

**Analysenverfahren für die Untersuchung  
von güteüberwachten mineralischen Stoffen  
für die Verwertung im Straßen- und Erdbau**

**Stand: 16.10.2002**

**Vorbemerkung:**

Die in diesem Merkblatt aufgelisteten Parameter sind bei der Verwertung von güteüberwachten mineralischen Stoffen im Straßen- und Erdbau nach den Analysenverfahren der vorliegenden Schrift zu untersuchen. Die Festlegungen beziehen sich auf die Erlasse „Güteüberwachung von mineralischen Stoffen im Straßen- und Erdbau“ (GemRdErl. des Ministeriums für Wirtschaft und Mittelstand, Energie und Verkehr – VI A 3 – 32-40/45 – und des Ministeriums für Umwelt und Naturschutz, Landwirtschaft und Verbraucherschutz – IV – 3 – 953-26308 , IV – 8 – 1573 – 30052 vom 9.10.2001) und „Anforderungen an die Güteüberwachung und den Einsatz von Hausmüllverbrennungsaschen im Straßen- und Erdbau“ (GemRdErl. d. Ministeriums für Umwelt und Naturschutz, Landwirtschaft und Verbraucherschutz – IV – 3 – 953-26308, IV – 8 – 1573 – 30052 - und des Ministeriums für Wirtschaft und Mittelstand, Energie und Verkehr –VI A 3 – 32-40/45 - vom 9.10.2001).

**Probenahme und Probenvorbereitung:**

Die Probenahme ist nach DIN EN 932-1 (Ausgabe 11/96) durchzuführen.

Bei der Auswahl des Probenahmegerätes, bei der Konservierung, dem Transport und der Lagerung von Proben sowie bei der Gewinnung der Analysenproben (Probenvorbereitung) sind die einschlägigen Normen und die gute Laborpraxis zu beachten.

**Analysenverfahren:**

Die in Anhang 1 und 2 aufgeführten Analysenverfahren gelten als Referenzverfahren.

**Eluatuntersuchung:**

Die **Eluatherstellung** erfolgt gemäß DIN EN 12457 - 4. Abweichend von den dort genannten **Korngrößen** ist die zur Auslieferung kommende Körnung zu eluieren. Bei HOS, LDS und EOS kann die Körnung 8/11,2 mm als Prüfkörnung verwendet werden. Die für die Herstellung des Eluates einzusetzende **Probenmenge** ist abhängig vom Größtkorn (s. Tabelle 1).

Tab. 1: Probenmengen für Eluatuntersuchungen

| Größtkorn (mm) | Probenmenge (g) |
|----------------|-----------------|
| ≤ 11,2         | ca. 100         |
| 11,2 - ≤ 22,4  | ca. 1000        |
| > 22,4         | ca. 3000        |

Die Eluierung mehrerer Teilproben ist zulässig, dabei müssen die Teileluate vor der Weiterbearbeitung vereint werden.

Das **Nennvolumen** der **Weithalsflasche** ist abhängig von der Probenmenge und sollte so gewählt werden, dass der Luftraum über dem Proben/Eluent-Gemisch möglichst gering ist. Für die Untersuchung der anorganischen Parameter darf das **Gefäßmaterial** aus Kunststoff oder Glas sein, für die der organischen Parameter PAK, Phenolindex und DOC ist ausschließlich Glas zulässig.

**Filtration:** Zur Bestimmung anorganischer Parameter muss das Eluat nach der im Anhang F der DIN EN 12457 - 4 beschriebenen Methode membranfiltriert werden<sup>1</sup>. Für die Untersuchung der organischen Parameter PAK, Phenolindex und DOC sind folgende Vorgaben zu beachten:

- Dekantieren und zentrifugieren gemäß Anhang F der DIN EN 12457 - 4
- Filtration (500 ml) der zentrifugierten Probe über einen Glasfasermikrofilter (Typ GF8) mit einem Mindestdurchmesser von 50 mm,
- Filtergeräte aus Glas oder Porzellan.

Die Analysenverfahren für Eluatuntersuchungen sind Anhang 1 zu entnehmen.

#### **Feststoffuntersuchung:**

Aus der Auslieferungskörnung des Materials (Probenmenge s. Tab. 1) ist eine homogene Analysenprobe durch Mischen, Zerkleinern und Teilen herzustellen. Alle Ergebnisse sind auf Trockensubstanz (bestimmt nach DIN EN 12880, Februar 2001 unter Beachtung des Kommentars oder DIN 38 414-S2, November 1985) zu beziehen.

Die Analysenverfahren für Feststoffe sind Anhang 2 zu entnehmen.

---

<sup>1</sup> Nach Anhang F ist vor der Membranfiltration noch eine Zentrifugation durchzuführen. Diese ist zwingend erforderlich bei Anwesenheit von Huminstoffen (relevant bei Eluaten von Bodenproben). Da Huminstoffe bei den güteüberwachten mineralischen Stoffen nicht zu erwarten sind, kann auf den Zentrifugationsschritt verzichtet werden.

## Anhang 1: Analysenverfahren für Eluatuntersuchungen

| Parameter  | Dimension | zu untersuchen bei | Einzuhalten-<br>der Wert | Analysenverfahren<br>für Eluate           | Matrixab-<br>hängiger<br>Normwert | Matrixab-<br>hängiger La-<br>borpraxiswert | Bemerkungen   |
|------------|-----------|--------------------|--------------------------|---|-----------------------------------|--|---|
| Ammonium-N | mg/L      | GRS                | 1                        | DIN 38 406-E5-1<br>(Oktober 1983)         | 0,03                              | 0,03                                       | photometrisch   |
|            |           |                    |                          | DIN 38 406-E5-2 (Ok-<br>tober 1983)       | 0,5                               | 0,5  | maßanalytische Bestim-<br>mung nach Destillation  |
|            |           |                    |                          | DIN EN ISO 11732<br>(September 1997 )     | 0,1                               | 0,05                                       | Fließinjektionsanalyse<br>(FIA bzw. CFA )   |
| Arsen      | µg/L      | GRS<br>SFA, SKA    | 60<br>100                | DIN EN ISO 11969<br>(November 1996 )      | 1                                 | 0,05 - 5                                   | AAS-Hydridverfahren<br>Aufschl.m. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> |
| Blei       | µg/L      | RCL I              | 40                       | DIN 38406-E6-2<br>(Juli 1998 )            | 5                                 | 2- 5                                       | Graphitrohr-AAS, ggf mit<br>L'vov Plattform   |
|            |           | HMVA I, HMVA II    | 50                       |   |                                   |  |   |
|            |           | RCL II             | 100                      | DIN EN ISO 11885<br>(April 1998 )         | 200                               | 30 - 500                                   | ICP-OES, Nationales<br>Vorwort der Norm beach-<br>ten, Bestimmung aus der<br>filtrierten Probe  |
|            |           | GRS                | 200                      |   |                                   |  |   |
| Cadmium    | µg/L      | RCL I, RCL II      | 5                        | DIN EN ISO 5961 (Mai<br>1995 ), Abschn. 3 | 0,3                               | 0,5 - 2                                    | Graphitrohr-AAS   |
|            |           | HMVA I, HMVA II    | 5                        |   |                                   |  |   |
|            |           | SFA                | 10                       | DIN EN ISO 11885<br>(April 1998 )         | 10                                | 5 - 50                                     | ICP-OES   |
|            |           | GRS                | 10                       |   |                                   |  |   |
| Chlorid    | mg/L      | RCL I              | 40                       | DIN 38405-D1-2 (De-<br>zember 1985)       | 7                                 |  | potentiometrische Ti-<br>tration mit Silbernitrat -   |
|            |           | SFA, SKA           | 50                       |   |                                   |  |   |
|            |           | HMVA I             | 50                       | DIN 38405-D1-3 (De-<br>zember 1985)       | 10                                |  | coulometrische Titration<br>mit Silberionen -   |
|            |           | WB I               | 100                      |   |                                   |  |   |
|            |           | WB II, RCL II      | 150                      | DIN EN ISO 10304-<br>2(November 1996)     | 0,1                               | 1  | Ionenchromatographie  |
| HMVA II    | 250       |                    |                          |   |                                   |  |   |
|            |           |                    |                          | DIN EN ISO 15682<br>(Januar 2002)         | 1                                 |  | Fließanalyse (FIA, CFA)<br>mit photometrischer De-<br>tektion                                   |
| Chrom      | µg/L      | GRS                | 150                      | DIN EN 1233, Abschn.<br>4 (Aug. 1996)     | 4                                 | 2 -10                                      | Graphitrohr-AAS,ggf mit<br>Pyrographitrohr  |
|            |           | SFA                | 350                      | DIN EN ISO 11885<br>(April 1998 )         | 10                                | 10 - 100                                   | ICP-OES; Deutsches<br>Vorwort der Norm beach-<br>ten  |

| Parameter  | Dimension | zu untersuchen bei     | Einzuhaltender Wert | Analysenverfahren für Eluate      | Matrixabhängiger Normwert | Matrixabhängiger Laborpraxiswert | Bemerkungen                      |
|--|-----------|------------------------|---------------------|-----------------------------------|---------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| Chrom VI   | µg/L      | LDS                    | 20                  | DIN 38 405-D24 (Mai 1997)         | 50                        | 20 - 50                          | photometrisch                    |
|  |           | EOS, RCL I             | 30                  |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | RCL II                 | 50                  |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | HMVA I, HMVA II        | 50                  |                                   |                           |                                  |                                  |
| CSB (Chemischer Sauerstoffbedarf)                              | mg/L      | HS                     | 20                  | DIN 38 409-H41-1 (Dezember 1980)  | 15                        |                                  | Chloridgehalt < oder = 1000 mg/l |
|  |           | HOS                    | 200                 | DIN 38 409-H44-1 (Mai 1992)       |                           |                                  | 5                                |
| DOC (gelöster org. geb. Kohlenstoff)                           | mg/L      | GRS<br>HMVA I, HMVA II | 20<br>zu best.      | DIN EN 1484 (August 1997)         | 0,3                       |                                  |                                  |
| Elektrische Leitfähigkeit                                      | µS/cm     | SKG                    | 200                 | DIN EN 27 888 (November 1993)     |                           |                                  |                                  |
|  |           | HS, SKA, WB I,         | 1000                |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | GRS, GKOS              | 1000                |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | WB II                  | 1500                |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | RCL I, HMVA I          | 2000                |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | HOS                    | 2500                |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | RCL II                 | 3000                |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | EOS                    | 3000                |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | SFA, HMVA II           | 5000                |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | LDS                    | 6000                |                                   |                           |                                  |                                  |
| Kupfer   | µg/L      | RCL I                  | 100                 | DIN 38 406-E7-2 (September 1991)  | 2                         | 1 - 10                           | Graphitrohr-AAS                  |
|  |           | RCL II                 | 200                 | DIN 38406-E7-1 (September 1991)   | 100                       | 100                              | Flammen-AAS                      |
|  |           | HMVA I, HMVA II        | 300                 |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | GRS                    | 300                 |                                   |                           |                                  |                                  |
| Nickel   | µg/L      | RCL I                  | 30                  | DIN 38 406-E11-2 (September 1991) | 200                       | 2 - 10                           | Graphitrohr-AAS                  |
|  |           | RCL II                 | 100                 |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | GRS                    | 150                 | DIN EN ISO 11885 (April 1998)     |                           |                                  |                                  |
| PAK (Poly-zyklische aromatische Kohlenwasserstoffe) (nach EPA) | µg/L      | RCL I                  | 5                   | Gemäß DIN 38407-F18 (Mai 1999)    | 0,0005 - 1                | 0,005 - 1                        |                                  |
|  |           | RCL II                 | zu best.            |                                   |                           |                                  |                                  |
| pH-Wert  | -         | LDS                    | 10 - 13             | DIN 38 404-C5 (Januar 1984)       |                           |                                  | elektrometrisch                  |
|  |           | EOS, SKA               | 10 - 12             |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | HOS, HS                | 9 - 12,5            |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | SKG                    | 6 - 9               |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | SFA                    | 8 - 13              |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | WB I, WB II            | 6 - 10              |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | GRS                    | 5,5 - 12            |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | GKOS                   | 5 - 12              |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | RCL I, RCL II          | 7 - 12,5            |                                   |                           |                                  |                                  |
|  |           | HMVA I, HMVA II        | 7 - 13              |                                   |                           |                                  |                                  |

| Parameter    | Dimension | zu untersuchen bei | Einzuhaltender Wert | Analysenverfahren für Eluate  | Matrixabhängiger Normwert | Matrixabhängiger Laborpraxiswert | Bemerkungen  |
|--------------|-----------|--------------------|---------------------|---|---------------------------|----------------------------------|--|
| Phenol-Index | µg/L      | RCL I              | 50                  | DIN 38 409-H16-2 (Juni 1984)  | 10                        |                                  | photometrisch nach Destillation u. Farbstoffextraktion                         |
|              |           | RCL II             | 100                 |   |                           |                                  |  |
|              |           | GRS                | 100                 | DIN 38 409-H16-3 (Juni 1984)<br>DIN EN ISO 14402 (Entwurf Mai 1998) | 100                       |                                  | Photometrisch nach Dest ohne Farbstoffextraktion<br>Fließanalyse (CFA und FIA) |
| Quecksilber  | µg/L      | HMVA I, HMVA II    | 1                   | DIN EN 12338 (Oktober 1998)   | 0,01                      |                                  | Verfahren nach Anreicherung durch Amalgamtechnik                               |
|              |           | SFA, SKA           | 2                   | DIN EN 1483 - 2   | 1                         | 0,2 – 1                          | Kaltdampf-AAS nach Reduktion mit Zinn(II)chlorid ohne Anreicherung             |
|              |           |                    |                     | DIN EN 1483 - 3   | 0,1                       | 0,2 – 0,3                        | Kaltdampf-AAS nach Reduktion mit Natriumtetrahydroborat ohne Anreicherung      |
| Sulfat       | mg/L      | HS, WB I           | 100                 | DIN 38 405-D5-2 (Januar 1985)                                       | > 100                     |                                  | Bei Bedarf Filtration, gravimetr. nach Fällung mit Barium-Ionen                |
|              |           | WB II, RCL I       | 150                 |   |                           |                                  |  |
|              |           | SKA, HMVA I        | 200                 | DIN EN ISO 10304-2 (November 1996)                                  | 0,1                       | 0,1 – 2                          | Ionenchromatographie   |
|              |           | HOS                | 500                 |   |                           |                                  |  |
|              |           | RCL II, HMVA II    | 600                 |   |                           |                                  |  |
| SFA          | 1000      |                    |                     |   |                           |                                  |  |
| Zink         | µg/L      | RCL I              | 200                 | 38 406-E8-1 (Oktober 1983)  | 50                        | 100                              | Flammen-AAS-   |
|              |           | HMVA I, HMVA II    | 300                 |   |                           |                                  |  |
|              |           | RCL II             | 400                 | DIN EN ISO 11855 (April 1998)                                       | 10                        | 10-100                           | ICP-OES Deutsches Vorwort der Norm beachten                                    |
|              |           | GRS                | 600                 |   |                           |                                  |  |

Anhang 2: Analysenverfahren für Feststoffuntersuchungen

| Parameter   | Dimension | zu untersuchen bei | Einzuhaltender Wert | Analysenverfahren für Feststoffe  | Matrixabhängiger Normwert | Matrixabhängiger Laborpraxiswert | Bemerkungen   |
|---|-----------|--------------------|---------------------|---|---------------------------|----------------------------------|---|
| EOX (Extrahierbares schwerflüchtiges organisches Halogen)           | mg/kg     | GRS, RCL I         | 3                   | DIN 38 414-S17 (November 1989)  | 0,2 - 1                   | 3                                |   |
|   |           | HMVA I             | 3                   |   |                           |                                  |   |
|   |           | HMVA II            | 3                   |   |                           |                                  |   |
|   |           | RCLII              | 5                   |   |                           |                                  |   |
| Kohlenwasserstoffe  | mg/kg     | GRS                | 150                 | E-DIN EN 14039 (Entwurf 12/00)  |                           | 1-100                            |   |
| PAK (Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe) (nach EPA)       | mg/kg     | RCL I              | 15                  | E DIN 38414-S23 (März 2000)   | 0,05                      |                                  | a)Lufttrocknung, Extraktion im Ultraschall mit THF<br>b)Extraktion der Originalprobe mit Aceton/Petrolether<br>-----<br>Ultraschallextrakt mit THF oder Acetonitril |
|   |           | GRS                | 20                  | LUA Merkblatt Nr.1 (1994)   | 0,05                      |                                  |   |
|   |           | RCL II             | 75                  |   |                           |                                  |   |
| PCB (Polychlorierte Biphenyle) (PCB Nr. 28, 52, 101, 138, 153, 180) | mg/kg     | WB I, WB II        | 0,05*               | analog DIN 38 414-S20 (Januar 1996)<br>LUA Merkblatt Nr. 6 (1996)   | 0,001 Einzelsubstanz      |                                  |   |
| Pyritgehalt   | mmol/kg   | WB I, WB II        |                     | Korngrößenbereich 0 - 120 mm, ca. 3 kg gebrochen und gemahlen auf < 0,1 mm<br>DIN 51 724 Teil 2   |                           |                                  |   |
| Säureneutralisationskapazität                                       | mmol/kg   | WB I, WB II        |                     | Korngrößenbereich 0 - 120 mm, ca. 3 kg gebrochen und gemahlen auf < 0,1 mm. Probe (100 g) mit 1.000 ml dest. Wasser versetzen. Anschließend mit 2 n HCL bis pH 4 titrieren und die verbrauchte Säuremenge ermitteln. Es wird solange HCL zugegeben, bis der pH-Wert von 4 über einen Zeitraum v. 12 h konstant bleibt. Die Säureneutralisationskapazität. errechnet sich nach der Formel: Säureneutralisationskapazität (mmol/kg) = ml verbrauchte 2-n-HCL * 20 |                           |                                  |   |
| TCBT (TCBT Nr. 21, 27, 28, 52, 74, 80)                              | mg/kg     | WB I, WB II        | 0,05*               | analog DIN 38 414-S20 (Januar 1996)<br>LUA Merkblatt Nr. 6 (1996)   | 0,001                     |                                  |   |
| TOC (organischer Kohlerstoff, gesamt )                              | M.-%      | HMVA I, HMVA II    | 3                   | E DIN EN 13137 (Entwurf April 1998)   | 0,10                      |                                  | Oxidation zu Kohlendioxid, CO2 - Detektion (IR)   |

\* Einzuhaltender Wert aus der Summe von PCB und TCBT (jeweils 6 Einzelverbindungen). Falls sich die Peaks von zwei Isomeren überlagern (z.B. PCB-153 und TCBT-80) werden sie jeweils als PCB- u n d als TCBT- Isomer ausgewertet