0 – 6 Stunden nach Einbau des Polyacrylates, Fraktion 13 – 14 gleich 2 – 3 Tag)

In Abbildung 46 sind die bereinigten pH-Wertänderungen (Differenz zum pH-Wert des Elutionswassers EW 1) aufgeführt.

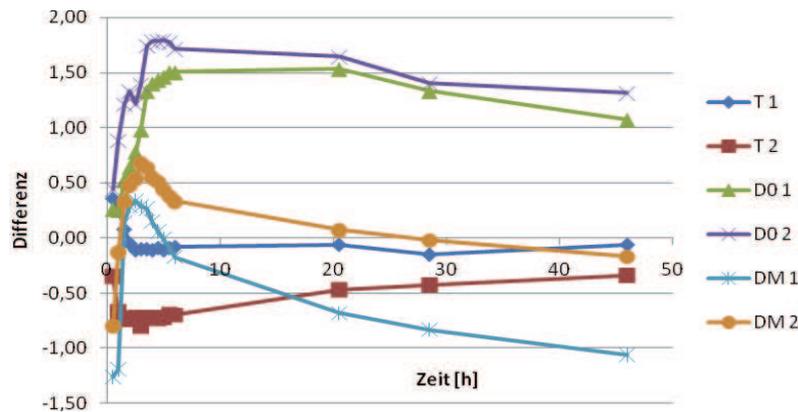


Abbildung 46: Verlauf der pH-Wert-Änderung der Eluatfraktionen im Vergleich zum pH-Wert des Elutionswassers (EW)

Es wird hier noch einmal deutlich, dass die beiden Parallelen mit deionisiertem Wasser die höchsten pH-Wertveränderungen hervorbringen und auch 46 Stunden nach Versuchsbeginn den Ausgangswert des Elutionswassers nicht erreichen.

Die elektrischen Leitfähigkeiten der gewonnenen Eluatfraktionen zeigen große Unterschiede zwischen den Trinkwasserelutionen und denen mit deionisiertem Wasser und der 0,012 molaren CaCl_2 -Lösung.

In Abbildung 45 sind die bereinigten elektrischen Leitfähigkeiten aller Versuchsansätze graphisch dargestellt. Die Ansätze PAC T 1 und PAC T 2 zeigen maximale Leitfähigkeiten von 593 bzw. 733 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Im Durchschnitt besitzen die Eluatfraktionen eine Leitfähigkeit von 241 bzw. 293 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Im Vergleich dazu zeigen die Elutionsversuche mit 0,012 molarer CaCl_2 -Lösung bereinigte Maximalwerte von bis zu ca. 1800 $\mu\text{S}/\text{cm}$, bei einer mittleren elektrischen Leitfähigkeit von 608 bis 744 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

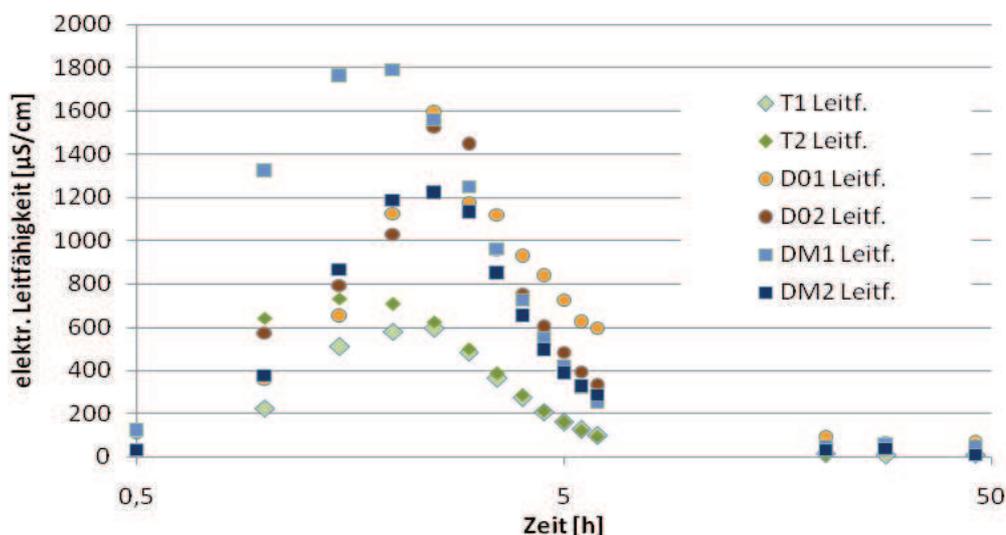


Abbildung 47: Verlauf der elektr. Leitfähigkeit der Eluatfraktionen PAC T, PAC D0 und PAC DM

Der Unterschied zwischen den mittleren elektrischen Leitfähigkeiten von PAC D0 und PAC

DM (Ansätze mit deionisiertem Wasser) ist, durch hohe Standardabweichungen von 25% zwischen den Parallelen von PAC DM, nicht signifikant (Tab. 36). Auch bei den drei Fraktionen mit den höchsten Leitfähigkeiten ist analog zu den mittleren Leitfähigkeiten aller Fraktionen der Unterschied zwischen PAC T (Trinkwasserelutionen) und PAC D0 (deionisiertem Wasser) bzw. PAC DM (CaCl₂-Lösung) deutlich.

Tabelle 36: Vergleich der durchschnittlichen Leitfähigkeiten und der Maximalwerte der Versuchsansätze

Leitfähigkeit [µS/cm]	PAC T 1	PAC T 2	PAC D0 1	PAC D0 2	PAC DM 1	PAC DM 2
Ø Fr. 1 - 15	241,07	293,47	671,00	608,00	743,67	524,93
MW	267,27		639,50		634,30	
STABW	37,05		44,55		154,67	
STABW [%]	13,86		6,97		24,38	
Ø 3 höchste	561,67	693,33	1298,67	1333,33	1703,33	1178,00
MW	627,50		1316,00		1440,67	
STABW	93,10		24,51		371,47	
STABW [%]	14,84		1,86		25,78	
Unterschied zu MW PAC T (Ø Fr. 1 - 15) [%]			239,27		237,32	
Unterschied zu MW PAC T (Ø 3 höchste) [%]			209,72		229,58	

Betrachtet man die Mittelwerte der einzelnen Fraktionen der deionisierten Ansätze im Vergleich zu den PAC T – Fraktionen über die ersten sechs Stunden in Abbildung 46, wird deutlich, dass schon in den ersten Fraktionen mehr leitfähigkeitserhöhende Bestandteile freigesetzt werden. Nach sechs Stunden wurde in den PAC D0 Ansätzen eine dreifach höhere Leitfähigkeit nachgewiesen. Im Durchschnitt liegt die Leitfähigkeit der deionisierten Ansätze im Vergleich zu Trinkwasser bei ca. 230 %.

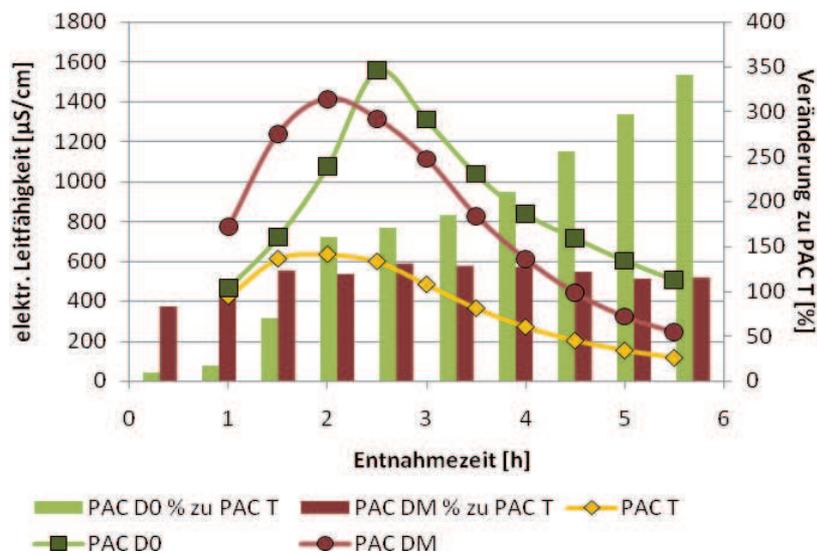


Abbildung 48: Verlauf der Leitfähigkeit (MW der Ansätze) in den ersten 6 Stunden nach Einbau des Polyacrylates und Zunahme (in %) der Leitfähigkeit in den Ansätzen mit deionisiertem Wasser im Vergleich zur Elution mit Trinkwasser

Wie auch schon in den vorhergehenden Untersuchungen, verläuft die Konzentration an organischem Kohlenstoff (TOC) in den Eluatfraktionen ähnlich wie die der elektrischen Leitfähigkeit. Die Ansätze PAC T zeigen einen wesentlich geringeren Konzentrationsverlauf als PAC D0 bzw. PAC DM (Abb. 49). Die Maximalkonzentration an TOC beläuft sich auf 553 mg/l (PAC T 2/Fr. 3). Im Vergleich dazu zeigen die Elutionsversuche mit CaCl₂-Lösung bereinigte Maximalwerte von bis zu ca. 1250 mg/l TOC an, bei einem mittleren TOC von 378 bis 513 mg/l (Tab. 37).

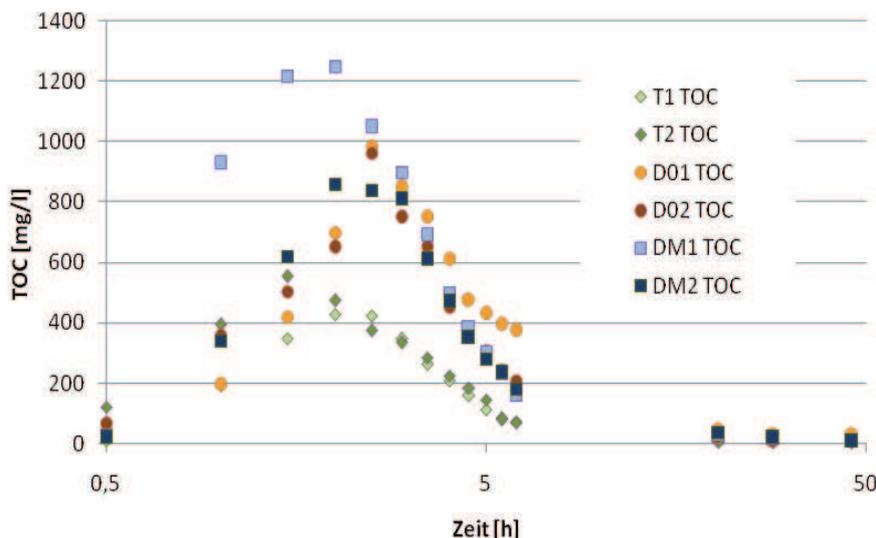


Abbildung 49: Verlauf der freigesetzten organischen Inhaltsstoffe (TOC) der Eluatfraktionen PAC T, PAC D0 und PAC DM

Der Unterschied zwischen den mittleren TOC Konzentrationen von PAC D0 und PAC DM (Ansätze mit deionisiertem Wasser) sind, ähnlich wie beim Parameter Leitfähigkeit, durch hohe Standardabweichungen von über 20 % zwischen den Parallelen von PAC DM, nicht signifikant (Tab. 37). Bei den drei Fraktionen mit den höchsten TOC ist der Unterschied

zwischen PAC T und PAC D0 bzw PAC DM ebenfalls deutlich.

Tabelle 37: Vergleich der durchschnittlichen TOC-Konzentrationen und Maximalwerte der Versuchsansätze

TOC [mg/l]	PAC T 1	PAC T 2	PAC D0 1	PAC D0 2	PAC DM 1	PAC DM 2
Ø Fr. 1 - 15	178	216	424	370	513	378
MW	196,93		396,72		445,64	
STABW	27,40		38,33		95,05	
STABW [%]	13,91		9,66		21,33	
Ø 3 höchste	400	474	862	788	1172	837
MW	436,73		825,05		1004,50	
STABW	52,28		52,71		237,49	
STABW [%]	11,97		6,39		23,64	
Unterschied zu MW PAC T (Ø Fr. 1 - 15) [%]			201,46		226,30	
Unterschied zu MW PAC T (Ø 3 höchste) [%]			188,91		230,00	

Die in Abbildung 50 dargestellten prozentualen Unterschiede zwischen den Fraktionen von PAC T und denen von PAC D0 bzw. PAC DM verdeutlichen den Einfluss von deionisiertem Wasser. Im Ansatz von PAC D0 wurde in Fraktion 15 eine um 500 % erhöhte Freisetzung im Vergleich zu Fraktion 15 von PAC T bestimmt. Im Durchschnitt liegt die Konzentration an TOC der deionisierten Ansätze im Vergleich zu Trinkwasser um ca. 210 % höher.

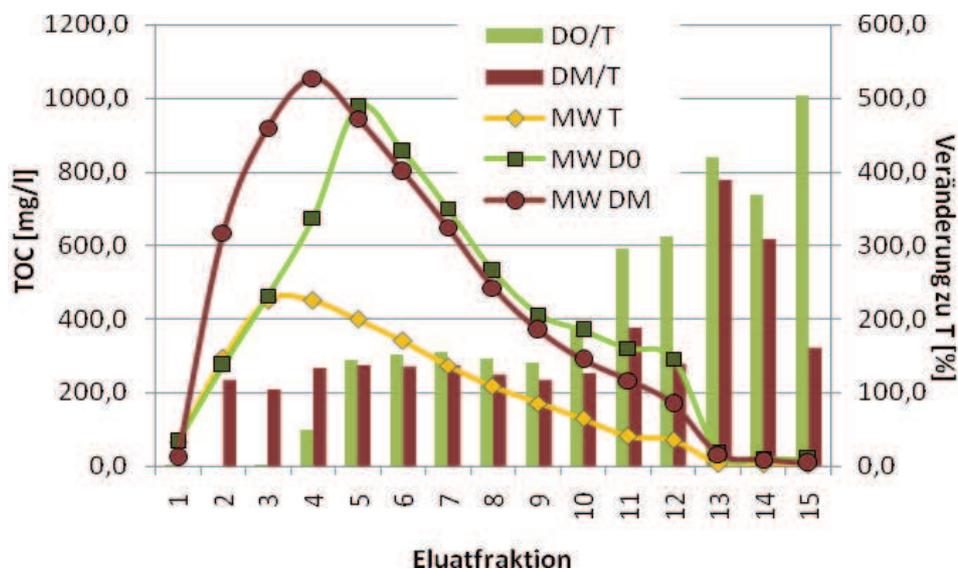


Abbildung 50: Verlauf des TOC (MW der Ansätze) in den 15 Eluatfraktionen und Zunahme (in %) des TOC in den Ansätzen mit deionisiertem Wasser und der CaCl₂-Lsg. im Vergleich zur Elution mit Trinkwasser (Balken)

Die kumulierte Darstellung der Freisetzung von organischen Inhaltsstoffen über die gesamte Versuchszeit ergibt eine freigesetzte Menge an TOC von ca. 16.000 mg in den Ansätzen mit deionisiertem Wasser (vgl. Tab. 38). Das entspricht einer Erhöhung um bis zu 246 % im Vergleich zu PAC T, da mit Trinkwasser als Elutionsmittel nur ca. 6.500 mg TOC freigesetzt werden.

Tabelle 38: Vergleich der kumulierten TOC Freisetzung über den gesamten Versuchszeitraum

TOC [mg]	PAC T 1	PAC T 2	PAC D0 1	PAC D0 2	PAC DM 1	PAC DM 2
Freisetzung kumuliert	6181,89	7073,74	18038,95	13484,67	18034,80	14523,45
MW	6627,81		15761,81		16279,12	
STABW	630,64		3220,36		2482,90	
STABW [%]	9,52		20,43		15,25	
Unterschied zu MW PAC T [%]			237,81		245,62	

Das Maximum des Austrages wurde in allen Ansätzen in den Fraktionen 3 – 6 ermittelt. Nach einem raschen Freisetzen von Inhaltstoffen kam es zu einer kontinuierlich abnehmenden Freisetzung aus den Probekörpern.

Betrachtet man den zeitlichen Verlauf der Freisetzung an gelösten organischen Verbindungen, so ist dieser bei PAC T im Wesentlichen auf den ersten Versuchstag beschränkt. Am 2. Tag erreicht das Eluat einen stabilen Wert, der sich gering über dem Niveau des Elutionswassers einpegelt. Bei den Ansätzen mit deionisiertem Wasser wird auch nach 48 Stunden eine größere Menge (ca. 20 mg/l) TOC freigesetzt.

Innerhalb der ersten sechs Stunden wurden im Testansatz PAC T 5.880 mg TOC eluiert. Das entspricht ca. 88 % der in 46 Stunden gesamten eluierten 6.630 mg TOC. In den Ansätzen PAC D0 waren es in den ersten sechs Stunden nur 75 % der insgesamt freigesetzten 15.800 mg TOC.

Wie Abbildung 51 noch einmal deutlich zeigt, kommt es bei der Elution mit deionisiertem Wasser zu einer wesentlich höheren Freisetzung an u.U. bedenklichen organischen Inhaltsstoffen.

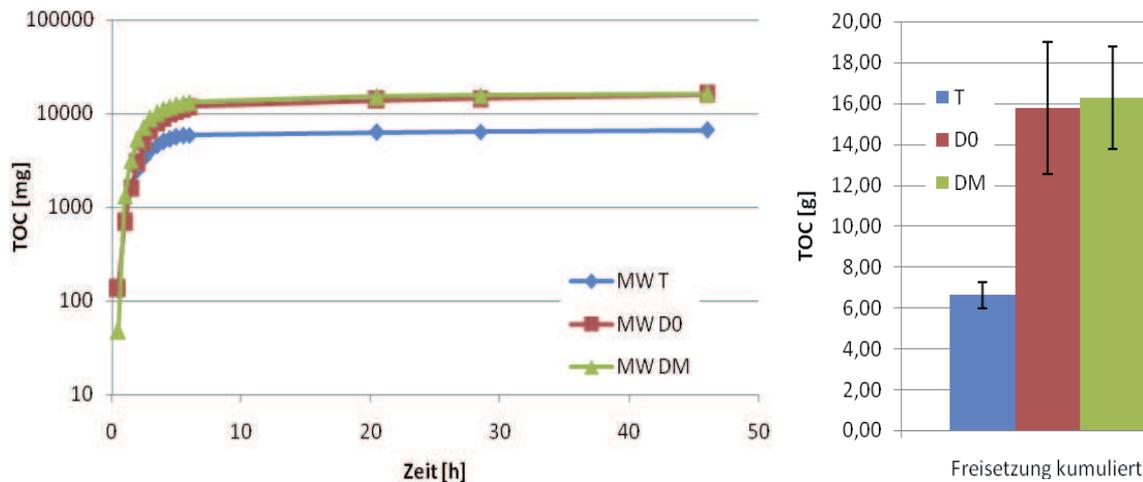


Abbildung 51: links: Verlauf der kumulierten TOC Freisetzung (MW), rechts: gesamte kumulierte TOC-Freisetzung mit Standardabweichung (T Trinkwasseransatz, D0 deionisiertes Wasser, DM CaCl₂-Lösung)

5.3.4 Ökotoxizitätstests

Für die Untersuchung des Einflusses der deionisierten Elutionswässer auf die Freisetzung von ökotoxikologisch wirksamen Inhaltsstoffen wurden aus den drei Eluatfraktionen mit den höchsten TOC-Konzentrationen (Maximalphasen) Mischproben gebildet. Diese Maximalphasen wurden danach wiederum vereint, um für jeden Ansatz ein Eluat zu untersuchen. In Tabelle 39 sind die erhaltenen Parameterwerte aufgeführt.

Tabelle 39: Charakterisierte Mischproben der Maximalphasen von PAC T, PAC D0 und PAC DM

Mischfraktion	pH-Wert	elektr. Leitf. [μ S/cm]	Trübung [FNU]	TOC [mg/l]	Geruch	Farbe	N. z. Schaumb.
PAC T Max.	7,51	1236	9	405	schwach organisch	leicht gelblich	stark, nicht stabil
PAC D0 Max.	5,67	1169	3	760	schwach organisch	keine	stark, nicht stabil
PAC DM Max.	5,57	2425	7	1020	schwach organisch	keine	stark, nicht stabil

Die Eluate wurden bis zum Versand, der direkt nach Elutionsende erfolgte, bei 4°C gelagert.

5.3.4.1 Aquatische Ökotoxizität

Die Eluate der TOC-Maximalphasen wurden mittels Leuchtbakterienlumineszenztest (DIN EN ISO 11348-2) und Grünalgentest (DIN 38412-33) untersucht. Alle Tests wurden mit vier Wiederholungen angesetzt.

In Tabelle 40 und 41 sind die aufgetretenen Hemmungen in den Testansätzen in Abhängigkeit zu den untersuchten Verdünnungsstufen dargestellt.

Tabelle 40: Aufgetretene Hemmwirkungen im Leuchtbakterienlumineszenztest

Verdünnungs- stufe	Eluat	Hemmwirkung im Leuchtbakterientest [%]		
	[%]	PAC T - MP	PAC D0 - MP	PAC DM - MP
2	50	13,1	29,7	29,1
8	12,5	4,7	8,6	11,5
16	6,25	4,2	6,0	9,0

In den aquatischen Tests verursachen die unterschiedlichen TOC Konzentrationen wie erwartet auch unterschiedliche Hemmwirkungen. Wobei sich erst mit zunehmender Verdünnungsstufe der Unterschied auch zwischen den deionisierten Ansätzen deutlich zeigt.

Tabelle 41: Aufgetretene Hemmwirkungen im Grünalgentest

Verdünnungs- stufe	Eluat	Hemmwirkung im Grünalgentest [%]		
	[%]	PAC T - MP	PAC D0 - MP	PAC DM - MP
2	50	99	100	99
8	12,5	100	100	100
32	6,25	100	100	100
512	0,2	95	97	99
2048	0,05	56	87	95

Selbst bei einer Konzentration von 0,05 % Eluat, das entspricht einer TOC-Konzentration von 0,2 – 0,5 mg/l, sind die Hemmwirkungen auf das Wachstum des Testorganismus *Desmodesmus subspicatus* in allen Proben noch größer als 50%.

Der Einfluss des deionisierten Elutionswassers auf die erhöhte Freisetzung ökotoxikologisch wirksamer Inhaltsstoffe ist im Vergleich zu den Trinkwassereluates deutlich zu erkennen.

5.3.4.2 Terrestrische Ökotoxizität

Die Bestimmung der potenziellen Nitrifizierung (DIN ISO 15685, Ausgabe: 2001-07) wurde mit vier Wiederholungen je Testansatz durchgeführt. Neben den Eluaten aus der Maximalphase wurden die Blindwerteluat aus den Säulenversuchen untersucht. Diese dienen als Kontrolle und Maß (100 %) zur Berechnung und Auswertung der prozentualen Wirkungen der Maximalphasen.

Die Durchführung der ökotoxikologischen Tests erfolgte nach 7 Tagen Inkubation. Als Boden diente wiederum der Referenzboden Lufa 2.3 (vgl. Kap. 4.2.2.3).

Die erhaltenen Ergebnisse in Tabelle 42 und Abbildung 52 zeigen, dass auch im Nitrifikationstest die unterschiedlichen TOC Konzentrationen zu unterschiedlichen Wirkungen führen. Der Ansatz PAC DM der eine Konzentration von 1040 mg/l TOC aufweist führt im Vergleich zur Kontrolle (PAC DM Blindwert) zu einer um 54 % verringerten Nitrifikationsleistung. Im Vergleich dazu, löst das Eluat PAC T nur eine 21 %ige Leistungsabnahme aus.

Tabelle 42: Ergebnisse der Wirkung der Maximalphasen auf die Leistung der Nitrifikanten

Proben	PAC T - BW	PAC T - MP	PAC D0 - BW	PAC D0 - MP	PAC DM - BW	PAC DM - MP
Mittelwerte [ng NO ₂ -N /g TM * h]	161	127	173	99	183	84
STABW	6,02	6,57	7,69	10,79	6,38	5,76
Mittewerte [%]	100	79	100	57	100	46
STABW [%]	3,73	4,07	4,44	6,23	3,48	3,14

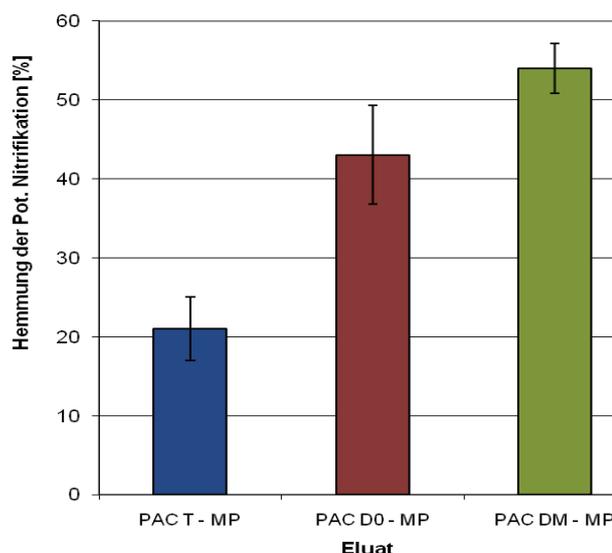


Abbildung 52: Hemmung der potenziellen Nitrifikation durch die Eluate der Maximalphasen von PAC T, PAC D0 und PAC DM

Der Unterschied in der Freisetzung zwischen der Elution mit Trinkwasser und mit deionisiertem Wasser bzw. der CaCl_2 -Lösung schlägt sich ebenfalls im Nitrifikationstest nieder. Die Ansätze mit deionisiertem Wasser und der CaCl_2 -Lösung zeigen eine um mehr als doppelt so hohe Hemmung an und reihen sich somit in die in den vorigen Kapiteln dargestellten Ergebnisse ein.

5.4 Zusammenfassung

Im inversen Säulenversuch, der unter gesättigten Bedingungen durchgeführt wird, beeinflusst die Ionenstärke des Elutionswassers das Verteilungsgleichgewicht zwischen Bodenmatrix, eingebrachtem Baukörper und Bodenlösung sowie das Diffusionsverhalten.

Unterschiedliche Ionenstärken in den verwendeten Elutionswässern müssten sich daher in unterschiedlichen Freisetzungsraten niederschlagen und durch resultierende unterschiedlich hohe Konzentrationen im Eluat auch durch unterschiedliche Wirkungen in den ökotoxikologischen Tests widerspiegeln.

Um diese Vermutung zu überprüfen wurden Elutionsuntersuchungen mit drei Elutionsmitteln unterschiedlicher Ionenstärke an einem Polyacrylat durchgeführt. Die zur Elution eingesetzten Elutionsmittel waren:

- a) Trinkwasser (650 $\mu\text{S}/\text{cm}$),
- b) deionisiertes Wasser (5 $\mu\text{S}/\text{cm}$) und
- c) 0,012 mol CaCl_2 - Lösung (1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$)

Die Versuche wurden mit jeweils zwei Parallelen durchgeführt. Das erhaltene Eluat wurde u.a. auf die Parameter pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit und TOC sowie auf deren ökotoxikologisches Schadpotential untersucht. Für die ökotoxikologischen Tests (Leuchtbakterienlumineszenztest, Algenwachstumshemmtest und potenzielle Nitrifizierung) wurden Maximalphasen gebildet und die jeweiligen Parallelen vereinigt.

In den ersten Eluatfraktionen zeigte die Elution mit deionisiertem Wasser eine hohe und wiederkehrende Trübung auf, die auf partikulären Austrag zurückzuführen war und mit Ergebnissen von u.a. Christ (2004) übereinstimmen, wonach geringe Ionenstärken den Austrag von Partikeln aus Sanden begünstigen.

Die gebildeten Probekörper zeigten an der Oberfläche keine Unterschiede auf, da die Oberflächenstruktur vorwiegend durch den Versuchssand bestimmt wird. Die unterschiedlichen Volumen und Massen der gebildeten Probekörper wiesen keinen Zusammenhang mit der Freisetzung an organischen Inhaltsstoffen auf, zeigten jedoch, dass die Art des durchgeführten Einbaus im Gegensatz zu Bodeninjektionsmitteln auf mineralischer Basis (Zementleim) keine in Masse und Volumen vergleichbaren Probekörper hervorbringt.

Die untersuchten Parameter pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit und TOC zeigten in den

Versuchen einen deutlichen Unterschied zwischen den Elutionen mit Trinkwasser und denen mit deionisiertem Wasser/ CaCl_2 -Lösung.

Betrachtungen des blindwertbereinigten pH-Wertes ergaben für deionisiertes Wasser eine starke Änderung im Vergleich zum Trinkwasser, welches durch seine abpuffernde Wirkung auf H^+/OH^- Ionen nur einem geringen Einfluss unterliegt.

Anders verhält es sich mit der elektrischen Leitfähigkeit und den freigesetzten organischen Inhaltsstoffen. Diese zeigen durch Freisetzung und Mobilisierung einen charakteristischen Kurvenverlauf, der sich jedoch in der Intensität in Abhängigkeit des eingesetzten Elutionsmittels stark unterscheidet. Die Versuche mit deionisiertem Wasser/ CaCl_2 -Lösung zeigen im Vergleich zu den Trinkwasserelutionen eine wesentlich höhere Freisetzung an. Im Durchschnitt liegt diese bei über 200 %. Betrachtet man die Freisetzung von TOC über den gesamten Versuchszeitraum kumulativ, zeigt sich eine ca. 240 %ige Erhöhung im Vergleich zu Trinkwasser.

Die Unterschiede zwischen deionisiertem Wasser und der CaCl_2 -Lösung sind bei den Parametern elektr. Leitfähigkeit und dem TOC durch hohe Standardabweichungen von über 20 % zwischen den Parallelen von PAC DM (CaCl_2 -Lösung) nicht signifikant.

Die Ergebnisse der ökotoxikologischen Untersuchungen geben die Wirkungen der Maximalphasen auf die ausgewählten Organismen/den Stoffwechsel der Testspezies wieder. Durch die unterschiedlichen TOC-Konzentrationen und Leitfähigkeiten in den Maximalphasen war in den Tests ein konzentrationsbezogenes Ergebnis erwartet worden.

Die Untersuchungen der Leuchtbakterienlumineszenz, des Algenwachstums und der potenziellen Nitrifizierung belegten auch diese Vermutung. Die durch das deionisierte Wasser/die CaCl_2 -Lösung hervorgerufenen Unterschiede im Vergleich zur Kontrolle wirkten sich auch auf die ökotoxikologischen Untersuchungsergebnisse aus. Die Maximalphase mit der höchsten TOC-Konzentration (PAC – DM) wies die größte Wirkung in den Tests auf.

Der Bedeutung des Elutionsmittelvergleiches für die Bewertung von Bauprodukten allgemein und deren mögliche Auswirkungen auf die Grundsätze des DIBt zur „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ wird im Kapitel 6 nachgegangen.

6 Weiterentwicklung und Normierung der inversen Säulenelution

In den nächsten Kapiteln werden Vorschläge und Hinweise für eine Präzisierung, Ergänzung und Anpassung der für die Elution von Bodeninjektions- und Kanalrohrsanierungsmitteln verwendeten Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung „Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung - Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ des Hygieneinstitutes Gelsenkirchen (Stand 09.2005) unterbreitet, mit dem Ziel, die Qualität des Verfahrens im Hinblick auf eine mögliche Normierung zu verbessern.

Darüber hinaus werden die gewonnenen Ergebnisse und eine mögliche Anpassung des Verfahrens auf ihren Einfluss auf die jetzige Bewertung bzw. Zulassung von Bodeninjektionsmitteln, die in den Grundsätzen zur „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ des DIBt dargelegt sind, diskutiert.

6.1 Verfahrensanpassung

Für eine Normierung der inversen Säulenelution ist es notwendig, die Arbeitsanweisung in verschiedenen Punkten anzugleichen. Die wichtigsten Änderungen bzw. Ergänzungen betreffen folgende Punkte:

1. Quarzsand zur Säulenfüllung
2. Spülzeit und Zeitpunkt Blindwertabnahme
3. Elutionsmittel
4. Elutionsdauer
5. Einbau/Injektion des zu prüfenden Materials
6. Injektionsgeräte
7. Charakterisierung Injektionskörper
8. Mischproben für biologische Tests
9. Berechnung Freisetzung
10. Prüfbericht
11. Verfahrenskenndaten

Die erweiterte Arbeitsanweisung (Vorlage für DIN Norm) ist dem Anhang 8 zu entnehmen. Im Folgenden werden die o.g. Punkte erläutert.

6.1.1 Säulensande, Sandfüllung und Säulenspülung

Der in der Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung aufgeführte Prüfsand ist der Frechener Quarzsand F36. Dieser ist ein Feinsand mit einer mittleren Körnung von

0,17 mm, der sich für die Injektion von Polyacrylaten und Polyurethanen sehr gut bewährt hat. Da im Hinblick auf eine Normung ein spezieller Sand nicht einfach vorgegeben werden kann, muss eine neutrale Formulierung für den zu verwendenden Prüfsand gefunden werden, wie z.B. „*Eng gestufter Quarzsand von hoher chemischer Reinheit, mit einer Korngröße von ... bis ...*“, oder es ist darauf hinzuweisen, dass auch andere Sande genutzt werden können.

Schössner und Kunz (2004) untersuchten neben dem Frechener Quarzsand F36 zwei weitere Sande für die Eignung im Säulenversuch. Sie kamen zu dem Schluss, dass sich ebenfalls der getestete Quarzsand Haltern H 32 aufgrund der entstehenden Injektionskörper, die eine meist kugelsymmetrische Form sowie eine gleichmäßige Oberfläche aufzeigten, für den Säulenversuch eignet. Der CEN-Normensand nach DIN EN 196-1 (05.2005) wurde als ungeeignet eingestuft, da beim Einbringen in die Säule aufgrund seiner breiten Sieblinie eine Entmischung auftrat.

Nach den Erfahrungen der MFPA Leipzig eignen sich ebenfalls eng abgestufte Sande mit einer Körnung bis 2 mm und einer Durchlässigkeit zwischen $k_f = 10^{-3}$ und 10^{-4} m/s für die Durchführung der Versuche (Jüling und Hornig, 2009).

Tabelle 43 zeigt eine Auswahl¹⁷ der in Deutschland erhältlichen Quarzsandsorten.

Tabelle 43: Auswahl erhältlicher Quarzsande (nach Hasse, 2000)

Herkunft	Sorte	Mittlere Korngröße [mm]
Dorsten	DO 20	0,84
	DO 40	0,38
	DO 110	0,13
Frechen	F 31	0,32
	F 33	0,22
	F 36	0,17
Haltern	H 32	0,32
	H 34	0,21
	H 35	0,19
Oggersheim	ISS III	0,52
	ISS Ia	0,25
	ISS O	0,10

Die Wahl der mittleren Korngröße sollte nach den Anforderungen des zu testenden Bauproduktes entschieden werden. So können mineralische Systeme wie z.B. Zementleim, deren Anwendungsbereich im Grobsand/Feinkies liegt, mit Quarzsanden größerer mittlerer Korndurchmesser getestet werden. Betrachtet man die Injizierfähigkeit von Zementleim, sind ebenfalls größere mittlere Korndurchmesser von Vorteil.

¹⁷ Eine umfangreiche Auflistung weiterer in Deutschland erhältlicher Quarzsandsorten findet man in Hasse (2000) und auf www.quarzwerte.com.

Zu beachten ist, dass mit Zunahme der Porosität eine Verkleinerung der sich ausbildenden Oberfläche einhergeht, da sich auch das Volumen des Injektionskörpers verkleinert. Die Beziehung zwischen Porosität und Oberflächengröße ist in Abbildung 53 dargestellt. Da die Freisetzung von Inhaltsstoffen größtenteils oberflächenbestimmt ist, muss die Porosität des Sandes bestimmt werden und im Messprotokoll angegeben werden.

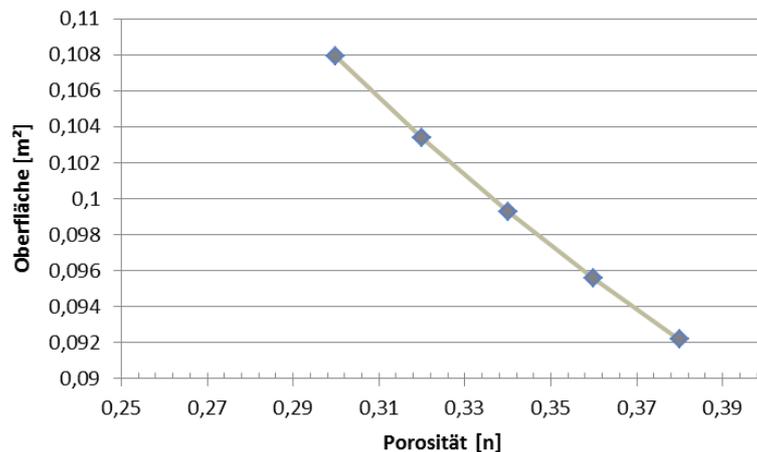


Abbildung 53: Abhängigkeit der Oberfläche des Injektionskörpers von der Porosität des Sandes (Mittelsandporositäten nach: Lege et al., 1996)

Neben der Gesamtporosität spielt der nutzbare Porenraum eine wichtige Rolle bei der Durchlässigkeit von Lockergestein. In den Säulenversuchen ist der nutzbare Porenraum der Gesamtporosität gleichzusetzen. Bei der Volumenbestimmung der Injektionskörper kann die nutzbare Porosität nachträglich berechnet werden, indem das Volumen der injizierten Menge Bauprodukt durch das Volumen des entstandenen Injektionskörpers dividiert wird.

Ein weiteres wichtiges Kriterium ist die Reinheit des Sandes. Es sollten daher stets gereinigte und geprüfte Quarzsande verwendet werden. Die oben aufgeführten Quarzsande sind qualitativ hochwertige Industriemineralien für die weiterverarbeitende Industrie und unterliegen somit hohen Anforderungen. Ein Vergleich von Quarzsand F 36 und Sand aus einem nahegelegenen Baumarkt, der als Spielsand (Quarzsand) deklariert und als solcher geprüft war, zeigte bei ansonsten gleichen Versuchsbedingungen Unterschiede in der Freisetzung an (Abb. 54).

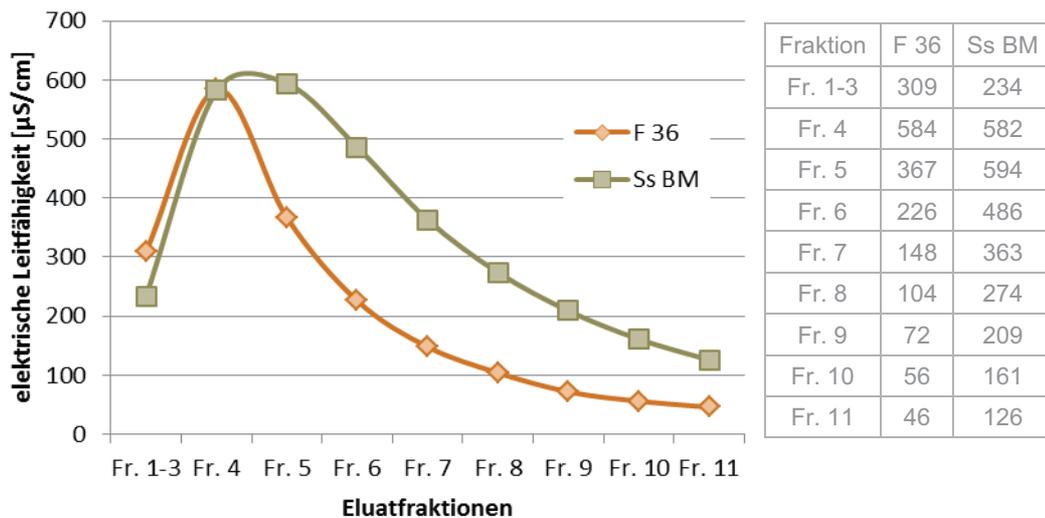


Abbildung 54: Vergleich zweier Sande bei der Elution von Polyacrylat mit Trinkwasser (Werte sind blindwertbereinigt)

Die Unterschiede waren zum Einen auf die verschiedene Körnung und Porosität des Sandes und der dadurch unterschiedlich ausgeprägten Oberflächengrößen der Injektionskörper zurückzuführen und zum Anderen gehen die Ergebnisse möglicherweise auf die Eisen- und Kalziumkarbonatgehalte sowie organische Anteile des Baumarktsandes zurück, die evtl. mit dem Injektionsmaterial reagiert und die Oberflächenstruktur sowie die Freisetzung beeinflusst haben könnten (vgl. Kap. 4.1). Dies konnte jedoch im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter verfolgt werden. Betrachtet man jedoch die im Baugrund vorkommenden Verunreinigungen (z.B. Verfüllungen mit Bauschutt), können je nach Fragestellung auch Elutionstests mit Sand von geringerer Güte von Interesse sein.

Bei der Verwendung von gereinigten Quarzsanden der o.g. hochwertigen Industriemineralien kann die Spülzeit vor Abnahme des Blindwerts stark verkürzt werden. Der in den hier dargestellten Versuchen verwendete Frechener Quarzsand F 36 zeigte bereits nach einer 6-stündigen Spülung Eluatwerte im Bereich des Elutionswassers an. Eine Spülung der Sandsäulen über Nacht (ca. 12 Stunden) ist daher ausreichend. Da der Säulensand von den Quarzwerken für die Versuche meist in großen Gebinden/Chargen geordert wird, kann in einem Vorversuch an einer Probe aus der Charge ermittelt werden, ob eine Spülzeit von weniger als den bisher angegebenen 24 Stunden für den verwendeten Sand ausreicht.

Bei Verwendung von Sanden minderer Qualität (vgl. Elution mit Spielsand), kann allerdings auch eine Spülzeit von 24 Stunden unzureichend sein.

Bei der Füllung der Säule mit Sand kommt es zu einer geringen Schichtenausbildung, die kaum vermeidbar ist. Die Schichtenausbildung ist dabei abhängig vom verwendeten Sand und der Schnelligkeit beim Füllen der Säule. Beim Einschlämmen des Sandes wurden die besten Ergebnisse erzielt, wenn der Sand kontinuierlich ohne Pause eingefüllt wurde, so dass sich die bildende Suspension aus feineren Bestandteilen nicht setzen konnte.

6.1.2 Elutionsmittel und -dauer

Im inversen Säulenversuch, der unter gesättigten Bedingungen durchgeführt wird, beeinflusst die Ionenstärke des Elutionswassers das Verteilungsgleichgewicht zwischen Bodenmatrix, Bodenlösung und Baukörperoberfläche sowie das Diffusionsverhalten der potenziell freisetzbaren Inhaltsstoffe im Baukörper.

Unterschiedliche Ionenstärken in den verwendeten Elutionswässern schlagen sich in unterschiedlichen Freisetzungsraten nieder, die unterschiedlich hohe Wirkungen in den ökotoxikologischen Tests hervorrufen (vgl. Kap. 5).

Das zurzeit im Säulenversuch eingesetzte Trinkwasser ist je nach Region verschieden beschaffen. Unterschiedliche Ionenstärken im Trinkwasser der Laboratorien müssten demnach bei demselben Produkt zu unterschiedlichen Ergebnissen führen. Das bedeutet für die Zulassung, dass Labore mit geringeren Ionenstärken im Trinkwasser ein Produkt vorteilhafter prüfen könnten, als ein Labor mit höherer Ionenstärke. In der Vergleichsuntersuchung wies das Trinkwasser eines Labors eine um 1/6 geringere elektrische Leitfähigkeit auf. Diese geringere Ionenstärke führte in den Eluatens des Teilnehmers zu den höchsten (blindwertbereinigten) Leitfähigkeiten zwischen den Teilnehmern. Die Vergleichbarkeit des Verfahrens wurde jedoch trotz der Verwendung von Trinkwasser als Elutionsmittel belegt und als gut eingestuft (Vergleichsvariationskoeffizient $\leq 25\%$, vgl. Kap. 3).

Die Umstellung auf deionisiertes Wasser oder auf eine CaCl_2 -Lösung würde jedoch eine vergleichbare Basis im Bezug auf den Einfluss des Elutionsmittels schaffen.

Die praktische Umstellung auf deionisiertes Wasser stellt aus Sicht des Verfahrens kein Problem dar und ist ohne Schwierigkeiten durchzuführen. Allein die Machbarkeit der Bereitstellung der notwendigen Menge an deionisiertem Wasser für die Versuche muss überprüft werden (Anlagentechnik).

Eine größere Umstellung stellt die Verwendung einer CaCl_2 -Lösung dar. Für einen Säulenversuch werden pro Tag 96 Liter benötigt. Die CaCl_2 -Lösung muss vor Beginn zubereitet werden und in Vorrattanks gefüllt werden. Die große Menge von 96 Liter pro Tag bedarf einen großen Vorrattank, der zusätzlich Fläche beansprucht. Daneben stellt die Umstellung auf eine CaCl_2 -Lösung einen erhöhten Arbeitsaufwand dar, da jeden Versuchstag das Elutionsmittel neu angemischt werden muss. Bei einer Elutionsdauer von mehr als fünf Werktagen, muss auch an Wochenenden eine Auffüllung der Tanks sichergestellt werden. Wenn ein kleinerer Tank gewählt wird (z.B. 60 Liter), muss zweimal täglich die CaCl_2 -Lösung angefertigt werden.

Die in den Grundsätzen des DIBt (2009) beschriebenen Kriterien (u.a. TOC, pH-Wert) beziehen sich auf eine maximale Elutionszeit von 28 Tagen. In der Arbeitsanweisung des Hygieneinstitutes Gelsenkirchen (2003) ist die Versuchsdauer für nichtmineralische Produkte auf 14 Tage festgelegt. Für mineralische Produkte soll zur Bestimmung der festgelegten Parameter in der Abklingphase die Elution für weitere 14 Tage durchgeführt werden. Die Versuche können jedoch, wenn die zu messenden Parameter auf den

Ausgangswert im Elutionswasser zurück gegangen sind, zu einem früheren Zeitpunkt beendet werden.

Betrachtet man die Ergebnisse der hier durchgeführten Elutionen, ist eine Elutionsdauer von mehr als 72 h nicht notwendig. Auch die Literaturdaten zeigen, dass der Austrag an freigesetzten und mobilisierbaren Inhaltsstoffen meist in den ersten drei Tagen nach Elutionsstart abgeschlossen ist (Schössner und Kunz, 2004; Brameshuber und Vollpracht, 2004 & 2009; Terytze et al. 2005 & 2007). Sind nach 72 h die zu beurteilenden Parameter noch nicht auf das Ausgangsniveau abgesunken, kann die Elution fortgeführt werden.

6.1.3 Einbau, Injektion und die Bildung gleichförmiger Prüfkörper

Für die Vergleichbarkeit des Verfahrens spielt die Einbringung des zu prüfenden Bauproduktes eine große Rolle hinsichtlich der sich ausbildenden Prüfkörperform.

Das Einbringen in eine vorher vorbereitete Hohlform stellt für Bauprodukte, die eine geringere Viskosität als Wasser aufweisen (z.B. Zementleim) eine hervorragende Methode dar, um vergleichbare und reproduzierbare Probekörper zu erhalten (vgl. Kap. 3.4.3 und Abb. 53 (a)). Vergleichbare Viskositäten zu Wasser führen hingegen in der vorbereiteten Sandsäule zur Versickerung und seitlichem Eindringen und kapillarem Aufstieg des Bauproduktes (z.B. Polyacrylat). Der entstehende Probekörper zeigt eine tiefe Einhöhung und eine Birnenform auf (Abb. 55 (b)).

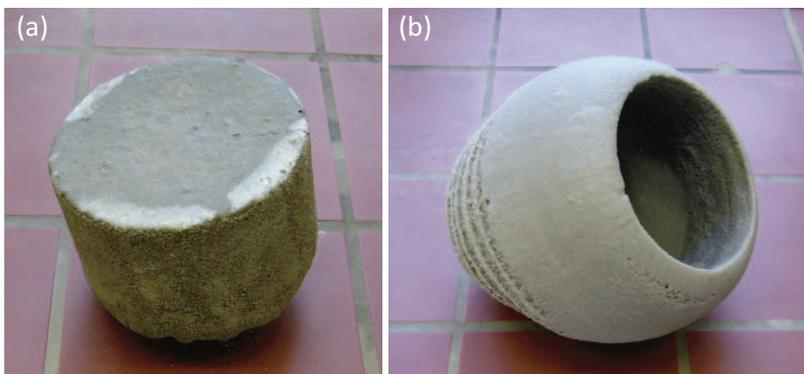


Abbildung 55: Unterschiedliche Ausprägung der Probekörper in Abhängigkeit zur Viskosität des eingefüllten Bauproduktes, a) Zementleim und b) Polyacrylat

Eine Abhilfe könnte die Auffüllung der vorbereiteten Hohlform mit gröberem Material (z.B. Grobsand/Feinkies) darstellen. Schössner und Kunz (2004) erzielen mit dieser Methode bei Polyacrylaten zylindrische Prüfkörper mit einer hohen Reproduzierbarkeit (Variationskoeffizient von TOC-Gesamt 3,78 %).

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, dass die Produkte außerhalb der Säule reagieren und nachträglich in die Säule eingebaut werden. Dabei können definierte Gussformen (z.B. zylindrische) verwendet werden, die mit einer abgestimmten Menge Sand, die genau 1 Liter des Bauproduktes aufnehmen kann, gefüllt ist. Bei einer Porosität von $n = 0,35$ wären das ca. 3 Liter Feinsand. Es ist darauf zu achten, dass keine Reaktionen des

Bauproduktes mit der Gefäßwand auftreten und der gebildete Prüfkörper nicht zu fest an der Außenwand haftet und leicht zu lösen ist. Nach der Reaktion ist der Prüfkörper schnellstmöglich in die vorbereitete Säule zu überführen. Vorteil hierbei ist die Bildung von vergleichbaren und reproduzierbaren Prüfkörpern. Der Nachteil einer solchen Variante ist, dass die Phase der Gelzeit bzw. Reaktionszeit nicht erfasst werden kann. Bei Versuchen in denen der Versuchsstart nach Ende der Reaktionsphase beginnt, spielt dies jedoch keine Rolle.

Die Injektionsmethode, welche für Produkte auf Kunststoffbasis zur Anwendung kommt, kann aber auch für mineralische Systeme genutzt werden, wenn ein entsprechend größerer Prüfsand in die Säule eingebaut wird. Die Injektionsmethode wird zurzeit vor allem für Bodeninjektionsmittel auf Acrylatbasis und für Polyurethane angewandt¹⁸. Zur Injektion können die im Kapitel 3.2.2 vorgestellte Windkesselanlage, einfache Pumpen, Doppelkartuschen sowie Pumpen mit Mischkopf aus der Praxis genutzt werden. Letztere haben sich jedoch in der Handhabung als sehr aufwendig erwiesen und müssen durch die Firmen bereitgestellt werden, was meist mit der Injektion durch einen Techniker verbunden ist. Die Verwendung der Windkesselanlage stellt keine Schwierigkeit dar und wurde von allen Teilnehmern der Vergleichsuntersuchung als gute unabhängige Injektionsmethode beurteilt.

Eine Herausforderung besteht in der Bildung von vergleichbaren Probekörpern. In der Vergleichsuntersuchung in Kapitel 3 traten unterschiedliche Formen auf, die einen Einfluss auf die Freisetzung zeigten. Dieser war aber in der Beurteilung der Vergleichbarkeit des gesamten Verfahrens vernachlässigbar.

Die Ausbildung von runden und gleichförmigen Probekörpern stellt bei den meisten Laboratorien keine Probleme dar. Abweichungen von der Kugelform können jedoch nicht vermieden werden und treten hin und wieder auf. Die Ursache hierfür konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden. Vermutlich spielen mehrere Dinge eine Rolle, wie z.B.

- Injektionsdruck,
- Position und Material des Vlies vor der Packeröffnung,
- Verteilung von Restwasser in abgepumpter Säule,
- Schichtung bei Einbau/Lagerungsdichte und
- Temperaturunterschiede in der Säule.

Einen Hinweis geben die Arbeiten von Brandl und Plankel (1987), welche die Ausbreitung von Acrylatgelen im Baugrund untersuchten. Sie kommen zu dem Schluss, dass gleichmäßig geformte Injektionskörper entstehen, wenn der Injektionskörper innerhalb der Reaktionszeit entsteht. Übersteigt die Injektionszeit die Reaktionszeit des Acrylats, kommt es durch die ansteigende Viskosität zu einer Behinderung der gleichmäßigen Durchströmung des Porengefüges (Rudolph und Hornig, 1999). Das nachströmende

¹⁸ Mündliche Auskunft von Herrn Dr. A. Koch, Hygieneinstitut Gelsenkirchen (15.02.2011)

Acrylat sucht sich einen neuen Weg und formt so einen unregelmäßigen Injektionskörper. Um die Verdrängung des Wassers aus den Poren durch das injizierte Gel sicherzustellen, ist es notwendig ein laminares Strömen zu erreichen. Turbulenzen führen zu einer Vermischung des in den Poren befindlichen Wassers und führen zu unkontrollierten Fließbewegungen (Hornig, 2010). Das bedeutet, dass der Injektionsdruck minimal zu halten ist, um eine optimale Ausbildung des Injektionskörpers zu gewährleisten. In Vorversuchen im Rahmen der Vergleichsuntersuchung wurde von Jüling und Hornig (2009) für das verwendete Polyacrylat ein erforderlicher Druck von 0,6 bis 1 bar für eine Injektion innerhalb einer Minute mittels Windkesselanlage bestimmt.

Die übliche Menge des in die Sandsäule injizierten oder eingebauten Bauproduktes beträgt 1 Liter. Bei stark aufschäumenden Produkten wie Polyurethanen (auf Isocyanat-Basis) kann die Menge von 1 Liter, durch die Volumenzunahme bei Aufschäumung, zu einer ungewünschten Ausbreitung hin zur Säulenwand führen (Gefahr des Verklebens mit der Säulenwand). Aus diesem Grund werden Polyurethansysteme nur mit 500 ml Injektionsmaterial getestet. Die erhaltenen Ergebnisse müssen jedoch auf 1 Liter oder auf eine Oberfläche von 1 m² bezogen werden.

Die Injektion kann in eine vorher abgepumpte Säule (ungesättigter Zustand), in eine aufgesättigte Säule sowie in eine strömende Säule stattfinden.

6.1.4 Charakterisierung der erhaltenen Injektionskörper

Der Einbau per Hand durch Einfüllen von mineralischen Systemen in eine definierte Hohlform erzeugt i.d.R. gut bestimmbare Körper. Diese kann man Ausmessen und daraus die Oberfläche bestimmen.

Bei Injektionskörpern kann eine direkte Bestimmung der Maße (z.B. Umfang) schwierig sein und damit eine Oberflächenberechnung erschwert werden¹⁹.

Unförmige Objekte zu bestimmen wird u.a. durch die 3D-Scannertechnik ermöglicht. In Verbindung mit einer speziellen Software können so verschiedenste Formen eingescannt und digitalisiert werden. Mittlerweile existieren preiswerte Lösungen²⁰ zur Oberflächenbestimmung. Inwieweit diese Technik für die hier geschilderte Problemstellung (unförmige

¹⁹ Die wesentliche Frage, die sich bei der Betrachtung der Probekörper und deren Einfluss auf die oberflächenbedingte Freisetzung ergibt und die diskutiert werden muss, ist, ob ein Validitätskriterium in das Verfahren aufgenommen wird. Das heißt, dass Elutionsversuche bei denen der Injektionskörper eine zu starke Abweichung von der Kugelform aufzeigt, zu wiederholen sind.

²⁰ Eine preiswerte Software ist unter www.david-laserscanner.com erhältlich. Siehe auch: S. Winkelbach, S. Molkenstruck und F. Wahl (2006). Low-Cost Laser Range Scanner and Fast Surface Registration Approach. In Pattern Recognition, 28th DAGM Symposium, Lecture Notes in Computer Science 4174, Springer Verlag, S. 718–728.

Injektionskörper und poröse Oberflächen) geeignet ist, konnte in dieser Arbeit nicht überprüft werden.

Mögliche weitere Methoden zur Oberflächenbestimmung und deren Vor- und Nachteile werden im Rahmen einer Diplomarbeit von Dumm (2011) diskutiert. Eine Methode wurde dabei favorisiert, die hier kurz Erwähnung finden soll. Kern dieser Methode ist die vollständige Bedeckung der zu bestimmenden Oberfläche mit einem geeigneten Material. Die verwendete Menge wird gewogen und mit einem Referenzwert zur Bestimmung der Oberfläche in Bezug gesetzt. Der Referenzwert wird dabei durch eine definierte Materialgröße (1 cm² oder 10 cm²) und anschließende Gewichtsbestimmung festgelegt. Die Methode wurde 1970 vom J.A. Marsh jr. entwickelt und wird bei der Bestimmung von Korallenoberflächen eingesetzt.

Aluminiumfolie eignet sich nach Dumm (2011) für diese Technik besonders gut, da sich auftretende Unebenheiten des Probekörpers ausformen lassen. Das Entstehen von Falten in der Aluminiumfolie wird dabei bei der Referenzwertbildung berücksichtigt. Der Gewichtsunterschied zwischen glatter und faltiger Aluminiumfolie ist in Tabelle 44 aufgeführt.

Tabelle 44: Vergleich von glatter und faltiger Aluminiumfolie

Fläche [cm ²]	Zustand	Gewicht [g]
400	glatt	1,35
400	faltig	1,45

Abbildung 56 verdeutlicht die Differenz bei der Bestimmung der Oberfläche zwischen einem unförmigen und einem runden Injektionskörper. Die Oberfläche des unförmigen Injektionskörpers ist um ca. 63 % erhöht.



VU-PAC A	m ²	0,13
VU-PAC Säule E	m ²	0,08

Abbildung 56: Entstandene Injektionskörper der Vergleichsuntersuchung. Die Oberfläche des unförmigen Injektionskörpers wurde mittels Aluminiumfolie bestimmt. Die Werte (oben) zeigen eine deutliche Differenz zwischen *rund* und *unförmig*.

Neben der Oberflächenbestimmung sollte das Volumen und die Masse sowie ein Foto des Injektionskörpers aufgenommen werden.

6.1.5 Mischproben für biologische Tests

Für die Bewertung der Bauprodukte hinsichtlich ihrer Wirkung auf Böden und Grundwasser sind ökotoxikologische Tests durchzuführen.

Für diese ökotoxikologischen Untersuchungen sowie für den Abbaustest sind aus den Einzelfractionen Mischproben durch Vereinigung aliquoter Teilvolumina herzustellen. Tabelle 45 zeigt die anzusetzenden Eluatmengen für ausgewählte ökotoxikologische Tests und den Abbaustest.

Tabelle 45: Eluatmengen für ausgewählte ökotoxikologische Tests und Abbaustest

Testorganismus/Test	Probenmenge (Liter)
<i>Daphnia magna</i>	2
<i>Vibrio fischeri</i>	0,2
<i>Desmodesmus subspicatus</i>	0,5
Abbau	1
Bodenatmung	0,5
Nitrifikation	0,5

Die Bildung der Maximalphase sollte auch weiterhin aus den drei Eluatfraktionen mit dem Maximum an ausgetragenen Inhaltsstoffen erfolgen. Als Leitparameter für die Vereinigung kann bei Kunstharzen der TOC zu Grunde gelegt werden. Die kurzzeitig diskutierte Bildung der Maximalphase aus den Fraktionen, deren Inhaltsstoffe über die gesamte Versuchszeit zusammen 90% ergeben, wurde auf Grund des dadurch bedingten Verdünnungseffektes sowie der schlechteren Vergleichbarkeit (vgl. Kap. 3.4.4) und des größeren Aufwandes nicht weiter verfolgt.

Mit der Wahl der drei Fraktionen mit der höchsten Konzentration an TOC bzw. eines anderen Leitparameters (z.B. Chrom bei mineralischen Systemen) wird ein Worst-Case-Szenario abgedeckt, was den Schutz der Lebensraum- und Rückhaltefunktion gewährleisten soll.

Aus der Abklingphase ist ebenfalls eine Mischprobe zu bilden. Dies kann durch die Vereinigung der letzten beiden Fraktionen geschehen.

Die Mischprobe ist wie die Einzelfraktion zu behandeln und auf alle notwendigen Parameter zu untersuchen. Wird bei der Trübung der Wert von 50 FNU überschritten, ist das Eluat zu zentrifugieren und/oder über einen Glasfaserfilter (mittlerer Abscheidungsgrad 0,7 µm) zu filtrieren.

Nach Herstellung der Eluate sollten umgehend die Untersuchungen erfolgen. Wenn dies nicht möglich ist, können die Eluate für 7 Tage bei 4°C gelagert werden.

6.1.6 Berechnung der Freisetzung

Der überwiegende Freisetzungsmechanismus stellt bei Bauprodukten, die nicht vom Wasser durchflossen werden, die Freisetzung von Inhaltsstoffen aus der Oberfläche sowie zu einem geringeren Anteil die Freisetzung über Diffusionsprozesse dar. Zur Diffusion kommt es jedoch nur, wenn die Konzentration im Elutionsmittel kleiner als die im Poren- und Haftwasser des Injektionskörpers ist. Durch die Freisetzung von Inhaltsstoffen aus dem Injektionskörper kommt es zum Anstieg der Konzentration bis maximal ein Gleichgewicht erreicht ist. Wird das Gleichgewicht durch strömendes Wasser gestört, kommt es zu einer maximalen Freisetzung unter den gegebenen Bedingungen.

Zur Ermittlung der freigesetzten Menge eines Inhaltsstoffes (Frachtberechnung), ist die Konzentration eines Stoffes in der gesammelten Eluatfraktion, das Volumen des verbrauchten Elutionsmittels pro gesammelter Fraktion, die Dauer des Elutionsschrittes sowie die Oberfläche, die Masse bzw. das Volumen der Quelle von Bedeutung. Aus dieser Berechnung resultiert die Quellstärke des Injektionskörpers, d.h. die pro Zeit- und Flächeneinheit freigesetzte Masse eines Stoffes x .

Die Schwierigkeiten bei der Oberflächenbestimmung von Injektionskörpern wurden bereits in vorhergehenden Kapiteln angesprochen (vgl. Kap. 6.1.4).

Neben der Ausbildung von unförmigen Injektionskörpern, ist die Struktur der Oberflächen ein zusätzliches Problem. In Abbildung 57 sind zwei unterschiedlich stark poröse Oberflächen, die bei der Injektion von Acrylatgel entstanden sind, abgebildet. Häufig tritt eine Mischstruktur, wie sie in der rechten Abbildung dargestellt ist, auf.

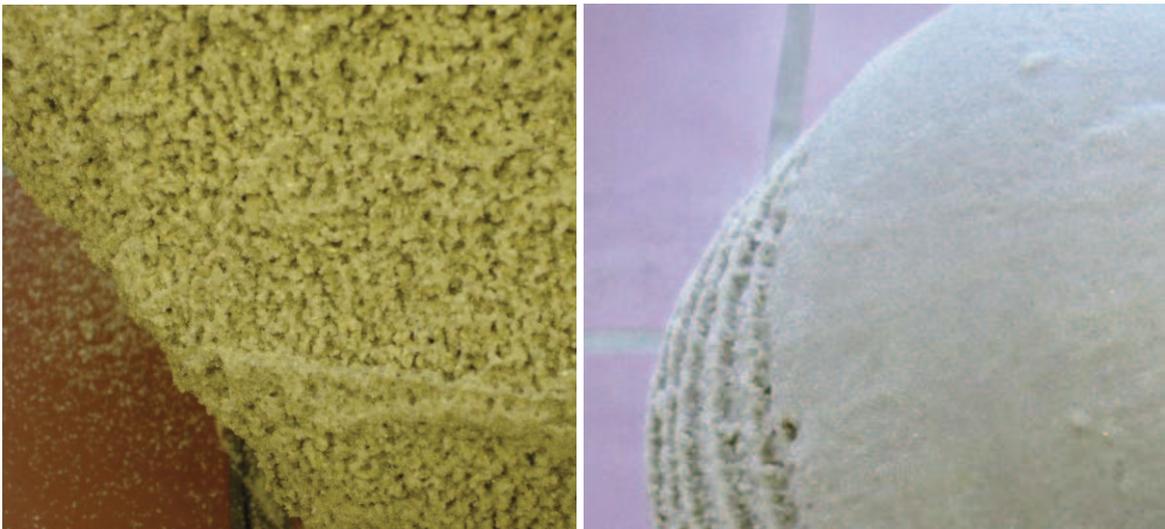


Abbildung 55: Ausschnitte von Oberflächen zweier Injektionskörper (nach Ausbau, gewaschen)

Da sich der Bezug der Freisetzung auf die Oberfläche bei unförmigen und stark porösen Oberflächen gegenwärtig als schwierig erweist und nur annäherungsweise berechnet werden kann, sollte in Abweichung zu Brameshuber und Vollpracht (2009), die das

injizierte Volumen heranziehen, die rechnerisch ermittelte Oberfläche als alternative Bezugsgröße zu Grunde gelegt werden. Zu diskutieren wäre, ob als weitere Bezugsgrößen die Masse des entstandenen Prüfkörpers oder das Volumen des entstandenen Prüfkörpers für die Berechnung der Freisetzungsrates (F_{\max}) verwendet wird. Als Freisetzungsrates F_{\max} wird dabei die über den gesamten Versuchszeitraum (t_{\max}) kumulativ ermittelte Menge eines Stoffes x , bezogen auf die injizierte Menge, bezeichnet. F_{\max} ist die Summe der Freisetzung in den einzelnen Elutionsschritten F_i .

Für jeden einzelnen Elutionsschritt gilt:

$$F_i = \Delta t_i \cdot P \cdot (c_i - c_{BW}) \quad (1)$$

F_i = Freisetzung im Eluat der Fraktion i in mg

Δt_i = Zeitdauer des Elutionsschrittes bei Fraktion i in h ($t_i - t_{i-1}$)

P = Pumprate in l/h

c_i = Konzentration eines Stoffes x in der Fraktion i in mg/l

c_{BW} = Konzentration eines Stoffes x im Blindwert in mg/l

Bei der Berechnung der Freisetzung pro Fraktion ist die Zeitdauer zwischen der vorhergehenden Fraktion und der zu berechnenden Fraktion zu berücksichtigen (Zeitdauer des Elutionsschrittes $\Delta t_i = t_i - t_{i-1}$). Im ersten Teil der Elution, wo eine kontinuierliche Probenahme stattfindet, ergibt die blindwertbereinigte Konzentration multipliziert mit dem halbstündigen Elutionsschritt und der Pumprate von 4 l/h (als konstant angenommen) die Freisetzung der Fraktion i .

Wird diese Formel für die Berechnung der Freisetzung während der nicht mehr kontinuierlich durchgeführten Probenahme verwendet, was der generelle Fall ab Ende des ersten Tages ist, kommt es zu einer Unterschätzung der Freisetzung.

Um dies zu vermeiden, ist der einfachste Weg, die Freisetzung innerhalb eines Elutionsschrittes mit Hilfe des Mittelwertes der Konzentration in der letzten Fraktion (C_{i-1}) der kontinuierlichen Beprobung und der Konzentration der darauffolgenden Fraktion (C_i) zu berechnen.²¹ Die so bestimmte Freisetzung führt in der Summe (F_{\max}) zu einer Überschätzung (Worst-Case) der Freisetzung.

²¹ Die Formel kann auch für die Berechnung der Freisetzung bei kontinuierlicher Probenahme angewandt werden. Die Ergebnisse aus Formel (1) und (2) unterscheiden sich für die kontinuierliche Probenahme gering.

$$F_i = \frac{((c_{i-1} - c_{BW}) + (c_i - c_{BW}))}{2} \cdot \Delta t_i \cdot P \quad (2)$$

F_i = Freisetzung im Eluat der Fraktion i in mg

Δt_i = Zeitdauer des Elutionsschrittes bei Fraktion i in h ($t_i - t_{i-1}$)

P = Pumprate in l/h

C_i = Konzentration eines Stoffes x in der Fraktion i in mg/l

C_{i-1} = Konzentration eines Stoffes x in der vorhergehenden Fraktion i-1 in mg/l

C_{BW} = Konzentration eines Stoffes x im Blindwert in mg/l

Die tatsächlich freigesetzte Stoffmenge x erhält man durch Extrapolation der Messwerte. Es lassen sich generell zwei Bereiche des Elutionsverlaufs während der nichtkontinuierlichen Probenahme bestimmen: 1) schnelle Konzentrationsabnahme und 2) gleichmäßige, langsame Konzentrationsabnahme. Diese Bereiche lassen sich durch zwei Funktionen beschreiben, z.B. mit Hilfe einer Potenzfunktion mit negativen Exponenten ($c_i = ax^{-r}$) für die schnelle Konzentrationsabnahme sowie einer linearen Ausgleichsfunktion ($c_i = -mx+n$) für die langsame und gleichmäßige Konzentrationsabnahme. Unter Verwendung der Funktionen können mit Hilfe eines Tabellenkalkulationsprogramms (z.B. Excel) für jede halbe Stunde des zu betrachtenden Zeitraums Konzentrationswerte berechnet werden. Aus den berechneten Konzentrationswerten können dann die halbstündigen Freisetzungsraten bestimmt werden (vgl. auch numerische Integration).

Abbildung 58 verdeutlicht die Herleitung der Funktionen, die den Kurvenverlauf während der nicht kontinuierlichen Probenahme beschreiben, und zeigt einen halbstündig aufgelösten Kurvenverlauf einer typischen TOC Freisetzung aus einem Injektionskörper (Polyacrylat).

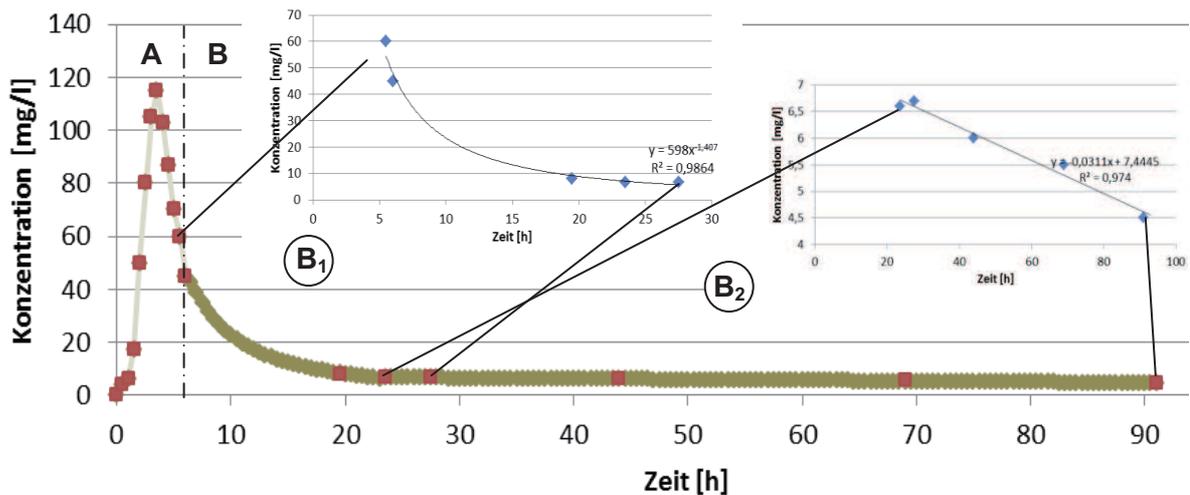


Abbildung 58: Berechneter Konzentrationsverlauf im Bereich der nichtkontinuierlichen Probenahme (grüngraue Punkte), rote Punkte: Messpunkte/Konzentration der beprobten Fraktionen; (A) kontinuierliche Probenahme, (B) nicht kontinuierliche Probenahme - Berechnung der halbstündigen Freisetzungen mit Hilfe einer (B₁) Potenzfunktion mit negativen Exponenten ($c_i = ax^{-t}$, $R^2=0,986$) und (B₂) lineare Ausgleichsfunktion ($c_i = -mx+n$, $R^2=0,974$)

Vergleicht man die verschiedenen Berechnungsmöglichkeiten für das ausgewählte Beispiel einer TOC Freisetzung aus einem Polyacrylat, erhält man unterschiedliche Mengen an freigesetztem TOC in Abhängigkeit der verwendeten Berechnungsmethode (Tab. 46).

Tabelle 46: Errechnete Freisetzung auf Grundlage unterschiedlicher Berechnungsmethoden

Berechnungsgrundlage	Gemessene Konzentrationen c_i , Berechnung nach Formel (1)	Extrapolation der Messwerte auf 0,5 h, Berechnung nach Formel (1)	Mittelwerte zwischen den Messwerten c_i und c_{i-1} , Berechnung nach Formel (2)
Gesamt TOC [mg]	3473	4131	4574
Bewertung	<i>Unterschätzung der Freisetzung</i>	<i>richtiger Wert der Freisetzung</i>	<i>Überschätzung der Freisetzung</i>

Ergibt das Volumen der aufgefangenen Eluate nicht 2 Liter, so muss die in Gleichung (1) und (2) angeführte Pumprate der tatsächlichen Fließgeschwindigkeit angepasst werden, da die Pumprate P für die Gesamtfreisetzung eine wichtige Größe bildet. Tabelle 47 verdeutlicht die Abhängigkeit der berechneten Gesamtfreisetzung von der Pumprate. Wird die Pumprate in der Berechnung nicht korrigiert und als Konstante (4 l/h) angesehen, kommt es bei einer Unterschreitung der Pumprate im Elutionsversuch zu einer Unterschätzung bzw. bei einer größeren Fließgeschwindigkeit zur Überschätzung der

Freisetzung. Dies macht sich vor allem bei den längeren Elutionsschritten ab dem 2. Elutionstag bemerkbar.

Tabelle 47: Berechneter Gesamt- TOC bei veränderlichen Pumpraten

Pumprate [l/h]	3,6	3,8	4	4,2	4,4
Freisetzung TOC [mg]	4116,87	4345,585	4574,3	4803,015	5031,73
Eluat _{gesamt} [l]	327,6	345,8	364	382,2	400,4

Während des Elutionsverlaufes kann es zu Schwankungen der Pumprate kommen, die in den aufgefangenen Eluaten, die pro Zeiteinheit (30 min) gesammelt werden, zu unterschiedlichen Eluatvolumen pro Fraktion führen. Die Pumprate P ist zu korrigieren nach:

$$P_i = \frac{V_i}{t_P} \quad (3)$$

P_i = Pumprate in der Fraktion i in l/h

V_i = Eluatvolumen der Fraktion i in l

t_P = Probenahmezeit der Fraktion i in h

Die gesamte, in einer Zeitdauer t_{\max} freigesetzte Stoffmenge F_{\max} , ist die Summe aller Einzelfreisetzungen F_i des Stoffes x bezogen auf einen Quadratmeter Injektionskörperoberfläche.

$$F_{\max} = \sum_{i=1}^n F_i \cdot \frac{1}{O} \quad (4)$$

F_{\max} = kumulative Freisetzung über die gesamte Elutionszeit bis Fraktion n in mg /m²

F_i = Freisetzung im Eluat der Fraktion i in mg

O = Oberfläche des gebildeten Prüfkörpers in m²

6.1.7 Prüfbericht

Für die Ergebnisse und den Verlauf des Säulenversuches ist ein Prüfbericht zu verfassen, der die im Folgenden aufgeführten Angaben enthalten sollte (angelehnt an DIN Form).

a) Stammdaten

- Verweisung auf die vorliegende Norm
- Datum des Versuchs (Beginn und Ende)
- eine vollständige Identifizierung der Untersuchungsprobe/Bauprodukt
- Lagerungsbedingungen der Untersuchungsprobe, wenn relevant
- Mischungsverhältnisse Bauprodukt, Gelzeit (Herstellerangaben)
- Injektionsart und -gerät

b) Säulenversuch

- Abweichung vom Mischungsverhältnis, tatsächliche Gelzeit
- Wassergesättigter oder -ungesättigter Zustand bei Injektion
- Start der Elution
- Dauer der Elution
- Entnahmezeitpunkte der Eluatfraktionen
- Bestimmung der zu verwendenden Mischproben, Darstellung der verwendeten Einzelfraktionen/Zusammensetzung der Mischprobe
- jede Abweichung vom Prüfverfahren und die Gründe für diese Abweichung, zusammen mit allen Umständen, welche die Ergebnisse beeinflussen können
- Probenlagerung/Konservierung
- Stoffdaten Quarzsand (Korngrößenverteilung, Porosität, Kationengehalte)

c) Analysenergebnisse

- elektrische Leitfähigkeit, Temperatur, pH-Wert, Neigung zur Schaumbildung, Geruch, Farbe und TOC/DOC sind tabellarisch aufzulisten in Abhängigkeit der Entnahmezeit von:
 - Einzelfraktionen
 - Mischproben
 - Blindwertproben
 - Elutionswasser
- Der Verlauf von TOC/DOC ist graphisch darzustellen (x-Achse Zeit, y-Achse TOC/DOC)
- Weitere organische und anorganische Parameter wenn bestimmt
- Bei Durchführung ökotoxikologischer Tests mit den Proben der Mischfraktionen, sind die Ergebnisse ebenfalls aufzuführen.
- Eluataufbereitungen (z.B. Zentrifugation, Filtration) sind zu vermerken

6.1.8 Verfahrenskenndaten

Die durchgeführte Vergleichsuntersuchung, die in Kapitel 3 beschrieben ist, lieferte für den inversen Säulenversuch mit Trinkwasser als Elutionsmittel gute Vergleichsvariationskoeffizienten.

Die erhaltenen Verfahrenskenndaten sind in Kapitel 3.4.4.1 aufgeführt.

6.2 Zulassung von Bodeninjektionsmitteln

6.2.1 Bedeutung für die Grundsätze

Der inverse Säulenversuch, der in den Grundsätzen des DIBt zur „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ als Methode zur Ermittlung und Bewertung der mobilisierbaren Inhaltsstoffe genannt ist, erwies sich als gutes Instrument zur Bestimmung der freisetzbaren Anteile verschiedener Bodeninjektions- und Kanalsanierungsmittel.

Die im Rahmen der Vergleichsuntersuchung gewonnenen Ergebnisse belegten die Vergleichbarkeit des vorliegenden Verfahrens. Insgesamt ergaben die ermittelten Vergleichsvariationskoeffizienten akzeptable Reproduzierbarkeiten für die untersuchten Bodeninjektionsmittel Polyacrylat und Zementleim.

Dennoch ist es für die Durchführung der inversen Säulenelution und der Auswertung der erhaltenen Ergebnisse notwendig, dass Verfahren in mehreren Punkten anzupassen (vgl. Kap. 6.1). Es wird daher empfohlen, die zuvor genannte Version stark zu überarbeiten und detaillierter zu gestalten, so dass ohne größere Probleme weitere Laboratorien die inverse Säulenelution durchführen können. In Anhang 8 ist ein Vorschlag für eine erweiterte und um die gewonnenen Ergebnisse aktualisierte Arbeitsanweisung beigefügt.

In einem weiteren Schritt sollte die Normierung vorangetrieben werden (vgl. Kap. 6.2).

Für den Vergleich der inversen Säulenelution mit anderen Elutionsverfahren zur Bewertung von Bauprodukten wird die Umstellung des Verfahrens auf deionisiertes Wasser vorgeschlagen. Damit wären auch die Einflüsse regionaler Trinkwässer auf die Freisetzung mobilisierbarer Inhaltsstoffe beseitigt.

Bei der Umstellung des Verfahrens auf deionisiertes Wasser müssen jedoch die dadurch bedingten erhöhten Freisetzungen und deren Auswirkungen auf die allgemeinen, stofflichen und biologischen Parameter bei der Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser berücksichtigt werden. Durch die höhere Freisetzung kann es durchaus zur Überschreitung der vom DIBt festgelegten Schwellenwerte in den ökotoxikologischen Tests kommen.

Ein evtl. Einfluss auf den Abbautest müsste untersucht werden, genauso wie der Einfluss auf die Freisetzung bei weiteren Bodeninjektionsmitteln und die Bedeutung für die Geringfügigkeitsschwellenwerte.

Aus Sicht einer möglichen Beeinflussung der Umwelt, bedingt durch die verschiedenen Einsatzmöglichkeiten von Bodeninjektionsmitteln in der ungesättigten wie gesättigten Bodenzone (Injektion in fließendes Grundwasser) und der je nach Bedingungen vor Ort anpassbaren Mischungsverhältnisse (Gelzeiteinstellung), müssen für eine grundlegendere Datenbasis mehr Elutionstests, die verschiedene Szenarien simulieren, durchgeführt werden. In Kapitel 6.3.3 wird dafür eine Testmatrix vorgeschlagen.

6.2.2 Der inverse Säulenversuch als Prognoseinstrument?

Säulenversuche sind in den letzten Jahren verstärkt im Bereich der Altlastenuntersuchung zur Bewertung der Freisetzung von organischen Schadstoffen aus kontaminierten Böden entwickelt worden (Weiß, 1998; Grathwohl und Susset, 2001; Berger et al., 2005). Das Ziel dieser Methodenentwicklung ist es, die zeitliche Schadstofffreisetzung aus einer Quelle zu bestimmen und die Sickerwasserbeschaffenheit von Altlastverdachtsflächen zu beurteilen. Durch die Erfassung der zeitlichen Entwicklung der Stofffreisetzung sollen zukünftige Entwicklungen abgeschätzt werden (LABO, 2006). Die gewonnene Eluatkonzentration ist Eingangsparemeter in die Sickerwasserprognose, die eine Beurteilung des Wirkungspfades Boden-Grundwasser auf altlastenverdächtigen ermöglicht.

Der inverse Säulenversuch zur Beurteilung des Freisetzungsverhaltens von Bodeninjektions- und Kanalrohrsaniierungsmitteln bestimmt ebenfalls die zeitliche Stofffreisetzung aus einer Quelle, dem Bauprodukt.

Betrachtet man den vorliegenden inversen Säulenversuch, so wird die Säule (Querschnittsfläche: 707 cm²) innerhalb von 72 h von 288 Liter Wasser durchflossen, das entspricht ca. 4000 l pro m² durchströmtem Fließquerschnitt. Im Verhältnis zum eluierten Produkt mit einer theoretischen Oberfläche von ca. 0,082 – 0,085 m² (Porosität $n = 0,43 - 0,45$ (lagerungsabhängig), Injektionsvolumen 1 l, Volumen Injektionskörper = 2,2 - 2,3 l) bedeutet das ein Wasser/Oberflächenverhältnis von 3.400 – 3.500 l/m² Bauprodukt. Bei einer angenommenen Sickerwassermenge von 200 – 300 mm/a, wird in den 72 h Elutionszeit ein Stoffaustrag in der ungesättigten Zone über eine Zeitdauer von 11 bis 18 Jahren simuliert. Bei einer Versuchslänge von 14 Tagen entspräche das einer Wassermenge von 16.300 l pro m² Bauprodukt und einer simulierten Zeitdauer von 51 – 84 Jahren.

In der gesättigten Zone/Grundwasser sind die Fließgeschwindigkeiten (Filtergeschwindigkeit v), beschrieben durch die *Darcy Gleichung*, abhängig von der Wasserleitfähigkeit des Bodens (k_f -Wert) und des Gefälles eines frei fließenden Grundwassers ($d\psi/dl$) (vgl. Horn, 2002). Je nach Grundwassergefälle variieren die Fließgeschwindigkeiten in einem Mittelsand mit $k_f 10^{-4}$ m/s zwischen 0,86 m/d ($d\psi/dl = 0,1$) und 8,6 m/d ($d\psi/dl = 1$) und in einem Feinsand mit $k_f 10^{-5}$ m/s zwischen 0,086 m/d ($d\psi/dl = 0,1$) und 0,86 m/d ($d\psi/dl = 1$).

Die im Säulenversuch eingestellte Pumprate von 4 l/h ergibt bei der vorliegenden Säulendimension (Querschnittsfläche: 707 cm²) eine Fließgeschwindigkeit von ca. 1,3 m/d. Zwischen Injektionskörper und Säulenwand erhöht sich die Fließgeschwindigkeit in der Säule bei einem Durchmesser des Injektionskörpers von ca. 16,5 cm (= 213 cm² Kreisfläche) auf 1,9 m/d. Die Fließgeschwindigkeit in der Säule liegt somit im Bereich der im Grundwasser angenommenen Fließgeschwindigkeiten für Mittelsande.

Der Säulenversuch simuliert für die ungesättigte und gesättigte Zone somit verschiedene Zeitdauern. In der ungesättigten Zone ist die Prognose über mehrere Jahre bis Jahrzehnte in Abhängigkeit der Elutionszeit möglich. Eine anschließende Modellierung des Transportes in Richtung Grundwasser mit Betrachtung der Ergebnisse des Abbautests lassen eine Aussage über eine mögliche Grundwassergefährdung zu.

6.2.3 Anforderungen an die Zulassung (Ausblick)

Im Zuge des stark zunehmenden Einsatzes von Acrylatgelen, insbesondere auch für die Injektion in wasserführende Schichten (Wack und Glose, 2003), ist eine verbesserte Abschätzung der Freisetzung wünschenswert. Gerade im Hinblick auf die verschiedenen Einsatzgebiete (ungesättigte/gesättigte Zone, Grundwasserschwankungsbereich) und der Anpassungsmöglichkeiten der Produkte auf die Baustellensituation vor Ort (Einstellung der Gelzeiten) ist eine breitere Datenbasis notwendig.

Für Injektionsmittel auf Acrylatbasis wird im Folgenden ein erweitertes Testdesign zur Abschätzung des Freisetzungsverhaltens aufgezeigt.

Für diese grundlegende Untersuchung/Charakterisierung werden dabei folgende Punkte vorgeschlagen:

- 1) Injektion in fließende Säule,
- 2) Injektion in wassergesättigte Säule und
- 3) Injektion in wasserungesättigte Säule

Der Startpunkt der Injektion wäre bei Punkt 2 und 3 nach folgenden Zeitpunkten zu wählen:

- A) Sofort nach Injektion
- B) Nach 10 min (oder Zeit nach Herstellerangaben) und
- C) Nach längerer Aushärtezeit (z.B. 6fache Zeit nach Herstellerangaben)

Um auch die möglichen Anmischverhältnisse zu berücksichtigen, die je nach gewünschter Gelzeit in einem bestimmten Rahmen veränderbar sind und den Gelzeitpunkt und somit

auch die Gelstruktur bestimmen, sollten verschiedene Anmischverhältnisse untersucht werden.

- I) Anmischverhältnis für eine verkürzte Gelzeit (höhere Starterkonzentration oder höhere Beschleunigerkonzentration)
- II) Anmischverhältnis nach Herstellerangaben
- III) Anmischverhältnis für eine verlängerte Gelzeit (geringere Starterkonzentration oder geringere Beschleunigerkonzentration)

Überträgt man die für eine grundlegende Untersuchung aufgeführten Punkte in eine Testmatrix so erhält man folgende Testkombinationen (vgl. Tab. 48).

Tabelle 48: Testkombination zur Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser (farblich hervorgehoben sind die Herstellerangaben und die resultierende Testkombination)

Startpunkt	Injektion			Anmischverhältnis
	1	2	3	
A	1AI	2AI	3AI	I
	1AII	2AII	3AII	II
	1AIII	2AIII	3AIII	III
B		2BI	3BI	I
		2BII	3BII	II
		2BIII	3BIII	III
C		2CI	3CI	I
		2CII	3CII	II
		2CIII	3CIII	III

Die Ergebnisse dieser Testkombination lassen verbesserte Aussagen zum Freisetzungsverhalten in Abhängigkeit zu verschiedenen Faktoren und deren gegenseitiger Beeinflussung zu und liefern eine breite Datenbasis für zulassungsrelevante Entscheidungen. Diese grundlegende Charakterisierung sollte deshalb für die Erstzulassung von jedem Hersteller durchgeführt und den Genehmigungsbehörden zur Verfügung gestellt werden. Unabhängige Prüflaboratorien sollten diese Ergebnisse an drei Testkombinationen überprüfen.

Für wiederkehrende Überprüfungen wird es ausreichend sein, wenn ein Kurzzeittest (72 h) durchgeführt wird, der folgende Bedingungen erfüllt (Übereinstimmungsuntersuchung, 3BII in Tab. 48):

- Injektion in wasserungesättigt Säule (3),
- Start der Elution nach Herstellerangaben (B) und
- Anmischung nach Herstellerangaben (II)

Ein weiterer interessanter Untersuchungspunkt ist die Freisetzung von Inhaltsstoffen der Acrylatpolymere bei Austrocknung und Wiederbefeuchtung, wie es der Fall des Einsatzes im Grundwasserschwankungsbereich und in der ungesättigten Zone bei Sickerwasserzutritt darstellt.

Das Quellvermögen der Acrylate ist reversibel (Abb. 59). Bei Austrocknung wird Wasser abgegeben und bei erneutem Wasserzutritt wieder eingelagert.

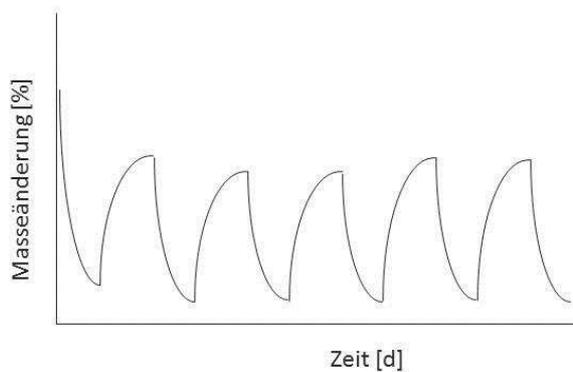


Abbildung 59: Feucht– Trockenwechsel und einhergehende Masseänderung von Acrylatgelen (schematisch nach Hornig, 2010)

Bei Aufquellen erhöht sich die Diffusion im Injektionskörper, was zu einer erhöhten Freisetzung und inneren Erosion führen kann (vgl. Kap. 4.1). Um das Freisetzungverhalten zu untersuchen müssen Langzeitversuche durchgeführt werden, die den Wechsel von Feucht- und Trockenphasen simulieren. Dabei muss geprüft werden, wie lange die Zeitdauer ist, um einen Trocknungs- bzw. Schrumpfungsprozess eines Injektionskörpers in einer vorher gesättigten Säule, nach Abpumpen des Wassers, auszulösen. Die Ergebnisse können helfen, die Stabilität eines Injektionskörpers bei wechselnden Umweltbedingungen vorherzusagen und die Akzeptanz hinsichtlich der Umweltverträglichkeit zu erhöhen. Des Weiteren können die Ergebnisse vor Ort für eine Vorhersage der Belastung von Boden und Grundwasser bei der Ausführung von Injektionsarbeiten und Kanalrohrsaniierungen dienen.

6.2.4 Normierungsbestrebungen

Da die Normierung des inversen Säulenversuchs mit Hilfe der in dieser Arbeit erhaltenen Ergebnisse vorangetrieben werden soll, wurde der inverse Säulenversuch auf der DIN-Sitzung des NA 119-01-02-05 UA "Eluierungsverfahren" am 10.11.2010 vorgestellt. Das Verfahren wurde mit Interesse von den anwesenden Mitgliedern aufgenommen.

Für die weitere Behandlung der inversen Säulenelution im DIN-Ausschuss ist es u.a. notwendig, eine Begründung für die Normung des Verfahrens zu formulieren. Des Weiteren ist zu klären, ob für den Normungsgegenstand ein Bedarf besteht bzw. zu erwarten ist.

Eine Befragung der Prüflaboratorien, die bei der Vergleichsuntersuchung teilgenommen hatten²², bzgl. der Frage nach den pro Jahr durchgeführten Untersuchungen und der dabei eluierten Injektions- und Kanalsanierungsmitteln ergab für beide Labore im Jahr 2010 ein Auftragsvolumen von jeweils 20 Bauproduktuntersuchungen.

Die bei der MFPA in Leipzig hauptsächlich untersuchten Bauprodukte waren ausschließlich Bodeninjektionsmittel, wie Acrylatgele, Polyurethan- und Silikatharze. Im Hygieneinstitut Gelsenkirchen wurden zusätzlich noch zementgebundene Werkstoffe und Epoxidharze (Kanalsanierungsmittel) eluiert.

Bei der MFPA Leipzig hat der Umfang der Säulenversuche in den letzten beiden Jahren leicht zugenommen. Das Hygieneinstitut in Gelsenkirchen sieht hingegen bei den Aufträgen zur Durchführung des Säulenversuches eine gleichbleibende Tendenz. Bei den Untersuchungen handelt es sich um Zulassungsprüfungen und Nachweise für die Industrie sowie Untersuchungen für Forschungsfragen.

Für weitere Labore und Forschungsinstitute wird eine gleiche Anzahl von durchgeführten Untersuchungen angenommen.

Das zurzeit verwendete Verfahren basiert auf einer internen Arbeitsanweisung des Hygieneinstituts Gelsenkirchen. Durch die Aufnahme dieses Verfahrens in die Grundsätze des DIBt zur Bestimmung der Auswirkung von Bodeninjektions- und Kanalrohrsanierungsmitteln auf Boden und Grundwasser, sind auch andere Labore angewiesen das Verfahren zu übernehmen und in eigene Arbeitsanweisungen zu überführen. Da die interne Arbeitsanweisung des Hygieneinstituts Gelsenkirchen, wie in Kapitel 6.1 dargelegt, viele offene Punkte aufzeigt, die von anderen Laboren möglicherweise unterschiedlich ausgelegt werden könnten, ist es notwendig dieses Verfahren anzupassen, zu aktualisieren und zu diskutieren. Die Normierung dieses Verfahrens würde hinsichtlich der Anwender zu einem vergleichbaren, definierten Vorgehen bei der Elution von Bauprodukten führen (Gebrauchstauglichkeit), was zu einer höheren Qualität durch die bessere Vergleichbarkeit der Untersuchungsergebnisse führt. Auf Seiten des DIBt dürfte die Normierung des Verfahrens zu einer erhöhten Akzeptanz und Zuverlässigkeit der Säulenelution führen.

²² Für die Prüflaboratorien gaben Frau Dr. Hornig für die MFPA Leipzig und Herr Dr. Koch für das Hygieneinstitut Gelsenkirchen Auskunft. Die Fragestellung und die Beantwortung erfolgten per E-Mail.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Die Umweltverträglichkeit von Bauprodukten ist ein wichtiges Thema im vorsorgenden Boden- und Grundwasserschutz. Speziell im Bereich der Bauwerksabdichtung und -verfestigung können die Schutzgüter Boden und Grundwasser durch den Kontakt mit dem injizierten Bauprodukt (Injektionsmittel) nachhaltig beeinträchtigt werden.

Um den Anforderungen des Wasserrechts und des Bodenschutzrechts zu genügen, sind derartige Produkte auf ihre Konformität zu überprüfen.

Kenntnisse über das Auslagverhalten von Bauprodukten sind für die objektive Bewertung eines möglichen Gefährdungspotenzials mobilisierbarer umweltrelevanter Stoffe erforderlich. Aus diesem Grund sind praxisnahe Eluatherstellungen vorgesehen.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser - Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung – mit Hilfe der Durchführung einer Laborvergleichsuntersuchung auf ihre Qualität hin zu überprüfen und weiter zu entwickeln. Darüber hinaus sollte der Einfluss der Verwendung von deionisiertem Wasser auf die Freisetzung von mobilisierbaren Inhaltsstoffen und deren ökotoxikologische Wirkung auf aquatische und terrestrische Testsysteme untersucht werden.

Die praktischen Untersuchungen wurden mit einem durch die MC Bauchemie bereitgestellten Bodeninjektionsmittel auf Acrylatbasis durchgeführt. In der Vergleichsuntersuchung kam zusätzlich ein Zementleim zum Einsatz.

Bodeninjektionsmittel auf Acrylatbasis werden im Baugewerbe unter anderem als Bauwerksabdichtungs- und Kanalsanierungsmittel eingesetzt. Acrylatgele sind Mehrkomponentensysteme, die aus polymeren und monomeren Acrylaten und Methacrylaten sowie zusätzlichen Additiven und Härtern bestehen.

Acrylatgele sind von allen derzeit bekannten Polymerinjektionsmitteln am umweltverträglichsten. Aus den injizierten Acrylaten kommt es dennoch vor allem in den ersten Minuten nach dem Einbringen in den gesättigten oder ungesättigten Boden zu Stoffaustragen. Dies trifft vor allem auf organische Bestandteile aus dem Randbereich des Aushärtungskörpers zu.

Ein wesentlicher Bestandteil der Zulassung nichtnormierter Bauprodukte ist die Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser. Nach den Zulassungsgrundsätzen des DIBt sind erdberührte Bauteile, die direkt auf dem Boden aufliegen oder in Kontakt mit dem Boden treten, sowie Bauprodukte, die bei der Gründung von baulichen Anlagen verwendet werden, zu bewerten. Um eine mögliche Freisetzung von Inhaltsstoffen aus dem Bauprodukt zu prüfen, müssen praxisnahe Eluate der zu testenden Bauprodukte hergestellt werden. Für Kanalrohrsanierungsmittel, Schleierinjektionsmittel und Bodeninjektionsmittel wird als geeignetes Elutionsverfahren zur Überprüfung der auslaugbaren Inhaltsstoffe der Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung genannt.

Im Säulenversuch soll der natürliche Eintrittspfad von potenziellen Schadstoffen aus im Boden aushärtenden Bauprodukten simuliert werden, da davon auszugehen ist, dass mögliche Schadstoffe in der Reaktions- und Aushärtungsphase aus den Bauprodukten herausgelöst und im umgebenden Boden verteilt oder in Richtung Grundwasser transportiert werden.

Bei der Säulenelution mit umgekehrter Fließrichtung wird die Sandsäule von unten nach oben mit Wasser durchflossen. Das zu untersuchende Bauprodukt wird in die sandgefüllte Säule injiziert oder per Hand eingebaut und mit dem Elutionsmittel Trinkwasser für mehrere Tage im Aufwärtsstrom bei einer Fließrate von 4 l/h eluiert. Das aus der Säule austretende Prüfwasser wird fraktionsweise aufgefangen. Das Verfahren liefert wässrige Eluate die physikalisch, chemisch und biologisch nach bestehenden Standardverfahren analysiert werden können.

Die Vergleichbarkeit dieses Verfahrens wurde jedoch bisher nicht belegt. In der Arbeitsanweisung zur Durchführung der inversen Säulenelution ist eine Elution mit Trinkwasser vorgesehen. Trinkwasser besitzt je nach Region unterschiedliche Zusammensetzungen und Konzentrationen an gelösten Mineralstoffen (Wasserhärte). Diese Unterschiede in der Qualität des Trinkwassers lassen es nur eingeschränkt als geeignetes Elutionsmittel für Laboruntersuchungen erscheinen, da man davon ausgehen muss, dass in den Laboren durch den Einfluss verschiedener Trinkwässer abweichende Ergebnisse erzielt werden und eine Vergleichbarkeit nur eingeschränkt vorliegt. Um die Vergleichbarkeit des Elutionsverfahrens zu prüfen, wurde deshalb eine Vergleichsuntersuchung mit 3 Laboren organisiert und durchgeführt.

Es wurden zwei Bauprodukte in jeweils 3 Parallelen mit dem Elutionsmittel Trinkwasser eluiert. Als Parameter wurden TOC, pH-Wert, Leitfähigkeit, Trübe (FNU) und Temperatur sowie Farbe, Geruch und Neigung zur Schaumbildung bestimmt. Zusätzlich wurden in den Eluatens des Bauproduktes Zementleim die Schwermetalle ermittelt.

Ein wesentliches Ziel der Vergleichsuntersuchung bestand in der Ermittlung von Verfahrenskennwerten. Die ermittelten Vergleichsvariationskoeffizienten ergaben akzeptable Reproduzierbarkeiten für die untersuchten Parameter sowohl für Polyacrylat (Injektion) als auch für Zementleim (Einbau). Betrachtet man die Parameter TOC, pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit, besitzt die inverse Säulenelution eine gute Reproduzierbarkeit, mit Vergleichsvariationskoeffizienten $\leq 25\%$. Der Parameter Chrom weist neben der Trübung den größten Vergleichsvariationskoeffizienten mit bis zu 58% auf.

Als wichtige Einflussfaktoren auf die Vergleichbarkeit des Verfahrens konnten die Form der gebildeten Probekörper und die unterschiedlichen Leitfähigkeiten der Elutionsmittel (Trinkwässer) identifiziert werden.

In den Untersuchungen zur Auswirkung von Polyacrylaten auf Boden und Grundwasser wurden die Parameter pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, Geruch, Färbung, Trübung und Neigung zur Schaumbildung sowie der DOC/TOC bestimmt. Als Ökotoxizitätstests kamen der Ammoniumoxidationstest, der Bodenatmungstest, der Leuchtbakterien-Lumineszenz-Hemmtest und der Algentest zum Einsatz. Des Weiteren wurde der Abbautest nach OECD, Guideline 301 durchgeführt.

Das hier untersuchte Polyacrylat zeigte in den Elutionstests in den ersten Fraktionen einen deutlichen Anstieg der elektrischen Leitfähigkeit und einen Austrag an organischen Verbindungen (bis zu 350 mg/l). Dieser Austrag ist zeitlich eng begrenzt und bereits nach weniger als 24 h ist das Niveau des Ausgangswertes wieder erreicht worden.

In den terrestrischen Tests wurden in den Versuchsansätzen signifikante Wirkungen beobachtet. Im Nitrifikationstest traten Hemmeffekte bis zu 28 % in der ersten Woche auf. Nach zwölfwöchiger Inkubationszeit überschritt jedoch kein Eluat den Schwellenwert von 25 % Abweichung zur Kontrolle. Die eingetretene Hemmung der potenziellen Nitrifikation ist daher tolerierbar. Bei der Bodenatmung waren generell Förderungen in den zur Bewertung ausgewählten Parametern zu verzeichnen. In den aquatischen Tests zeigte der Leuchtbakterientest keine Toxizität an. Dagegen wirkten die Eluate der Maximalphase des Polyacrylats deutlich toxisch auf den Testorganismus Grünalge. In den Abklingphasen der Polyacrylateluat war keine Toxizität zu erkennen.

Die ermittelten Algentoxizitäten im Maximum der Freisetzung von organischen Inhaltsstoffen lagen teilweise weit über dem in den DIBt Grundsätzen angegebenen Wert von $G_A < 8$. Die Inhaltsstoffe sind jedoch leicht biologisch abbaubar, so dass davon ausgegangen werden kann, dass keine langfristige Beeinträchtigung vorliegt.

Die Untersuchungen des ausgewählten Polyacrylates ergeben auf Grund der erhaltenen Ergebnisse einer zeitlich eng begrenzten Freisetzung an organischen Verbindungen, der guten Abbaubarkeit und der ökotoxikologischen Wirkungen zusammenfassend nur eine geringe Gefährdung von Boden und Grundwasser.

Auch die Angaben in der Literatur zeigen deutlich, dass von Bodeninjektionsmitteln auf Acrylatbasis unter den vorgegebenen Bedingungen (Herstellerangaben) keine anhaltend erhöhte Belastung mit organischen Inhaltsstoffen zu erwarten ist. Das Freisetzungsverhalten gleicht in allen ausgewerteten Untersuchungen einem Verlauf, der kurz nach Elutionsstart eine steil ansteigende Parameterkurve (z.B. TOC, elektr. Leitfähigkeit und Ionen) aufweist, die schon kurz darauf ein Maximum erreicht, um nach einigen Stunden wieder auf das Ausgangsniveau abzusinken.

Im Hinblick auf eine Umstellung des Verfahrens auf deionisiertes Wasser als Elutionsmittel, wurde der Einfluss von deionisiertem Wasser auf die Freisetzung von Inhaltsstoffen aus einem Polyacrylat untersucht. Es wurden Säulenversuche mit deionisiertem Wasser, einer CaCl_2 – Lösung und Trinkwasser als Vergleich durchgeführt. Das Eluat wurde u.a. auf die Parameter pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit und TOC sowie auf deren ökotoxikologisches Schadpotenzial untersucht.

In den ersten Eluatfraktionen zeigte die Elution mit deionisiertem Wasser eine hohe und wiederkehrende Trübung auf, die auf partikulären Austrag zurückzuführen war.

Die Versuche mit deionisiertem Wasser/ CaCl_2 -Lösung zeigten im Vergleich zu den Trinkwasserelutionen eine wesentlich höhere Freisetzung an. Im Durchschnitt lag diese bei über 200 %. Betrachtet man die Freisetzung von TOC über den gesamten Versuchszeitraum kumulativ, zeigte sich eine ca. 240 %ige Erhöhung im Vergleich zu Trinkwasser.

Die durch das deionisierte Wasser/die CaCl_2 -Lösung hervorgerufenen Unterschiede im Vergleich zur Kontrolle wirkten sich auch auf die ökotoxikologischen Untersuchungsergebnisse aus. Die Maximalphase mit der höchsten TOC-Konzentration wies die größte Wirkung in den Tests auf.

Die gewonnenen Ergebnisse wurden hinsichtlich einer Präzisierung, Ergänzung und Anpassung der für die Elution von Bodeninjektions- und Kanalrohrsanierungsmitteln verwendeten Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung „Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung - Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ des Hygieneinstitutes Gelsenkirchen (Stand 09.2005) diskutiert, mit dem Ziel, die Qualität des Verfahrens im Hinblick auf eine mögliche Normierung zu verbessern.

Die wichtigsten Änderungen bzw. Ergänzungen betreffen das Elutionsmittel, die Elutionsdauer, die Art des Einbringens des zu prüfenden Materials, die Charakterisierung der Injektionskörper, die Berechnung der Freisetzung, die Angaben im Prüfbericht und die Verfahrenskenndaten.

Es wird daher empfohlen, die verwendete Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung zur Säulenelution stark zu überarbeiten und detaillierter zu gestalten, so dass ohne größere Probleme andere Laboratorien das Verfahren durchführen können. In einem weiteren Schritt sollte die Normierung vorangetrieben werden.

Die Normierung dieses Verfahrens würde für die Anwender ein vergleichbares, definiertes Vorgehen bei der Elution von Bauprodukten bedeuten (Gebrauchstauglichkeit), was zu einer höheren Qualität durch die bessere Vergleichbarkeit der Untersuchungsergebnisse führen würde. Auf Seiten des DIBt dürfte die Normierung des Verfahrens zu einer erhöhten Akzeptanz und Zuverlässigkeit der Säulenelution führen.

Bei der Umstellung des Verfahrens auf deionisiertes Wasser müssen die dadurch bedingten erhöhten Freisetzungen und deren Auswirkungen auf die allgemeinen, stofflichen und biologischen Parameter bei der Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser berücksichtigt werden. Durch die höhere Freisetzung kann es durchaus zur Überschreitung der vom DIBt festgelegten Schwellenwerte in den ökotoxikologischen Tests kommen.

Ein eventueller Einfluss auf den Abbautest müsste untersucht werden, genauso wie der Einfluss auf die Freisetzung bei weiteren Bodeninjektionsmitteln und die Bedeutung für die Geringfügigkeitsschwellenwerte.

Im Zuge des stark zunehmenden Einsatzes von Acrylatgelen wäre eine breitere Datenbasis zur Freisetzung von Stoffen aus dem Injektionskörper wünschenswert.

Für Bodeninjektionsmittel wurde deshalb ein erweitertes Testdesign zur Abschätzung des Freisetzungsverhaltens aufgezeigt. Die Ergebnisse dazu lassen verbesserte Aussagen zum Freisetzungsverhalten in Abhängigkeit zu verschiedenen Faktoren und deren gegenseitiger Beeinflussung zu und liefern eine breite Datenbasis für zulassungsrelevante Entscheidungen. Des Weiteren können die Ergebnisse vor Ort für eine Vorhersage der Belastung von Boden und Grundwasser bei der Ausführung von Injektionsarbeiten und Kanalrohrsaniierungen dienen.

8 Literaturverzeichnis

- Anonym (2005): Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung - Qualitätsmanagement-Arbeitsanweisung. Hygiene-Institut des Ruhrgebietes, Stand 09.2005, Gelsenkirchen.
- Bauproduktengesetz (1998): Gesetz über das Inverkehrbringen von und den freien Warenverkehr mit Bauprodukten zur Umsetzung der Richtlinie 89/106/EWG (BauPG), Neufassung vom 28. April 1998, geändert Oktober 2006.
- Berger, W., Scheuering und Hienle (2005): Methodenentwicklung von Säulenversuchen zur Untersuchung und Bewertung der Sickerwasserbeschaffenheit von Altlastverdachtsflächen. Abschlussbericht, Förderkennzahl MLU0802513158, Bayerisches Landesamt für Umwelt, 52 S.
- Brameshuber, W. und Vollpracht, A. (2004): Konzept zur Bewertung des Auslaugverhaltens mineralischer Baustoffe/Baustoffkörper durch Sicker- und Kontaktgrundwasserprognose - Teil 2: Bestimmung der Quellstärke für Böden und Grundwasser in Kontakt mit Betonfundamenten und Bodeninjektionen. Forschungsbericht 645, Institut für Bauforschung Aachen (ibac), Aachen.
- Brameshuber, W. und Vollpracht, A. (2009): Untersuchung vom Auslaugverhalten von Abdichtungs- und Injektionsstoffen. Forschungsbericht 7048, Institut für Bauforschung Aachen (ibac), 150 S., Aachen.
- Brandl, H. und Plankel, A. (1987): Vergleichende Untersuchungen an chemischen Bodeninjektionen. TU Wien: Mitteilungen für Grundbau, Bodenmechanik und Felsbau, Heft 4, Wien.
- Brauns, J., Kast, K., Hötzl, H. und Eiswirth, M. (1996): Anwendung von Weichgelen zur horizontalen Abdichtung von Baugruben durch Injektionssohlen - Fragen zur Beeinflussung der Grundwasserqualität. Universität Karlsruhe – Mitt. Abt. Erddamm- u. Deponiebau, Heft 6, Karlsruhe.
- Christ, A. (2004): Zum Transport von partikelgebundenen Schadstoffen in der ungesättigten Zone. Dissertation, Johann Gutenberg-Universität Mainz, 122 S.
- Clarke, W.J. (1982): Performance characteristics of acrylate polymer grout. In: Baker, W. H. [Hrsg.]: Proceeding of the Conference Grouting in Geotechnical Engineering. American Society of Civil Engineers, S. 418 - 432, New York.
- Deutsche Bauchemie (2001): Sachstandsbericht: Epoxidharze in der Bauwirtschaft und Umwelt. Deutsche Bauchemie e.V., Frankfurt am Main.

- Deutsche Bauchemie (2004): Sachstandsbericht: Methacrylatharze in der Bauwirtschaft und der Umwelt. Deutsche Bauchemie e.V., Frankfurt am Main.
- DIBt (2009): „Grundsätze zur Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser" (Fassung Mai 2009). Deutsches Institut für Bautechnik, Berlin.
- DIN 38402-42 (2005): Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Allgemeine Angaben (Gruppe A) - Teil 42: Ringversuche zur Verfahrensvalidierung, Auswertung (A 42). Ausgabe 09.2005, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN 38404-5 (2009): Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C) – Teil 5: Bestimmung des pH-Wertes (C 5). Ausgabe 07.2009, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN 38412-33 (1991): Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L); Bestimmung der nicht giftigen Wirkung von Abwasser gegenüber Grünalgen (Scenedesmus-Chlorophyll-Fluoreszenztest) über Verdünnungsstufen. Ausgabe 03.1991, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN 4093 (1987): Baugrund; Einpressen in den Untergrund; Planung, Ausführung, Prüfung. Ausgabe 09.1987, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN EN 12715 (2000): Ausführung von besonderen geotechnischen Arbeiten (Spezialtiefbau) – Injektionen. Ausgabe 10.2000, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN EN 1484 (1997): Wasseranalytik - Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC). Ausgabe 08.1997, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN EN 1622 (2006): Wasserbeschaffenheit - Bestimmung des Geruchsschwellenwerts (TON) und des Geschmacksschwellenwerts (TFN). Ausgabe 10.2006, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN EN 27888 (1993): Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit. Ausgabe 11.1993, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN EN ISO 11348-2 (2009): Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der Hemmwirkung von Wasserproben auf die Lichtemission von *Vibrio fischeri* (Leuchtbakterienlumineszenztest), Verfahren mit flüssig getrockneten Bakterien. Ausgabe 05.2009, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN EN ISO 11885 (2008): Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES). Ausgabe 09.2009, Beuth Verlag, Berlin.

- DIN EN ISO 7027 (2000): Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der Trübung. Ausgabe 04.2000, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN EN ISO 7887 (1994): Wasserbeschaffenheit - Untersuchung und Bestimmung der Färbung. Ausgabe 12.1994, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN ISO 15685 (2004): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der potentiellen Nitrifizierung. Schnellverfahren mittels Ammoniumoxidation. Ausgabe 09.2004, Beuth Verlag, Berlin.
- DIN ISO 17155 (2003): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Abundanz und Aktivität der Bodenmikroflora mit Hilfe von Atmungskurven. Ausgabe 06.2003, Beuth Verlag, Berlin.
- Donel, M. und Feder, G. (1981): Sanierung eines wasserführenden Niederbruchkamines mit 300 m² Grundbaufläche im Salzbergbau-Altausee. Rock Mechanics. Suppl. 11, S. 215 – 236, Wien.
- EG-Bauproduktenrichtlinie (1988): Richtlinie des Rates vom 21. Dezember 1988 zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften der Mitgliedstaaten über Bauprodukte (89/106/EWG).
- Ehrnsperger, R. und Misch, W. (2004): Gesundheits- und Umweltkriterien bei der Umsetzung der EG-Bauprodukten-Richtlinie (BPR). UBA, Förderkennzeichen (UFOPLAN) 200 62 311, S. 207
- Gersum, F. von (1993): Prüfprogramm zur Abschätzung der ökologischen Verträglichkeit von Injektionsmitteln zur Schadensbehebung in Kanalisationen. In: Widmann (Hrsg.): Grouting in Rock and Concrete, S. 31 – 41, Rotterdam.
- Giese, E. (2007): Evaluierung ausgewählter biologischer Testverfahren zur vorsorgeorientierten Beurteilung ökotoxikologischer Wirkungen von Bauprodukten auf Böden. Dissertation, Freie Universität Berlin, 194 S.
- Göttges, D. und Volland, G. (1998): Umweltverträglichkeit mineralischer Baustoffe: Inhaltsstoffe und Emission. Sachstandsbericht Nr. 4417, Forschungs- und Materialprüfungsanstalt Baden-Württemberg (FMPA), Stuttgart.
- Grathwohl, P., Susset, B. (2001): Sickerwasserprognose für organische Schadstoffe: Grundlagen und Stand der Forschung. Altlastenspektrum, 6, S. 285-293, Berlin.
- Haack, A., Emig, K.-F., Hesselle, J. de, Hilmer, K., Hornig, U. und Michalski, C. (2003): Abdichtungen im Gründungsbereich und auf genutzten Deckenflächen. Verlag Ernst & Sohn, Berlin.
- Hasse, S. (2000): Giesserei Lexikon. Verlag Schiele & Schön, Berlin.

- Hohberg, I. (2003): Charakterisierung, Modellierung und Bewertung des Auslaugverhaltens umweltrelevanter, anorganischer Stoffe aus zementgebundenen Baustoffen. Deutscher Ausschuss für Stahlbeton (DAfStb), FB 07 des NA Bau im DIN (Deutsches Institut für Normung), Beuth-Verlag, Berlin.
- Hohmann, R. (2009): Abdichtungen mit Injektionsverfahren – Lösungen auch für schwierige Fälle. Desoi GmbH, 15 S., Kalbach/Rhön.
- Hölzer, W. (2000): Die Bodenverfestigung feinkörniger, bindiger Böden durch Zusatz von Wasserglas-Soda-Gemischen - Untersuchungen an der Bodenfließgrenze. Dissertation, Ruprecht - Karls – Universität Heidelberg, 183 S.
- Horn, R. (2002): Wechselwirkung zwischen fester Phase und Wasser. In: Scheffer, F. (Hrsg.): Lehrbuch der Bodenkunde (Scheffer/Schachtschabel). Spektrum Akademischer Verlag, S. 170 – 182, Heidelberg.
- Hornig, U. (2010): Abdichtungen mit Gelinjektionen. In: Lufsky (2010): Bauwerksabdichtungen. Verlag Vieweg und Teubner, S. 468 –501, Wiesbaden.
- Hörsch, P. (2004): Einfluss der chemischen Oxidation auf das toxische Potenzial und das biologische Abbauverhalten von Industrieabwässern. Universität Karlsruhe, Fak. f. Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik. Dissertation. 210 S.
- Hund, K. (1994): Entwicklung von biologischen Testsystemen zur Kennzeichnung der Bodenqualität. Umweltbundesamt (UBA), Berlin.
- Iringartinger, S. (2007): Strömungsverhalten thermoplastischer Schmelzen in klüftigem Festgestein. Dissertation, Technischen Universität München, 174 S.
- JACC (1993): Polycarboxylate Polymers as Used in Detergents. Joint Assessment of Commodity Chemicals (JACC) Reports, No. 23, Brüssel.
- Jüling, J.U. und Hornig, U. (2009): Prüfbericht - Validierungsringversuch zur Elution von Bauprodukten. MFPA Leipzig. (*unveröffentlicht*)
- Karol, R.H. (1990): Chemical Grouting. 2nd ed., Marcel Dekker, Inc., New York/Basel
- Kirsch, K. (1982): Abdichtung mittels Injektionen - Herstellung von Dichtungssohlen für Baugruben. Bauverlag, Tiefbau, Ingenieurbau, Straßenbau, H. 5, S. 275 – 282, Gütersloh.
- Kretschmar, R., Borkovec, M., Grolimund, D. und Elimelech, M. (1999): Mobile subsurface colloids and their role in contaminant transport. *Advances in Agronomy*, 66, S. 121-193
- Kutzner, C. (1991): Injektionen in den Baugrund. Enke Verlag, Stuttgart.

- LABO (2006): Arbeitshilfe Sickerwasserprognose bei Detailuntersuchungen. Unterausschuss „Sickerwasserprognose“ des Altlastenausschusses (ALA) der Bund-/Länderarbeitsgemeinschaft Bodenschutz (LABO), 10/2006 mit redaktionellen Anpassungen 12/2008, 137 S.
- LAWA (2004): Ableitung von Geringfügigkeitsschwellenwerten für das Grundwasser. Länderarbeitsgemeinschaft Wasser, Kulturbuch-Verlag, Düsseldorf/Berlin.
- Leisewitz, A. und Schwarz, W. (1998): Stoffströme wichtiger endokrin wirksamer Industriechemikalien (Bisphenol A; Dibutylphthalat/Benzylbutylphthalat; Nonylphenol/Alkylphenoethoxylate). Umweltbundesamt (UBA), Berlin.
- Liu, D., Johnson, P. und Elimelech, M. (1995): Colloid deposition dynamics in flow through porous media. Role of electrolyte concentration. *Environmental science & Technology*, 29/12, S. 2963-2973
- Mahro, B., Eschenbach, A., Henke, J. und Kloth, K. (2006): Einfluss der Veränderung von Freilandbedingungen auf die Eluierbarkeit von PAK aus kontaminierten Boden- und Bauschuttmaterialien. *Altlastenspektrum* 4/2006, Berlin.
- Malkomes, H.- P. (1985): Einflüsse von Pflanzenschutzmitteln auf Bodenmikroorganismen und ihre Leistungen. Biol. Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Berichte über Landwirtschaft, Sonderheft 198, S. 134- 147, Braunschweig.
- Merck (2007): Sicherheitsdatenblatt Acrylsäure (800181). Stand vom 23.05.2007, 7 S., www.chemdat.info.
- Müller-Kirchenbauer, H. und Savidis, S.A. (1982): Grundwasserbeeinflussung durch Silikatgelinjektionen. Veröffentlichung des Grundbauinstitutes der Technischen Universität Berlin, Eigenverlag, 378 S., Berlin.
- OECD 301 E/ EN ISO 7827 (1995): OECD Screening Test: Wasserbeschaffenheit – Bestimmung der vollständigen aeroben biologischen Abbaubarkeit organischer Stoffe in einem wässrigen Medium – Verfahren mittels Analyse des gelösten organischen Kohlenstoffes (DOC); Deutsche Fassung.
- Pawel, A. (2009): Zulassungsgrundsätze für die Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser. Verlag Ernst & Sohn, DIBt Mitteilungen 4/2010, S. 114 – 115, Berlin.
- Poremba, H. (1976): Stand der Injektionstechnik bei der Herstellung chemischer Bodenverfestigung. Baugrundtagung Nürnberg, DGEG (Hrsg.), S. 773 – 787, Essen.
- Prochnau-John, P. und Strathmann, B. (2009): Prüfung der Umweltverträglichkeit von Silikatgelen und Schleierinjektionen im bauaufsichtlichen Zulassungsbereich. Verlag Ernst & Sohn, DIBt Mitteilungen 3/2008, S. 86 – 89, Berlin.

- Raber, B. (1996): Verteilung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) und deren Desorption aus Böden unter dem Einfluss von gelöster organischer Substanz (DOM) unterschiedlicher Herkunft. Wiss.-Verlag Maraun, Dissertation, Universität Bochum, Frankfurt/M.
- Rauch-Puntigam, H. und Völker, T. (1967): Acryl und Methacrylverbindungen. Springer Verlag, Berlin.
- Rudolph und Hornig (1999): Experimentelle Untersuchungen zur Ausbreitung des Gelschleiers im Baugrund. LACER, 4/99, S. 481 – 494, Leipzig.
- Ryan, J. und Elimelech, M. (1996): Colloid mobilization and transport in groundwater. Colloids & surfaces. Physicochemical and Engineering Aspects, 107, S. 1-56
- Schössner, H. und Kunz, H. (2004): Erarbeitung einer standardisierten Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten zur Bodeninjektion und Kanalsanierung auf Boden und Grundwasser unter Verwendung des Säulenversuchs mit umgekehrter Fließrichtung. Fraunhofer IRB Verlag, Stuttgart.
- Schössner, H. und Kunz, H. (2005): Erarbeitung einer standardisierten Methode zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten zur Bodeninjektion und Kanalsanierung auf Boden und Grundwasser unter Verwendung des Säulenversuchs mit umgekehrter Fließrichtung. In: Kurzberichte aus der Bauforschung, 46, S. 38-45, Fraunhofer IRB Verlag, Stuttgart.
- Schössner, H., Gödtner, U. und Schorr, R. (1985): Polyurethan-Verpressung im Tiefbau unter dem Gesichtspunkt des Grundwasserschutzes. Wasser + Boden, no. 2/1985, S. 56-58
- Schreyer, J. und Kessler, D. (1995): Anwendungstechnische Prüfung des Injektionsgels MC-Injekt GL 95. Studiengesellschaft für unterirdische Verkehrsanlagen e.V., FSO-KE09.
- Stein, D., Lühr, H.P., Grunder, H.T. und von Gersum, F. (1992): Entwicklung und Erprobung umweltfreundlicher Injektionsmittel und -verfahren zur Behebung örtlich begrenzter Schäden und Undichtigkeiten in Kanalisationen unter Berücksichtigung des Gewässerschutzes. Umweltbundesamt (UBA), Forschungsbericht 92-102-04 504, Berlin.
- Strathmann, B. (2009): Teil II und III der Zulassungsgrundsätze für die Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser. Verlag Ernst & Sohn, DIBt Mitteilungen 5/2010, S. 167 – 168, Berlin.
- Weiß, H. (1998): Säulenversuche zur gefahrenbeurteilung für das Grundwasser an PAK-kontaminierten Standorten. Tübinger Geowissenschaftliche Arbeiten, 111 S.

- Wack, H. und Glose, P. (2003): Injektionsgele – Einfluss der Synthesebedingungen auf die Gelstruktur. Tiefbau, Heft 6/03, S. 350 – 353.
- Wilke, B.-M. , Winkel, B. und Pauli, W. (2000): Mikrobiologische Verfahren zur Beurteilung der Lebensraumfunktion von Böden. In: Heiden, S., Erb, R., Dott, W. und Eisenträger, A. (Hrsg.): Toxikologische Beurteilung von Böden - Leistungsfähigkeit biologischer Testverfahren. S. 43-57, Spektrum Akad. Verl., Heidelberg, Berlin.
- Terytze, K., Giese, E. und Wagner, R. (2007): Validierung des Ammoniumoxidations- und Bodenatmungstests als Bestandteil einer ökotoxikologischen Testbatterie zur Bewertung der ökotoxikologischen Auswirkungen von Bauprodukten auf Böden. Fraunhofer IRB Verlag, Stuttgart.
- Terytze, K., Giese, E. und Wagner, R. (2005): Ermittlung und Eignung des Ammoniumoxidations- und Bodenatmungstests zur Bewertung der ökotoxikologischen Auswirkungen von Bauprodukten auf Böden. Fraunhofer IRB Verlag, Stuttgart.
- T. Lege, O. Kolditz und W. Zielke (1996): Handbuch zur Erkundung des Untergrundes von Deponien und Altlasten. Band 2: Strömungs- und Transportmodellierung. Springer Verlag, Berlin/Heidelberg.

9 Glossar

Adsorption	Anlagerung von Stoffen aus einer flüssigen oder gasförmigen Phase an Oberflächen
Bauwerksabdichtung	Abdichtung von Kellern, Tiefgeschossen und Tunnel gegen Feuchtigkeit (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Bodeninjektionsmittel	Bauprodukte, die zum Verschließen und abdichten von Hohlräumen, Klüften und Poren im Locker- und Festgesteinen verwendet werden (Kutzner, 1991)
Desorption	Umgekehrter Vorgang der Adsorption. Ablösung von an Oberflächen angelagerten Stoffen und Übergang in die flüssige Phase oder Gasphase
Diffusion	Bewegung von Teilchen aus einem Bereich mit hohen Konzentrationen in Bereiche mit niedrigeren Konzentrationen entlang des Konzentrationsgradienten
EC ₅₀ -Werte	Bezeichnet in biologischen Tests die mittlere Konzentration eines Stoffes im Medium, bei der 50 % des Effektes innerhalb der Versuchsdauer auftritt (Fent, 2007).
Elutionsmittel	Flüssigkeit wie z.B. Trinkwasser oder deionisiertes Wasser zur Elution
Elutionsverfahren	Methode zur Beurteilung der Freisetzung von ökologisch relevanten Stoffen aus Böden, Bodenmaterialien oder Bauprodukten in den umgebenden Boden und das Grundwasser
Epoxidharz	Epoxidharz besteht aus Polymeren, die je nach Zugabe geeigneter Härter einen duroplastischen Kunststoff von hoher Festigkeit und chemischer Beständigkeit ergeben (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Gelschleierinjektion	Injektion von Kunststoffen (Injektionsgele) von der Bauwerksinnenseite nach außen an die Bauwerksaußenseite in den anstehenden Boden (Rudolph und Hornig, 1999)
Geringfügigkeitsschwellen	Stoffkonzentrationen, bei denen trotz einer Erhöhung der Stoffgehalte gegenüber regionalen Hintergrundwerten keine relevanten ökotoxischen Wirkungen auftreten können und die Anforderungen der Trinkwasserverordnung oder entsprechend abgeleitete Werte eingehalten werden (LAWA, 2004)

Halbwertszeit	Zeit, nach der die Konzentration eines Stoffes in der Umwelt oder in einem Organismus auf die Hälfte der Ausgangskonzentration gesunken ist.
Lithosphäre	Äußere, weitgehend feste Gesteinshülle der Erde
Mauer(Injektions)packer	Hilfsmittel für die Injektionsabdichtung, stellt die Verbindung zwischen Injektionsgerät und Bauteil her (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Ökotoxikologische Tests	Tests zum Nachweis schädlicher Effekte von Chemikalien auf Organismen, Lebensgemeinschaften, und Ökosysteme (Fent, 2007).
Polyacrylat	Flüssiges System, das durch chemische Anbindung (Polyaddition) zum Erstarren gebracht wird (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Polyurethan	Je nach Vernetzungsgrad hart bis elastisch. Bei geringer Vernetzung liegt ein Elastomer vor und bei starker Vernetzung ein Duromer. Polyurethane werden häufig für rissüberbrückende Beschichtungen oder elastische Rissverfüllungen verwendet. (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Reaktionszeit	Zeit, die das Bauprodukt zum Aushärten benötigt
Relative Standardabweichung S_{rel}	Ein Schätzwert für die Standardabweichung einer Gesamtheit aus einer Probe von n Ergebnissen, geteilt durch den Mittelwert. Oft auch als Variationskoeffizient bezeichnet. Häufig auch als Prozentwert angegeben (EURACHEM/CITAC, 2004).
Säulenversuch	Verfahren zur Ermittlung des Austrages/Freisetzung von Inhaltsstoffen aus einer Bodenprobe, aus Bodenmaterial oder aus Bauprodukten
Silikatgel	Siehe Wasserglassysteme
Standardabweichung des Mittelwertes s_x	Standardabweichung des Mittelwertes \bar{x} von n Werten, die aus einer Gesamtheit genommen werden (EURACHEM/CITAC, 2004)
Suspension	Heterogenes Stoffgemisch aus einer Flüssigkeit und darin fein verteilten Feststoffen
Synärese	Phasentrennung eines Zweiphasensystems, hier eines Gels. Die Abscheidung der kontinuierlichen Phase kann durch eine Kontraktion der festen Phase hervorgerufen werden (wikipedia.org/wiki/Synärese_(Physik))
Variationskoeffizient	siehe relative Standardabweichung

Vergleichsstandardabweichung s_R	Standardabweichung für die Reproduzierbarkeit zwischen Laboratorien für eine bestimmte Methode (EURACHEM/CITAC, 2004)
Vergleichsuntersuchung (Ringversuch)	Ein Versuch unter Labors, bei dem die Leistungsfähigkeit jedes Labors bei einem vereinheitlichten Messverfahren am identischen Material untersucht wird (ISO 3534-1: 1993) zitiert in (DIN ISO 5725-1: 1997-11)
Wasserglassystem	Bestehen zu 10 bis 20 % aus Wasserglas (Natriumsilikat), 1 bis 2 % aus einem Härter und 80 bis 87% aus Wasser (Brauns et al., 1996). Durch die anorganischen (z.B. Natriumaluminat) oder organischen Härter (verschiedene Ester) setzt der Prozess der Gelbildung ein (Kutzner, 1991) und es bildet sich ein sog. Weichgel (Silikatgel) aus.
Windkesselanlage	Laborvorrichtung zum Einpressen von fließfähigen Bodeninjektionsmitteln in die mit Sand gefüllte Acrylglassäule.
Zementleim	Pulverförmiges, anorganisches feingemahlene hydraulisches Bindemittel mit ggf. Betonzusatzmittel, das mit Wasser verrührt wird (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)

9 Glossar

Adsorption	Anlagerung von Stoffen aus einer flüssigen oder gasförmigen Phase an Oberflächen
Bauwerksabdichtung	Abdichtung von Kellern, Tiefgeschossen und Tunnel gegen Feuchtigkeit (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Bodeninjektionsmittel	Bauprodukte, die zum Verschließen und abdichten von Hohlräumen, Klüften und Poren im Locker- und Festgesteinen verwendet werden (Kutzner, 1991)
Desorption	Umgekehrter Vorgang der Adsorption. Ablösung von an Oberflächen angelagerten Stoffen und Übergang in die flüssige Phase oder Gasphase
Diffusion	Bewegung von Teilchen aus einem Bereich mit hohen Konzentrationen in Bereiche mit niedrigeren Konzentrationen entlang des Konzentrationsgradienten
EC ₅₀ -Werte	Bezeichnet in biologischen Tests die mittlere Konzentration eines Stoffes im Medium, bei der 50 % des Effektes innerhalb der Versuchsdauer auftritt (Fent, 2007).
Elutionsmittel	Flüssigkeit wie z.B. Trinkwasser oder deionisiertes Wasser zur Elution
Elutionsverfahren	Methode zur Beurteilung der Freisetzung von ökologisch relevanten Stoffen aus Böden, Bodenmaterialien oder Bauprodukten in den umgebenden Boden und das Grundwasser
Epoxidharz	Epoxidharz besteht aus Polymeren, die je nach Zugabe geeigneter Härter einen duroplastischen Kunststoff von hoher Festigkeit und chemischer Beständigkeit ergeben (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Gelschleierinjektion	Injektion von Kunststoffen (Injektionsgele) von der Bauwerksinnenseite nach außen an die Bauwerksaußenseite in den anstehenden Boden (Rudolph und Hornig, 1999)
Geringfügigkeitsschwellen	Stoffkonzentrationen, bei denen trotz einer Erhöhung der Stoffgehalte gegenüber regionalen Hintergrundwerten keine relevanten ökotoxischen Wirkungen auftreten können und die Anforderungen der Trinkwasserverordnung oder entsprechend abgeleitete Werte eingehalten werden (LAWA, 2004)

Halbwertszeit	Zeit, nach der die Konzentration eines Stoffes in der Umwelt oder in einem Organismus auf die Hälfte der Ausgangskonzentration gesunken ist.
Lithosphäre	Äußere, weitgehend feste Gesteinshülle der Erde
Mauer(Injektions)packer	Hilfsmittel für die Injektionsabdichtung, stellt die Verbindung zwischen Injektionsgerät und Bauteil her (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Ökotoxikologische Tests	Tests zum Nachweis schädlicher Effekte von Chemikalien auf Organismen, Lebensgemeinschaften, und Ökosysteme (Fent, 2007).
Polyacrylat	Flüssiges System, das durch chemische Anbindung (Polyaddition) zum Erstarren gebracht wird (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Polyurethan	Je nach Vernetzungsgrad hart bis elastisch. Bei geringer Vernetzung liegt ein Elastomer vor und bei starker Vernetzung ein Duromer. Polyurethane werden häufig für rissüberbrückende Beschichtungen oder elastische Rissverfüllungen verwendet. (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)
Reaktionszeit	Zeit, die das Bauprodukt zum Aushärten benötigt
Relative Standardabweichung S_{rel}	Ein Schätzwert für die Standardabweichung einer Gesamtheit aus einer Probe von n Ergebnissen, geteilt durch den Mittelwert. Oft auch als Variationskoeffizient bezeichnet. Häufig auch als Prozentwert angegeben (EURACHEM/CITAC, 2004).
Säulenversuch	Verfahren zur Ermittlung des Austrages/Freisetzung von Inhaltsstoffen aus einer Bodenprobe, aus Bodenmaterial oder aus Bauprodukten
Silikatgel	Siehe Wasserglassysteme
Standardabweichung des Mittelwertes s_x	Standardabweichung des Mittelwertes \bar{x} von n Werten, die aus einer Gesamtheit genommen werden (EURACHEM/CITAC, 2004)
Suspension	Heterogenes Stoffgemisch aus einer Flüssigkeit und darin fein verteilten Feststoffen
Synärese	Phasentrennung eines Zweiphasensystems, hier eines Gels. Die Abscheidung der kontinuierlichen Phase kann durch eine Kontraktion der festen Phase hervorgerufen werden (wikipedia.org/wiki/Synärese_(Physik))
Variationskoeffizient	siehe relative Standardabweichung

Vergleichsstandardabweichung s_R	Standardabweichung für die Reproduzierbarkeit zwischen Laboratorien für eine bestimmte Methode (EURACHEM/CITAC, 2004)
Vergleichsuntersuchung (Ringversuch)	Ein Versuch unter Labors, bei dem die Leistungsfähigkeit jedes Labors bei einem vereinheitlichten Messverfahren am identischen Material untersucht wird (ISO 3534-1: 1993) zitiert in (DIN ISO 5725-1: 1997-11)
Wasserglassystem	Bestehen zu 10 bis 20 % aus Wasserglas (Natriumsilikat), 1 bis 2 % aus einem Härter und 80 bis 87% aus Wasser (Brauns et al., 1996). Durch die anorganischen (z.B. Natriumaluminat) oder organischen Härter (verschiedene Ester) setzt der Prozess der Gelbildung ein (Kutzner, 1991) und es bildet sich ein sog. Weichgel (Silikatgel) aus.
Windkesselanlage	Laborvorrichtung zum Einpressen von fließfähigen Bodeninjektionsmitteln in die mit Sand gefüllte Acrylglassäule.
Zementleim	Pulverförmiges, anorganisches feingemahlene hydraulisches Bindemittel mit ggf. Betonzusatzmittel, das mit Wasser verrührt wird (Hofmann und Zemke, www.desoi.de/injektions-abc)

10 Anhang

Anhang 1 Arbeitsanweisungen Ringversuch

Folgende Arbeitsanweisungen sind den Teilnehmern der VU zugesendet wurden:

- I Arbeitsanweisung** zum Anmischen des Bauprodukts Zementleim
- II Arbeitsanweisung** zum Einbau des Bauprodukts Zementleim in eine Säule
- III Arbeitsanweisung** zum Anmischen des Bauprodukts Polyacrylat
- IV Arbeitsanweisung** zur Injektion des Bauprodukts Polyacrylat
- V Arbeitsanweisung** Bestimmung der Neigung zur Schaumbildung
- VI Arbeitsanweisung** Bestimmung der Farbe
- VII Arbeitsanweisung** Bestimmung des Geruchs

I **Arbeitsanweisung** zum Anmischen des Bauprodukts Zementleim VP-ZL

1. **Zusammensetzung des Bauprodukts**

Das Bauprodukt besteht aus einer Komponente A (Portland-Zement) und aus einer Komponente B (Biozid) (vgl. Tab. 1). Zum Anmischen wird Trinkwasser verwendet.

Tabelle 1: Zusammensetzung und gefährliche Inhaltsstoffe

Bau- produkt	Komponente	Zusammensetzung Gefährliche Inhaltsstoffe	Wassergefährdungsklasse (Selbsteinstufung)
Zement- leim	A: Portland- Zement	Portland-Zement (chromatarm) (70-100%)	1: schwach wassergefährdend
	B: Wässr. Lsg. eines poly- merisierten Melamin- sulfonates.	5-Chlor-2-methyl-2H-isothiazol-3- on (<1,5%) (Sehr giftig für Wasserorganismen, kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben), 2-Methyl-2H- isothiazol-3-on (<1,5%)	1: schwach wassergefährdend

2. **Anmischen der Komponenten**

Das Bauprodukt besteht zu 61 % aus Komponente A, zu 6 % aus Komponente B und zu 33 % aus Wasser.

Für eine Säule werden ca. 1,1 kg Bauprodukt benötigt, das sich wie folgt zusammensetzt:

Anmischung für 1,1 kg Bauprodukt:		
Komp. A (Pulver) = 666,71 g	Komponente B: 69,3 g	H ₂ O: 364 g

Für eine bessere Vergleichbarkeit ist das Anmischen einer größeren Menge (mindestens 3,3 kg) sinnvoll, die anschließend in 1,1kg Portionen aufgeteilt wird.

Anmischung für 3,3 kg Bauprodukt		
Komp. A = 2000 g	Komponente B: 207,9 g	H ₂ O = 1091,97 g

3. Vorgehensweise

Zuerst wird die Komponente B mit Trinkwasser in einem ausreichend großen Gefäß (z.B. Eimer) gemischt. Als Rührgerät dient ein auf eine Bohrmaschine aufgesetzter Rührstab. Anschließend wird die Komponente A hinzu gegeben.

Der Eimer wird abgedeckt und die Rührgeschwindigkeit erhöht. Nach 10 Minuten Rührzeit ist das Bauprodukt gut durchmischt und kann in einzelne Portionen aufgeteilt werden. Danach sollte der Einbau in die Säule stattfinden. Das Bauprodukt ist nach etwa 90 min ausgehärtet.

II **Arbeitsanweisung** zum Einbau des Bauprodukts Zementleim in eine Säule

1. Vorbereitung der Säule

Die Säule wird nach der modifizierte Arbeitsanweisung „Elution von Bauprodukten – Perkolationsverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von Bodeninjektionsmitteln“ mit Feinsand (F 36, Quarzsand Frechen) gefüllt. Anschließend folgt die Spülung des Sands in der Säule über 24 Stunden mit der Fließgeschwindigkeit von 4 l/h.

2. Abnahme des Blindwerts

Am Tag des Einbaus des Bauprodukts und nach der 24-Stunden-Spülung wird der Blindwert abgenommen. Es werden 2 Liter in 30 Minuten aufgefangen und in eine Fläche abgefüllt.

3. Abpumpen des Wassers

Nachdem der Blindwert abgenommen wurde, erfolgt das Abpumpen von 2,5 Litern Wasser aus der Säule (Dies entspricht einem Wasser von ca. 18 cm Höhe bis kurz unter dem Packer).

4. Einbau des Zementleims

Nach Abpumpen der Säule wird der Deckel geöffnet. Mit einer Schaufel ist ein Loch in der Mitte der Säule vor zu graben. Das Loch sollte ca. 30 cm tief, auf Höhe der Packeröffnung, sein (beim Einbau eines Bauprodukts per Hand ist es nicht notwendig einen Packer einzubauen). Der Sand ist zu lagern.

Um eine definierte Einbauöffnung zu erhalten, wird ein Rohr (Kunststoff, AD 110 mm) in das vorgefertigte Loch gedrückt, wieder entfernt und per Hand der restliche Sand, der zuviel ist, aus der Säule geholt, so dass ein definierter Hohlraum entsteht.

In diese vorgefertigte Öffnung wird **1 Kilogramm** (ca. 600 ml) des Bauprodukts eingefüllt. Nach insgesamt 40 Minuten Aushärtezeit kann mit der Verfüllung des Lochs unter Verwendung des vorher entnommenen Sands begonnen werden. Um Hohlräume im Sand beim Wiedereinbau zu vermeiden, und um ein Absinken des Sands in der Säule nach Wiederaufsättigung zu verhindern, sollte ein sehr feuchter Sand (Sand-Wasser-Gemisch) verwendet werden.

Nach der Befüllung wird die Säule mit dem Deckel wieder verschlossen.

Die Aufsättigung der Säule beginnt nach 90 min Aushärtezeit mit einer Fließrate von 4l/h.

5. Probenahme

Ist die Säule gesättigt wird bei unveränderter Pumprate das austretende Prüfwasser sofort in Fraktionen von je 2 ($\pm 0,1$) Liter (Gefäße: 2-Liter-Messbecher) aufgefangen. Die 2-Liter-Mischfraktionen werden dann jeweils in eine 1-Liter Flasche umgefüllt

In Tabelle 1 ist zur Orientierung ein zeitlicher Ablauf des Einbaus des Bauprodukts Zementleim vermerkt.

Tabelle 1: zeitlicher Orientierungsrahmen für den Einbau von Zementleim

Tätigkeit	Zeit (h:min)	Anmerkung
Abnahme BW	0:00 – 0:30	
Abpumpen 2,5 l	0:30 - 0:45	Größere Pumprate
Ausbau Sand	0:45 – 1:00	
Anmischen der Einzelkomponenten	1:00 – 1:10	
Vereinigung der Komponenten und Rühren/Mischen	1:10 – 1:20	Aushärtezeit: ab Vereinigung der Komponenten 90 min
Einbau Bauprodukt in die Säule	1:20	30 min Pause
Auffüllung des Sandes	1:50 – 2:00	Verwendung eines Sand-Wasser-Gemischs
Verschließen der Säule	2:00 – 2:10	
Start Aufsättigung und Elution	2:40	Aufsättigung benötigt ca. 30 min (Pumprate 4l/h)
Abnahme Fraktion 1	ca. 3:10 – 3:40	

III **Arbeitsanweisung** zum Anmischen des Bauprodukts Polyacrylat MC-Go-GL 2010

1. **Zusammensetzung des Bauprodukts**

Das Bauprodukt besteht aus einer Komponente A, die sich aus drei Teilkomponenten (A1-A3) und aus einer Komponente B (Natriumpersulfat) zusammensetzt (vgl. Tab. 1). Zum Anmischen der Komponente B wird Trinkwasser verwendet.

Tabelle 1: Zusammensetzung und gefährliche Inhaltsstoffe

Bau-produkt	Komponente	Zusammensetzung Gefährliche Inhaltsstoffe	Wassergefährdungsklasse (Selbsteinstufung)
Poly-acrylat	A 1: k.A.	k.A.	1: schwach wassergefährdend
	A 2: 2-Dimethyl-aminoethyl-methacrylat	2-Dimethyl-aminoethyl-methacrylat (70-100%)	1: schwach wassergefährdend

	A 3: <i>Triethanolamin</i>	Triethanolamin (25-50%)	1: <i>schwach wassergefährdend</i>
	B: <i>Natriumpersulfat</i>	Natriumpersulfat (70-100%)	1: <i>schwach wassergefährdend</i>

2. Anmischen der Komponenten

Das zu verwendende Mischverhältnis ist 6:5 (Komp. A : B). Um beispielsweise 1,1 kg Bauprodukt zu erhalten müssen 0,6 kg der Komponente A und 0,5 kg der Komponente B vermischt werden.

Für eine Säule werden ca. 1,1 kg Bauprodukt benötigt, das sich wie folgt zusammensetzt:

Anmischung für 1,1 kg Bauprodukt				
Menge Komponente A insgesamt : 600 g			Menge Komponente B insgesamt: 500g	
Komp. A1 = 549,6 g	Komp. A2 = 9,6 g	Komp. A3 = 39,6 g	Komp. B (Salz) = 5 g	H ₂ O = 500 g

Für eine bessere Vergleichbarkeit ist das Anmischen einer größeren Menge (mindestens 3,3 kg) sinnvoll, die anschließend in 1,1kg Portionen aufgeteilt wird.

Anmischung für 3,3 kg Bauprodukt				
Menge Komponente A insgesamt : 1,8 kg			Menge Komponente B insgesamt: 1,5 kg	
Komp. A1 = 1648,8g	Komp. A2 = 28,8 g	Komp. A3 = 118,8 g	Komp. B (Salz) = 15 g	H ₂ O = 1500 g

Die Komponente A und B müssen getrennt angemischt werden. Die Vereinigung von A und B erfolgt erst kurz vor der Injektion.

3. Vorgehensweise:

Um ausreichend Bauprodukt für die Injektion in drei Säulen zu erhalten wird eine Anmischmenge von 3,3 kg Bauprodukt empfohlen.

Die Komponente A und B werden getrennt voneinander gemischt. Jede Komponente wird in einem Gefäß angerührt, und anschließend auf drei Einzelgefäße aufgeteilt, damit sichergestellt wird, dass das Mischverhältnis der einzelnen Komponenten in jeder Testparallele gleich ist.

Solange die einzelnen Komponenten noch nicht für die Injektion benötigt werden, werden sie im Kühlschrank aufbewahrt.

Wichtige Anmerkung:

Die Temperatur des Anmischwassers beeinflusst den Start und die Länge der Gelzeit. Es empfiehlt sich um eine möglichst lange flüssige Phase zu erreichen, das Leitungswasser vorher im Kühlschrank auf etwa 5 – 8°C zu kühlen.

Die Gelzeit des Bauprodukts beginnt nach der Mischung der beiden Komponenten nach ca. 4:50 min. Diese Zeitspanne kann variieren, je nach dem welche Temperatur die Komponenten haben. Das Anmischwasser von Komponente B sollte nicht wärmer als 8 °C sein.

Die Menge der Komponente B (Salz) beeinflusst die Reaktionszeit, je mehr Pulver verwendet wird umso schneller setzt die Gelbildung ein.

IV **Arbeitsanweisung** zur Injektion des Bauprodukts Polyacrylat

1. Vorbereitung der Säule

Die Säule wird nach der modifizierte Arbeitsanweisung „Elution von Bauprodukten – Perkolationsverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von Bodeninjektionsmitteln“ mit Feinsand (F 36, Quarzsand Frechen) gefüllt und vorbereitet. Anschließend folgt die Spülung des Sands in der Säule über 24 Stunden mit der Fließgeschwindigkeit von 4 l/h.

2. Abnahme des Blindwerts

Am Tag der Injektion des Bauprodukts nach 24-stündiger Spülung wird der Blindwert abgenommen. Es werden 2 Liter in 30 Minuten aufgefangen und in eine Flasche abgefüllt.

3. Abpumpen des Wassers

Nachdem der Blindwert abgenommen wurde, erfolgt das Abpumpen von **1 Liter** Wasser aus der Säule, damit das verdrängte Wasser bei der Injektion nicht unkontrolliert (durch erzeugten Druck, evtl. austritt von Wasser an Verbindungsstücken etc.) austritt.

4. Injektion

Die Injektion erfolgt mittels Windkesselanlage (WKA, vgl. Abb. 1). Die Windkesselanlage wird über dem Überlaufschlauch (Verwendung eines PVC-Schlauches) mit der Säule verbunden und mit Schellen gesichert. Der zweite Schlauch wird mit der Druckluft verbunden. Die Druckluft ist auf 4 bar einzustellen.

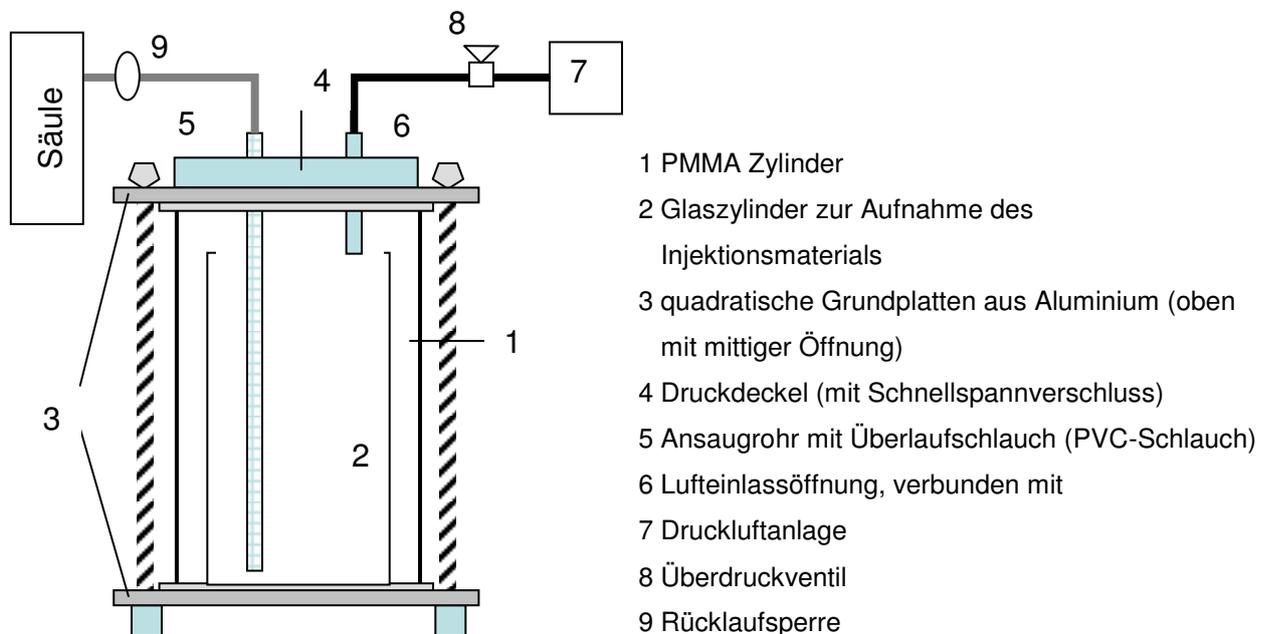


Abbildung 1: Windkesselanlage (WKA)

Die angemischte Komponente A wird in das Becherglas der WKA überführt. Komponente B wird zugegeben, die Stoppuhr gestartet und für 30 s mit Komponente A verrührt.

Danach wird die WKA verschlossen und die Druckluft für 5 s geöffnet. Der entstehende Druck in der WKA presst die vermischten Komponenten in die Sandsäule. Es ist darauf zu achten, dass keine Luft in die Sandsäule gepresst wird. Über ein Ventil kann der restliche Druck wieder abgelassen werden. Dabei ist der Überlaufschlauch mit einer Klemme zu schließen, so dass das Bauprodukt nicht wieder zurückfließen kann. Der Überlaufschlauch wird hinter der Klemme gekappt, die Verbindung zur Druckluft und die Verschlussplatte mit dem Überlaufschlauch und dem Ansaugrohr gelöst und gespült. Die einsetzende Gelzeit ist anhand des in der WKA verbliebenen Bauprodukts zu ermitteln und zu notieren. Nach 10 min Aushärtezeit wird die Elution gestartet.

5. Probenahme

Nach 10 min (Aushärtezeit) wird die Durchströmung der Säule ($4 \pm 0,2$ Liter) gestartet und das austretende Prüfwasser sofort in Fraktionen von je $2 (\pm 0,1)$ Liter (Gefäße: 2-Liter-Messbecher) aufgefangen. Die 2-Liter-Mischfraktionen werden dann jeweils in eine 1-Liter Flasche umgefüllt. Zur Bestimmung der Parameter ist eine Teilmenge abzunehmen.

In Tabelle 1 ist zur Orientierung ein zeitlicher Ablauf des Einbaus des Bauprodukts Zementleim vermerkt.

Tabelle 1: zeitlicher Orientierungsrahmen für die Injektion von Polyacrylat

Tätigkeit	Zeit (h:min:s)	Anmerkung
Abnahme BW	0:00 – 0:30	
Abpumpen 1 l	0:30 - 0:35	
Vorbereitung WKA	0:40 – 0:50	Verbindung mit Säule und Druckluftanlage
Anmischen der Einzelkomponenten A und B	0:50 – 1:10	Kaltes Wasser (8°C) verwenden
Vereinigung der Komponenten und Rühren/Mischen	1:10:00 – 1:10:30	Aushärtezeit: ab Vereinigung der Komponenten ca. 4 min
Verschließen der WKA	1:10:30 – 1:11	
Injektion	1:11	Achtung: Lufteintritt und Rücklauf
Kappen der Säulenverbindung und Reinigung	1:13	
Start Elution	1:21	
Abnahme Fraktion 1	ca. 1:25 – 1:55	

V **Arbeitsanweisung** Bestimmung der Neigung zur Schaumbildung

Parameter: Neigung zur Schaumbildung - qualitativ

Grundlage: keine

Geräte: Flasche zum Schütteln – Volumen 500 oder 1000ml

Alle Geräte gründlich reinigen!

Vorgehen:

1. Probe in Flasche überführen, verschließen und 10s kräftig schütteln
2. Gefäß abstellen und Schaumbildung beurteilen. (Schaumbildung die nach 5 s wieder verschwindet ist als „keine“ Schaumbildung anzusprechen.)
3. Stabilität der Schaumbildung beurteilen. (Wenn nach 20 s die Schaumbildung nur langsam oder gar nicht zurückgeht ist diese als stabil anzusprechen.)

Intensität: keine, schwach, stark

Stabilität: nicht stabil, stabil

Ergebnisangabe: Neigung zur Schaumbildung, vereinfachtes Verfahren: schwache, nicht stabile Schaumbildung

VI Arbeitsanweisung Bestimmung der Farbe

Parameter: Farbe – visuelle Untersuchung

Grundlage: ISO 7887 Hauptabschnitt II

Bestimmung der Farbe von **trüben Eluaten** nach Filtration über 0,45µm Filter (Membranfilter)!

Geräte: Becherglas - Volumen 200ml, Alle Geräte gründlich reinigen!

Vorgehen:

1. Zu bestimmende Flüssigkeit wird in ein Becherglas überführt und gegen einen weißen Unter/Hintergrund gehalten/gestellt
2. Farbintensität und Farbton sind anzugeben

Farbintensität: farblos, schwach, stark

Farbton: z.B. gelblich braun, gelb

Ergebnisangabe: scheinbare Färbung (ISO 7887 Hauptabschnitt II), visuelles Verfahren: schwach gelblich braun

VII Arbeitsanweisung Bestimmung des Geruchs

Parameter: Geruch - qualitativ

Grundlage: DIN EN 1622 Anhang C – Qualitatives, vereinfachtes Verfahren

Von Gerüchen unbeeinflusste Umgebung zur Bestimmung aufsuchen!

Alle Geräte gründlich reinigen!

Vorgehen:

1. Probe in Gefäß überführen, verschließen und 10 s kräftig schütteln
2. Gefäß öffnen und Geruch bestimmen, durch Abgleich mit Trinkwasser Geruch bewerten

Geruchsintensität: geruchslos, schwach, stark

Geruchsart: z.B. organisch, mineralisch, erdig

Ergebnisangabe: Qualitativer Geruch (**DIN EN 1622 Anhang C**), vereinfachtes
Verfahren: schwach organisch

Anhang 2 Ergebnisse Vergleichsuntersuchung Rohdaten

Labor Code 8 - Zementleim

Parallele - Säule A	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	19,4	7,74	629	0,03	3,9	geruchlos	farblos	keine	09:48	1000
EW	20,5	7,58	616	0,13	3,3	geruchlos	farblos	keine	morgens	1000
Fr. 1	19,7	8,10	595	0,96	3,6	geruchlos	farblos	keine	13:42	2000
Fr. 2	19,8	8,01	646	0,02	6,1	geruchlos	farblos	keine	14:12	1850
Fr. 3	19,9	8,15	749	0,1	22,5	geruchlos	farblos	keine	14:42	1900
Fr. 4	20,2	8,4	725	0,08	20	geruchlos	farblos	keine	15:12	1930
Fr. 5	20,1	8,53	694	0,06	15	geruchlos	farblos	keine	15:42	2000
Fr. 6	20,2	8,59	674	0,02	12,5	geruchlos	farblos	keine	16:12	1900
Fr. 7	20,2	8,62	662	0,02	9,9	geruchlos	farblos	keine	16:42	1940
Fr. 8	20,3	8,65	654	0,02	8,9	geruchlos	farblos	keine	17:12	1940
Fr. 9	20,4	8,67	648	0,02	8,4	geruchlos	farblos	keine	17:42	2000
Fr. 10	20,5	8,68	645	0,02	7,8	geruchlos	farblos	keine	18:12	1900
Fr. 11	20,6	8,68	642	0,13	7,7	geruchlos	farblos	keine	18:42	1900
Fr. 12	20,7	8,68	641	0,02	6,6	geruchlos	farblos	keine	19:12	1920
Fr. 13	19,3	8,22	634	0,04	3,8	deutlich org.	farblos	keine	09:37	1870
Fr. 14	20,3	8,01	626	0,02	3,5	deutlich org.	farblos	keine	17:37	1900
Fr. 15	19,7	7,87	625	0,02	3,6	stark org.	farblos	keine	09:30	1900
Fr. 16	21,4	7,91	623	0,02	3,6	stark org.	farblos	keine	17:30	1900

Labor Code 8 - Zementleim

Parallele - Säule B	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	19,2	7,68	614	0,53	4	geruchlos	farblos	keine	09:48	1000
EW	20,5	7,58	616	0,13	3,3	geruchlos	farblos	keine	morgens	1000
Fr. 1	19,4	8,11	595	1,33	3,6	geruchlos	farblos	keine	13:49	1950
Fr. 2	19,6	8,04	625	0,02	5,1	geruchlos	farblos	keine	14:19	1950
Fr. 3	19,7	7,91	727	0,08	19	geruchlos	farblos	keine	14:49	1850
Fr. 4	19,8	8,1	737	0,06	20,5	geruchlos	farblos	keine	15:19	1900
Fr. 5	19,9	8,35	706	0,02	16,5	geruchlos	farblos	keine	15:49	1890
Fr. 6	19,9	8,42	678	0,23	17,5	geruchlos	farblos	keine	16:19	1920
Fr. 7	19,9	8,49	663	0,04	10,4	geruchlos	farblos	keine	16:49	1900
Fr. 8	20,1	8,49	651	0,02	8,9	geruchlos	farblos	keine	17:19	1850
Fr. 9	20,2	8,47	643	0,02	7,7	geruchlos	farblos	keine	17:49	1900
Fr. 10	20,3	8,46	639	0,02	7	geruchlos	farblos	keine	18:19	1900
Fr. 11	20,4	8,47	637	0,02	8,1	geruchlos	farblos	keine	18:49	
Fr. 12	20,4	8,47	635	0,02	6,4	geruchlos	farblos	keine	19:19	1900
Fr. 13	19,0	8,05	632	0,02	3,6	deutlich org.	farblos	keine	09:37	1950
Fr. 14	20,0	7,91	625	0,02	3,3	deutlich org.	farblos	keine	17:37	1860
Fr. 15	19,4	7,8	625	0,02	3,4	stark org.	farblos	keine	09:30	1870
Fr. 16	21,0	7,86	624	0,02	3,2	stark org.	farblos	keine	17:30	1900

Labor Code 8 - Zementleim

Parallele - Säule C	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	19,3	7,69	614	0,02	3,5	geruchlos	farblos	keine	09:48	1000
EW	20,5	7,58	616	0,13	3,3	geruchlos	farblos	keine	morgens	1000
Fr. 1	19,5	8,17	589	1,17	4,2	geruchlos	farblos	keine	13:42	2000
Fr. 2	19,6	8,09	769	0,21	23	geruchlos	farblos	keine	14:12	2000
Fr. 3	19,7	8,24	783	0,14	27,5	geruchlos	farblos	keine	14:42	1950
Fr. 4	19,9	8,5	716	0,07	18,5	geruchlos	farblos	keine	15:12	1950
Fr. 5	19,9	8,56	688	0,04	14	geruchlos	farblos	keine	15:42	2000
Fr. 6	20,0	8,59	669	0,02	11	geruchlos	farblos	keine	16:12	1900
Fr. 7	20,0	8,61	656	0,02	8,8	geruchlos	farblos	keine	16:42	1925
Fr. 8	20,1	8,62	648	0,02	8	geruchlos	farblos	keine	17:12	1970
Fr. 9	20,2	8,63	642	0,02	7,5	geruchlos	farblos	keine	17:42	2000
Fr. 10	20,2	8,64	639	0,02	6,8	geruchlos	farblos	keine	18:12	1950
Fr. 11	20,4	8,66	638	0,02	6,4	geruchlos	farblos	keine	18:42	1950
Fr. 12	20,4	8,63	637	0,05	6,1	geruchlos	farblos	keine	19:12	1990
Fr. 13	18,7	8,2	633	0,02	4	deutlich org.	farblos	keine	09:37	1900
Fr. 14	19,9	7,98	625	0,02	3,6	deutlich org.	farblos	keine	17:37	1900
Fr. 15	19,2	7,85	624	0,02	3,3	stark org.	farblos	keine	09:30	1970
Fr. 16	20,9	7,91	623	0,02	3,8	deutlich org.	farblos	keine	17:30	2050

Labor Code 8 Polyacrylat

Parallele - Säule A	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumb.	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	20,5	7,74	633	0,35	2,9	geruchlos	farblos	keine	10:30	1000
EW	20,3	7,66	638	0,11	3,4	geruchlos	farblos	keine	10:40	1000
Fr. 1	20,5	7,75	633	0,48	2,9	geruchlos	farblos	keine	12:11	
Fr. 2	20,0	7,66	635	0,02	3,1	geruchlos	farblos	keine	12:41	2050
Fr. 3	20,9	7,69	639	0,02	5,3	geruchlos	farblos	keine	13:11	1850
Fr. 4	21,4	7,61	713	0,09	46	geruchlos	farblos	schwach, nicht stabil	13:41	1950
Fr. 5	21,6	7,58	1054	0,02	260	geruchlos	farblos	stark, nicht stabil	14:11	1975
Fr. 6	21,7	7,59	1341	0,02	465	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	14:41	1990
Fr. 7	21,8	7,68	997	0,02	245	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	15:11	1950
Fr. 8	21,8	7,72	796	0,25	115	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	15:41	1960
Fr. 9	21,7	7,73	729	0,75	50	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	16:11	2000
Fr. 10	21,5	7,78	699	0,76	30,5	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	16:41	2000
Fr. 11	21,4	7,75	686	0,58	20,5	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	17:11	2000
Fr. 12	21,3	7,75	682	0,37	16	schw. org.	farblos	schwach, nicht stabil	17:41	1950
Fr. 13	19,7	7,77	657	0,06	5,2	geruchlos	farblos	keine	09:40	2000
Fr. 14	20,1	7,69	658	0,04	4,7	geruchlos	farblos	keine	17:40	1900
Fr. 15	19,3	7,7	657	0,12	4,8	geruchlos	farblos	keine	09:40	2000
Fr. 16	19,4	7,75	641	0,02	5	geruchlos	farblos	keine	17:40	1900

Labor Code 8 Polyacrylat

Parallele - Säule B	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	20,4	7,71	635	0,16	2,9	geruchlos	farblos	keine	10:30	1000
EW	20,3	7,66	638	0,11	3,4	geruchlos	farblos	keine	10:40	1000
Fr. 1	20,3	7,79	632	2,63	3,1	geruchlos	farblos	keine	12:32	1750
Fr. 2	20,4	7,73	634	0,02	2,8	geruchlos	farblos	keine	13:02	1750
Fr. 3	20,8	7,65	634	0,02	3,3	geruchlos	farblos	keine	13:32	1970
Fr. 4	21,1	7,64	644	0,02	7	geruchlos	farblos	keine	14:02	1950
Fr. 5	21,4	7,6	867	0,02	160	geruchlos	farblos	stark, nicht stabil	14:32	1950
Fr. 6	21,6	7,61	1116	0,02	340	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	15:02	1940
Fr. 7	21,7	7,68	1072	0,02	305	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	15:32	1950
Fr. 8	21,6	7,7	875	0,02	170	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	16:02	2000
Fr. 9	21,4	7,74	761	0,15	68	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	16:32	1850
Fr. 10	21,3	7,71	791	0,61	42	schw. org.	farblos	stark, stabil	17:02	1950
Fr. 11	21,2	7,73	699	0,63	28	schw. org.	farblos	stark, stabil	17:32	1950
Fr. 12	21,1	7,74	689	0,66	21,5	schw. org.	farblos	stark, stabil	18:02	1950
Fr. 13	19,6	7,77	655	0,23	4,5	kein - schw.org.	farblos	schwach	09:40	1950
Fr. 14	20	7,71	656	0,02	4,4	geruchlos -	farblos	schwach, nicht stabil	17:40	1900
Fr. 15	19,1	7,71	655	0,03	4,1	kein - schw.org.	farblos	keine	09:40	2000
Fr. 16	19,2	7,74	642	0,02	4,1	geruchlos -	farblos	keine	17:40	1900

Labor Code 8 Polyacrylat

Parallele - Säule C	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	20,2	7,69	635	0,17	3,1	geruchlos	farblos	keine	10:30	1000
EW	20,3	7,66	638	0,11	3,4	geruchlos	farblos	keine	10:40	1000
Fr. 1	20,1	7,76	632	4,17	3,1	geruchlos	farblos	keine	12:56	1700
Fr. 2	20,3	7,66	634	0,02	3,3	geruchlos	farblos	keine	13:26	2020
Fr. 3	20,6	7,65	634	0,02	3,2	geruchlos	farblos	keine	13:56	2100
Fr. 4	20,8	7,63	680	0,07	29,5	geruchlos	farblos	schwach, nicht stabil	14:26	2050
Fr. 5	21,2	7,58	947	0,02	210	geruchlos	farblos	stark, nicht stabil	14:56	1970
Fr. 6	21,4	7,6	1168	0,03	365	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	15:26	2040
Fr. 7	21,4	7,66	961	0,06	220	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	15:56	2000
Fr. 8	21,3	7,68	800	0,49	125	schw. org.	farblos	stark, stabil	16:26	2000
Fr. 9	21,3	7,72	741	1,08	56,5	schw. org.	farblos	stark, nicht stabil	16:56	2000
Fr. 10	21,1	7,73	713	1,2	40	schw. org.	farblos	stark, stabil	17:26	2050
Fr. 11	20,0	7,74	695	1,03	26	schw. org.	farblos	stark, stabil	17:56	1950
Fr. 12	21,0	7,76	685	0,82	18	schw. org.	farblos	stark, stabil	18:26	2000
Fr. 13	19,4	7,78	655	0,21	6	geruchlos	farblos	keine - schwach	09:40	2000
Fr. 14	19,8	7,69	656	0,02	4,3	geruchlos	farblos	schwach, nicht stabil	17:40	2000
Fr. 15	19,0	7,76	655	0,02	4,1	geruchlos	farblos	keine	09:40	2150
Fr. 16	19,1	7,74	642	0,02	4,2	geruchlos	farblos	keine	17:40	2020

Labor Code 10 - Zementleim

Parallele - Säule A	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	19,2	7,78	637	0,39	2,7	geruchlos	farblos	keine	07:00	2
EW	18,2	7,83	636	0,29	2,2	geruchlos	farblos	keine	07:30	2
Fr. 1	20	7,86	772	0,27	19	geruchlos	farblos	keine	10:00	1,72
Fr. 2	20	8,16	883	0,51	38	geruchlos	farblos	keine	10:30	1,72
Fr. 3	20	9,28	786	0,25	28	geruchlos	farblos	keine	11:00	1,66
Fr. 4	20	9,2	717	0,13	20	geruchlos	farblos	keine	11:30	1,84
Fr. 5	20	9,01	679	0,18	13	geruchlos	farblos	keine	12:00	2,00
Fr. 6	20	9,02	660	0,1	9,7	geruchlos	farblos	keine	12:30	2,00
Fr. 7	20	9,12	659	0,11	7,8	geruchlos	farblos	keine	13:00	1,95
Fr. 8	20	9,15	652	<0,1	6,7	geruchlos	farblos	keine	13:30	1,98
Fr. 9	20,2	9,13	647	0,13	6	geruchlos	farblos	keine	14:00	1,94
Fr. 10	20,2	9,1	640	0,1	5,5	geruchlos	farblos	keine	14:30	1,96
Fr. 11	20,2	8,95	625	0,23	2,5	geruchlos	farblos	keine	15:00	1,94
Fr. 12	20,2	8,76	621	0,27	2,2	geruchlos	farblos	keine	15:30	19,6
Fr. 13	20,2	8,33	617	0,28	1,9	faulig, H ₂ S stark	farblos	keine	07:00	1,92
Fr. 14	20,4	8,22	614	0,32	2	faulig, H ₂ S stark	farblos	keine	15:00	1,90
Fr. 15	20,2	7,94	629	0,17	1,8	faulig, H ₂ S etwas geringer	farblos	keine	07:00	1,82
Fr. 16	20,2	8,15	606	0,58	1,7	faulig, H ₂ S etwas geringer	farblos	keine	15:00	2,00

Labor Code 10 - Zementleim

Parallele - Säule B	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	20,1	7,72	630	0,32	2,8	geruchlos	farblos	keine	07:00	2
EW	19,3	8,15	662	0,14	6,4	geruchlos	farblos	keine	07:30	2
Fr. 1	20,4	8,39	874	0,13	36	geruchlos	farblos	keine	10:00	2,033
Fr. 2	20,4	9,4	771	<0,1	24	geruchlos	farblos	keine	10:30	2,02
Fr. 3	20,4	9,29	703	<0,1	16	geruchlos	farblos	keine	11:00	2
Fr. 4	20,4	9,33	678	<0,1	13	geruchlos	farblos	keine	11:30	2,017
Fr. 5	20,4	9,35	666	<0,1	9,7	geruchlos	farblos	keine	12:00	2
Fr. 6	20,5	9,31	654	<0,1	8	geruchlos	farblos	keine	12:30	2
Fr. 7	20,6	9,25	639	<0,1	6,9	geruchlos	farblos	keine	13:00	2
Fr. 8	20,6	9,26	640	<0,1	6,4	geruchlos	farblos	keine	13:30	2
Fr. 9	20,8	9,25	631	<0,1	5,8	geruchlos	farblos	keine	14:00	2
Fr. 10	20,7	9,11	621	<0,1	5,8	geruchlos	farblos	keine	14:30	2,019
Fr. 11	21	8,94	620	<0,1	2,3	geruchlos	farblos	keine	15:00	2
Fr. 12	20,6	8,76	615	0,1	2	geruchlos	farblos	keine	15:30	2
Fr. 13	20,8	8,45	613	0,15	1,9	geringer H ₂ S Geruch	farblos	keine	07:00	1,96
Fr. 14	21	8,34	609	<0,1	1,8	starker H ₂ S Geruch	farblos	keine	15:00	1,94
Fr. 15	20,4	7,83	614	0,12	1,8	starker H ₂ S Geruch	farblos	keine	07:00	1,9
Fr. 16	20,1	8,11	613	<0,1	1,7	starker H ₂ S Geruch	farblos	keine	15:00	2,04

Labor Code 10 - Zementleim

Parallele - Säule C	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	22	7,86	619	0,15	1,9	geruchlos	farblos	keine	07:00	1,93
EW	18,2	8,19	615	0,21	1,7	geruchlos	farblos	keine	07:30	2
Fr. 1	20,6	7,75	628	0,35	2,3	geruchlos	farblos	keine	10:00	2
Fr. 2	20,6	7,75	696	0,33	9,6	geruchlos	farblos	keine	10:30	2
Fr. 3	20,8	8,23	851	0,12	33	geruchlos	farblos	keine	11:00	2,02
Fr. 4	20,8	9,48	769	0,14	23	geruchlos	farblos	keine	11:30	2
Fr. 5	21	9,54	709	0,1	15	geruchlos	farblos	keine	12:00	2,01
Fr. 6	21	9,5	682	0,11	11	geruchlos	farblos	keine	12:30	2
Fr. 7	21	9,25	653	<0,1	8,3	geruchlos	farblos	keine	13:00	2,02
Fr. 8	21	9,46	661	<0,1	7	geruchlos	farblos	keine	13:30	2
Fr. 9	21,2	9,48	655	<0,1	6,1	geruchlos	farblos	keine	14:00	2,02
Fr. 10	21,2	9,15	629	<0,1	5,5	geruchlos	farblos	keine	14:30	2
Fr. 11	21,2	9,37	641	<0,1	5,2	geruchlos	farblos	keine	15:00	2,018
Fr. 12	21,6	9,4	631	0,11	4,9	geruchlos	farblos	keine	15:30	2
Fr. 13	22	9,02	626	0,12	2,2	Geruch nach H ₂ S	farblos	keine	07:15	1,96
Fr. 14	22,4	8,78	622	0,12	2	stark nach H ₂ S	farblos	keine	15:15	1,94
Fr. 15	21,8	8,33	622	0,21	1,9	stark nach H ₂ S	farblos	keine	07:15	1,9
Fr. 16	22,1	8,17	619	0,16	1,8	stark nach H ₂ S	farblos	keine	15:15	1,98

Labor Code 10 Polyacrylat

Parallele - Säule A	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumb.	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmevolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	24,7	7,71	637	0,30	1,8	geruchlos	farblos	keine	07:00	2,010
EW	24,6	8,19	599	1,22	1,8	geruchlos	farblos	keine	08:00	2
Fr. 1	24,8	7,75	614	0,37	1,7	geruchlos	farblos	keine	08:30	1,800
Fr. 2	25,0	7,74	650	0,22	24	geruchlos	farblos	leichte Schaumb.	09:00	1,840
Fr. 3	25,6	7,52	1010	0,19	250	geruchlos	farblos	schwach, instabil	09:30	1,940
Fr. 4	25,5	7,60	1090	0,31	300	geruchlos	farblos	schwach, instabil	10:00	1,915
Fr. 5	25,6	7,74	811	0,24	120	schwach organisch	farblos	schwach, instabil	10:30	1,920
Fr. 6	25,4	7,77	704	0,35	58	schwach organisch	farblos	schwach, instabil	11:00	1,890
Fr. 7	25,2	7,78	663	0,30	32	schwach organisch	farblos	schwach, nach 30s zurückgeg.	11:30	1,910
Fr. 8	25,0	7,79	651	0,23	20	schwach organisch	farblos	stabil (60s)	12:00	1,890
Fr. 9	24,8	7,75	640	0,23	13	schwach organisch	farblos	stabil (60s)	12:30	1,900
Fr. 10	24,8	7,74	632	0,20	9,3	schwach organisch	farblos	schwach, instabil	13:00	1,900
Fr. 11	24,6	7,71	626	0,19	7,6	schwach organisch	farblos	schwach, instabil	13:30	1,910
Fr. 12	24,6	7,75	630	0,20	6,3	schwach organisch	farblos	schwach, instabil	14:00	1,900
Fr. 13	24,0	7,71	617	0,21	3,3	schwach organisch	farblos	schwach, instabil	07:00	1,940
Fr. 14	24,6	7,74	612	0,19	2,8	geruchlos	farblos	schwach, instabil	15:00	1,960
Fr. 15	24,4	7,74	610	0,18	2,5	geruchlos	farblos	schwach, instabil	07:00	1,920
Fr. 16	25,1	7,76	607	0,17	2,5	geruchlos	farblos	schwach, instabil	15:30	1,960

Labor Code 10 Polyacrylat

Parallele - Säule B	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	23,4	7,84	599	0,25	2	geruchlos	farblos	keine	07:00	1,970
EW	23,5	8,19	585	1,17	1,7	geruchlos	farblos	keine	07:30	2
Fr. 1	23,5	7,87	582	0,3	1,9	geruchlos	farblos	keine	08:45	1,960
Fr. 2	23,5	7,84	582	0,47	1,8	geruchlos	farblos	keine	09:15	2,044
Fr. 3	23,9	7,84	618	0,26	23	geruchlos	farblos	schwach, instabil	09:45	2,054
Fr. 4	24,4	7,60	1040	0,37	270	schwach organisch	farblos	stark, instabil	10:15	2,032
Fr. 5	24,6	7,64	1110	0,18	320	schwach organisch	farblos	stark, instabil	10:45	2,073
Fr. 6	24,8	7,64	875	0,17	170	schwach organisch	farblos	stark, instabil	11:15	2,010
Fr. 7	24,6	7,91	724	0,26	78	schwach organisch	farblos	stark, instabil	11:45	2,030
Fr. 8	24,6	7,94	647	0,37	36	schwach organisch	farblos	stark, instabil	12:15	2,009
Fr. 9	24,5	7,95	629	0,38	25	schwach organisch	farblos	stark, instabil	12:45	2,018
Fr. 10	24,4	7,92	617	0,39	18	schwach organisch	farblos	stark, instabil	13:15	2,000
Fr. 11	24,4	7,98	607	0,32	14	schwach organisch	farblos	stark, stabil (2 Min.)	13:45	2,000
Fr. 12	24,4	7,95	604	0,31	12	schwach organisch	farblos	schwach, noch stabil	14:15	1,960
Fr. 13	24,0	7,80	603	0,28	4,3	geruchlos	farblos	schwach, instabil	07:00	1,925
Fr. 14	24,0	7,80	596	0,3	3,7	geruchlos	farblos	schwach, instabil	15:00	1,940
Fr. 15	23,8	7,79	607	0,27	3,3	geruchlos	farblos	schwach, instabil	07:00	1,900
Fr. 16	24,4	7,78	601	0,19	3,2	geruchlos	farblos	schwach, instabil	15:00	1,980

Labor Code 10 Polyacrylat

Parallele - Säule C	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	20,7	7,67	605	0,19	2	geruchlos	farblos	keine	07:00	1,980
EW	20,7	8,15	602	0,78	1,8	geruchlos	farblos	keine	07:40	2
Fr. 1	20,8	7,69	616	0,23	1,9	geruchlos	farblos	keine	08:35	2,074
Fr. 2	20,8	7,75	628	0,12	13	geruchlos	farblos	keine	09:05	2,078
Fr. 3	21,6	7,60	655	0,14	150	geruchlos	farblos	gering, instabil	09:35	2,088
Fr. 4	22,0	7,61	1100	0,09	300	geruchlos	farblos	instabil	10:05	2,086
Fr. 5	22,0	7,79	847	0,44	140	schwach organisch	farblos	stabil (50s)	10:35	2,088
Fr. 6	22,0	7,82	716	0,84	67	schwach organisch	farblos	stabil (50s)	11:05	2,084
Fr. 7	21,8	7,82	664	0,76	37	schwach organisch	farblos	stabil	11:35	2,075
Fr. 8	21,6	7,82	646	0,72	24	schwach organisch	farblos	stabil	12:05	2,076
Fr. 9	21,2	7,83	636	0,54	17	schwach organisch	farblos	stabil	12:35	2,088
Fr. 10	21,2	7,83	629	0,5	13	schwach organisch	farblos	stabil	13:05	2,084
Fr. 11	21,2	7,86	626	0,36	12	schwach organisch	farblos	stabil	13:35	2,084
Fr. 12	21,2	7,85	625	0,29	9,9	schwach organisch	farblos	stabil	14:05	2,054
Fr. 13	21,1	7,82	643	0,22	3,3	geruchlos	farblos	keine	07:15	1,890
Fr. 14	21,4	7,83	652	0,13	2,9	geruchlos	farblos	keine	15:15	2,054
Fr. 15	21,4	7,84	658	0,1	2,6	geruchlos	farblos	keine	07:15	2,035
Fr. 16	21,8	7,84	660	0,27	2,5	geruchlos	farblos	keine	15:15	2,028

Labor Code 12 - Zementleim

Parallele - Säule D	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	23,9	7,81	511	0,30	2,7	sandig	farblos	keine	09.00	2
EW	20,1	7,48	512	0,13	2,8	ohne	farblos	keine	09:05	2
Fr. 1	23,4	8,01	591	3,87	21,3	stark kalkig sandig	schwach gelblig	keine	09:05	1,6
Fr. 2	23,6	8,69	759	0,49	43,0	stark kalkig sandig	farblos	keine	09:35	2
Fr. 3	23,7	8,88	608	0,24	16,2	stark sandig	farblos	keine	10:05	2
Fr. 4	23,8	8,93	590	0,23	12,5	stark sandig	farblos	keine	10:35	2
Fr. 5	23,9	9,0	572	0,21	9,8	stark sandig	farblos	keine	11:05	2
Fr. 6	23,8	9,01	555	0,21	7,5	stark sandig	farblos	keine	11:35	2
Fr. 7	23,7	8,93	542	0,20	6,5	stark sandig	farblos	keine	12:05	2
Fr. 8	23,7	8,73	536	0,19	5,9	schwach sandig	farblos	keine	12:35	2
Fr. 9	23,6	8,91	529	0,18	5,4	schwach sandig	farblos	keine	13:05	2
Fr. 10	23,7	8,87	526	0,18	5,2	schwach sandig	farblos	keine	13:35	2
Fr. 11	23,4	8,61	523	0,17	4,9	schwach sandig	farblos	keine	14:05	2
Fr. 12	23,6	8,68	521	0,17	4,8	schwach sandig	farblos	keine	14:35	2
Fr. 13	23,7	8,15	502	0,19	2,8	stark faulig	farblos	keine	08:30	2
Fr. 14	22,9	8,04	503	0,16	2,7	stark faulig	farblos	keine	16:30	2
Fr. 15	23,0	7,87	499	0,16	2,7	stark faulig	farblos	keine	07:30	2
Fr. 16	23,0	7,93	503	0,13	2,7	stark faulig	farblos	keine	15:30	2

Labor Code 12 - Zementleim

Parallele - Säule E	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	23,9	7,81	511	0,30	2,7	sandig	farblos	keine	09.00	2
EW	20,1	7,48	512	0,13	2,8	ohne	farblos	keine	09:05	2
Fr. 1	23,4	8,19	658	6,68	30,3	stark erdig	schwach gelblich	keine	09:05	1,6
Fr. 2	23,6	8,68	692	0,53	31,7	stark erdig	farblos	keine	09:35	2
Fr. 3	23,7	8,99	617	0,25	15,2	stark erdig	farblos	keine	10:05	2
Fr. 4	23,8	9,03	575	0,21	8,9	schwach sandig	farblos	keine	10:35	2
Fr. 5	23,8	9,03	560	0,22	6,5	schwach sandig	farblos	keine	11:05	2
Fr. 6	23,8	8,92	549	0,21	5,8	schwach sandig	farblos	keine	11:35	2
Fr. 7	23,8	8,83	542	0,20	5,3	schwach sandig	farblos	keine	12:05	2
Fr. 8	23,7	8,81	537	0,23	5,1	schwach sandig	farblos	keine	12:35	2
Fr. 9	23,7	8,85	534	0,20	5,0	schwach sandig	farblos	keine	13:05	2
Fr. 10	23,7	8,81	532	0,19	4,8	schwach sandig	farblos	keine	13:35	2
Fr. 11	23,6	8,75	530	0,20	4,7	schwach sandig	farblos	keine	14:05	2
Fr. 12	23,9	8,67	522	0,18	4,5	schwach sandig	farblos	keine	14:35	2
Fr. 13	23,7	8,03	504	0,20	2,7	stark faulig	farblos	keine	08:30	2
Fr. 14	23,1	7,95	505	0,18	2,7	stark faulig	farblos	keine	16:30	2
Fr. 15	23,2	7,80	502	0,17	2,7	stark faulig	farblos	keine	07:30	2
Fr. 16	23,3	7,84	503	0,17	2,7	stark faulig	farblos	keine	15:30	2

Labor Code 12 - Zementleim

Parallele - Säule F	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	TOC	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[µS/cm]	[FNU]	[mg/l]					
BW	23,9	7,81	511	0,30	2,7	sandig	farblos	keine	09.00	2
EW	20,1	7,48	512	0,13	2,8	ohne	farblos	keine	09:05	2
Fr. 1	23,5	8,27	493	1,63	3,5	stark sandig	schwach gelblich	keine	09:05	1,8
Fr. 2	23,5	8,28	519	0,26	4,4	stark sandig	farblos	keine	09:35	2
Fr. 3	23,6	8,43	592	0,25	10,7	mineralisch	farblos	keine	10:05	2
Fr. 4	23,8	8,44	674	0,25	24,9	mineralisch	farblos	keine	10:35	2
Fr. 5	23,7	8,67	603	0,20	15,6	mineralisch	farblos	keine	11:05	2
Fr. 6	24,0	8,51	564	0,21	10,4	schwach sandig	farblos	keine	11:35	2
Fr. 7	24,0	8,51	547	0,18	7,7	schwach sandig	farblos	keine	12:05	2
Fr. 8	24,1	8,50	536	0,17	6,4	schwach sandig	farblos	keine	12:35	2
Fr. 9	24,0	8,70	529	0,21	5,7	schwach sandig	farblos	keine	13:05	2
Fr. 10	24,0	8,67	527	0,16	5,3	schwach sandig	farblos	keine	13:35	2
Fr. 11	23,9	8,80	530	0,17	5,0	schwach sandig	farblos	keine	14:05	2
Fr. 12	23,7	8,70	518	0,17	4,7	schwach sandig	farblos	keine	14:35	2
Fr. 13	23,7	8,01	496	0,17	2,8	stark faulig	farblos	keine	08:30	2
Fr. 14	23,4	7,95	498	0,16	2,7	stark faulig/sandig	farblos	keine	16:30	2
Fr. 15	23,1	7,75	498	0,15	2,7	stark faulig	farblos	keine	07:30	2
Fr. 16	23,1	7,88	500	0,17	2,7	stark faulig	farblos	keine	15:30	2

Labor Code 12 Polyacrylat

Parallele - Säule D	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	Geruch	Farbe	N. z. Schaumb.	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[μS/cm]	[FNU]					
BW	22,5	7,92	495	0,12	sandig	farblos	keine	07:00	2,0
EW	22,6	7,96	506	0,12	ohne	farblos	keine	08:00	2,0
Fr. 1	21,4	7,94	497	0,55	stark sandig	farblos	keine	08:35	1,6
Fr. 2	21,6	7,82	500	0,13	stark sandig	farblos	stark nicht stabil	09:05	2,0
Fr. 3	22,3	7,66	636	0,16	schwach sandig	farblos	stark nicht stabil	09:35	2,0
Fr. 4	22,6	7,53	1023	0,14	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	10:05	2,0
Fr. 5	22,9	7,53	1126	0,13	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	10:35	2,0
Fr. 6	23,1	7,65	848	0,14	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	11:05	2,0
Fr. 7	23,0	7,60	653	0,16	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	11:35	2,0
Fr. 8	23,0	7,64	584	0,26	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	12:05	2,0
Fr. 9	22,7	7,64	560	0,28	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	12:35	2,0
Fr. 10	22,5	7,69	545	0,3	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	13:05	2,0
Fr. 11	22,5	7,66	533	0,32	schwach organisch	farblos	schwach nicht stabil	13:35	2,0
Fr. 12	22,3	7,76	530	0,37	schwach organisch	farblos	schwach nicht stabil	14:05	2,0
Fr. 13	21,4	7,72	504	0,14	schwach organisch	farblos	keine	07:35	2,0
Fr. 14	21,5	7,47	495	0,32	schwach sandig	farblos	keine	15:35	2,0
Fr. 15	21,5	7,80	497	0,19	schwach sandig	farblos	keine	07:35	2,0
Fr. 16	22,1	7,60	497	0,53	schwach sandig	farblos	keine	15:35	2,0

Labor Code 12 Polyacrylat

Parallele - Säule E	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[μ S/cm]	[FNU]					
BW	22,5	7,92	495	0,12	sandig	farblos	keine	07:00	2,0
EW	22,6	7,96	506	0,12	ohne	farblos	keine	08:00	2,0
Fr. 1	21,6	7,81	495	0,51	stark sandig	farblos	keine	08:50	1,4
Fr. 2	21,8	7,78	499	0,31	stark sandig	farblos	keine	09:20	2,0
Fr. 3	22,1	7,89	570	0,56	schwach sandig	farblos	schwach nicht stabil	09:50	2,0
Fr. 4	22,6	7,46	1025	0,16	stark organisch	farblos	schwach nicht stabil	10:20	2,0
Fr. 5	22,3	7,42	1058	0,27	stark organisch	farblos	schwach nicht stabil	10:50	2,0
Fr. 6	22,9	7,37	825	0,17	stark organisch	farblos	schwach nicht stabil	11:20	2,0
Fr. 7	22,8	7,67	663	0,26	stark organisch	farblos	schwach nicht stabil	11:50	2,0
Fr. 8	22,7	7,57	600	0,5	schwach organisch	farblos	schwach nicht stabil	12:20	2,0
Fr. 9	22,6	7,62	578	0,31	schwach organisch	farblos	schwach nicht stabil	12:50	2,0
Fr. 10	22,5	7,59	560	0,29	schwach sandig	farblos	schwach nicht stabil	13:20	2,0
Fr. 11	22,5	7,58	551	0,24	schwach sandig	farblos	schwach nicht stabil	13:50	2,0
Fr. 12	22,3	7,62	546	0,21	schwach sandig	farblos	schwach nicht stabil	14:20	2,0
Fr. 13	21,5	7,77	506	0,16	schwach sandig	farblos	keine	07:35	2,0
Fr. 14	21,7	7,68	499	0,5	schwach sandig	farblos	keine	15:35	2,0
Fr. 15	21,7	7,73	500	0,25	schwach sandig	farblos	keine	07:35	2,0
Fr. 16	22,4	7,75	497	0,43	schwach sandig	farblos	keine	15:35	2,0

Labor Code 12 Polyacrylat

Parallele - Säule F	Temp.	pH-Wert	elektr. Leitf.	Trübung	Geruch	Farbe	N. z. Schaumbildung	Entnahmezeitpunkt [h:min]	Entnahmenvolumen [l]
Fraktionen	[°C]		[μS/cm]	[FNU]					
BW	22,5	7,92	495	0,12	sandig	farblos	keine	07:00	2,0
EW	22,6	7,96	506	0,12	ohne	farblos	keine	08:00	2,0
Fr. 1	21,4	7,85	498	0,63	stark sandig	farblos	keine	09:10	1,6
Fr. 2	21,7	7,67	496	0,16	stark sandig	farblos	keine	09:40	2,0
Fr. 3	22,2	7,74	497	0,15	stark sandig	farblos	keine	10:10	2,0
Fr. 4	22,4	7,47	651	0,35	schwach organisch	farblos	stark nicht stabil	10:40	2,0
Fr. 5	22,8	7,47	954	0,18	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	11:10	2,0
Fr. 6	23	7,48	1069	0,14	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	11:40	2,0
Fr. 7	23	7,56	934	0,15	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	12:10	2,0
Fr. 8	22,9	7,6	781	0,15	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	12:40	2,0
Fr. 9	23,1	7,63	680	0,22	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	13:10	2,0
Fr. 10	22,9	7,59	605	0,28	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	13:40	2,0
Fr. 11	22,6	7,63	569	0,3	stark organisch	farblos	stark nicht stabil	14:10	2,0
Fr. 12	22,6	7,79	539	0,29	schwach organisch	farblos	schwach nicht stabil	14:40	2,0
Fr. 13	21,5	7,57	507	0,17	schwach sandig	farblos	keine	07:35	2,0
Fr. 14	22	7,57	500	0,46	ohne	farblos	keine	15:35	2,0
Fr. 15	21,6	7,73	500	0,21	ohne	farblos	keine	07:35	2,0
Fr. 16	22,3	7,71	497	0,41	ohne	farblos	keine	15:35	2,0

Anhang 3 Vereinigung Einzelfraktionen zu Mischfraktionen (90% TOC/DOC)

1 Allgemein

Für die Vereinigung der Eluatfraktionen zu einer Mischfraktion ist der 90% Anteil des gesamten eluierbaren DOC heranzuziehen. Alle Einzelfraktionen mit einem DOC > 5 mg/l werden in die Berechnung mit einbezogen. Die Grenze von 5 mg/l kann jedoch bauproduktspezifisch und je nach Höhe des eluierten DOC variieren. Bei geringen DOC Konzentrationen (z.B. bei Zementleim) kann eine zu niedrige DOC Grenze zu starken Verdünnungen und somit zu einer ungewünschten Verringerung der DOC Konzentration in der 90%DOC-Phase (Maximalphase) führen.

2 Bestimmung der 90% Maximalphase

Von der ermittelten DOC-Konzentration pro Fraktion wird die Summe an gesamt eluiertem DOC gebildet und der 90%-Anteil bestimmt. Ausgehend von der höchsten DOC-Konzentration werden solange die Einzelfraktionen zusammengefasst bis 90 ± 5 % des Gesamt-DOC erreicht sind. Das Ziel ist, den 90% Anteil so gut es geht zu erfassen. Im Einzelfall ist zu prüfen, ob eine Unter- oder Überschreitung eine bessere Annäherung an die 90%-Grenze liefert. Die ausgewählten Fraktionen werden in gleichen Teilen zu einer Maximalphase vereinigt, je nach erforderlicher Eluatmenge.

Die gebildete Maximalphase repräsentiert somit 90% des Gesamt-DOC. In Abbildung 1 ist beispielhaft die Verreinigung der Einzelfraktionen zur 90%DOC-Maximalphase aufgeführt. In diesem Beispiel repräsentieren die durch dieses Vorgehen gebildete Maximalphasen 88 – 93 % des Gesamt-DOC. Die DOC-Grenze für die Summenberechnung liegt hier bei 5 mg/l. Alle Fraktionen die darunter liegen, wurden nicht in die Summenberechnung einbezogen.

3 Abklingphase

Aus den nachfolgenden Fraktionen, die nicht zur Bildung der Maximalphase herangezogen wurden, ist die Abklingphase zu bilden. Dabei werden alle Fraktionen herangezogen die eine DOC-Konzentration ≤ 10 mg/l aufweisen.

Fraktion	DOC in mg/l					
	Säule A		Säule B		Säule C	
BW	3,4		3,2		3,4	
1	4,1		11,1		5	
2	6,4		85		40	
3	17,5		215		60	
4	50		225		80	
5	80		225		105	
6	105		205		100	
7	115		175		90	
8	103		160		70	
9	87		124		47	
10	70		95	1509	38	630
11	60		79		25	
12	45	715	65		20	
13	8				7	
14	6,6				6,7	
15	6,7				6,5	
16	6				5,5	
17	5,5				4,5	
18	4,5		5,3		4,5	
19	4,6		4,1		4,5	
Summe DOC die in Berechnung eingeht [mg/l]						
	771,7		1719,6		705,7	
90% DOC-Grenze [mg/l]						
	694,53		1547,64		635,13	
Anteil DOC der gebildeten Mischfraktion von Summe DOC [%]						
	92,7		87,8		89,3	

Abbildung 1: Rechnerische Bildung der 90% Fraktion (Maximalphase)

Anhang 4 Versuchsbedingungen VU

Tabelle 1: Zusammenfassung der übertragenen Versuchsbedingungen VU

Teilnehmer	Referenzmaterial (VUM)	Zementleim mit Biozid	Polyacrylat
Labor (Code) 8	Datum Beginn der Prüfung	18.08.2009	11.08.2009
	Datum Ende der Prüfung	20.08.2009	13.08.2009
	Volumen/Masse des injizierten/eingebauten Materials	991 bzw. 990 g	993 bis 1007 g
	Anzahl Parallelen	3	3
	Anzahl Proben je Parallele (incl. BW)	18	18
	Dauer der Elution [h]	52h 45min	max. 54h
	Raumtemperatur [°C]	18,5	18,5
	Aufbereitung der Eluatproben	nein	nein
	Lagerung/Konservierung der Proben vor Analyse	Lagerung bei 4 °C im Dunklen	Lagerung bei 4 °C im Dunklen
Labor (Code) 12	Datum Beginn der Prüfung	01.09.2009	21.09.2009
	Datum Ende der Prüfung	03.09.2009	23.09.2009
	Volumen/Masse des injizierten/eingebauten Materials	1,0 kg	1,1 kg
	Anzahl Parallelen	3 Säulen	3 Säulen
	Anzahl Proben je Parallele (incl. BW)	18	18
	Dauer der Elution [h]	54 h 25 min (ab Injektion)	55 h 30 min
	Raumtemperatur [°C]	22,0	22,50
	Aufbereitung der Eluatproben	gemäß Norm	gemäß Norm
	Lagerung/Konservierung der Proben vor Analyse	Lagerung bei 4 °C im Dunkeln!	Lagerung bei 4 °C im Dunkeln!
Labor (Code) 10	Datum Beginn der Prüfung	16.09. + 23.09. + 30.09.2009	18.08. + 25.08. + 08.09.2009
	Datum Ende der Prüfung	18.09. + 25.09. + 02.10.2009	20.08. + 27.08. + 10.09.2009
	Volumen/Masse des injizierten/eingebauten Materials	jeweils 1.000 g	958 bis 1.044 g
	Anzahl Parallelen	1 pro Durchgang (insg. 3)	1 pro Durchgang (insg. 3)
	Anzahl Proben je Parallele (incl. BW)	18	18
	Dauer der Elution [h]	jeweils 54:00 h	55:30 h (A) 54:45 h (B) 55:10 h (C)
	Raumtemperatur [°C]	Säule A: 18,2 - 20,4 Säule B: 19,3 - 20,8 Säule C: 18,2 - 22,4	Säule A: 24,0 - 25,6 Säule B: 23,4 - 24,8 Säule C: 20,7 - 22,0
	Aufbereitung der Eluatproben	-	-
	Lagerung/Konservierung der Proben vor Analyse	Lagerung im Kühlschrank bei 4±2 °C	Lagerung im Kühlschrank bei 4±2 °C

Tabelle 2: Zusammenfassung der übertragenen Eckdaten zur VU Zementleim

Labor (Code)	12			10			8		
Säule	D	E	F	A	B	C	A	B	C
Dauer Spülung Sandsäule	48 h	48 h	48 h	24	24	24	23h 32min	23h 32min	23h 32min
Abnahme Blindwert	24h vor Start	24h vor Start	24h vor Start	16.09.2 009 / 07:00 Uhr	23.09.2 009 / 07:00 Uhr	30.09.2 009 / 07:00 Uhr	09:48 Uhr	09:48 Uhr	09:48 Uhr
Abgepumptes Wasser (L)	2,5	2,5	2,5	2,4	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Start Aushärtezeit	07:10	07:10	07:10	08:00	08:00	08:00	11:15	11:15	11:15
Zeitpunkt Einbau Bauprodukt in die Säule	07:20	07:20	07:20	08:10	08:10	08:10	11:31	11:31	11:31
Volumen/Masse eingebautes Bauprodukt	1000 g	1000 g	1000 g	1.000 g	1.000 g	1.000 g	991 g	991 g	990 g
Menge übriggebliebener Sand nach Auffüllung	2136 g	2074 g	2190 g	972 g	969 g	935 g	1486 g	1486 g	1486 g
Start Aufsättigung und Elution	08:05	08:05	08:05	09:30	09:30	09:30	12:45	12:45	12:45
Datum - Ende der Prüfung	03.09.2 009	03.09.2 009	03.09.2 009	18.09.2 009	25.09.2 009	02.10.2 009	20.08.2 009	20.08.2 009	20.08.2 009
Gesamtdauer der Elution	54 h 25 min	54 h 25 min	54 h 25 min	54 h	54 h	54 h	52 h 45 min	52 h 45 min	52 h 45 min

Tabelle 3: Zusammenfassung der übertragenen Eckdaten zur VU Polyacrylat

Labor (Code)	12			10			8		
Säule	D	E	F	A	B	C	A	B	C
Dauer Spülung Sandsäule	24h	24h	24h	22	24	24	23 h 35 min	23 h 35 min	23 h 35 min
Abnahme Blindwert	7:00	7:00	7:00	18.08. 07:00	25.08. 07:00	08.09. 07:00	10:30	10:30	10:30
Abgepumptes Wasser (L)	1	1	1	0	0	0	1	1	1
Start Aushärtezeit	7 h 55 min	8 h 10 min	8 h 30 min	07 h 49 min	08 h 04 min	07 h 54 min	11 h 31 min	11 h 52 min	12 h 16 min
Zeitpunkt Injektion Bauprodukt in die Säule	7 h 56 min	8 h 11 min	8 h 31 min	07 h 50 min	08 h 05 min	07 h 55 min	11 h 32 min	11 h 53 min	12 h 17 min
Volumen/Masse eingebautes Bauprodukt	1,1 kg	1,1 kg	1,1 kg	957,9 g	995,5 g	1043,5 g	1007 g	993 g	999 g
Menge nichtinjiziertes Bauprodukt	40 g	45 g	39 g	142,1 g	104,5 g	56,5 g	88 g	101 g	95 g
Start Aufsättigung und Elution	8:05	8:20	8:40	08:00	08:15	08:05	11:41	12:02	12:26
Datum - Ende der Prüfung	23.09.	23.09.	23.09.	20.08.	27.08.	10.09.	13.08.	13.08.	13.08.
Gesamtdauer der Elution	55 h 30 min	55 h 30 min	55 h 30 min	55 h 30 min	54 h 45 min	55 h 10 min	53 h 59 min	53 h 38 min	53 h 14 min

Anhang 5 Parametervergleich und graphische Auswertung (Boxplots)

Vergleichsuntersuchung - Modifizierte Arbeitsanweisung: Elution von Bauprodukten – Perkolationsverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von Bodeninjektionsmitteln

Probe : VU-ZL Mischprobe 90%iger TOC

Mittelwert : 8,6

Vergleichs-STD (s_R): 0,28

Rel. Vergleich-STD (CV_R): 3,27 %

Wiederhol-STD (s_i): 0,15

Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 1,79 %

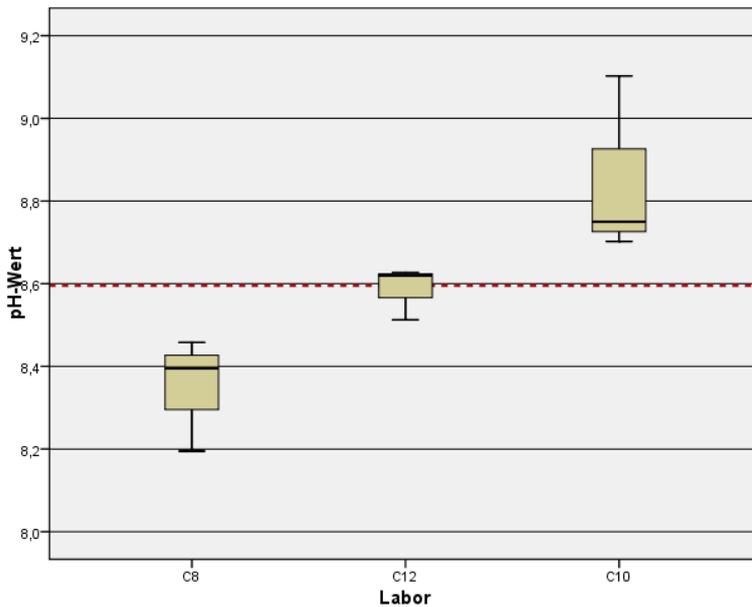
Merkmal : pH-Wert

Methode: DIN 38402-42

Anzahl Labore: 3

Anzahl Einzelwerte : 9

Anzahl Ausreißer: 0



	C8	C12	C10
Säule A	8,46	8,63	8,70
Säule B	8,20	8,62	9,10
Säule C	8,40	8,51	8,75
MW	8,35	8,59	8,85

Probe : VU-ZL Mischprobe drei höchste TOC

Mittelwert : 8,69

Vergleichs-STD (s_R): 0,28

Rel. Vergleich-STD (CV_R): 3,18 %

Wiederhol-STD (s_i): 0,10

Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 1,14 %

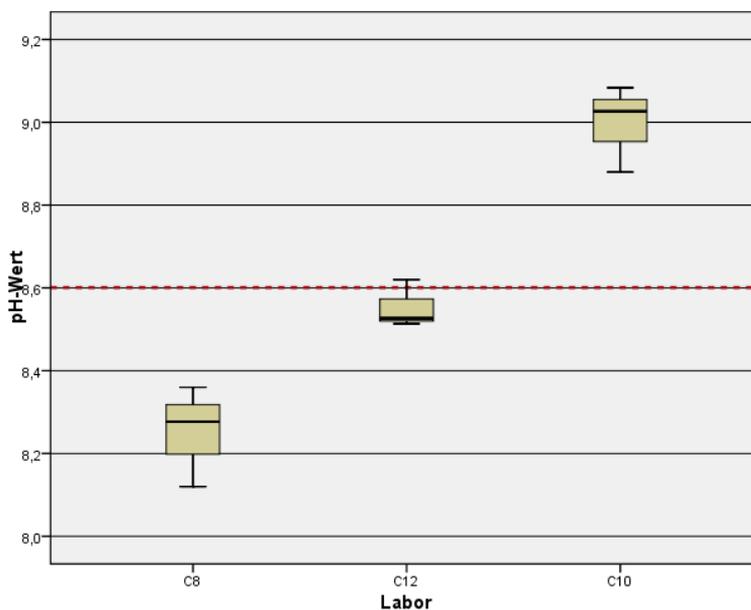
Merkmal : pH-Wert

Methode: DIN 38402-42

Anzahl Labore: 3

Anzahl Einzelwerte : 9

Anzahl Ausreißer: 0



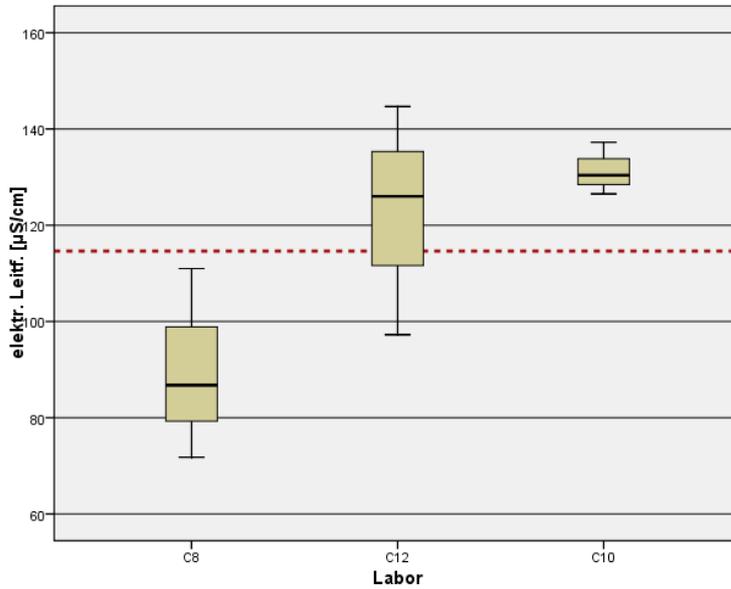
	C8	C12	C10
Säule A	8,36	8,53	8,88
Säule B	8,12	8,62	9,03
Säule C	8,28	8,51	9,08
MW	8,25	8,55	9,00

Probe : VU-ZL Mischprobe 90%iger TOC

Merkmal : elektrische Leitfähigkeit

Mittelwert : 114,62 $\mu\text{S/cm}$
 Vergleichs-STD (s_R): 26,45 $\mu\text{S/cm}$
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 23,08 %
 Wiederhol-STD (s_r): 18,18 $\mu\text{S/cm}$
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 15,86 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



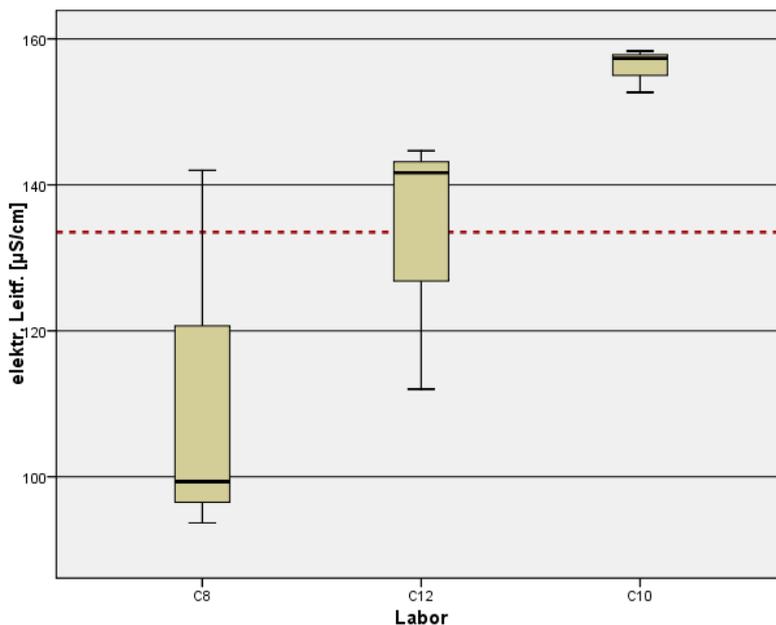
	C8	C12	C10
Säule A	72	126	130
Säule B	87	145	127
Säule C	111	97	137
MW	90	123	131

Probe : VU-ZL Mischprobe drei höchste TOC

Merkmal : elektrische Leitfähigkeit

Mittelwert : 134 $\mu\text{S/cm}$
 Vergleichs-STD (s_R): 26,77 $\mu\text{S/cm}$
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 19,98 %
 Wiederhol-STD (s_r): 18,56 $\mu\text{S/cm}$
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 13,85 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



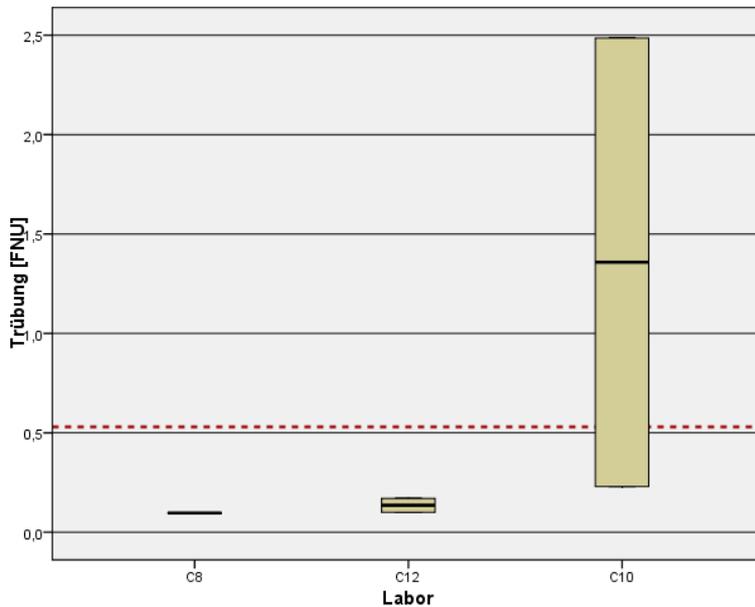
	C8	C12	C10
Säule A	94	142	158
Säule B	99	145	153
Säule C	142	112	157
MW	112	133	156

Probe : VU-ZL Mischprobe 90%iger TOC

Merkmal : Trübung

Mittelwert : 0,53 FNU
 Vergleichs-STD (s_R): 0,86 FNU
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 162,26 %
 Wiederhol-STD (s_r): 0,65 FNU
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 122,64 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 8
 Anzahl Ausreißer: 1



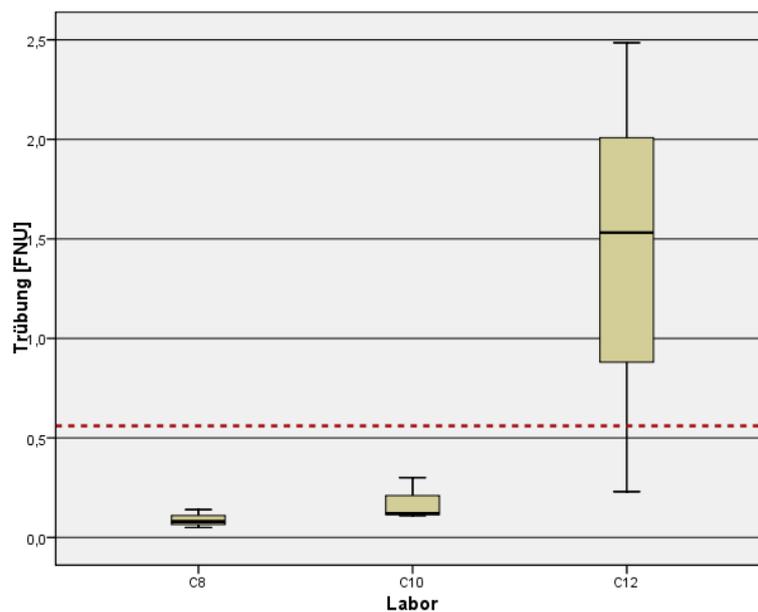
	C8	C10	C12
Säule A	0,06	1,21	0,27
Säule B	0,10	2,49	0,10
Säule C	0,10	0,23	0,17
MW	0,10	1,31	0,18

Probe : VU-ZL Mischprobe drei höchste TOC

Merkmal : Trübung

Mittelwert : 0,56 FNU
 Vergleichs-STD (s_R): 0,92 FNU
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 164,29 %
 Wiederhol-STD (s_r): 0,66 FNU
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 117,86 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



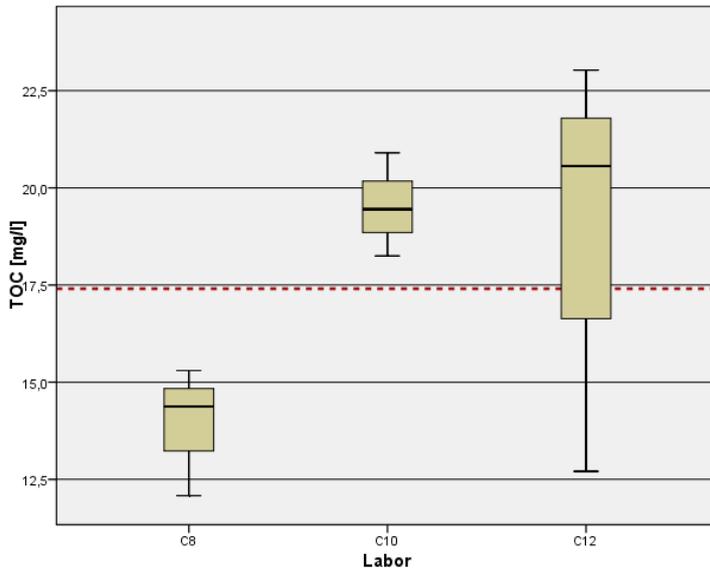
	C8	C12	C10
Säule A	0,08	1,53	0,30
Säule B	0,05	2,49	0,11
Säule C	0,14	0,23	0,12
MW	0,09	1,42	0,18

Probe : VU-ZL Mischprobe 90%iger TOC

Merkmal : TOC

Mittelwert : 17 mg/l
 Vergleichs-STD (s_R): 4,09 mg/l
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 23,50 %
 Wiederhol-STD (s_i): 3,34 mg/l
 Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 19,22 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



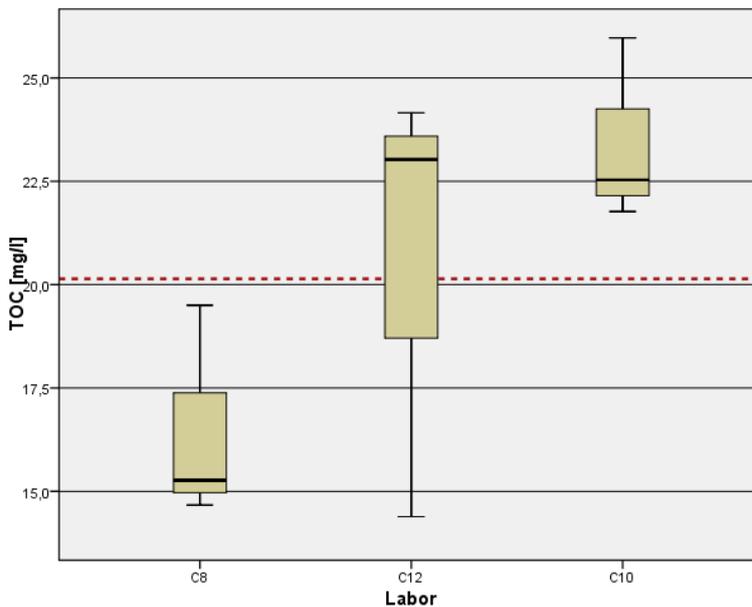
	C8	C10	C12
Säule A	12,1	20,9	20,6
Säule B	14,4	19,5	23,0
Säule C	15,3	18,3	12,7
MW	13,9	19,5	18,8

Probe : VU-ZL Mischprobe drei höchste TOC

Merkmal : TOC

Mittelwert : 20 mg/l
 Vergleichs-STD (s_R): 4,60 mg/l
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 22,84 %
 Wiederhol-STD (s_i): 3,67 mg/l
 Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 18,24 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



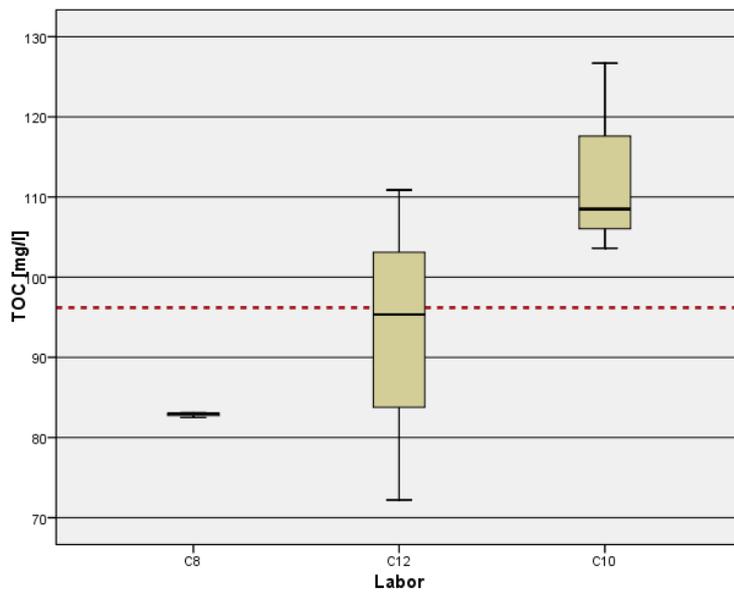
	C8	C12	C10
Säule A	15	24	26
Säule B	15	23	23
Säule C	20	14	22
MW	16	21	23

Probe : VU-ZL TOC aller Fraktionen

Merkmal : TOC_{ges}

Mittelwert : 96 mg/l
 Vergleichs-STD (s_R): 19,44 mg/l
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 20,21 %
 Wiederhol-STD (s_i): 13,25 mg/l
 Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 13,77 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 8
 Anzahl Ausreißer: 1



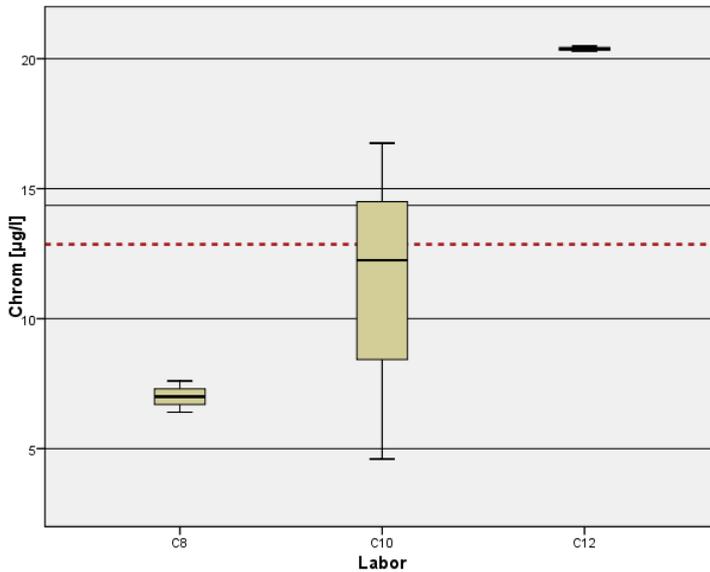
	C8	C12	C10
Säule A	83	111	127
Säule B	83	95	104
Säule C	A 100,7	72	109
MW	83	93	113

Probe : VU-ZL Mischprobe 90%iger TOC

Merkmal : Chrom

Mittelwert : 12,86 µg/l
 Vergleichs-STD (s_R): 7,83 µg/l
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 60,91 %
 Wiederhol-STD (s_r): 3,56 µg/l
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 27,72 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 8
 Anzahl Ausreißer: 1



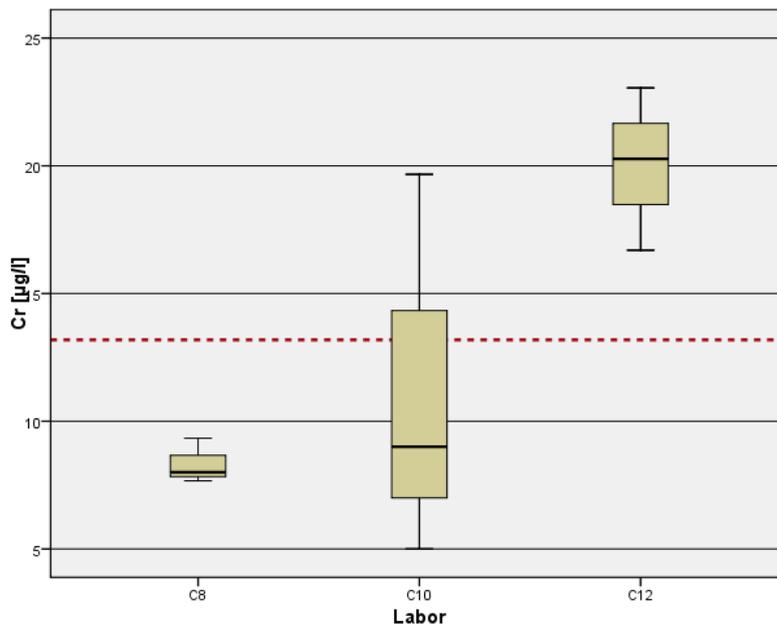
	C8	C12	C10
Säule A	6,4	20,5	4,6
Säule B	7,0	20,3	12,3
Säule C	7,6	14,9	16,8
MW	7,0	20,4	11,2

Probe : VU-ZL Mischprobe drei höchste TOC

Merkmal : Chrom

Mittelwert : 13,19 µg/l
 Vergleichs-STD (s_R): 5,55 µg/l
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 42,11 %
 Wiederhol-STD (s_r): 4,78 µg/l
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 36,21 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



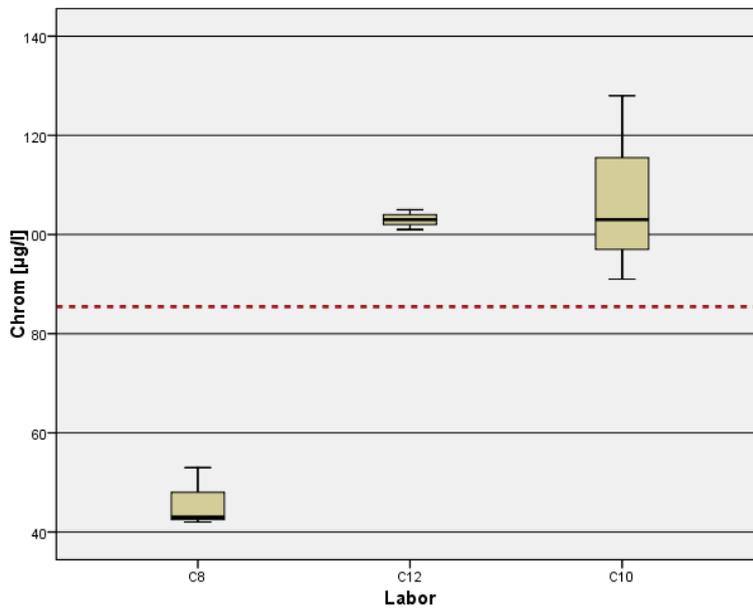
	C8	C12	C10
Säule A	8,0	23,1	5,0
Säule B	7,7	20,3	9,0
Säule C	9,3	16,7	19,7
MW	8,3	20,0	11,2

Probe : VU-ZL TOC aller Fraktionen

Merkmal : Chrom_{ges}

Mittelwert : 85,44 µg/l
 Vergleichs-STD (s_R): 37,71 µg/l
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 44,13 %
 Wiederhol-STD (s_i): 11,57 µg/l
 Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 13,54 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 8
 Anzahl Ausreißer: 1



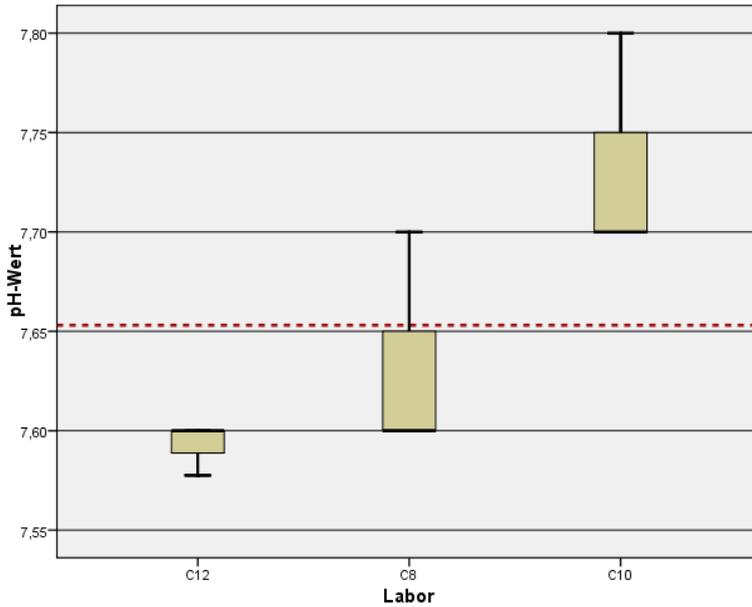
	C8	C10	C12
Säule A	43	128	A 45
Säule B	42	103	105
Säule C	53	91	101
MW	46	107,3	103

Probe : VU-PAC Mischprobe 90%iger TOC

Merkmal : pH-Wert

Mittelwert : 7,65
 Vergleichs-STD (s_R): 0,08
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 1,07 %
 Wiederhol-STD (s_i): 0,05
 Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 0,62 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



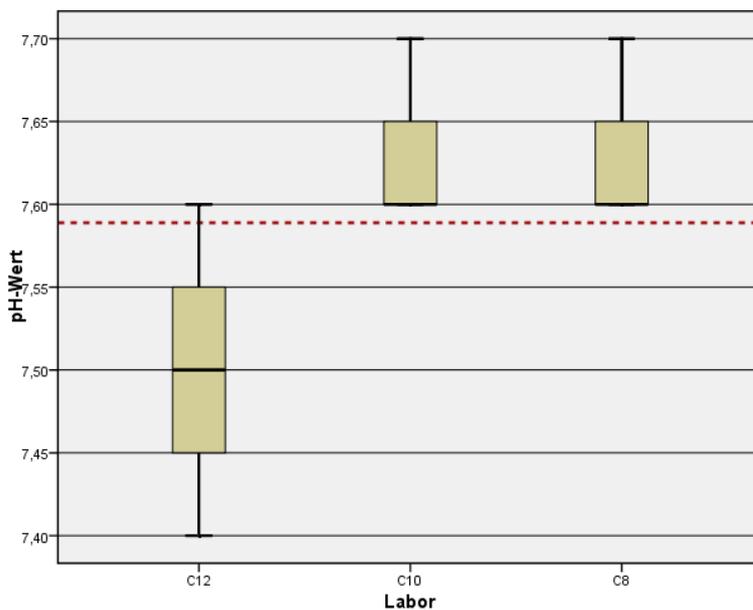
	C8	C12	C10
Säule A	7,6	7,58	7,7
Säule B	7,7	7,6	7,8
Säule C	7,6	7,6	7,7
MW	7,6	7,6	7,7

Probe : VU-PAC Mischprobe drei höchste TOC

Merkmal : pH-Wert

Mittelwert : 7,59
 Vergleichs-STD (s_R): 0,10
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 1,29 %
 Wiederhol-STD (s_i): 0,07
 Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 0,98 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



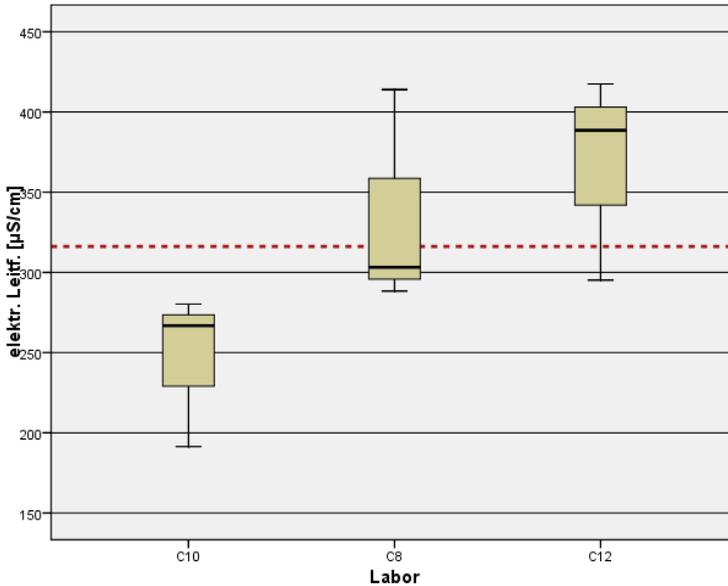
	C8	C12	C10
Säule A	7,6	7,6	7,6
Säule B	7,7	7,4	7,6
Säule C	7,6	7,5	7,7
MW	7,6	7,5	7,6

Probe : VU-PAC Mischprobe 90%iger TOC

Merkmal : elektrische Leitfähigkeit

Mittelwert : 316 $\mu\text{S/cm}$
 Vergleichs-STD (s_R): 80,32 $\mu\text{S/cm}$
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 25,41 %
 Wiederhol-STD (s_r): 60,80 $\mu\text{S/cm}$
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 19,23 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



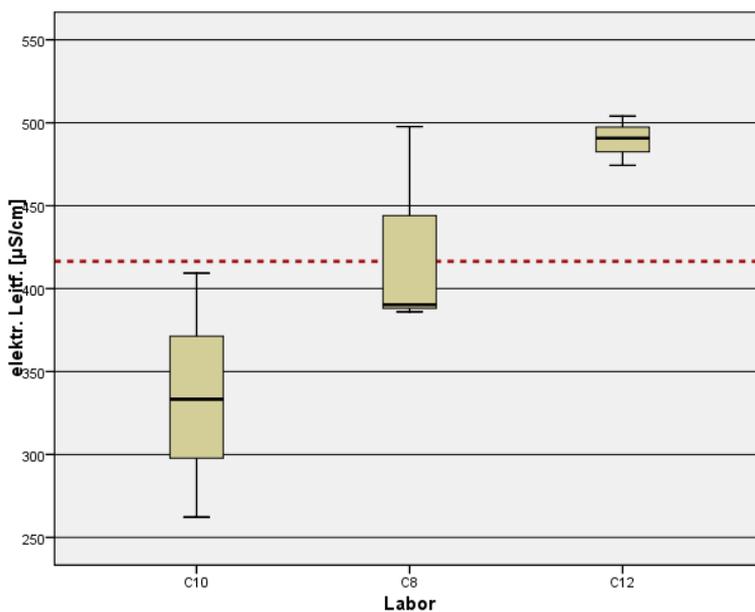
	C8	C12	C10
Säule A	414	418	267
Säule B	303	295	280
Säule C	288	389	191
MW	335	367	246

Probe : VU-PAC Mischprobe drei höchste TOC

Merkmal : elektrische Leitfähigkeit

Mittelwert : 416 $\mu\text{S/cm}$
 Vergleichs-STD (s_R): 90,41 $\mu\text{S/cm}$
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 21,71 %
 Wiederhol-STD (s_r): 56,66 $\mu\text{S/cm}$
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 13,61 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



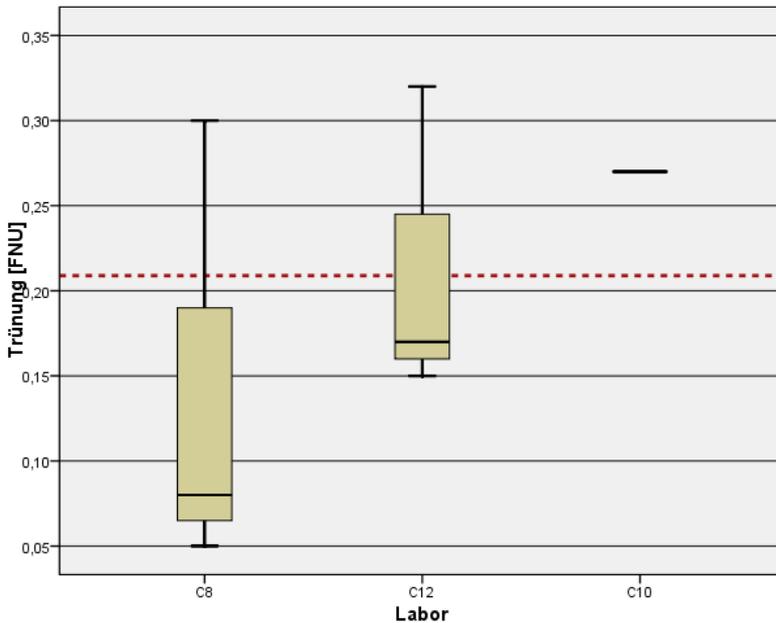
	C8	C12	C10
Säule A	498	504	333
Säule B	386	474	409
Säule C	390	491	262
MW	425	490	335

Probe : VU-PAC Mischprobe 90%iger TOC

Merkmal : Trübung

Mittelwert : 0,21 FNU
 Vergleichs-STD (s_R): 0,10 FNU
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 47,62 %
 Wiederhol-STD (s_i): 0,10 FNU
 Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 47,62 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 8
 Anzahl Ausreißer: 1



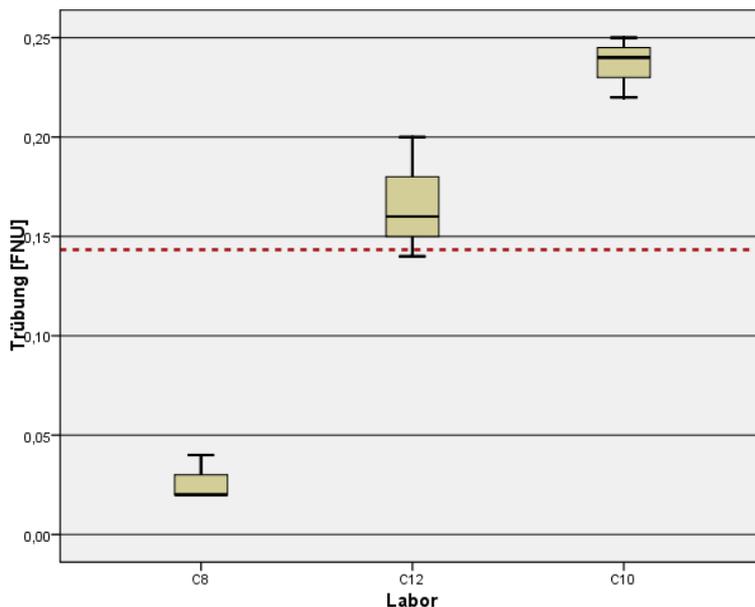
	C8	C12	C10
Säule A	0.08	0.15	0.27
Säule B	0.05	0.32	0.27
Säule C	0.3	0.17	A 0.45
MW	0.14	0.21	0.27

Probe : VU-PAC Mischprobe drei höchste TOC

Merkmal : Trübung

Mittelwert : 0,14 FNU
 Vergleichs-STD (s_R): 0,10 FNU
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 71,43 %
 Wiederhol-STD (s_i): 0,02 FNU
 Rel. Wiederhol-STD (CV_i): 14,29 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 8
 Anzahl Ausreißer: 1



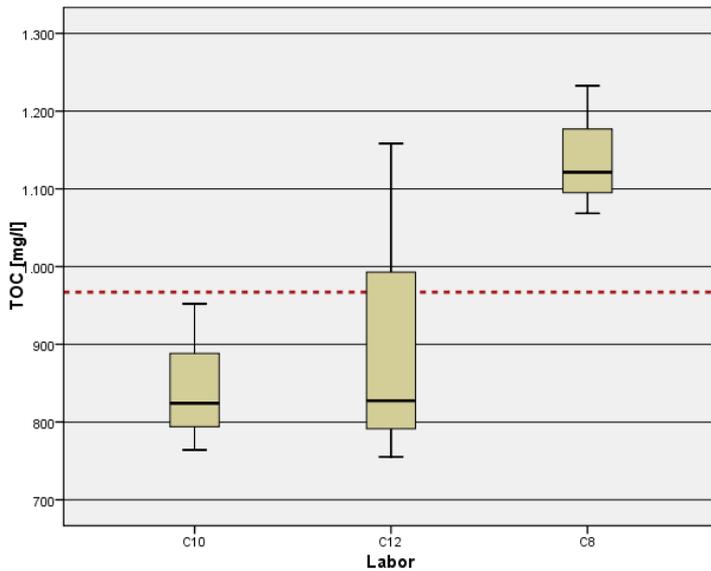
	C8	C12	C10
Säule A	0,02	0,14	0,25
Säule B	0,02	0,2	0,24
Säule C	A 0,04	0,16	0,22
MW	0,02	0,17	0,24

Probe : VU-PAC Mischprobe 90%iger TOC

Merkmal : TOC

Mittelwert : 182,98 mg/l
 Vergleichs-STD (s_R): 44,69 mg/l
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 24,42 %
 Wiederhol-STD (s_r): 35,48 mg/l
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 19,39 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



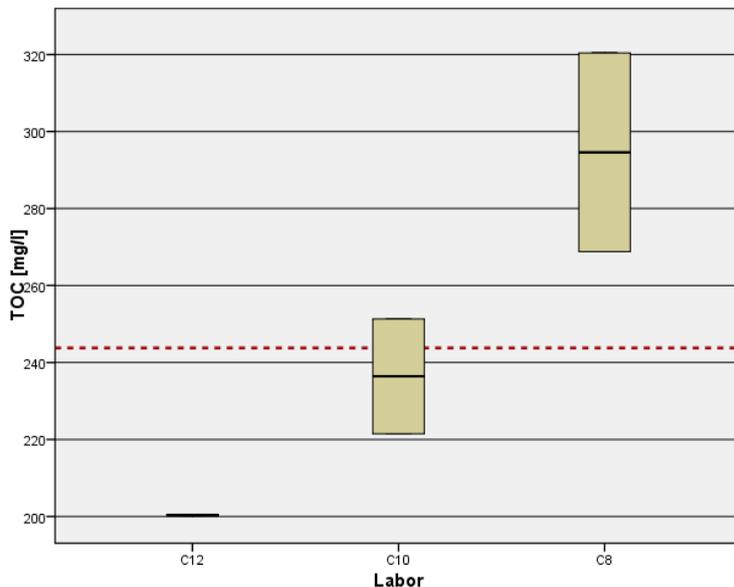
	C8	C12	C10
Säule A	268	163	180
Säule B	206	124	173
Säule C	192	204	137
MW	222	164	163

Probe : VU-PAC Mischprobe drei höchste TOC

Merkmal : TOC

Mittelwert : 235,52 mg/l
 Vergleichs-STD (s_R): 50,07 mg/l
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 21,26 %
 Wiederhol-STD (s_r): 24,66 mg/l
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 10,47 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 8
 Anzahl Ausreißer: 1



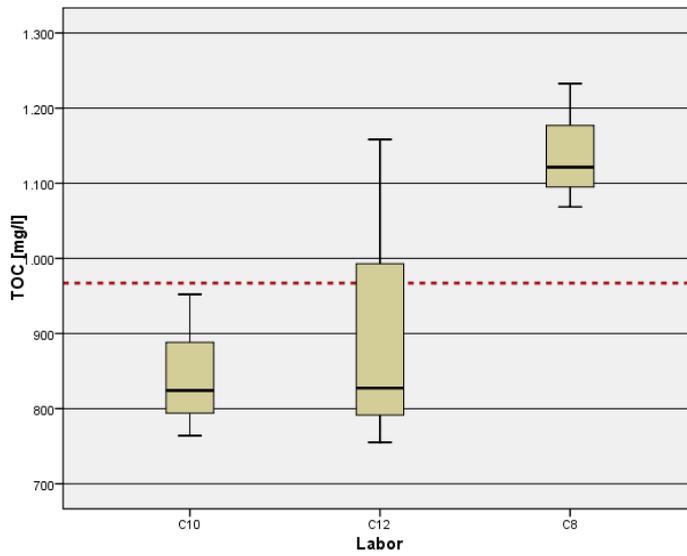
	C8	C12	C10
Säule A	320	201	222
Säule B	269	200	251
Säule C	262	A 267	195
MW	284	201	223

Probe : VU-PAC TOC aller Fraktionen

Merkmal : TOC_{gesamt}

Mittelwert : 967,12 mg/l
 Vergleichs-STD (s_R): 193,98 mg/l
 Rel. Vergleich-STD (CV_R): 20,06 %
 Wiederhol-STD (s_r): 144,25 mg/l
 Rel. Wiederhol-STD (CV_r): 14,92 %

Methode: DIN 38402-42
 Anzahl Labore: 3
 Anzahl Einzelwerte : 9
 Anzahl Ausreißer: 0



	C8	C12	C10
Säule A	1233	755	824
Säule B	1121	827	952
Säule C	1069	1158	764
MW	1141	913	847

Anhang 6 Ergebnistabellen PAC 1 und PAC 2

Messprotokoll Säulenversuch - Ergebnisse Parameteruntersuchung

Bestimmung des Auslaugverhaltens von Bauprodukten - Beurteilung der Auswirkung von Bauprodukten auf Boden und GW

Säule A

Polyacrylat 1

Entnahme- datum	Entnahme- zeitpunkt	Fraktion	Volumen [ml]	Temp. [°C]	pH-Wert	elektr. Leitf. [µS/cm]	Trübe [FNU]	Geruch	Farbe	N. z. Schb.	TOC [mg/l]	DOC [mg/l]
26.03.2009	09:37	PA-BW-A	2100	20,5	7,95	682	0,14	geruchlos	keine	keine	3,6	3,4
26.03.2009	15:00	PA-A-1	1650	20,1	8,27	612	16,58	geruchlos	keine	keine	4,4	4,1
26.03.2009	15:30	PA-A-2	1700	20,6	8,15	624	0,33	geruchlos	keine	keine	5,6	6,4
26.03.2009	16:00	PA-A-3	1900	20,8	7,74	646	0,61	geruchlos	keine	keine	17,0	17,5
26.03.2009	16:30	PA-A-4	2050	21,0	8,05	708	0,2	geruchlos	keine	keine	48,0	50,0
26.03.2009	17:00	PA-A-5	2025	21,4	7,96	767	0,13	sehr schwach	keine	sehr schwach	87,0	80,0
26.03.2009	17:30	PA-A-6	2050	21,4	7,85	825	0,19	sehr schwach	keine	stark	118,0	105,0
26.03.2009	18:00	PA-A-7	1975	21,4	7,8	830	0,16	sehr schwach	keine	schwach	116,0	115,0
26.03.2009	18:30	PA-A-8	1975	21,3	7,8	812	0,2	sehr schwach	keine	deutlich	100,0	103,0
26.03.2009	19:00	PA-A-9	2000	21,1	7,8	792	0,14	sehr schwach	keine	schwach	85,0	87,0
26.03.2009	19:30	PA-A-10	2000	21,1	7,81	771	0,3	sehr schwach	keine	schwach	n.b.	70,0
26.03.2009	20:00	PA-A-11	2000	21,1	7,83	750	0,17	sehr schwach	keine	sehr schwach	n.b.	60,0
26.03.2009	20:30	PA-A-12	2020	21,0	7,84	733	0,17	sehr schwach	keine	sehr schwach	n.b.	45,0
27.03.2009	10:06	PA-A-13	2000	20,5	8,13	650	0,2	sehr schwach	keine	sehr schwach	7,3	8,0
27.03.2009	14:06	PA-A-14	2000	20,2	7,92	652	0,25	sehr schwach	keine	keine	6,6	6,6
27.03.2009	18:06	PA-A-15	1950	20,6	7,91	647	0,16	sehr schwach	keine	keine	6,2	6,7
28.03.2009	10:38	PA-A-16	1950	10,0	8,34	647	0,16	sehr schwach	keine	sehr schwach	6,0	6,0
29.03.2009	11:49	PA-A-17	2050	19,2	7,62	645	0,24	geruchlos	keine	keine	5,5	5,5
30.03.2009	10:13	PA-A-18	2000	19,3	7,84	648	0,18	geruchlos	keine	keine	5,0	4,5
30.03.2009	18:15	PA-A-19	2000	19,6	7,99	648	0,18	geruchlos	keine	keine	5,0	4,6

Messprotokoll Säulenversuch - Ergebnisse Parameteruntersuchung

Bestimmung des Auslagungsverhaltens von Bauprodukten - Beurteilung der Auswirkung von Bauprodukten auf Boden und GW

Säule B Polyacrylat 1

Entnahmedatum	Entnahmezeitpunkt	Fraktion	Volumen [ml]	Temp. [°C]	pH-Wert	elektr. Leitf. [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	Trübe [FNU]	Geruch	Farbe	N. z. Schb.	TOC [mg/l]	DOC [mg/l]
26.03.2009	09:37	PA-BW-B		20,1	8,02	634	0,39	geruchlos	keine	keine	3,6	3,2
26.03.2009	15:00	PA-B-1	2070	20,2	8,32	607	29,2	geruchlos	keine	keine	5,6	11,1
26.03.2009	15:30	PA-B-2	2100	20,3	7,8	781	0,44	geruchlos	keine	deutlich	102,0	85,0
26.03.2009	16:00	PA-B-3	2025	21,3	8,11	985	0,42	geruchlos	keine	stark	225,0	215,0
26.03.2009	16:30	PA-B-4	2100	21	8,09	1021	0,17	geruchlos	keine	stark	245,0	225,0
26.03.2009	17:00	PA-B-5	1850	21,2	8,02	1014	0,44	sehr schwach	keine	stark	250,0	225,0
26.03.2009	17:30	PA-B-6	1900	21,1	7,96	990	0,25	sehr schwach	keine	stark	215,0	205,0
26.03.2009	18:00	PA-B-7	1800	20,9	7,95	944	0,47	schwach	keine	deutlich	170,0	175,0
26.03.2009	18:30	PA-B-8	1900	21	7,93	900	0,13	sehr schwach	keine	deutlich	140,0	160,0
26.03.2009	19:00	PA-B-9	1950	20,8	7,93	842	0,15	sehr schwach	keine	deutlich	100,0	124,0
26.03.2009	19:30	PA-B-10	1950	20,8	7,92	803	0,1	sehr schwach	keine	schwach	n.b.	95,0
26.03.2009	20:00	PA-B-11	1950	21	7,92	777	0,12	sehr schwach	keine	sehr schwach	n.b.	79,0
26.03.2009	20:30	PA-B-12	1950	20,9	7,91	758	0,18	sehr schwach	keine	sehr schwach	n.b.	65,0
27.03.2009	10:06	PA-B-13	1900	20,4	8,01	656	0,48	schwach	keine	schwach	15,0	10,0
27.03.2009	14:06	PA-B-14	2000	20,2	7,89	655	0,53	sehr schwach	keine	schwach	14,0	13,7
27.03.2009	18:06	PA-B-15	1975	20,5	7,82	649	0,27	sehr schwach	keine	schwach	11,2	11,2
28.03.2009	10:38	PA-B-16	1925	12,1	7,86	645	0,34	geruchlos	keine	sehr schwach	8,0	7,5
29.03.2009	12:12	PA-B-17	2000	19,5	7,83	646	0,68	geruchlos	keine	sehr schwach	8,0	7,8
30.03.2009	10:13	PA-B-18	2250	19,1	7,79	647	0,27	geruchlos	keine	keine	5,5	5,3

n.b. = nicht bestimmt

Messprotokoll Säulenversuch - Ergebnisse Parameteruntersuchung

Bestimmung des Auslagerverhaltens von Bauprodukten - Beurteilung der Auswirkung von Bauprodukten auf Boden und GW

Säule C

Polyacrylat 1

Entnahme- datum	Entnahme- zeitpunkt	Fraktion	Volumen [ml]	Temp. [°C]	pH-Wert	elektr. Leitf. [µS/cm]	Trübe [FNU]	Geruch	Farbe	N. z. Schb.	TOC [mg/l]	DOC [mg/l]
26.03.2009	09:37	PA-BW-C	1950	20,0	7,98	636	0,19	geruchlos	keine	keine	3,4	3,4
26.03.2009	15:00	PA-C-1	1900	20,1	8,28	613	0,18	geruchlos	keine	keine	4,3	5,0
26.03.2009	15:30	PA-C-2	2020	20,7	8,16	689	0,26	geruchlos	keine	sehr schwach	40,0	40,0
26.03.2009	16:00	PA-C-3	2000	21,0	8,09	719	0,19	geruchlos	keine	keine	57,0	60,0
26.03.2009	16:30	PA-C-4	2075	20,8	8,04	776	0,22	sehr schwach	keine	schwach	87,0	80,0
26.03.2009	17:00	PA-C-5	1850	20,4	7,95	832	0,09	sehr schwach	keine	schwach	120,0	105,0
26.03.2009	17:30	PA-C-6	1900	20,0	7,89	831	0,21	sehr schwach	keine	schwach	114,0	100,0
26.03.2009	18:00	PA-C-7	1800	19,7	7,89	804	0,19	deutlich	keine	schwach	91,0	90,0
26.03.2009	18:30	PA-C-8	1875	19,7	7,88	772	0,28	deutlich	keine	schwach	66,0	70,0
26.03.2009	19:00	PA-C-9	1950	19,4	7,88	743	0,14	schwach	keine	schwach	45,0	47,0
26.03.2009	19:30	PA-C-10	1900	19,8	7,87	719	0,41	sehr schwach	keine	deutlich	n b.	38,0
26.03.2009	20:00	PA-C-11	1925	20,4	7,87	703	0,22	sehr schwach	keine	sehr schwach	n.b.	25,0
26.03.2009	20:30	PA-C-12	1930	20,4	7,88	693	0,25	sehr schwach	keine	sehr schwach	n.b.	20,0
27.03.2009	10:06	PA-C-13	1900	20,1	8,07	650	0,26	sehr schwach	keine	sehr schwach	7,2	7,0
27.03.2009	14:06	PA-C-14	2000	20,1	7,81	650	0,12	sehr schwach	keine	sehr schwach	6,3	6,7
27.03.2009	18:06	PA-C-15	1950	20,4	7,83	646	0,15	sehr schwach	keine	sehr schwach	6,0	6,5
28.03.2009	10:38	PA-C-16	1950	10,1	8,25	648	0,13	sehr schwach	keine	sehr schwach	6,0	5,5
29.03.2009	11:58	PA-C-17	2000	19,5	7,81	644	0,33	geruchlos	keine	sehr schwach	5,0	4,5
30.03.2009	10:13	PA-C-18	2250	19,2	7,83	647	0,18	geruchlos	keine	keine	5,0	4,5
30.03.2009	18:15	PA-C-19	2500	19,4	7,84	649	0,41	geruchlos	keine	keine	5,0	4,5

Bauprodukt Polyacrylat - Polyacrylat 1 (PAC 1) Elutionsprotokoll

	Parallelen (Säule)		
	A	B	C
Datum Beginn der Prüfung	26.03.2009	26.03.2009	26.03.2009
Datum Ende der Prüfung	30.03.2009	30.03.2009	30.03.2009
Anzahl der Parallelen	3		
Anzahl Probe je Parallele (incl. BW)	20	20	20
Dauer der Elution [h]	100	100	100
Raumtemperatur [°C]	18	18	18
Dauer Spülung Sandsäule [h]	24	24	24
Abnahme Bindwert (Datum, Zeit)	26.03.2009, 09:37	26.03.2009, 09:37	26.03.2009, 09:37
abgepumptes Wasser [L]	ca. 5, Wasserstand nach dem Abpumpen unter Packer	ca. 5, Wasserstand nach dem Abpumpen unter Packer	ca. 5, Wasserstand nach dem Abpumpen unter Packer
Start Aushärtezeit	13:18	13:15	13:12
Zeitpunkt Einbau des Bauprodukts in die Säule	13:18	13:15	13:12
Start Aufsättigung und Elution	13:26	13:23	13:20
Volumen /Masse eingebautes Bauprodukt [ml]	1000	1000	1000
Masse Injektionskörper [g]	2197	3049	1704
Volumen Injektionskörper [ml]	1600	1970	1340
Abmessungen Injektionskörper	Ø 615 mm / h 70 mm	Ø 645 mm / h 13 mm	Ø 573 mm / h 71 mm
Beschreibung Injektionskörper	unförmig: ebene Oberseite, runder an der Unterseite flach abschließender Körper mit einseitiger Ausbeulung	ähnlich wie ein Kegel mit abgerundeter Spitze an der Unterseite	unförmig: ebene Oberseite, runder an der Unterseite flach abschließender Körper mit einseitiger Ausbeulung

Messprotokoll Säulenversuch - Ergebnisse Parameteruntersuchung

Bestimmung des Auslagerverhaltens von Bauprodukten - Beurteilung der Auswirkung von Bauprodukten auf Boden und GW

Säule A

Polyacrylat 2

Entnahme- datum	Entnahme- zeitpunkt	Fraktion	Volumen [ml]	Temp. [°C]	pH- Wert	elektr. Leitf. [µS/cm]	Trübe [FNU]	Geruch	Farbe	N. z. Schb.	TOC [mg/l]	DOC [mg/l]
22.06.2009	10:10	PAC 2 BW	2050	18,9	7,89	610	0,10	geruchslos	keine	keine	3,0	3,0
22.06.2009	12:08	PAC 2 - 1	2000	19,1	7,90	611	0,82	geruchslos	keine	keine	8,0	1,5
22.06.2009	12:38	PAC 2 - 2	1975	19,3	7,96	613	0,09	geruchslos	keine	keine	6,0	1,0
22.06.2009	13:08	PAC 2 - 3	1950	19,5	7,97	617	0,06	geruchslos	keine	keine	8,0	1,1
22.06.2009	13:38	PAC 2 - 4	2000	19,9	7,92	694	0,16	geruchslos	keine	leichter Ansatz	51,0	39,0
22.06.2009	14:08	PAC 2 - 5	1950	20,2	7,87	978	0,13	sehr schwach org.	keine	mittel	235,0	208,0
22.06.2009	14:38	PAC 2 - 6	1970	20,5	7,87	1135	0,09	schwach org.	keine	mittel	345,0	293,0
22.06.2009	15:08	PAC 2 - 7	1960	20,6	7,89	1046	0,16	schwach org.	keine	mittel	270,0	243,0
22.06.2009	15:38	PAC 2 - 8	1950	20,7	7,91	866	0,07	schwach org.	keine	mittel	150,0	128,0
22.06.2009	16:08	PAC 2 - 9	1970	20,7	7,91	749	0,11	sehr schwach org.	keine	mittel	70,0	48,0
22.06.2009	16:38	PAC 2 - 10		20,7	7,91	703	0,2	sehr schwach org.	keine	leicht	30,0	23,0
22.06.2009	17:08	PAC 2 - 11	1950	20,5	7,92	677	0,18	sehr schwach org.	keine	mittel	25,0	27,0
22.06.2009	17:38	PAC 2 - 12	1960	20,5	7,91	662	0,3	sehr schwach org.	keine	leicht	17,0	14,5
23.06.2009	09:30	PAC 2 - 13	1950	18,6	8,07	624	0,23	sehr schwach org.	keine	leicht	5,5	2,0
23.06.2009	16:30	PAC 2 - 14	1900	19,3	7,89	632	0,16	geruchslos	keine	keine	3,0	0,5
24.06.2009	09:45	PAC 2 - 15	2000	19,3	7,97	637	0,13	geruchslos	keine	keine	3,0	0,5
24.06.2009	16:45	PAC 2 - 16	1950	20,7	7,99	632	0,14	geruchslos	keine	keine	2,5	0,5
25.06.2009	09:15	PAC 2 - 17	1910	19,3	7,89	634	0,05	geruchslos	keine	keine	2,5	1,0

Messprotokoll Säulenversuch - Ergebnisse Parameteruntersuchung
 Bestimmung des Auslagerverhaltens von Bauprodukten - Beurteilung der Auswirkung von Bauprodukten auf Boden und GW

Säule B Polyacrylat 2

Entnahme- datum	Entnahme- zeitpunkt	Fraktion	Volumen [ml]	Temp. [°C]	pH-Wert	elektr. Leitf. [µS/cm]	Trübe [FNU]	Geruch	Farbe	N. z. Schb.	TOC [mg/l]	DOC [mg/l]
22.06.2009	10:10	PAC 2 BW	1925	18,7	7,89	610	0,14	geruchslos	keine	keine	4,0	2,9
22.06.2009	12:28	PAC 2 - 1	2000	19,1	7,90	608	0,25	geruchslos	keine	keine	7,0	1,0
22.06.2009	12:58	PAC 2 - 2	1950	19,1	7,94	613	0,11	geruchslos	keine	keine	10,0	1,3
22.06.2009	13:28	PAC 2 - 3	2050	19,2	7,93	619	0,07	geruchslos	keine	keine	8,0	2,1
22.06.2009	13:58	PAC 2 - 4	2080	19,6	7,95	802	0,04	geruchslos	keine	schwach	115,0	111,0
22.06.2009	14:28	PAC 2 - 5	2050	19,9	7,83	1107	0,06	sehr schwach org.	keine	mittel	320,0	298,0
22.06.2009	14:58	PAC 2 - 6	1975	20,3	7,84	1170	0,05	schwach org.	keine	mittel	370,0	328,0
22.06.2009	15:28	PAC 2 - 7	2000	20,4	7,85	1141	0,05	schwach org.	keine	mittel	335,0	318,0
22.06.2009	15:58	PAC 2 - 8	1960	20,6	7,87	1078	0,06	schwach org.	keine	mittel	280,0	263,0
22.06.2009	16:28	PAC 2 - 9	1970	20,6	7,87	1010	0,09	schwach org.	keine	mittel	225,0	203,0
22.06.2009	16:58	PAC 2 - 10	1950	20,4	7,85	932	0,18	sehr schwach org.	keine	mittel	170,0	153,0
22.06.2009	17:28	PAC 2 - 11	2000	20,4	7,87	867	0,02	sehr schwach org.	keine	mittel	115,0	156,0
22.06.2009	17:58	PAC 2 - 12	1950	20,4	7,88	826	0,09	sehr schwach org.	keine	mittel	115,0	98,0
23.06.2009	09:30	PAC 2 - 13	2000	18,3	8,04	651	0,13	sehr schwach org.	keine	stark und stabil	13,0	14,6
23.06.2009	16:30	PAC 2 - 14	1820	19,2	7,85	645	0,11	sehr schwach org.	keine	schwach	8,5	5,0
24.06.2009	09:45	PAC 2 - 15	1950	19,1	7,87	643	0,12	sehr schwach org.	keine	sehr schwach	4,0	4,0
24.06.2009	16:45	PAC 2 - 16	1900	20,6	7,91	638	0,09	sehr schwach org.	keine	keine	3,5	0,5
25.06.2009	09:15	PAC 2 - 17	1840	19	7,85	638	0,05	geruchslos	keine	keine	3,5	0,0

Messprotokoll Säulenversuch - Ergebnisse Parameteruntersuchung

Bestimmung des Auslagerverhaltens von Bauprodukten - Beurteilung der Auswirkung von Bauprodukten auf Boden und GW

Säule C

Polyacrylat 2

Entnahme- datum	Entnahme- zeitpunkt	Fraktion	Volumen [ml]	Temp. [°C]	pH-Wert	elektr. Leitf. [µS/cm]	Trübe [FNU]	Geruch	Farbe	N. z. Schb.	TOC [mg/l]	DOC [mg/l]
22.06.2009	10:10	PAC 2 BW	2050	18,6	7,87	611	0,22	geruchslos	keine	keine	4,0	2,5
22.06.2009	12:54	PAC 2 - 1	2000	19,1	7,95	614	0,43	geruchslos	keine	keine	7,0	1,2
22.06.2009	13:24	PAC 2 - 2	2150	19,0	7,94	617	0,16	geruchslos	keine	keine	11,0	1,3
22.06.2009	13:54	PAC 2 - 3	2150	19,3	7,95	619	0,06	geruchslos	keine	keine	8,0	2,1
22.06.2009	14:24	PAC 2 - 4	2100	19,7	7,9	713	0,19	geruchslos	keine	leichter Ansatz	63,0	54,0
22.06.2009	14:54	PAC 2 - 5	1900	20,1	7,8	1030	0,21	sehr schwach org.	keine	mittel	275,0	243,0
22.06.2009	15:24	PAC 2 - 6	1920	20,3	7,79	1179	0,15	sehr schwach org.	keine	mittel	365,0	348,0
22.06.2009	15:54	PAC 2 - 7	1920	20,4	7,85	1173	0,12	schwach org.	keine	mittel	360,0	333,0
22.06.2009	16:24	PAC 2 - 8	2000	20,5	7,87	1070	0,1	schwach org.	keine	mittel	280,0	258,0
22.06.2009	16:54	PAC 2 - 9	2050	20,4	7,87	943	0,04	sehr schwach org.	keine	mittel	190,0	168,0
22.06.2009	17:24	PAC 2 - 10	2000	20,4	7,87	843	0,09	sehr schwach org.	keine	mittel	95,0	108,0
22.06.2009	17:54	PAC 2 - 11	2000	20,4	7,9	780	0	sehr schwach org.	keine	mittel	50,0	99,0
22.06.2009	18:24	PAC 2 - 12	2020	20,4	7,92	738	0,07	sehr schwach org.	keine	mittel	66,0	65,5
23.06.2009	09:30	PAC 2 - 13	1900	18,3	7,99	651	0,1	sehr schwach org.	keine	schwach	5,0	4,5
23.06.2009	16:30	PAC 2 - 14	1850	19,2	7,89	645	0,11	sehr schwach org.	keine	sehr schwach	4,0	3,5
24.06.2009	09:45	PAC 2 - 15	2050	19,1	7,85	643	0,09	geruchslos	keine	sehr schwach	3,5	3,0
24.06.2009	16:45	PAC 2 - 16	1960	22,3	8,01	638	0,13	geruchslos	keine	sehr schwach	3,0	2,0
25.06.2009	09:15	PAC 2 - 17	1950	18,9	7,84	638	0,06	geruchslos	keine	keine	3,0	2,0

Bauprodukt Polyacrylat - Polyacrylat 2 (PAC 2)

	Parallelen (Säule)		
	A	B	C
Datum Beginn der Prüfung	22.06.2009	22.06.2009	22.06.2009
Datum Ende der Prüfung	25.06.2009	25.06.2009	25.06.2009
Anzahl der Parallelen	3		
Anzahl Probe je Parallele (incl. BW)	18	18	18
Dauer der Elution [h]	68,5	68,5	68,5
Raumtemperatur [°C]	18	18	18
Dauer Spülung Sandsäule [h]	24	24	24
Abnahme Bindwert (Datum, Zeit)	22.06.2009, 10:10	22.06.2009, 10:10	22.06.2009, 10:10
abgepumptes Wasser (L)	1,1	1	1
Start Aushärtezeit	11:33	11:54	12:20
Zeitpunkt Injektion des Bauprodukts in die Säule	11:33	11:55	12:21
Start Aufsättigung und Elution	11:35	11:57	12:22
Volumen /Masse eingebautes Bauprodukt [g]	1019.71	1035.16	1021.48
Menge nicht-injiziertes Bauprodukt in Verbindungsschlauch und Becherglas [g]	71,47	56,47	62,47
Masse Injektionskörper [g]	3880	4584	3910
Volumen Injektionskörper [ml]	2250	2375	2250
Abmessungen Injektionskörper LängexHöhexBreite [cm]	20.5 x 15 x 15	15 x 23.5 x 18	23 x 13 x 17.5
Beschreibung Injektionskörper	kugelförmig, an der Unterseite ein bisschen abgeflacht, Ausbeulung entlang des Packers	kugelförmig mit spitz zulaufender Ausbeulung an der Oberseite, die obere Hälfte ist von Hohlräumen durchzogen	kugelförmig, an der Unterseite ein bisschen abgeflacht, starke Ausbeulung entlang des Packers

Anhang 7 - Doppelpeaks

Durch eine zu geringe Aktivität, bedingt durch den Entnahmezeitpunkt im Winter, musste ein anderer Boden (LUFA 2.3) als der ursprünglich ausgewählten Testboden (Refesol 01 A) für die Untersuchungen verwendet werden. In allen mit diesem Boden gebildeten Testansätzen der Bodenatmung waren nach zwölfwöchiger Inkubation am Ende der Messphase deutliche Schimmelpilzbeläge auf der Bodenoberfläche sichtbar. Die Probenbehandlung vor dem eigentlichen Testbeginn (das Überstauen mit Eluat und nachträgliche Abtrocknen auf den angestrebten Wassergehalt von 50 % der WHK_{max}) wurde vermutlich von Pilzen besser verkräftet als von den Bakterien. Darüber hinaus konnten sich diese während der langen Inkubationszeit vermutlich besser entwickeln, da optimale Bedingungen für Pilze vorlagen. Somit wurde im anschließenden Bodenatmungstest eher die Wirkung der Eluate auf die Pilzpopulation als auf die gesamte Bodenmikroflora untersucht. Dies gilt erwartungsgemäß nicht für die mit Kupfer (als $CuCl_2 \cdot 2H_2O$) behandelte Positivkontrolle, da Kupfer das Pilzwachstum stark hemmt.

In Untersuchungen zum Phänom der Doppelpeaks (mit TNT bzw. Cycloheximid) konnte mit Hilfe von PLFA-Profilen¹ gezeigt werden, dass diese auf die selektiv bzw. kurzfristig toxische Wirkung der Additive zurückzuführen waren. Für die Ausbildung des zweiten Respirationmaximums war v. a. das Wachstum von Pilzen (mit dem Marker 18:2 ω 9,12) verantwortlich (Bartling et al., 2009).

Dennoch stellte die Bestimmung der Atmungskurven ein gutes Instrument zur differenzierten Beurteilung der Wirkungen der Bauprodukteluate dar. Die Ergebnisse zeigen, dass trotz der in allen Ansätzen auftretenden Doppelpeaks eine sehr gute Korrelation mit den Ergebnissen der vorhergehenden Polyacrylatuntersuchungen existiert. Ein Einfluss auf die Qualität der Ergebnisse kann daher nicht nachgewiesen werden. Vermutlich können diese Effekte durch Verwendung des in dem Vorgängervorhaben vorgeschlagenen Testbodens Refesol 01 A vermieden werden. In den Vorgängervorhaben wurden mehrere Böden eingesetzt und kein Kontrollboden wies Doppelpeaks auf.

Die geringe Aktivität eines im Winter entnommenen Bodens ist jedoch grundlegend ein Problem für die Verwendung als Testboden in den ökotoxikologischen Testverfahren. Eine Vorratslagerung des Testbodens an den ausführenden Testlaboren wäre eine Möglichkeit witterungsbedingte Einflüsse zu vermeiden.

¹ PLFA: Phospholipidfettsäure(n)

Anhang 8

Erweiterte Arbeitsanweisungen Vergleichsuntersuchung

vorgelegt zur Normierung

NA 119-01-02-05 UA N 435

NA 119 Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

NA 119-01-02-05 UA Unterausschuss Eluierungsverfahren

Datum: xx.xx.2010

DIN xxxxx

Elution von Bauprodukten – Perkolationsverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von Bodeninjektionsmitteln

Inhalt

Vorwort

.....	198
Einleitung.....	198
1 Anwendungsbereich	198
2 Normative Verweisungen.....	198
3 Begriffe.....	199
3.1 Bauprodukt.....	199
3.2 Laboratoriumsprobe	199
3.3 Untersuchungsprobe	199
3.4 Inverser Säulenversuch.....	199
3.5 Injektion.....	199
3.6 Eluat.....	199
4 Grundlage des Verfahrens.....	199
5 Reagenzien.....	200
5.1 Elutionsmittel,.....	200
5.2 Spülflüssigkeiten zur Reinigung der Glasflaschen, der Säule und der Leitungen.....	200
5.3 Quarzsand.....	200
6 Geräte	200
6.1 Allgemeines.....	200
6.2 Säule aus Acrylglas	200
6.3 Mauerpacker (Stahlpacker)	200
6.4 Vorratsbehälter Fassungsvermögen 30 (\pm 5) Liter	201
6.5 Wasserbad	201
6.6 Schlauchpumpe.....	201
6.7 Geräte für die Injektion	201
6.8 Messbecher.....	201
6.9 Sammelflaschen aus Glas	201
6.10 Filtrationsvorrichtung	201
6.11 Membranfilter	201
6.12 Zentrifuge.....	201
6.13 Leitfähigkeitsmessgerät.....	201
6.14 pH-Wert-Messgerät	201
6.15 Analysenwaage	201
6.16 Trübungsmessgerät.....	202
6.17 TOC/DOC Messgerät	202
7 Vorbereitung der Säule	202
7.1 Sandfüllung	202
7.2 Spülen der mit Sand gefüllten Säule.....	202
8 Probenvorbereitung	202
8.1 Allgemeines.....	202
9 Durchführung	203
9.1 Überführen des Produkts in die Säule	203
9.3 Probenkonservierung.....	205
9.4 Analyse	205
9.5 Vorbereitung der Eluate für ökotoxikologische Tests	205
9.6 Blindprobe	206
10 Ausbau der Prüfkörper	206
11 Prüfbericht	207

12	Präzision.....	207
----	----------------	-----

Vorwort

Dieses Dokument entstand auf Grundlage einer Arbeitsanweisung (Säulenversuch mit umgekehrter Fließrichtung nach Schössner) des Hygieneinstituts Gelsenkirchen zur Beurteilung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser.

Einleitung

Die Bestimmung des Freisetzungsverhaltens von Bauprodukten ist Ziel dieser Methode. Bauprodukte enthalten eine Vielzahl organischer und anorganischer Verbindungen, die u.a. durch Auswaschung in den Boden und Grundwasser emittieren und die Umwelt und die menschliche Gesundheit gefährden können.

Grundsätzlich eignet sich das in diesem Dokument beschriebene Verfahren zur Perkolation von Bodeninjektionsmitteln und zur Untersuchung der Freisetzung sowohl anorganischer als auch organischer Stoffe und deren Wirkung auf biologische Systeme (Ökotoxikologische Tests). Die material- und stoffabhängige Freisetzung kann grundlegend mit dieser Methode charakterisiert werden. Das kurz- und langfristige Elutionsverhalten wird erfasst.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung der mobilisierbaren, anorganischen und organischen Stoffen aus Bodeninjektionsmitteln mittels Perkolationsverfahren im Aufwärtsstrom.

Es ist erforderlich, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

ANMERKUNG 1: Zu Verfahrenskennndaten siehe Anhang A.

ANMERKUNG 2: Leichtflüchtige Stoffe können in diesem Verfahren nicht ermittelt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN EN ISO 5667-3, Wasserbeschaffenheit - Probenahme - Teil 3: Anleitung für die Aufbewahrung und Behandlung von Proben

DIN ISO 3696, Wasser für analytische Zwecke -Anforderungen und Prüfungen

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe:

3.1 Bauprodukt

Bauprodukte sind Baustoffe, Bauteile und Anlagen, die hergestellt werden um dauerhaft in Anlagen des Hoch- und Tiefbaus eingebaut zu werden.

Bei den hier verwendeten Bauprodukten handelt es sich um Dichtungsmittel, die meistens aus 2 Komponenten bestehen, welche nach deren Injektion aushärten.

3.2 Laboratoriumsprobe

Probe oder Teilprobe, die dem Labor übergeben oder von diesem erhalten wird.

3.3 Untersuchungsprobe

Aus der Laboratoriumsprobe hergestellte Probe, die der Elution unterzogen wird.

3.4 Inverser Säulenversuch

Bei einem inversen Säulenversuch wird das Prüfwasser in umgekehrter Richtung (Aufwärtsstrom), also entgegen der Schwerkraft, durch die Säule gepumpt.

3.5 Injektion/Einbau

Das Einbringen des zu untersuchenden Bauprodukts mittels Injektionspumpe oder per Hand.

3.6 Eluat

Eine wässrige Lösung, die durch eine im Laboratorium durchgeführte Auslaugung gewonnen wird.

4 Grundlage des Verfahrens

Das zu untersuchende Bauprodukt wird unter festgelegten Bedingungen in eine sandgefüllte Säule (Durchmesser 30cm, Höhe 50cm) injiziert und mit dem Elutionsmittel Trinkwasser für mehrere Tage im Aufwärtsstrom bei einer Fließrate von 4 l/h eluiert.

Zur Untersuchung können alle Bodeninjektionsmittel, die injizierfähig oder einbaufähig sind und im Boden aushärten sowie Kanalrohrsanierungsmittel kommen.

Nach Einbringung des Prüfmaterials und beendeter Reaktion (Aushärtephase) wird die Elution gestartet. Die Reaktionszeit (Gelzeit) ist materialabhängig und muss daher

beachtet werden (vgl. Herstellerangaben). Das aus der Säule austretende Prüfwasser wird dann fraktionsweise nach einem festgelegten Zeitplan (vgl. Kap. 7) aufgefangen. Das Verfahren liefert wässrige Eluate die physikalisch, chemisch und biologisch nach bestehenden Standardverfahren analysiert werden können.

5 Reagenzien

5.1 Elutionsmittel

Trinkwasser (vgl. Anhang E)

5.2 Spülflüssigkeiten zur Reinigung der Glasflaschen, der Säule und der Leitungen

Salpetersäure (zur Analyse) 0,1 mol/l,
organische Lösemittel, z. B. Aceton (zur Analyse)

5.3 Quarzsand

Quarzsand (Fein- Mittelsand, enggestuft), gewaschen

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Insgesamt muss sichergestellt sein, dass durch die verwendeten Geräte weder Blindwerte erzeugt werden, noch Verluste durch Sorption auftreten.

6.2 Säule aus Acrylglas

mit einer Höhe von 50 ± 1 cm und einem Durchmesser von 30 ± 1 cm sowie einer Öffnung für den Mauerpacker (ca. 20 mm Durchmesser), verdickt und mit Schraubgewinde in einer Höhe von ca. 20 cm (± 1) über dem Säulenboden, Schraubverschluss aus Acrylglas, passend zu dem o.g. Gewinde der Säule

Anhang B enthält eine schematische Darstellung des Säulenversuchs.

6.3 Mauerpacker (Stahlpacker)

mit den Maßen 170mm x \varnothing 20mm, Spanngummi 70mm mit Außengewinde M10 x 1 und freiem Durchgang \varnothing 6 mm,
Unterteil Maße 170mm x \varnothing 20mm, Außengewinde M 10 x 1 und freiem Durchgang \varnothing 6 mm zur Verlängerung,
Mutter 6kt – M10 x 1

6.4 Vorratsbehälter

Als Wasserspeicher für die Wasserförderung der Schlauchpumpe mit Trinkwasserzulauf, Fassungsvermögen 15-30 Liter

6.5 Wasserbad

Zur Thermostatisierung des geförderten Wassers auf 20 ± 2 °C

6.6 Schlauchpumpe

Peristaltikpumpe mit einer Förderrate von mind. 4l/h und weiteres Zubehör (Pumpenschläuche, Verbindungsschläuche, Schlauchverbinder)

6.7 Geräte für die Injektion

Verwendung finden hier die handelsüblichen Injektionspumpen, die auch in der Praxis für das betreffende Produkt eingesetzt werden oder eine Windkesselanlage.

Anhang C enthält eine schematische Darstellung der Windkesselanlage.

6.8 Messbecher

Zur Bestimmung des Volumens der aufgefangenen Fraktionen mit Nennvolumina von 2 Litern.

6.9 Sammelflaschen aus Glas

1 Liter Braunglasflaschen mit teflonbeschichteten Septen (pro Säule ca. 25 Flaschen).

6.10 Filtrationsvorrichtung

Vakuumfiltrationsgerät (30 kPa bis 70 kPa) oder ein Druckfiltrationsgerät (< 0,5 MPa).

6.11 Membranfilter

Für die Filtration der Eluate mit einer Porengröße von 0,45 µm, vorgespült oder ähnlich gereinigt.

6.12 Zentrifuge

Mindestens 2000 g, Zentrifugenbehälter aus geeignetem inertem Material.

6.13 Leitfähigkeitsmessgerät

Fehlergrenzen höchstens 0,1 mS/m.

6.14 pH-Wert-Messgerät

Fehlergrenzen höchstens 0,05 pH-Einheiten.

6.15 Analysenwaage

Fehlergrenzen höchstens 0,1 g.

6.16 Trübungsmessgerät

Zur Bestimmung der Trübe in FNU, Messbereich 0,2 – 1000 FNU

6.17 TOC/DOC Messgerät

Zur Bestimmung austragbarer, (gelöster) organischer Inhaltsstoffe

7 Vorbereitung der Säule

Der Aufbau der Säule ist in Anhang B erläutert.

7.1 Sandfüllung

Trinkwasser wird von unten in die Säule bis ca. einem Drittel der Säulenhöhe gepumpt. Eine Filzscheibe wird auf den Grund der Säule gelegt (oder Glaswolle in die Öffnung am Boden platziert). Der Sand wird nach und nach eingefüllt. Durch weiteres Zupumpen des Wassers während des Einfüllens von Sand wird ein möglichst lufttraumfreies Einschlämmen erreicht. Die Säule ist soweit zu füllen, dass die Filzscheibe, die Lochplatte aus Stahl und der Deckel dicht auf der Sandfüllung aufliegen. Danach wird der Deckel verschlossen und die Ableitung angebracht.

Anmerkung: Die Gesamtmenge an Sand beträgt ca. 50 kg.

7.2 Spülen der mit Sand gefüllten Säule

Vor dem Einbringen des zu untersuchenden Materials muss die Sandfüllung der Säule 24 Stunden mit Trinkwasser gespült werden. Hierzu wird mit der Pumpe Wasser aus dem Vorratsbehälter von unten nach oben durch die Säule gepumpt (Förderleistung: $4 \pm 0,2$ Liter pro Stunde). Das oben aus der Säule austretende Wasser wird während des Spülvorgangs verworfen.

Nach dem 24-stündigen Spülen wird unmittelbar vor Testbeginn eine Fraktion des Prüfwassers (1 Liter) als Blindwert aufgefangen.

8 Probenvorbereitung

8.1 Allgemeines

Das zu untersuchende Volumen beträgt 1 Liter des zu bewertenden Bauproduktes. Die Menge pro 1 Liter variiert je nach Bauprodukt und ist zu bestimmen. Das Bauprodukt ist nach Herstellerangaben anzumischen. Dabei sind die Reaktionszeiten des Produktes zu beachten.

9 Durchführung

9.1 Überführen des Produkts in die Säule

Das Einbringen von Produkten kann prinzipiell auf zwei verschiedenen Wegen erfolgen, die zu untersuchenden Produkte werden entweder wie unter dem Punkt 9.1.1 „Einfüllen“ beschrieben appliziert, oder in die Säule, wie unter Punkt 9.1.2 „Injektion“ geschildert, injiziert.

9.1.1 Einfüllen

Das in der Säule befindliche Wasser wird bis zur Höhe der Öffnung für den Mauerpacker abgelassen.

Der Deckel der sandgefüllten Säule wird geöffnet und der feuchte Sand bis zur Höhe der Öffnung für den Mauerpacker entfernt. In der Mitte wird eine möglichst runde Sandmulde geschaffen die später das Produkt aufnehmen soll.

Die Komponenten des Produktes werden nach Herstellerangaben vorbereitet (z. B. in Lösung gebracht oder abgemessen) und vermischt.

1000 ml des Produktes werden vorsichtig in die Mulde überführt.

Der entnommene Sand wird vor dem Ende der Reaktionszeit (Gelzeit) wieder in die Säule gefüllt. Anschließend wird die Säule verschlossen und nach Ende der Reaktionszeit, die Elution mit einer Fließrate von $4 \pm 0,2$ l/h gestartet.

9.1.2 Injektion

Die Komponenten des Produktes werden vorbereitet (z. B. in Lösung gebracht oder abgemessen).

Die Probenmenge (z.B. Komponente A + Komponente B) sollte 1000 ml nicht übersteigen.

Bei einem schnell reagierenden Zweikomponenten-System erfolgt die Injektion mit den auch in der Praxis verwendeten Pumpen mit Mischkopf; die Reaktion beginnt im Moment der Injektion (während und nach Passieren des Mauerpackers).

Bei Zweikomponenten-Systemen, die langsam reagieren, werden die Komponenten vorgemischt. Die anschließende Injektion kann dann mit einer einfachen Pumpe durchgeführt werden.

Eine Alternative zu Injektionspumpen stellt die Verwendung der Windkesselanlage (WKA) zur Injektion dar. Hier werden die einzelnen Komponenten vorgemischt und dann direkt in der WKA vereinigt und nach geringer Zeit mit Druck injiziert (vgl. Anhang C).

Die Injektion der Bauprodukte kann in die wassergesättigte Säule (Fall A) oder in eine vorher entwässerte Säule (Fall B) erfolgen. Die Herstellerangaben sind zu beachten.

Nach Ende der Reaktionszeit, wird die Elution in beiden Fällen mit einer Fließrate von $4 \pm 0,2$ l/h gestartet.

Anmerkung: Fall A und B zeigen einen zueinander verschobenen Parameterverlauf, da in der gesättigten Variante das Wasser über den Probekörper unbeeinflusst ist und in den ersten Fraktionen erfasst wird.

9.2 Perkolation und Probenahme

Nach Ende der Reaktionszeit des Bauproduktes (Angaben vom Hersteller beachten) wird die Durchströmung der Säule ($4 \pm 0,2$ Liter) gestartet und das austretende Prüfwasser sofort in Fraktionen von je $2 (\pm 0,1)$ Liter (Gefäße: 2-Liter-Messbecher) aufgefangen. Die 2-Liter-Mischfraktionen werden dann jeweils in eine 1-Liter Flasche umgefüllt.

Dabei findet eine kontinuierliche Probenahme im Abstand von 0,5h (2-Liter-Fraktionen) während der ersten 6 bis 8 Stunden nach Starten der Durchströmung statt.

Am 2. bis 8. Tag ist die Entnahme von jeweils 2 Proben (je $1 \pm 0,1$ Liter) im Abstand von ca. 8 Stunden vorzunehmen.

Am 14. Tag ist die Entnahme von jeweils 2 Proben (je $1 \pm 0,1$ Liter) im Abstand von ca. 8 Stunden zur Bestimmung der „Abklingphase“ vorzunehmen. Bei mineralischen Systemen werden die Fraktionen der Abklingphase nach einer Versuchsdauer von 28 Tagen entnommen.

Die abgefüllten Proben werden bis zur weiteren Verwendung kühl (4 bis 8 °C) aufbewahrt. Zu jeder aufgefangenen Fraktion sind die Zeit und das Volumen des Eluates zu dokumentieren. Die Pumpenrate gegebenenfalls anpassen. Alle Werte im Prüfbericht angeben.

Anmerkung: Gehen die zu bestimmenden Parameter innerhalb der ersten zwei bis drei Tage auf das Ausgangsniveau des Elutionsmittels zurück, kann der Versuch am fünften Tag beendet werden.

9.3 Probenkonservierung

Falls notwendig, können die Proben für die unterschiedlichen chemischen Analysen in eine geeignete Anzahl von Teilproben geteilt werden. Ist eine unmittelbare Analyse nicht möglich, sind diese nach den Anforderungen in DIN EN ISO 5667-3 aufzubewahren.

9.4 Analyse

Die erhaltenen Eluate werden nach bestehenden Standardverfahren der Wasseranalytik physikalisch und chemisch untersucht.

Die elektrische Leitfähigkeit, die Temperatur und den pH-Wert sind dabei unverzüglich zu messen. Neigung zur Schaumbildung, Geruch und Farbe sind zu ermitteln. Die organischen und anorganischen Parameter sind zu messen.

9.5 Vorbereitung der Eluate für ökotoxikologische Tests

9.5.1 Allgemein

Für die Bewertung der Bauprodukte auf ihre Wirkung auf Boden und Grundwasser sind ökotoxikologische Tests heranzuziehen, die das Gefährdungspotential der eluierten Inhaltstoffe aufzeigen.

Um ausreichend Eluat zu erhalten und den größten Teil an austragbaren Inhaltsstoffen zu erfassen, werden einzelne Fraktionen zu einer Mischprobe vereinigt.

Tabelle 1 zeigt die anzusetzenden Eluatmengen für ausgewählte ökotoxikologische Tests und den Abbautest.

Tabelle 1: Eluatmengen für ausgewählte ökotoxikologische Tests und Abbautest

Test	Probenmenge (Liter)
Daphnia magna (akute Toxizität)	2
Vibrio fischeri	0,2
Algen	0,5
Abbautests	1
Bodenamtung	0,5
Nitrifikation	0,5

9.5.2 Vereinigung der Eluatfraktionen zu einer Mischprobe

Als Kriterium für die Vereinigung der Eluatfraktionen zu einer Mischprobe wird der TOC/DOC zu Grunde gelegt.

Anmerkung: Für die Vereinigung der Eluatfraktionen zu einer Mischfraktion können je nach Fragestellung z.B. die Fraktionen mit dem 90%igen Anteil (Eine genaue Beschreibung ist in Anhang D aufgeführt.) des gesamten eluierbaren TOC/DOC oder die drei Fraktionen mit dem höchsten TOC/DOC heran gezogen werden.

9.5.3 Vorbereitung der Mischfraktionen für ökotoxikologische Tests

Die Mischprobe ist ebenfalls anhand der in Punkt 9.4 genannten Parameter zu analysieren.

Wird bei der Trübung der Wert von 50 FNU überschritten, ist das Eluat zu zentrifugieren und/oder über einen Glasfaserfilter (ca. 0,7 µm) zu filtrieren.

Nach Herstellung der Eluate sollten umgehend die Untersuchungen erfolgen. Wenn dies nicht möglich ist, können die Eluate für 7 Tage bei 4 °C gelagert werden.

9.6 Blindprobe

Zur Qualitätssicherung sind die Parameter in Pkt. 9.4 zu bestimmen.

Zur Entnahme der Blindprobe siehe Punkt 7.2.

Die Ergebnisse der Blindprobe sind zu dokumentieren und dürfen nicht von den Ergebnissen der Elutionsversuche für das Material abgezogen werden.

10 Ausbau der Prüfkörper

Nach Versuche werden die Prüfkörper ausgebaut und zur Dokumentation fotografiert, vermessen und gewogen.

Da die eluierten Inhaltsstoffe abhängig von der Größe des Probenkörpers sind, ist die Oberfläche der ausgebildeten Baukörper annähernd zu bestimmen. Bei Ausbildung der Probenkörper in der Säule entstehen meist runde bis kegelartige Körper, die durch Vermessen der Länge, Breite und Höhe zu bestimmen sind.

11 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

a) Stammdaten

- Verweisung auf die vorliegende Norm
- Datum des Versuchs (Beginn und Ende)
- eine vollständige Identifizierung der Untersuchungsprobe/Bauprodukt
- Lagerungsbedingungen der Untersuchungsprobe, wenn relevant
- Mischungsverhältnisse Bauprodukt, Gelzeit (Herstellerangaben)
- Injektionsart und -gerät

b) Säulenversuch

- Abweichung vom Mischungsverhältnis, tatsächliche Gelzeit
- Wassergesättigter oder -ungesättigter Zustand bei Injektion
- Start der Elution
- Dauer der Elution (h)
- Entnahmezeitpunkte der Eluatfraktionen
- Bestimmung der zu verwendenden Mischproben (90% Fraktion), Darstellung der verwendeten Einzelfraktionen/Zusammensetzung der Mischprobe
- jede Abweichung vom Prüfverfahren und die Gründe für diese Abweichung, zusammen mit allen Umständen, die die Ergebnisse beeinflussen können
- Probenlagerung/Konservierung
- Stoffdaten Quarzsand (Korngrößenverteilung, Körnungswerte)

c) Analyseergebnisse

- elektrische Leitfähigkeit, Temperatur, pH-Wert, Neigung zur Schaumbildung, Geruch, Farbe und TOC/DOC sind tabellarisch aufzulisten in Abhängigkeit der Entnahmezeit von: - Einzelfraktionen
- Mischproben
- Blindwertproben
- Elutionswasser
- Der Verlauf von TOC/DOC ist graphisch darzustellen (x-Achse Zeit, y-Achse TOC/DOC)
- Weitere organische und anorganische Parameter wenn bestimmt
- Bei Durchführung ökotoxikologischer Tests mit den Proben der Mischfraktionen, sind die Ergebnisse ebenfalls aufzuführen.
- Eluataufbereitungen (z.B. Filtration) sind zu vermerken

12 Präzision

Verfahrenskenndaten siehe Anhang A.

Anhang A (informativ) **Verfahrenskenndaten**

In einer von der Freien Universität Berlin, FB Geowissenschaften im Auftrag des Deutschen Institut für Bautechnik (DIBt) durchgeführten Vergleichsuntersuchung zum inversen Säulenversuch (Perkulationsverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von Bodeninjektionsmitteln) wurden die in Tabelle A1 und A2 erhaltenen Verfahrenskenndaten ermittelt.

Die Durchführung der Vergleichsuntersuchung erfolgte mit 3 Laboren. Es wurden zwei Bauprodukte (Polyacrylat, Zementleim) in jeweils 3 Parallelen nach vorliegendem Normentwurf eluiert. Als Parameter wurden TOC, pH-Wert, Leitfähigkeit und Trübe (FNU) sowie Farbe, Geruch und Neigung zur Schaumbildung bestimmt. Zusätzlich wurden in den Eluaten des Bauprodukts Zementleim die Schwermetalle bestimmt.

Tabelle A1: Verfahrenskenndaten Vergleichsuntersuchung inverser Säulenversuch – Polyacrylat

Merkmal	Fraktion	Dimension	Anzahl der Labore	Anzahl der ausreißerfreien Einzelwerte	Anzahl der Ausreißerwerte	Anteil der Ausreißer	Gesamtmittelwert	Vergleichsstandardabweichung	Vergleichsvariationskoeffizient	Wiederholstandardabweichung	Wiederholvariationskoeffizient
			l	n	n _A	n _{AP} [%]	x	s _R	CV _R [%]	s _r	CV _r [%]
pH-Wert			3	9	0	0,00	7,65	0,08	1,07	0,05	0,62
Leitf.		μS/cm	3	9	0	0,00	316,14	80,32	25,41	60,80	19,23
Trübung		FNU	3	8	1	11,11	0,21	0,10	47,62	0,10	47,62
TOC		mg/l	3	9	0	0,00	182,98	44,69	24,42	35,48	19,39
Geruch	Mischprobe		3	9	0	0,00	schwach organisch				
Farbe	90% TOC		3	9	0	0,00	farblos				
Schaum			3	9	0	0,00	stark nicht stabil				
pH-Wert			3	9	0	0,00	7,59	0,10	1,29	0,07	0,98
leitf.		μS/cm	3	9	0	0,00	416,43	90,41	21,71	56,66	13,61
Trübung		FNU	3	8	1	11,11	0,14	0,10	71,43	0,02	14,29
TOC	Mischprobe 3	mg/l	3	8	1	11,11	235,52	50,07	21,26	24,66	10,47
Geruch	höchste TOC		3	9	0	0,00	schwach organisch				
Farbe			3	9	0	0,00	farblos				
Schaum			3	9	0	0,00	stark nicht stabil				
TOC	Gesamt TOC	mg	3	9	0	0,00	967,12	193,98	20,06	144,25	14,92

l Anzahl der Labore nach Ausreißereliminierung
n Anzahl der ausreißerfreien Einzel-Analysenwerte
n_A Anzahl der Ausreißerwerte
n_{AP} Anteil der Ausreißer, in Prozent
s_R Vergleichsstandardabweichung

x Gesamtmittelwert
CV_R Vergleichsvariationskoeffizient, in Prozent
s_r Wiederholstandardabweichung
CV_r Wiederholvariationskoeffizient, in Prozent

Tabelle A2: Verfahrenskenndaten Vergleichsuntersuchung inverser Säulenversuch – Zementleim

Merkmal	Fraktion	Dimension	Anzahl der Labore	Anzahl der ausreißerfreien Einzelwerte	Anzahl der Ausreißerwerte	Anteil der Ausreißer	Gesamtmittelwert	Vergleichsstandardabweichung	Vergleichsvariationskoeffizient	Wiederholstandardabweichung	Wiederholvariationskoeffizient
			l	n	n _A	n _{AP} [%]					
pH-Wert			3	9	0	0,00	8,60	0,28	3,27	0,15	1,79
Leitf.		µS/cm	3	9	0	0,00	114,62	26,45	23,08	18,18	15,86
Trübung	Mischprobe	FNU	3	8	1	11,11	0,53	0,86	162,26	0,65	122,64
TOC	90%	mg/l	3	9	0	0,00	17	4,09	23,50	3,34	19,22
Geruch	TOC		3	9	0	0,00	geruchlos				
Farbe			3	9	0	0,00	farblos				
Schaum			3	9	0	0,00	keine				
Chrom			3	8	1	11,11	12,86	7,83	60,91	3,56	27,72
<hr/>											
pH-Wert			3	9	0	0,00	8,69	0,28	3,18	0,10	1,14
Leitf.		µS/cm	3	9	0	0,00	134,00	26,77	19,98	18,56	13,85
Trübung	Mischprobe 3	FNU	3	9	0	0,00	0,56	0,92	164,29	0,66	117,86
TOC	höchste	mg/l	3	9	0	0,00	20	4,60	22,84	3,67	18,24
Geruch	TOC		3	9	0	0,00	geruchlos				
Farbe			3	9	0	0,00	farblos				
Schaum			3	9	0	0,00	keine				
Chrom		µg/l	3	9	0	0,00	13,19	5,55	42,11	4,78	36,21
<hr/>											
TOC	Gesamt TOC	mg	3	8	1	11,11	96	19,44	20,21	13,25	13,77
<hr/>											
Chrom	Gesamt Chrom	µg	3	8	1	11,11	85,44	37,71	44,13	11,57	13,54

l Anzahl der Labore nach Ausreißereliminierung
n Anzahl der ausreißerfreien Einzel-Analysenwerte
n_A Anzahl der Ausreißerwerte
n_{AP} Anteil der Ausreißer, in Prozent
s_R Vergleichsstandardabweichung

x Gesamtmittelwert
CV_R Vergleichsvariationskoeffizient, in Prozent
s_r Wiederholstandardabweichung
CV_r Wiederholvariationskoeffizient, in Prozent

Anhang B

(informativ)

Schematische Darstellung des Säulenversuchs mit den dazugehörigen Geräten und Versuchskomponenten

1 Zusammenbau der Säule

Das Acrylglasrohr wird auf einen der beiden Deckel mit Dichtungsring fest aufgesetzt und das ganze so auf das Stativ gestellt, dass die Schlauchtülle des Deckels durch das Loch in der Stativplatte hindurchreicht. und die Bohrungen für die 4 Gewindestangen im Deckel mit denen der Stativplatte übereinstimmen.

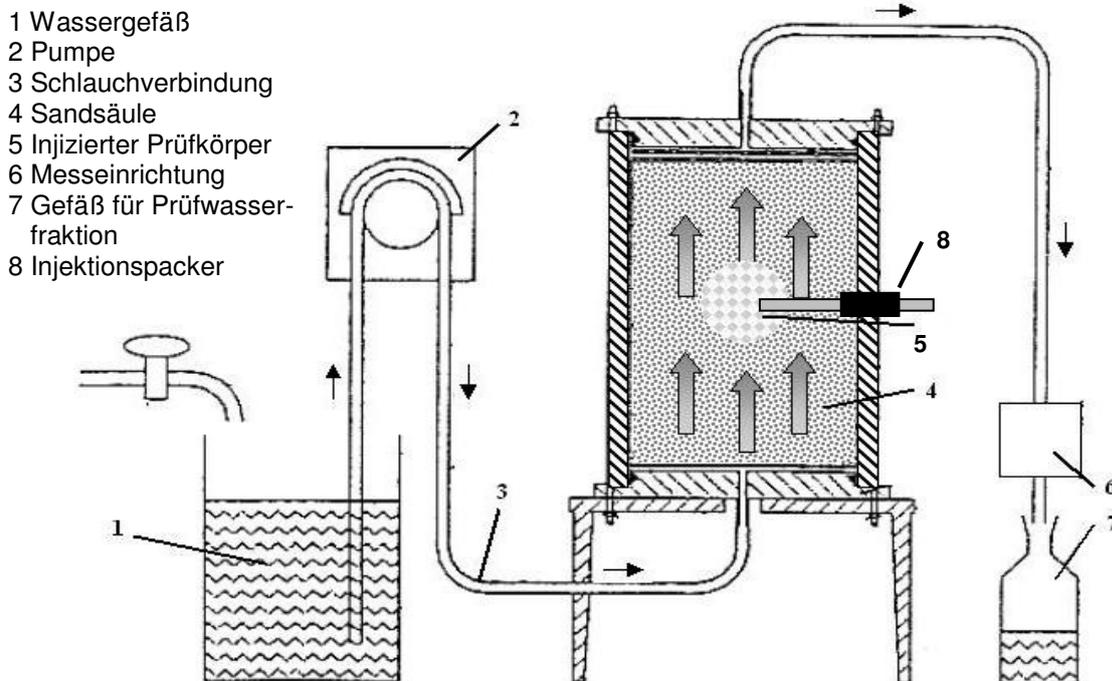


Abbildung 1: Säulenaufbau – Säule mit umgekehrter Fließrichtung

2 Anschluss der Wasserzufuhr

Der Schlauch für die Trinkwasserzufuhr wird auf die untere Schlauchtülle gesteckt und mit dem Förderschlauch der Schlauchpumpe durch ein Verbindungsstück verbunden. Das andere Ende des Förderschlauches der Pumpe wird mit einem weiteren Stück Schlauch verbunden, das dann aus dem Vorratsbehälter das ($20 \pm 2^\circ\text{C}$) auf Trinkwasser fördert.

3 Einbau des Mauerpackers (bei Injektion)

Für die Prüfung von Injektionsmaterialien wird vor dem Befüllen der Säule mit Sand der Mauerpacker in die hierfür vorgesehene Öffnung der Säule wasserdicht eingebaut.

4 Sandfüllung

Als nächstes wird Wasser in die Säule gepumpt (bis etwa zu einem Drittel der Säulenhöhe). Die eine Filzscheibe wird auf den Grund der Säule gelegt und dann der Sand nach und nach eingefüllt (bis etwa zu einem Drittel der Säulenhöhe). Durch weiteres Zupumpen des Wassers während des Einfüllens von Sand wird ein möglichst lufttraumfreies Einschlämmen erreicht. Die Säule ist soweit zu füllen, dass die Filzplatte, die Lochplatte aus Stahl und der Deckel dicht auf der Sandfüllung aufliegen.

5 Schließen der Säule

Mit Hilfe der 4 Gewindestangen werden beide Deckel wasserdicht miteinander und mit der Platte des Statives verschraubt. Die Schlauchtülle des oberen Deckels wird ebenfalls mit einem Schlauch verbunden, der das aus der Säule austretende Wasser wegleitet (zum Verwerfen in einen Abguss oder später für die Probenahme).

Anhang C (informativ)

Aufbau Windkesselanlage und Funktionsweise

1 Aufbau

Der Aufbau der Windkesselanlage ist der Abbildung 1 zu entnehmen. Sie ist so konstruiert, dass sie die nötigen Drücke, die bei der Injektion von Bauprodukten verwendet werden, standhält. Im Wesentlichen besteht sie aus folgenden Einzelteilen (vgl. Abb. 1):

- PMMA Zylinder DI = 140 mm, h = 200 mm
- Glaszylinder DI = 118 mm, h = 140 mm zur Aufnahme des Injektionsmaterials
- quadratische Grundplatte aus Aluminium unten ohne Öffnung
- quadratische Grundplatte aus Aluminium oben mit mittiger Öffnung \varnothing 110 mm
- Druckdeckel mit integriertem Ansaugrohr / Überlaufschlauch und einer Lufteinlassöffnung, die mit der Druckluftanlage verbunden ist; der Deckel wird über 2 Schnellspannverschlüsse gegen die obere Grundplatte verspannt.

Die Grundplatten sind über 4 Gewindestäbe miteinander verspannt.

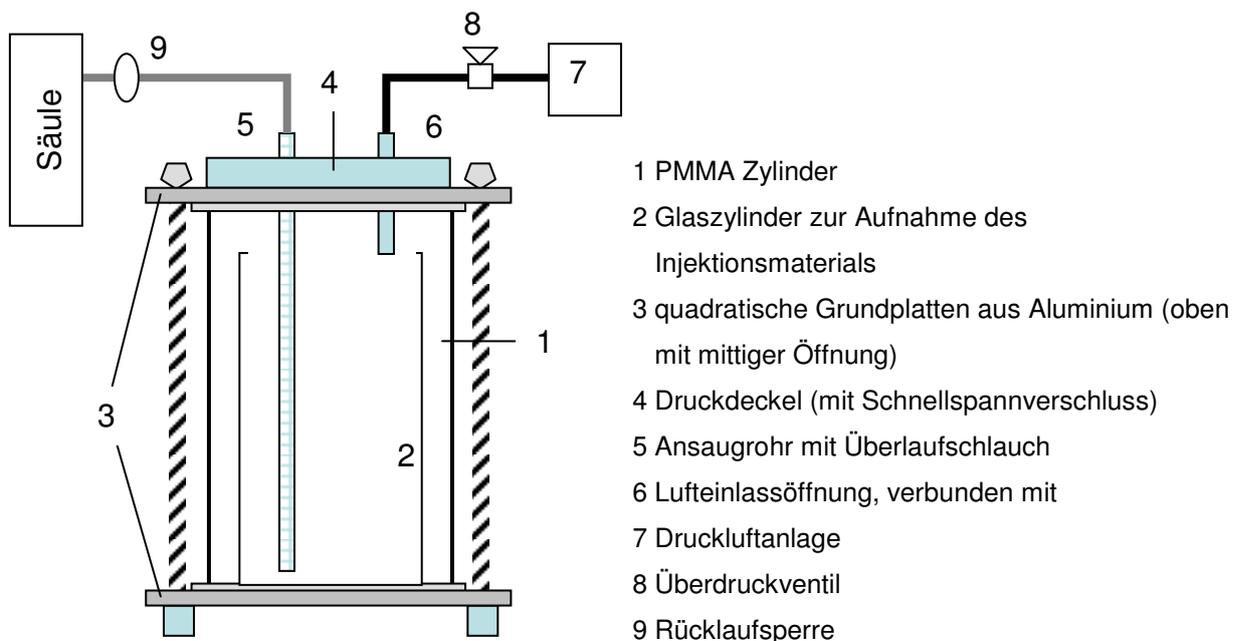


Abbildung 1: Windkesselanlage

2 Funktionsweise

Die Windkesselanlage wird mit der Säule über den Überlaufschlauch verbunden.

Die zu untersuchende Probe wird je nach Bauprodukt und Aushärtezeiten im angemischten Zustand oder als Teilkomponenten in das Aufnahmegefäß gegeben (und dort erst angemischt (z.B. bei schnell reagierenden Systemen)).

Die Windkesselanlage wird verschlossen und ein Druck von 1-2 bar angelegt. Das flüssige Produkt wird auf diese Weise in die Säule injiziert.

Anhang D (informativ)

Vereinigung zu Mischfraktionen

1 Allgemein

Für die Vereinigung der Eluatfraktionen zu einer Mischfraktion ist der 90% Anteil des gesamten eluierbaren TOC/DOC heranzuziehen. Alle Einzelfraktionen mit einem TOC/DOC > 5 mg/l werden in die Berechnung mit einbezogen. Die Grenze von 5 mg/l kann jedoch bauproduktsspezifisch und je nach Höhe des eluierten TOC/DOC variieren. Bei geringen TOC/DOC Konzentrationen (z.B. bei Zementleim) kann eine zu niedrige TOC/DOC Grenze zu starken Verdünnungen und somit zu einer ungewünschten Verringerung der TOC/DOC Konzentration in der 90%-TOC/DOC-Phase (Maximalphase) führen.

2 Bestimmung der 90% Maximalphase

Von der ermittelten TOC/DOC-Konzentration pro Fraktion wird die Summe an gesamt eluiertem TOC/DOC gebildet und der 90% Anteil bestimmt. Ausgehend von der höchsten TOC/DOC-Konzentration werden solange die Einzelfraktionen zusammengefasst bis 90 ± 5 % des Gesamt-TOC/DOC erreicht sind. Das Ziel ist, den 90% Anteil so gut es geht zu erfassen. Im Einzelfall ist zu prüfen, ob eine Unter- oder Überschreitung eine bessere Annäherung an die 90%-Grenze liefert. Die ausgewählten Fraktionen werden in gleichen Teilen zu einer Maximalphase vereinigt, je nach erforderlicher Eluatmenge.

Die gebildete Maximalphase repräsentiert somit 90% des Gesamt-TOC/DOC. In Abbildung 1 ist beispielhaft die Verreinigung der Einzelfraktionen zur 90%-DOC-Maximalphase aufgeführt. In diesem Beispiel repräsentieren die durch dieses Vorgehen gebildete Maximalphasen 88 – 93 % des Gesamt-DOC. Die DOC-Grenze für die Summenberechnung liegt hier bei 5 mg/l. Alle Fraktionen die darunter liegen, wurden nicht in die Summenberechnung einbezogen.

3 Abklingphase

Aus den nachfolgenden Fraktionen, die nicht zur Bildung der Maximalphase herangezogen wurden, ist die Abklingphase zu bilden. Dabei werden alle Fraktionen herangezogen die eine TOC/DOC-Konzentration \leq der TOC/DOC-Grenze für die Summenberechnung aufweisen.

Fraktion	DOC in mg/l					
	Säule A		Säule B		Säule C	
BW	3,4		3,2		3,4	
1	4,1		11,1		5	
2	6,4		85		40	
3	17,5		215		60	
4	50		225		80	
5	80		225		105	
6	105		205		100	
7	115		175		90	
8	103		160		70	
9	87		124		47	
10	70		95	1509	38	630
11	60		79		25	
12	45	715	65		20	
13	8				7	
14	6,6				6,7	
15	6,7				6,5	
16	6				5,5	
17	5,5				4,5	
18	4,5		5,3		4,5	
19	4,6		4,1		4,5	
Summe DOC die in Berechnung eingeht [mg/l]						
	771,7		1719,6		705,7	
90% DOC-Grenze [mg/l]						
	694,53		1547,64		635,13	
Anteil DOC der gebildeten Mischfraktion von Summe DOC [%]						
	92,7		87,8		89,3	

Abbildung 1: Rechnerische Bildung der 90% Fraktion (Maximalphase)

Anhang E (informativ)

Zusammensetzung des Prüfwassers (Trinkwasser) für den Säulenversuch

Tabelle 1: Mittelwerte ausgewählter Prüfwässer (Trinkwasser)

			Region 1	Region 2
Parameter	Einheit	Grenzwert	Mittelwert	Mittelwert
Farbe	1/m	0,50	< 0,1	0,25
Trübung	NTU	1,00	0,1	< 0,20
elektr. Leitfähigkeit (20°C)	µS/cm	2500	470	640
pH-Wert	-	6,5 - 9,5	7,9	7,5
Säurekapazität K_S 4.3	mmol/l		1,95	3,83
Basekapazität K_B 8.2	mmol/l		0,03	0,27
Gesamthärte	°dH		7,3	15,7
Karbonathärte	°dH		5,5	10,7
Al^{3+}	mg/l	0,20	< 0,01	< 0,01
Ca^{2+}	mg/l		41,5	98
Cl^-	mg/l	250	48,5	51
Fe^{3+}	mg/l	0,20	0,02	< 0,03
K^+	mg/l		3,3	4,6
Mg^{2+}	mg/l		6,7	8,7
Mn^{2+}	mg/l	0,05	< 0,005	< 0,01
Na^+	mg/l	200	39,4	37
NH_4^+	mg/l	0,50	< 0,01	< 0,05
NO_2^-	mg/l	0,10	0,01	< 0,03
NO_3^-	mg/l	50	13,9	3,22
PO_4^{3-}	mg/l	-	0,29	< 0,10
SO_4^{2-}	mg/l	240	46,6	96
Permanganatverbr. als O_2	mg/l		0,9	
TOC	mg/l			3,9