

**Auswirkungen verschiedener  
Elutionsmittel auf die öko-  
toxikologische Bewertung von  
Bauprodukteluataten – Algentoxizität**

T 3311

Dieser Forschungsbericht wurde mit modernsten Hochleistungskopierern auf Einzelanfrage hergestellt.

Die in dieser Forschungsarbeit enthaltenen Darstellungen und Empfehlungen geben die fachlichen Auffassungen der Verfasser wieder. Diese werden hier unverändert wiedergegeben, sie geben nicht unbedingt die Meinung des Zuwendungsgebers oder des Herausgebers wieder.

Die Originalmanuskripte wurden reprototechnisch, jedoch nicht inhaltlich überarbeitet. Die Druckqualität hängt von der reprototechnischen Eignung des Originalmanuskriptes ab, das uns vom Autor bzw. von der Forschungsstelle zur Verfügung gestellt wurde.

© by Fraunhofer IRB Verlag

2015

ISBN 978-3-8167-9408-0

Vervielfältigung, auch auszugsweise,  
nur mit ausdrücklicher Zustimmung des Verlages.

**Fraunhofer IRB Verlag**

Fraunhofer-Informationszentrum Raum und Bau

Postfach 80 04 69  
70504 Stuttgart

Nobelstraße 12  
70569 Stuttgart

Telefon (07 11) 9 70 - 25 00

Telefax (07 11) 9 70 - 25 08

E-Mail [irb@irb.fraunhofer.de](mailto:irb@irb.fraunhofer.de)

[www.baufachinformation.de](http://www.baufachinformation.de)

# **Abschlussbericht**

## **Auswirkungen verschiedener Elutionsmittel auf die ökotoxikologische Bewertung von Bauprodukteluatzen – Algentoxizität**

Freie Universität Berlin

Fachbereich Geowissenschaften  
Organische Umweltgeochemie/Geoökologie  
Malteserstr. 74-100, Haus G  
12249 Berlin

Bearbeiter:

Dr. rer. nat. Robert Wagner  
Dipl.-Geogr. Michaela Dumm

Projektleitung:

Prof. Dr. mult. Dr. h. c. Konstantin Terytze



## Inhaltsverzeichnis

<b>Abkürzungsverzeichnis .....</b>	<b>4</b>
<b>Abbildungsverzeichnis .....</b>	<b>4</b>
<b>Tabellenverzeichnis.....</b>	<b>5</b>
<b>1 Begründung und Zielstellung .....</b>	<b>6</b>
<b>2 Durchführung .....</b>	<b>7</b>
2.1 Laborvergleichstest.....	7
2.2 Eluatherstellung.....	8
2.3 Untersuchung der Algentoxizität .....	9
2.4 Auswertung der Untersuchungsergebnisse.....	10
<b>3 Ergebnisse.....</b>	<b>11</b>
3.1 Trinkwasserdaten .....	11
3.2 TOC, pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit .....	12
3.3 Wirkung der Eluate auf <i>Desmodesmus subspicatus</i> - Algentoxizität .....	14
3.4 Auswertung Prüfberichte und Abfrage wichtiger Rahmenparameter .....	16
3.5 Gegenüberstellung Algentoxizität ( $G_A$ ), TOC, pH, Leitfähigkeit und Rahmenbedingungen .....	18
<b>4 Diskussion.....</b>	<b>21</b>
<b>5 Zusammenfassung und Fazit.....</b>	<b>23</b>
<b>6 Literaturverzeichnis .....</b>	<b>24</b>
<b>7 Anhang.....</b>	<b>25</b>

## Abkürzungsverzeichnis

DIBt = Deutsches Institut für Bautechnik  
DIN = Deutsches Institut für Normung  
dW = deionisiertes Wasser  
TW = Trinkwasser

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Versuchssäule mit Windkesselanlage und schematische Darstellung der Windkesselanlage mit Anschlüssen.....	8
Abbildung 2: TOC-Maximalphasen (errechnet (voll) und gemessen (schraffiert)); Code21 – 25 (blau): Elution mit dW, Code 10 – 14 (grün): Elution mit TW .....	12
Abbildung 3: pH-Wert der untersuchten Eluate vor Einstellung des pH-Werts .....	13
Abbildung 4: Elektrische Leitfähigkeit der untersuchten Eluate.....	14
Abbildung 5: G <sub>A</sub> -Werte der Eluatuntersuchungen; Code 21 – 25 (blau): Elution mit dW, Code 10 – 14 (grün): Elution mit TW.....	14
Abbildung 6: G <sub>A</sub> -Werte in Abhängigkeit zum TOC der untersuchten Eluate; x = Werte außerhalb der geforderten Parameter (Lagerungstemp., -zeit) .....	18
Abbildung 7: G <sub>A</sub> -Werte in Abhängigkeit zur elektr. Leitfähigkeit der untersuchten Eluate....	18
Abbildung 8: G <sub>A</sub> -Werte in Abhängigkeit zum pH-Wert der untersuchten Eluate (pH-Wert der Eluate wurde teilweise auf 7,0 eingestellt, vgl. Tabelle 8) .....	19
Abbildung 9: Dosis – Wirkungsbeziehung der dW-Eluate, incl. Ergebnisse der Voruntersuchung .....	19
Abbildung 10: Dosis – Wirkungsbeziehung der TW-Eluate, incl. Ergebnisse der Voruntersuchung .....	20

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Zusammensetzung und gefährliche Inhaltsstoffe .....	7
Tabelle 2:	Teilnehmer Laborvergleichstest und ausführende Labore .....	9
Tabelle 3:	Mittelwerte ausgewählter Trinkwässer, gelb = Leitparameter für Auswahl .....	11
Tabelle 4:	TOC-Maximalphasen (errechnet aus den drei höchsten TOC-Einzelfraktionen) .....	12
Tabelle 5:	pH-Wert und Leitfähigkeit der untersuchten Eluate (errechnet aus den .....	13
Tabelle 6:	G <sub>A</sub> -Stufen und dazugehörige Wirkung (Hemmungen) der dW Eluate.....	15
Tabelle 7:	G <sub>A</sub> -Stufen und dazugehörige Wirkung (Hemmungen) der TW Eluate .....	15
Tabelle 8:	Lagerung, Transport und Probenbehandlung - Rahmenbedingungen der Testdurchführung zur Bestimmung der Algentoxizität; rot kursiv: Überschreitung der vorgegebenen Lagerungstemperatur und Zeitdauer bis zum Beginn der Untersuchung auf Algentoxizität.....	17
Tabelle 9:	TOC-Konzentrationen bei Unterschreitung der 20% Hemmung .....	20

# 1 Begründung und Zielstellung

Für Bauprodukte zur Injektion in Böden wird in den Grundsätzen zur „Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten auf Boden und Grundwasser“ des DIBt der Säulenversuch mit inverser Fließrichtung vorgegeben (DIBt, 2009).

Dieses Verfahren befindet sich zurzeit in der Normung. Zur Ableitung von Verfahrenskennwerten für verschiedene Elutionswässer (Trinkwasser, demineralisiertes Wasser) wurde 2013 ein Validierungsringversuch im Auftrag des DINs durchgeführt.

In einem von 2008 - 2009 laufenden Forschungsvorhaben des DIBt zur Vorbereitung der Normung des inversen Säulenversuches (WAGNER ET AL. 2012) wurde mittels einer Vergleichsuntersuchung festgestellt, dass u.a. Trinkwasser einen signifikanten Einfluss auf die Freisetzung und die Vergleichbarkeit des Verfahrens besitzt.

In einem weiteren Teilprojekt (*Überprüfung des Einflusses standardisierter Elutionswässer auf das Auslaugverhalten von Bauprodukten im inversen Säulenversuch im Rahmen der Normierung der inversen Säulenelution nach Schössner, Laufzeit 01.08.2012 - 31.01.2014*) wurde der Einfluss von deionisiertem Wasser auf das Auslaugverhalten eines Polyacrylats untersucht.

Hier zeigten sich signifikant erhöhte Konzentrationen an TOC im Eluat im Vergleich zu Trinkwasser. Diese erhöhten Konzentrationen wirkten sich auf die Ergebnisse der mit den Bauprodukteluaten durchgeführten ökotoxikologischen Tests (Algenwachstumshemmtest nach DIN 38412-33 (03/1991), Leuchtbakterienlumineszenztest nach DIN EN ISO 11348-2 (05/2009) und Nitrifikationstest DIN ISO 15685 (2001)) aus.

Mit dem 2013 durchgeführten Validierungsringversuch bestand die Möglichkeit ohne größeren Aufwand und Kosten die von den teilnehmenden Laboren hergestellten Eluate auf ihre Algentoxizität hin zu überprüfen und die Datenbasis für die ökotoxikologische Bewertung von Bauprodukten wesentlich zu verbessern.

## 2 Durchführung

### 2.1 Laborvergleichstest

Der dem Projekt zu Grunde liegende Laborvergleichstest fand im Zeitraum Juni bis September 2013 statt. An dem Laborvergleichstest nahmen 8 Labore teil. Der Laborvergleichstest wurde mit einem Bodeninjektionsmittel auf Acrylatbasis durchgeführt. Das Bauprodukt bestand aus einer Komponente A, die sich aus zwei Teilkomponenten (A1 und A2) und aus einer Komponente B (Natriumpersulfat) zusammensetzte (vgl. Tab. 1). Zum Anmischen der Komponente B wurde deionisiertes Wasser verwendet.

**Tabelle 1: Zusammensetzung und gefährliche Inhaltsstoffe**

Bau- produkt	Komponente	Zusammensetzung Gefährliche Inhaltsstoffe	Wassergefährdungsklasse (Selbsteinstufung)
Polyacrylat	A 1: <i>Ethylenglykolester der Methacrylsäure</i>	Ethylenglykolester der Methacrylsäure (25-50%)	<i>keine Angaben</i>
	A 2: <i>2-Dimethyl- aminoethylmeth- acrylat</i>	2-Dimethylaminoethylmethacrylat (25-100%)	<i>1: schwach wassergefährdend</i>
	B: <i>Natriumpersulfat</i>	Natriumpersulfat (25-100%)	<i>1: schwach wassergefährdend</i>

Fünf Labore führten den Versuch mit Trinkwasser und fünf Labore mit deionisiertem Wasser durch. Zwei Labore haben beide Varianten durchgeführt, eins davon mit 3 Parallelen je Elutionswasser, das andere mit 3 Parallelen mit Trinkwasser und 1 Parallele mit deionisiertem Wasser.

Zur Vorbereitung der Laborvergleichsuntersuchung wurden verschiedene potentielle Teilnehmer kontaktiert. Auf Sitzungen des „AK Bodeninjektionsmittel“ im DIN und einem durchgeführten Expertengespräch wurden die Ziele der Laborvergleichsuntersuchung erläutert und wichtige Punkte besprochen. Für die Vorbereitung wurde ein Workshop mit allen Teilnehmern organisiert, der am 23.01.2013 stattfand. Alle teilnehmenden Labore waren durch mindestens einen Mitarbeiter vertreten. Die Vorgehensweise der inversen Säulenelution wurde ausführlich dargestellt und der Sandeinbau sowie die Injektion mit der Windkesselanlage praktisch vorgeführt. Des Weiteren wurden die notwendigen Arbeitsanweisungen (Anmischung Polyacrylat, Injektion Polyacrylat, Messparameter Farbe, Messparameter Geruch, Messparameter Neigung zur Schaumbildung) präsentiert und diskutiert.

Die Art des zu verwendenden Elutionsmittels wurde im DIN „AK Bodeninjektionsmittel“ (24.01.2013) ausführlich diskutiert. Das Fachgremium beschloss den Einsatz von deionisiertem Wasser (5 Labore) und Trinkwasser (5 Labore). Auf Grundlage der Trinkwasserdaten der Teilnehmer wurde entschieden welches Labor mit welchem Wasser

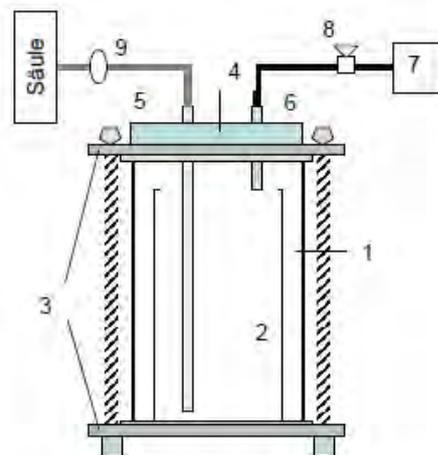
eluiert werden sollte. Entscheidungskriterium war dabei eine größtmögliche Streuung der Trinkwasserparameter.

## 2.2 Eluatherstellung

Die Eluate wurden durch die Teilnehmer des Validierungsringversuchs gewonnen. Als Verfahren wurde die inverse Säulenelution verwendet (vgl. WAGNER 2011, WAGNER ET AL. 2012). Das Bauprodukt wurde mittels Windkesselanlage in die Säule injiziert (Abb. 1).



- 1 PMMA Zylinder
- 2 Glaszylinder zur Aufnahme des Injektionsmaterials
- 3 quadratische Grundplatten aus Aluminium (oben mit mittiger Öffnung)
- 4 Druckdeckel (mit Schnellspanverschluss)
- 5 Ansaugrohr mit Überlaufschlauch (PVC-Schlauch)
- 6 Lufterlassöffnung, verbunden mit
- 7 Druckluftanlage
- 8 Überdruckventil
- 9 Rücklaufsperr



**Abbildung 1: Versuchssäule mit Windkesselanlage und schematische Darstellung der Windkesselanlage mit Anschlüssen**

Für die Untersuchung der Algentoxizität sollte eine Säulenparallele herangezogen werden. Dabei war das Ziel, die Parallele mit der höchsten TOC Konzentration in der Maximalphase zu untersuchen.

Für die Vereinigung der Eluatfraktionen zu einer Mischfraktion waren die Eluatfraktionen heranzuziehen, welche die drei höchsten Konzentrationen an TOC aufwiesen.

Diese drei Einzelfraktionen waren volumenanteilig (jeweils 300ml) so zu vereinen, dass die Mischprobe der Maximalphase 900ml betragen sollte. Die Mischprobe der Maximalphase war in eine 1 Liter Braunglasflasche zu überführen. Die überstehende Luft diente zur Stabilisierung der Mischprobe.

Die Messung des TOC sollte direkt nach der Eluatentnahme erfolgen, um eine schnelle Vereinigung der Maximalphase zu einer Mischprobe und die anschließende Verbringung in

das Labor zur Messung der Algentoxizität zu gewährleisten. Zur Charakterisierung der Maximalphasen wurden die Parameter TOC, pH und elektrische Leitfähigkeit aus den drei zugrundeliegenden Einfeldfraktionen berechnet.

Die gebildete Mischprobe sollte direkt an das ausgewählte Labor übersendet werden. War dies nicht möglich, sollte die Mischprobe dunkel und kühl bei 4 (± 2) °C gelagert werden. Die Durchführung des Algentoxizitätstests sollte max. 72h nach Eluatherstellung erfolgen.

Von einem Einfrieren der Probe sollte abgesehen werden, da das Auftauen zu Veränderungen der Probe (Polymerisationseffekte) führt. Sollte es trotzdem erforderlich sein, waren die Labore angewiesen, die eingefrorene Probe unter Schwenken oder Rühren und ggf. unter Sauerstoffzutritt aufzutauen. Sauerstoffmangel destabilisiert die Probe und führt zur Ausfällung von nachträglich polymerisierten Polyacrylatmonomeren bzw. Acrylsäure.

Da die Lagerungsbedingungen Einfluss auf die Probe ausüben können, war vor Beginn des Algentoxizitätstests auf das Ausfällen von Inhaltsstoffen zu achten und der TOC sowie die Trübung erneut zu messen.

Insgesamt standen zehn Eluate für die Bestimmung der Algentoxizität bereit.

### 2.3 Untersuchung der Algentoxizität

Zur Überprüfung der Algentoxizität eines Bauprodukteluat im Rahmen der Verfahrensvalidierung „inverser Säulenversuch“ wurden den ausführenden Laboren (vgl. Tab. 2) die Verfahrensanweisungen und den Teilnehmern des Laborvergleichstests die Anweisung zur Herstellung der Untersuchungsprobe zugesendet (siehe Anhang A und B).

**Tabelle 2: Teilnehmer Laborvergleichstest und ausführende Labore**

	Teilnehmer	Labor
1	Freie Universität Berlin FB Geowissenschaften AG Geoökologie	Institut Dr. Appelt
2	MFPA Leipzig GmbH Gesellschaft für Materialforschung und Prüfungsanstalt für das Bauwesen Leipzig mbH	Institut Dr. Appelt
3	Hygiene-Institut des Ruhrgebiets Institut für Umwelthygiene und Toxikologie	Eigenes Labor
4	MPA Braunschweig - Materialprüfanstalt für das Bauwesen	Dr. U. Noack
5	LADR-Laborverbund Laborärztliche Arbeitsgemeinschaft für Diagnostik und Rationalisierung e.V.	Institut Dr. Nowak
6	BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung	Hydrotox GmbH
7	Kiwa Polymer Institut GmbH	GoBio
8	Technische Universität Berlin Institut für Bauingenieurwesen FG Baustoffe und Bauchemie	Eigenes Labor

Die Untersuchungen wurden von Laboratorien durchgeführt, die durch die Teilnehmer des Laborvergleichstests vorher ausgewählt wurden.

Folgender aquatischer Ökotoxizitätstest war durchzuführen:

Algenwachstumshemmtest: nach DIN 38412-33 mit der Grünalge *Desmodesmus subspicatus*.

Im Vorfeld wurden durch Voruntersuchungen die zu erwartenden Verdünnungsstufen ermittelt. Dazu wurde der Elutionstest mit dem im Ringversuch verwendeten Polyacrylat mit den Elutionsmitteln Trinkwasser und deionisiertem Wasser mit je einer Säule durchgeführt. Das Eluat wurde alle halbe Stunde aufgefangen und anhand der elektrischen Leitfähigkeit die Maximalphase des TOC-Austrags bestimmt. Die Maximalphase je Elutionsmittel wurde wie in Kap. 2.2 hergestellt. Anschließend wurden die zwei Maximalphasen an ein externes Labor (Institut Dr. Appelt) versendet. Mit beiden Proben wurde der Algentoxizitätstest durchgeführt (Verdünnungsstufen 4, 16, 32).

## **2.4 Auswertung der Untersuchungsergebnisse**

Die Ergebnisse des Algenwachstumshemmtests wurden von den Laboratorien direkt oder über die Teilnehmer der Laborvergleichsuntersuchung an die Autoren übermittelt.

Die Ergebnisse der Parameter TOC, pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit wurden mit den Ergebnissen des Algenwachstumshemmtests verglichen und statistisch ausgewertet. Dabei wurden besonders die Unterschiede in den Trinkwasserwerten und der Vergleich mit deionisiertem Wasser bewertet.

Zur Beurteilung der erhaltenen Ergebnisse zur Algentoxizität wurden die Prüfberichte der durchführenden Labore hinsichtlich Lagerung, Transport, Eluateingang, Probenbehandlung und Untersuchungsbeginn ausgewertet. Daraus ergab sich u.a. die Zeitdauer von Eluatabnahme bis zum Beginn des Algentests.

Da der Informationsgehalt der einzelnen Prüfberichte stark unterschiedlich ist, wurde zusätzlich eine Abfrage bei den Laboren durchgeführt. Folgende Informationen wurden von den Laboren erbeten:

1. Wo wurde der Test durchgeführt (Mikrotiterplatten/Reagenzgläser/Erlenmeyerkolben/Küvetten)?
2. Wurde vor jeder Verdünnungsstufe homogenisiert?
3. Wurde der pH-Wert eingestellt?

## 3 Ergebnisse

### 3.1 Trinkwasserdaten

In Tabelle 3 sind die zur Verfügung gestellten Trinkwasserdaten der Labore aufgeführt, die für die Elution mit Trinkwasser ausgewählt wurden. Auswahlparameter war die elektrische Leitfähigkeit.

**Tabelle 3: Mittelwerte ausgewählter Trinkwässer, gelb = Leitparameter für Auswahl**

			Code 12	Code 13	Code 10	Code 11	Code 14
Parameter	Einheit	Grenzwert	Mittelwert				
Farbe	1/m	0,50	< 0,1	0,25	farblos		
Trübung	NTU	1,00	0,1	< 0,20	keine		0,117
elektr. Leitfähigkeit (20°C)	µS/cm	2500	470	640	156	358	716
pH-Wert	–	6,5 bis 9,5	7,9	7,5	8,5	7,48	7,56
Säurekapazität $K_S$ 4.3	mmol/l		1,95	3,83	0,63	3,29	
Basekapazität $K_B$ 8.2	mmol/l		0,03	0,27	0,03		
Gesamthärte	°dH		7,3	15,7	3,4		
Karbonathärte	°dH		5,5	10,7	1,7		
$Al^{3+}$	mg/l	0,20	< 0,01	< 0,01	18,4		
$Ca^{2+}$	mg/l		41,5	98	19,8	60,1	108
$Cl^-$	mg/l	250	48,5	51	8,7	10,3	67,56
Fe, gesamt	mg/l	0,20	0,02	< 0,03	0,01		
$K^+$	mg/l		3,3	4,6	0,7	1,3	3,59
$Mg^{2+}$	mg/l		6,7	8,7	2,8	5,3	8,245
Mn, gesamt	mg/l	0,05	< 0,005	< 0,01	< 0,01		
$Na^+$	mg/l	200	39,4	37	6,0	7,1	38,68
$NH_4^+$	mg/l	0,50	< 0,01	< 0,05	0,03	0,02	
$NO_2^-$	mg/l	0,10	0,01	< 0,03	0,01	< 0,01	
$NO_3^-$	mg/l	50	13,9	3,22	4,3	< 1,0	3,63
$PO_4^{3-}$	mg/l	–	0,29	< 0,10	< 0,1		
$SO_4^{2-}$	mg/l	240	46,6	96	26,9	11,6	121,6
Permanganatverbrauch als $O_2$	mg/l		0,9				
TOC	mg/l			3,9			10,45

### 3.2 TOC, pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit

Für die Untersuchung der Algentoxizität konnte aus Kostengründen nur eine Probe (Maximalphase einer Säulenparallele) pro Teilnehmer untersucht werden. Im Folgenden werden die Parameter TOC, pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit näher betrachtet.

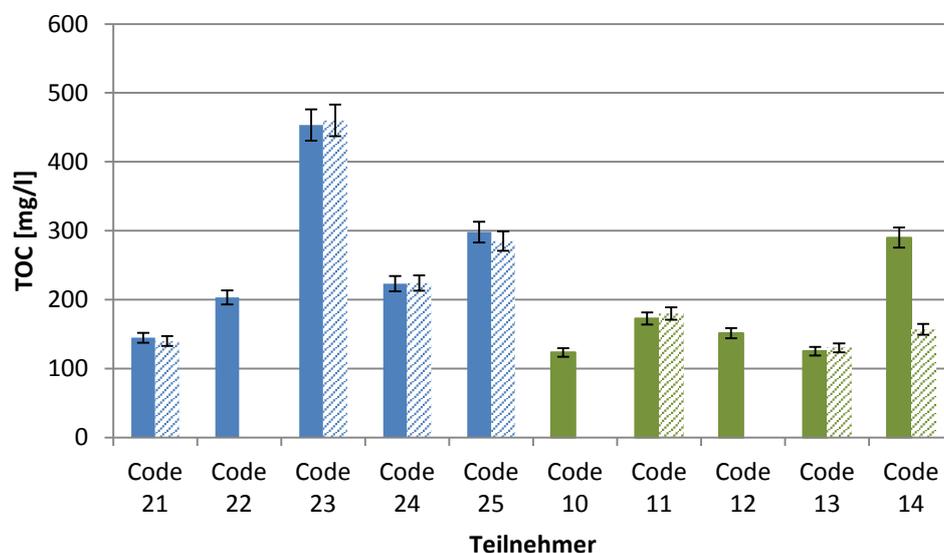
Die aus den Einzelfractionen der Teilnehmer rechnerisch bestimmten TOC-Maximalphasen sind in Tabelle 4 dargestellt.

**Tabelle 4: TOC-Maximalphasen (errechnet aus den drei höchsten TOC-Einzelfractionen)**

TOC [mg/l] dW	Code 21*	Code 22	Code 23	Code 24	Code 25	MW
Maximalphasen	144,71	203,25	453,33	223,17	298,00	264,49
TOC [mg/l] TW	Code 10	Code 11	Code 12	Code 13	Code 14	MW
Maximalphasen	123,47	172,67	151,33	125,37	290,10	172,58

\* Die Teilnehmer wurden anonymisiert.

In Abbildung 2 sind die errechneten TOC Konzentrationen der Maximalphase des Eluats, welches zur Untersuchung der Algentoxizität ausgewählt wurde, zum besseren Vergleich dargestellt. Zusätzlich sind in dieser Abbildung die gemessenen TOC Werte nach Eintreffen der Eluate im Labor aufgeführt. Drei Labore haben diese Messungen nicht durchgeführt.



**Abbildung 2: TOC-Maximalphasen (errechnet (voll) und gemessen (schraffiert)); Code21 – 25 (blau): Elution mit dW, Code 10 – 14 (grün): Elution mit TW**

Die Werte stimmen mit einer Ausnahme (Code 14) gut überein. Das Labor von Teilnehmer „Code 14“ führte aufgrund starken Aufschäumens eine Differenzmethode (TC-IC=TOC) durch. Das normale Ansäuern/Ausgasen der Probe bei der Direktbestimmung führte zu stark schwankenden Parallelmessungen. Zusätzlich wurde die Probe vor Bestimmung des TOCs zwischenzeitlich eingefroren. Bei Auftauen der Probe wurden Ausfällungen beobachtet. Dies

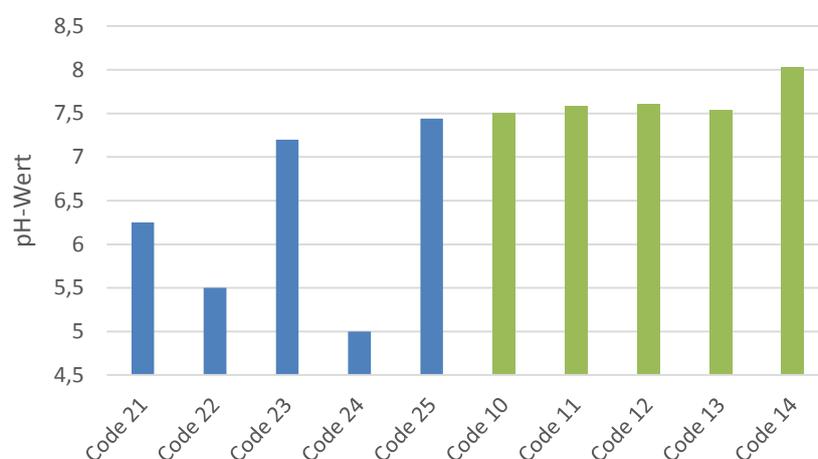
könnte die Ursache für die Differenz der TOC Werte sein. Die Bestimmung der Algentoxizität wurde im Gegensatz dazu mit der frischen Probe durchgeführt.

Der pH-Wert und die Leitfähigkeit der Eluate sind in Tabelle 5 und Abbildung 3 bzw. 4 dargestellt. Die Leitfähigkeiten spiegeln die verwendeten Elutionswässer wider. Ebenso ist dies bei den pH-Werten zu beobachten. Bei den Teilnehmern, die Trinkwasser als Elutionsmittel verwendet haben, liegt der pH-Wert um 7,5 – 8,0. Bei der Verwendung von deionisiertem Wasser als Elutionsmittel kam es hingegen zu größeren pH-Wert-Schwankungen. Dies könnte an einer längeren Zwischenlagerung des deionisiertem Wasser im Vorratsgefäß liegen (Aufnahme von Kohlendioxid aus der Luft).

**Tabelle 5: pH-Wert und Leitfähigkeit der untersuchten Eluate (errechnet aus den drei höchsten TOC Einzelfaktionen) dW: deionisiertes Wasser, TW: Trinkwasser**

dW Maximalphasen	Code 21	Code 22	Code 23	Code 24	Code 25
Leitf. (µS/m)	58	61	76	67	437
pH	6,25	5,5	7,2	5	7,44
TW Maximalphasen	Code 10	Code 11	Code 12	Code 13	Code 14
Leitf. (µS/m)	203	540	400	767	783
pH	7,5	7,58	7,61	7,54	8,03

Bei Teilnehmer „Code 25“ (dW) kam es anscheinend zu einer Verwechslung der Elutionswässer, da die Werte für pH und Leitfähigkeit eher Trinkwasser entsprechen. Der Blindwert von Teilnehmer „Code 25“ bestätigt dies.



**Abbildung 3: pH-Wert der untersuchten Eluate vor Einstellung des pH-Werts**

Vor Durchführung der Untersuchung wurde bei den Eluaten teilweise der pH-Wert nach DIN 38412 Teil 33 eingestellt<sup>1</sup> (vgl. Kap. 3.4).

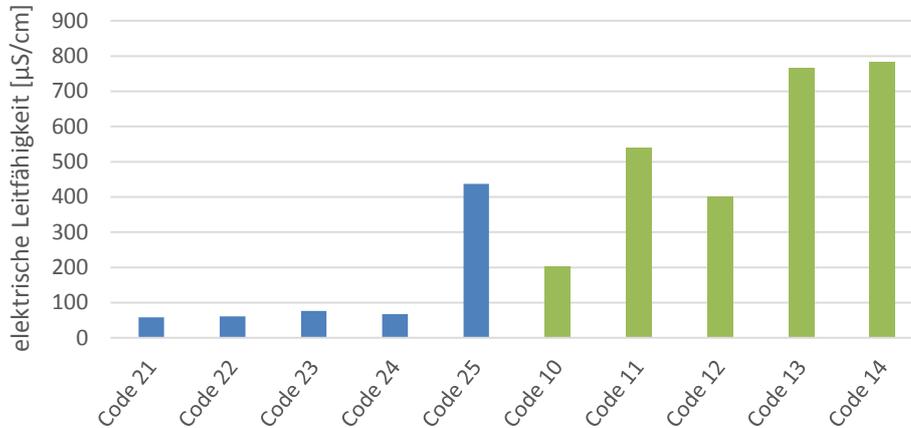


Abbildung 4: Elektrische Leitfähigkeit der untersuchten Eluate

### 3.3 Wirkung der Eluate auf *Desmodesmus subspicatus* - Algentoxizität

Die Hemmwirkung der Eluate aus der Laborvergleichsuntersuchung auf *Desmodesmus subspicatus* zeigen für Trinkwasser und deionisiertes Wasser unterschiedliche Schwankungsbreiten (Abb. 5). Die Ergebnisse ( $G_A$ -Werte) zeigen überraschenderweise vor allem stark abweichende Ergebnisse bei der Elution mit deionisiertem Wasser. So lag der höchste bestimmte  $G_A$ -Wert bei >128 und der niedrigste bei 1. Bei Trinkwasser schwanken die Ergebnisse zwischen  $G_A$  8 bis 32. Alle Tests verliefen valide.

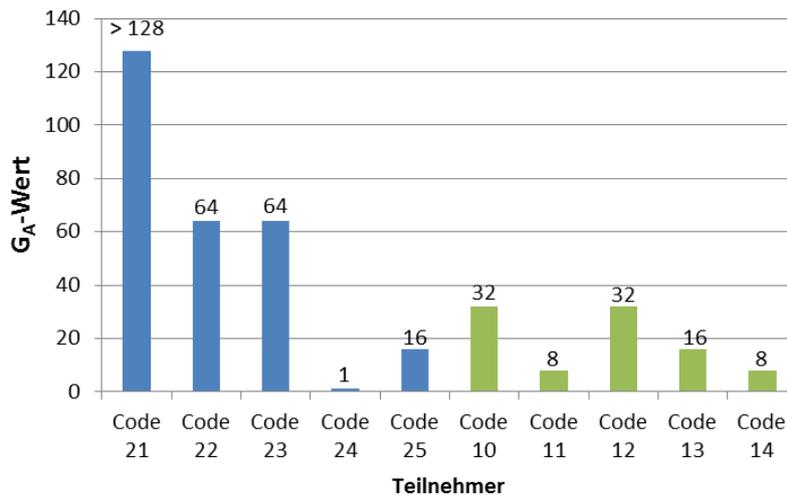


Abbildung 5:  $G_A$ -Werte der Eluatuntersuchungen; Code 21 – 25 (blau): Elution mit dW, Code 10 – 14 (grün): Elution mit TW

<sup>1</sup> Laut DIN 38412 Teil 33 soll der pH bei 7,0 +/- 0,2 liegen.

In Tabelle 6 und 7 sind für jede angegebene G<sub>A</sub> Stufe die dazugehörigen Hemmungen für deionisiertes Wasser bzw. Trinkwasser aufgeführt. Zusätzlich sind die Ergebnisse der Voruntersuchung dargestellt.

**Tabelle 6: G<sub>A</sub>-Stufen und dazugehörige Wirkung (Hemmungen) der dW Eluate**

	deionisiertes Wasser - Hemmungen [%]					
G <sub>A</sub> Stufe	Code 21	Code 22*	Code 23	Code 24	Code 25	Vorunt.
1		71,8		-6,7		
2		61,6		-3		
4					86,5	89
5		57,8				
8	86		82		80	
10		38,8				
16	79		70		10	49
32	47		54		6	-2
64	34		15		4	
100		11,3 (64)				
128	25 (>128)					

Fett: Hemmung die zur Einstufung (G<sub>A</sub>-Wert) des Eluates führt

\* Code 22 untersuchte abweichend von den vorgegebenen Verdünnungsstufen, die Verdünnungsstufen 1, 2, 5, 10 und 100.

**Tabelle 7: G<sub>A</sub>-Stufen und dazugehörige Wirkung (Hemmungen) der TW Eluate**

	Trinkwasser Hemmungen [%]					
G <sub>A</sub> Stufe	Code 10	Code 11	Code 12	Code 13	Code 14	Vorunt.
1	86		92			
2	73		87			
4	66	91	60		24	55
5						
8	44	14	52	34	13	
10						
16	29	9	30	11	8	-1
32	2	7	15	-2	7	-2
64		2		4		

Fett: Hemmung die zur Einstufung (G<sub>A</sub>-Wert) des Eluates führt

### **3.4 Auswertung Prüfberichte und Abfrage wichtiger Rahmenparameter**

Die Abfrage wichtiger Rahmenparameter wurde von allen Teilnehmern fast vollständig beantwortet.

Die Auswertung ergab z.B. große Unterschiede in der Zeitdauer von Elution bis Beginn des Algentests, unterschiedliche verwendete Behälter zur Durchführung des Algentests und eine unterschiedliche Handhabung hinsichtlich der pH-Wert Einstellung.

Die Lagerungsbedingungen der Eluate bei den Teilnehmern der Laborvergleichsuntersuchung (LVU) sind annähernd gleich bei 4°C. Der Transport der Eluate in das ausführende Ökotoxlabor war unterschiedlich, was auf die Entfernung der Teilnehmer der LVU und der Ökotoxlabore zurückzuführen ist. Einige Teilnehmer untersuchten die Probe in ihrem eigenen Ökotoxlabor. Bei längeren Transportstrecken wurde die Probe meist durch Paket- bzw. Kurierdienst überbracht. Dabei wurden die Proben gekühlt versendet. Bei zwei Prüfberichten ist die Probeneingangstemperatur erfasst worden. Diese lag nach Transport bei 20 bzw. 23°C. Anscheinend reicht der Versand in Kühltruhen nicht aus, um eine Kühlung auf dem gesamten Versandweg zu gewährleisten. Die Kühlung in den Laboren bis zum Beginn der Untersuchung wurde meist mit 4°C angegeben. Labor für Code 24 und 14 haben hier „4 - 8°C“ bzw. nur „gekühlt“ angegeben. Ein Einfrieren der Probe vor dem Algentest wurde von keinem protokolliert. Das Homogenisieren der Probe vor jeder Verdünnungsstufe wurde von allen, mit Ausnahme von Labor für Code 14, durchgeführt. Das Labor für Code 14 begründete die Vorgehensweise wie folgt: „Die Probe wurde nach der pH-Wert-Einstellung zum Absetzen ungelöster Stoffe stehen gelassen, also nicht vor der Probenzugabe jedes Mal wieder neu homogenisiert. Vgl. AQS Merkblatt P-9/3: "Sind im Abwasser störende ungelöste Stoffe (grobe Bestandteile) enthalten, bleibt die Probe 1 h stehen. Das überstehende Wasser wird für den Test verwendet."

Das Einstellen des pH-Wertes wurde von 4 Laboren durchgeführt. Als verwendete Testgefäße wurden 4-mal Einmalküvetten und 5-mal Erlenmeyerkolben verwendet. Der geforderte Untersuchungsbeginn nach max. 72h nach Eluatgewinnung wurde von 3 Laboren überschritten. Ein Labor konnte den Algentest erst nach 21 Tagen durchführen (vgl. Tabelle 8).

Die Ergebnisse wurden bei der weiteren Auswertung (Bereinigung von Ausreißern) berücksichtigt.

**Tabelle 8: Lagerung, Transport und Probenbehandlung - Rahmenbedingungen der Testdurchführung zur Bestimmung der Algentoxizität; rot kursiv: Überschreitung der vorgegebenen Lagerungstemperatur und Zeitdauer bis zum Beginn der Untersuchung auf Algentoxizität**

Code	21	22	23	24	25	10	11	12	13	14
Elutionsmittel:	DW	DW	DW	DW	DW	TW	TW	TW	TW	TW
Eluatlagerung Teilnehmer LVU	KS 4°C	KS 4°C	KS 4°C	KS 4°C	KS 5°C	KS 4°C	KS 5°C	KS 4°C	KS 4°C	KS 4°C
Transport	Kurier/ Kühltruhe/ übernacht <i>Eingangstemp. 19,5°C</i>	Kein Transport persönlich übergeben	persönlich übergeben	?	Kein Transport persönlich übergeben	Persönlich übergeben	Kein Transport persönlich übergeben	Paket- dienst	Kurier/ Kühltruhe/ übernacht <i>Eingangstemp. 23,0°C</i>	Kurier/ gekühlt
Lagerung Labor	KS 4°C	KS 4°C	KS 4°C	KS 4 - 8°C	KS 5°C	KS 4°C	KS 5°C	KS 4°C	KS 4°C	gekühlt
Probe für Algentest eingefroren	nein	nein	nein	nein	nein	nein	nein	nein	nein	nein
Homogenisieren vor jeder Verdünnungsstufe	ja	ja	ja	Ja, Probe durch Rühren homogenisiert	Ja, durch manuelles Schütteln homogenisiert	Ja, zur Homogenisierung kurz geschwenkt	Ja, durch manuelles Schütteln homogenisiert	ja	ja	Nein, nach pH Einstellung einmalig geschüttelt
pH-Wert eingestellt (AusgangspH)	Nein (6,25)	Ja	Nein (7,20)	Ja (5,0)	Nein (7,54)	Nein (7,04)	Nein (7,53)	Ja (7,61)	Ja (7,54)	Ja (8,0)
Mikrotiterplatten/Reagenzgläser/Erlenmeyerkolben/Küvetten	Einmal- küvetten als Test- gefäße	Erlen- meyer- kolben	Einmal- küvetten als Test- gefäße	Küvette, je 20ml	Erlenmeyer kolben (100 ml) aus Glas. End- volumen je Testansatz 50 ml	Enghals- Erlenmeyer kolben 25 ml (5 ml Prüf- volumen)	Erlenmeyer kolben (100 ml) aus Glas. End- volumen je Testansatz 50 ml	25 ml- Erlenmeyer kolben mit jeweils 10 ml Test- volumen	Einmal- küvetten als Test- gefäße	50 mL Erlen- meyer- kolben
Elution -Fraktionsabnahme	23.07.	11.06.	14.05.	05.08.	09.09.	18.06.	02.09.	01.07.	06.08.	11.06.
Probeneingang	30.07.	k. A.	15.05.	07.08.	09.09.	08.07.	02.09.	02.07.	08.08.	13.06.
Untersuchungsbeginn	30.07.	k. A.	17.05.	13.08.	10.09.	09.07.	03.09.	02.07.	08.08.	14.06.
Zeitdauer Eluatabnahme – Beginn Algentest	<i>7 Tage</i>	k. A.	3 Tage	<i>8 Tage</i>	1 Tag	<i>21 Tage</i>	1Tag	1 Tag	2 Tage	3 Tage
Grenzen nicht eingehalten	x			x		x			(x)	

### 3.5 Gegenüberstellung Algentoxizität ( $G_A$ ), TOC, pH, Leitfähigkeit und Rahmenbedingungen

Betrachtet man die Konzentration aller organischen Inhaltsstoffe (TOC) mit der Wirkung im Algentest, so besteht keine Korrelation zwischen beiden Parametern (Abb. 6). Die geringste Konzentration an TOC (145mg/l) bei deionisiertem Wasser zeigt die größte Hemmung mit  $G_A > 128$ . Bei Trinkwasser ist das Bild ähnlich, nur nicht so stark ausgeprägt ( $G_A$  32 bei 123 mg/l). Dieses Ergebnis ändert sich auch nicht bei Bereinigung der Ergebnisse von „Ausreißern“ (Werte außerhalb der geforderten Grenzen wie Lagerungstemperatur, -zeit).

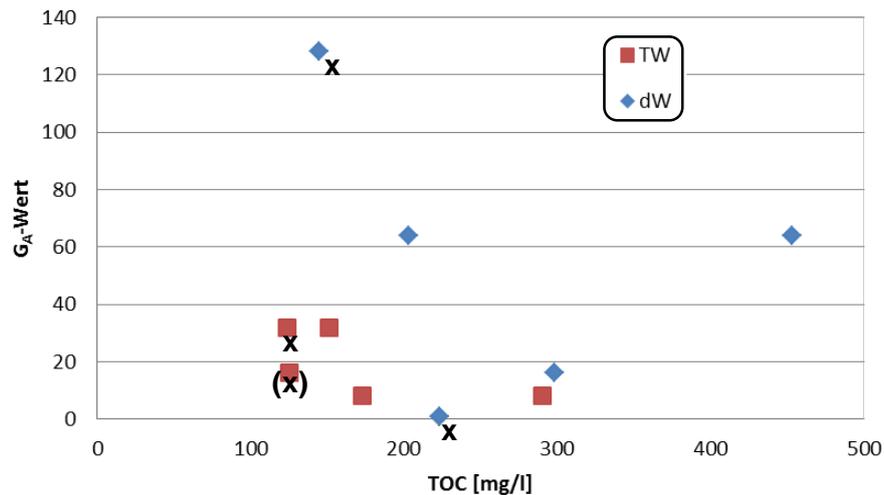


Abbildung 6:  $G_A$ -Werte in Abhängigkeit zum TOC der untersuchten Eluate; x = Werte außerhalb der geforderten Parameter (Lagerungstemp., -zeit)

Der Parameter elektr. Leitfähigkeit besitzt im Vergleich zum TOC einen größeren Einfluss auf die Hemmung im Algentest (Abb. 7). Mit zunehmender Leitfähigkeit verringert sich die ökotoxikologische Wirkung. Dies ist vor allem bei den Trinkwasserwerten zu beobachten (TW,  $R^2=0,636$ ).

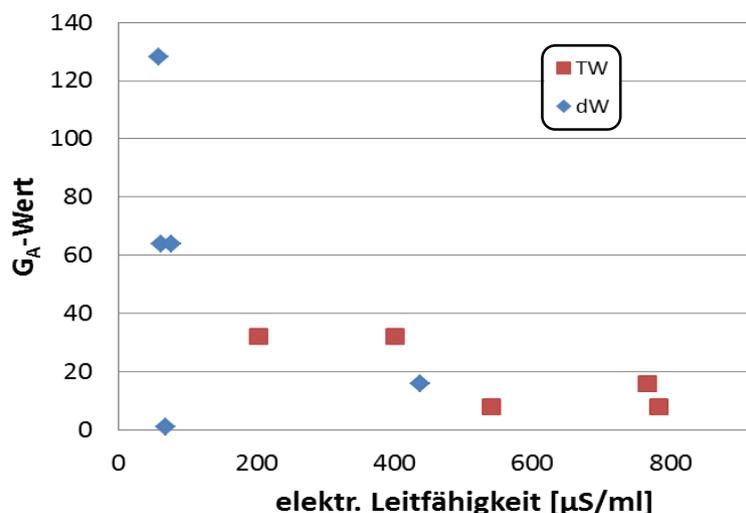


Abbildung 7:  $G_A$ -Werte in Abhängigkeit zur elektr. Leitfähigkeit der untersuchten Eluate

In Abbildung 8 sind die pH-Werte der untersuchten Eluate und deren Hemmwirkung im Algentest dargestellt. Fünf Labore haben den pH-Wert nach Norm eingestellt. Bei den nicht eingestellten pH-Werten, korreliert der pH-Wert sehr gut mit der Hemmwirkung ( $R^2=0,94$ ). In dem Maße, dass eine Förderung der Hemmwirkung durch eine Abnahme im pH-Wert begünstigt wird.

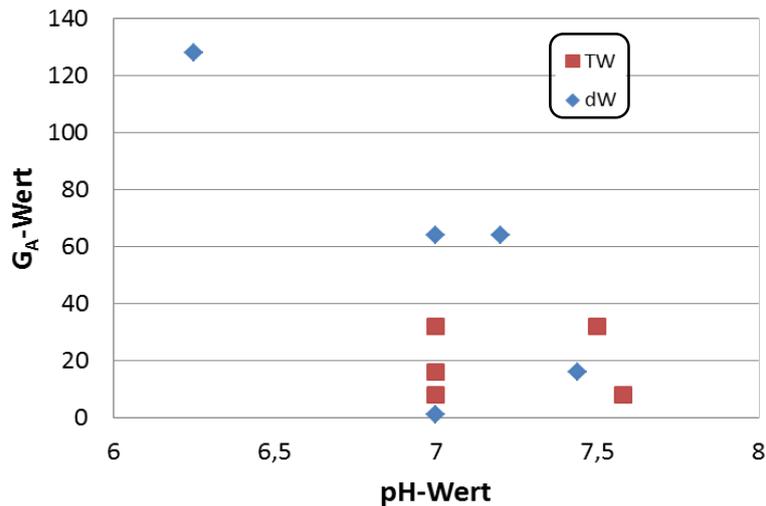


Abbildung 8:  $G_A$ -Werte in Abhängigkeit zum pH-Wert der untersuchten Eluate (pH-Wert der Eluate wurde teilweise auf 7,0 eingestellt, vgl. Tabelle 8)

Werden zu den ermittelten Hemmungen die TOC-Konzentrationen berechnet, die der jeweiligen Verdünnungsstufe zugrunde liegt, erhält man die Konzentrations-Wirkungskurve. In Abbildung 9 und 10 ist diese Beziehung getrennt nach den Elutionsmitteln dargestellt. Auffällig ist der unterschiedliche Verlauf (Anstieg) der Kurven. Bei den dW-Eluaten liegen die einzelnen Kurven weit auseinander.

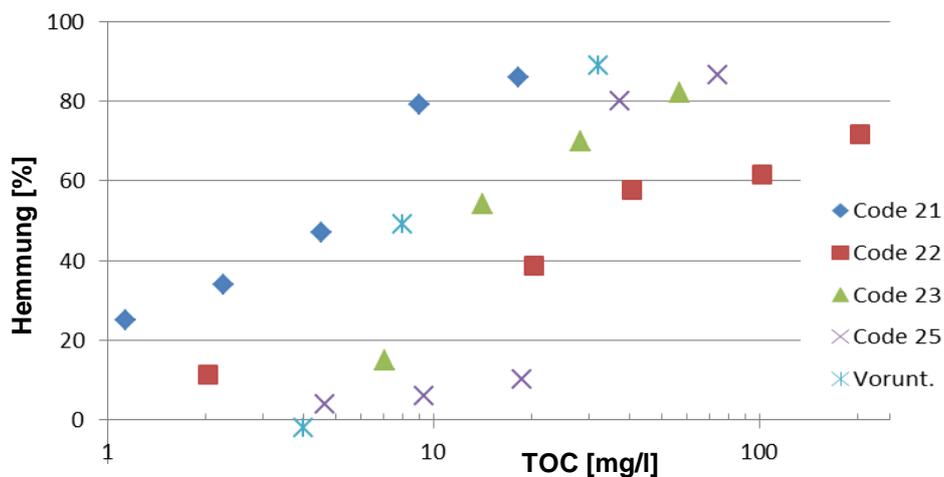


Abbildung 9: Dosis – Wirkungsbeziehung der dW-Eluate, incl. Ergebnisse der Voruntersuchung

Der Verlauf bei den TW-Eluaten liegt enger beieinander, was sich auch in den vergleichbareren  $G_A$ -Werten widerspiegelt.

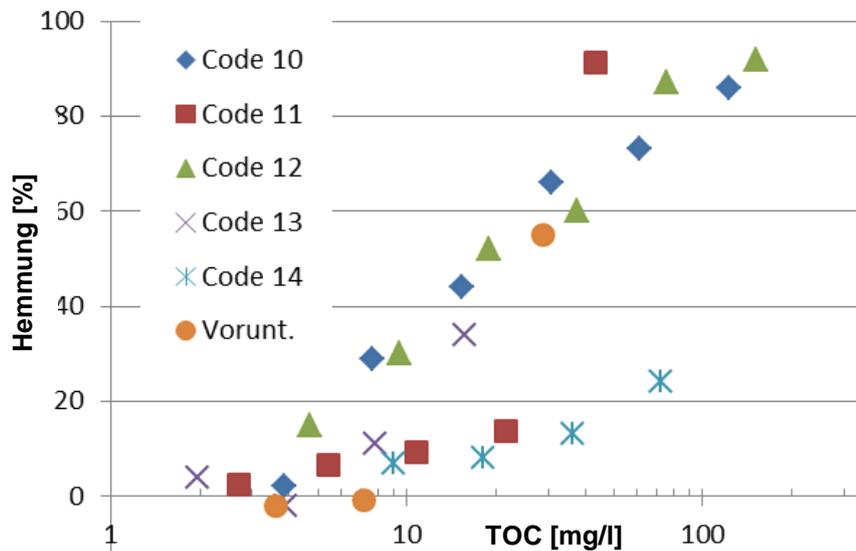


Abbildung 10: Dosis – Wirkungsbeziehung der TW-Eluate, incl. Ergebnisse der Voruntersuchung

In Tabelle 9 sind die TOC-Konzentrationen bei Unterschreitung der 20% Hemmung aufgeführt. Durch die Verwendung von deionisiertem Wasser steigt die ökotoxische Wirkung der Eluate. Im Mittelwert genügt eine TOC-Konzentration von 6,8 mg/l, um die gleiche Wirkung zu erzielen, wie durch die Eluate aus der Trinkwasserelution (13,7 mg/l)

Tabelle 9: TOC-Konzentrationen bei Unterschreitung der 20% Hemmung

dW	Code 21	Code 22	Code 23	Code 24	Code 25	Vorunt.	MW
TOC-Konz. (mg/l) bei <20% Hemmung <sup>1</sup>	1	3	7	223 <sup>2</sup>	19	4	6,8
TW	Code 10	Code 11	Code 12	Code 13	Code 14	Vorunt.	MW
TOC-Konz. (mg/l) bei <20% Hemmung <sup>1</sup>	4	22	5	8	36	7	13,7

<sup>1</sup> Diejenige TOC-Konzentration bei der 20% Hemmung unterschritten werden. <sup>2</sup> Als Ausreißer behandelt.

## 4 Diskussion

Die ökotoxikologische Wirkung eines Eluates wird durch die Konzentration eines Stoffes oder mehrerer Stoffe am Zielort (Rezeptor im Organismus) bestimmt (Fent, 2007). Bei der Elution von Polyacrylaten werden unterschiedliche organische Inhaltsstoffe freigesetzt und damit verfügbar für die Aufnahme in einen Organismus. Je stärker die Freisetzung und Konzentration an organischen Inhaltsstoffen, umso stärker sollte die ökotoxikologische Wirkung sein (Dosis-Wirkungs-Beziehung).

Betrachtet man die vorliegenden Ergebnisse, so korrelieren die TOC Konzentrationen der verschiedenen Eluate und die Wirkung im Algentoxizitätstest nicht miteinander. Die Ergebnisse mit Eluat, welches mit deionisiertem Wasser hergestellt wurde, zeigen deutliche Unterschiede im  $G_A$ -Wert. Deionisiertes Wasser setzt nicht nur mehr organische Inhaltsstoffe frei als Trinkwasser, sondern führt auch zu höheren Toxizitäten und größeren Variationskoeffizienten im Algentest. Dies kann zum einen aus unterschiedlichen freigesetzten Anteilen an organischen Inhaltsstoffen mit unterschiedlichem Wirkpotential resultieren. Zum anderen ist die Bioverfügbarkeit von Stoffen stark abhängig von physikalischen und chemischen Faktoren. Zum Beispiel könnte die starke Abweichung in der Algentoxizität zwischen den verschiedenen Elutionswässern an den unterschiedlichen Konzentrationen gelöster anorganischer Stoffe in den Elutionswässern begründet sein. So kann die Wasserhärte einen Einfluss auf die Bioverfügbarkeit der freigesetzten organischen Inhaltsstoffe des Polyacrylates haben. Fent (2007) legte dies für Schwermetalle dar. In hartem Wasser sinkt die Toxizität, da freie Metall-Ionen komplexiert werden und dadurch die Bioverfügbarkeit abnimmt. Bei organischen und organometallischen Verbindungen ist dieser Effekt jedoch weniger ausgeprägt. Die vorliegenden Ergebnisse zur ökotoxikologischen Untersuchung von Bauprodukteluat (hier Polyacrylateluate) zeigen jedoch mit abnehmender Leitfähigkeit ebenfalls einen Anstieg der toxikologischen Wirkung im Algentest. Dies könnte ein Hinweis auf den Einfluss der Wasserhärte auf die Bioverfügbarkeit von freigesetzten Bestandteilen aus Polyacrylaten sein. Insbesondere der Unterschied in den Hemmwirkungen zwischen den verschiedenen Elutionsmitteln könnte darauf zurückzuführen sein. Hier müssten jedoch weitere Untersuchungen folgen.

Im Gegensatz zur Wasserhärte besitzt der pH-Wert auch auf organische und organometallische Verbindungen einen großen Einfluss, da der pH hinsichtlich der Spezifizierung ionisierbarer Verbindungen (z.B. Carbonsäuren und Amine) für die ökotoxikologische Bioverfügbarkeit eine wichtige Rolle spielt (Fent, 2007).

Hinsichtlich der Eignung des Algentests als Testverfahren für die ökotoxikologische Bewertung von Bauprodukten, zeigen die Ergebnisse die mit Trinkwasser-Eluat erzielt wurden, vertretbare Abweichungen zwischen den  $G_A$ -Werten. Bedenkt man, dass der  $G_A$ -Wert ein Resultat aus mehreren Untersuchungsschritten ist und von mehreren Faktoren wie Bauprodukteigenschaften, dem durchgeführten Elutionstest und dem Algentest beeinflusst wird, und somit am Ende der Untersuchungskette steht, können die Ergebnisse als akzeptabel bewertet werden. Vergleicht man Variationskoeffizienten aus Ringversuchsdaten zur  $EC_{20}$  und  $EC_{50}$  aus DIN 38412-33 und DIN EN ISO 8692, die mit kommunalem Abwasser und 3,5-Dichlorphenol durchgeführt wurden, liegen diese bei 18,4% für  $EC_{20}$  und 23,9% - 37% bei

EC<sub>50</sub>. Eine Abweichung des G<sub>A</sub>-Wertes um +/- 1 Verdünnungsstufe muss daher als akzeptabel gelten.

Die vorliegenden G<sub>A</sub>-Werte der Trinkwasser-Eluate weichen vom mittleren Messwert (Median, G<sub>A</sub>-Wert 16) um jeweils +/- 1 Verdünnungsstufen ab (G<sub>A</sub>-Werte 8 und 32) und würden diese Bedingung erfüllen.

## 5 Zusammenfassung und Fazit

Bei der Zulassung von Bauprodukten mit direktem Kontakt zu Boden und Grundwasser spielt die Eluierbarkeit der Inhaltsstoffe, also die Gefahr der Auswaschung und Verlagerung sowie die mögliche biologische Wirkung der Eluate auf aquatische und terrestrische Organismen eine große Rolle.

Der inverse Säulenversuch zur Beurteilung des Freisetzungsverhaltens von Bodeninjektions- und Kanalrohrsanierungsmitteln befindet sich zurzeit in der Normung. Eine wichtige Frage hierbei ist die Klärung des Einflusses von verschiedenen Elutionswässern (Trinkwasser und deionisiertes Wasser) auf das Freisetzungsverhalten im inversen Säulenversuch.

Mit einem 2013 durchgeführten Validierungsringversuch zur Eignung des Säulenversuch mit inverser Fließrichtung als Testverfahren zur Bewertung der Auswirkungen von Bauprodukten (hier insbesondere Bodeninjektions- und Kanalrohrsanierungsmittel) auf Boden und Grundwasser bestand die Möglichkeit, ohne größeren Aufwand und zusätzliche Kosten, die von den teilnehmenden Laboren hergestellten Eluate auf ihre Algentoxizität hin zu überprüfen und die Datenbasis für die ökotoxikologische Bewertung von Bauprodukten wesentlich zu verbessern. Dabei stand ebenfalls die Frage nach dem Einfluss von Trinkwasser und deionisiertem Wasser im Mittelpunkt, hier speziell auf die Hemmwirkung freigesetzter Inhaltsstoffe aus Polyacrylat auf das Wachstum von *Desmodesmus subspicatus*.

Die Eluate wurden durch die Teilnehmer des Validierungsringversuchs gewonnen. Insgesamt wurden fünf Elutionen mit Trinkwasser und fünf mit deionisiertes Wasser durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass die TOC Konzentrationen der verschiedenen Eluate und die Wirkung im Algentoxizitätstest nicht miteinander korrelieren. Die Ergebnisse mit Eluat, welches mithilfe von deionisiertem Wasser hergestellt wurde, zeigen deutliche Unterschiede im  $G_A$ -Wert. Deionisiertes Wasser setzt somit nicht nur mehr organische Inhaltsstoffe frei als Trinkwasser, sondern führt auch zu einer höheren Toxizität im Algentest. Hinzu kommt, dass sich, obwohl die Qualitäten von deionisiertem Wasser vergleichbar sind, große Unterschiede hinsichtlich der Wachstumshemmung im Algentest ergaben.

Trotz abweichender Trinkwasserqualitäten (z.B. Gesamthärte, pH) zeigen die mit Trinkwasser eluierten Polyacrylateluaten vertretbare und akzeptable Abweichungen von +/- 1 Verdünnungsstufen ( $G_A$ -Werte) im Algentoxizitätstest nach DIN 38412-33 mit der Grünalge *Desmodesmus subspicatus*.

Auf Grundlage dieser Ergebnisse wird die Weiterverwendung von Trinkwasser zur Elution von Polyacrylaten und weiteren Bodeninjektionsmitteln aus Sicht der ökotoxikologischen Bewertung empfohlen.

Der Einfluss von Gesamthärte und pH im Eluat, auf die Bioverfügbarkeit toxisch wirkender Inhaltsstoffe im Algentoxizitätstest, sollte Bestandteil weiterer Forschung sein.

## 6 Literaturverzeichnis

- DIN 38412-33 (1991-03): 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 (L 33)
- DIN EN ISO 8692 (2012-06): Wasserbeschaffenheit - Süßwasseralgen-Wachstumshemmtest mit einzelligen Grünalgen (ISO 8692:2012); Deutsche Fassung EN ISO 8692
- Fent, K. (2007): Ökotoxikologie. Georg Thieme Verlag, S. 338, Stuttgart.
- Wagner, R., Dumm, M. & Terytze, K. (2012): Laborvergleichstest zur Normierung der inversen Säulenelution nach Schössner und Validierung der Parameter und Kriterien für die ökotoxikologische Bewertung von Bauprodukten mittels Ammoniumoxidations- und Bodenatmungstest als Bestandteil einer ökotoxikologischen Testbatterie zur Bewertung der Wirkungen von Bauprodukten auf Böden. Bauforschung, Fraunhofer IRB Verlag. Stuttgart.
- Wagner, R. (2011): Inverser Säulenversuch zur Beurteilung der Auswirkungen von Bodeninjektionsmitteln auf Boden und Grundwasser. Laborvergleichsuntersuchung und ökotoxikologische Bewertung am Beispiel von Polyacrylaten/Acrylatgelinjektionen. Dissertation. Freie Universität Berlin.

## 7 Anhang

### Anhang A

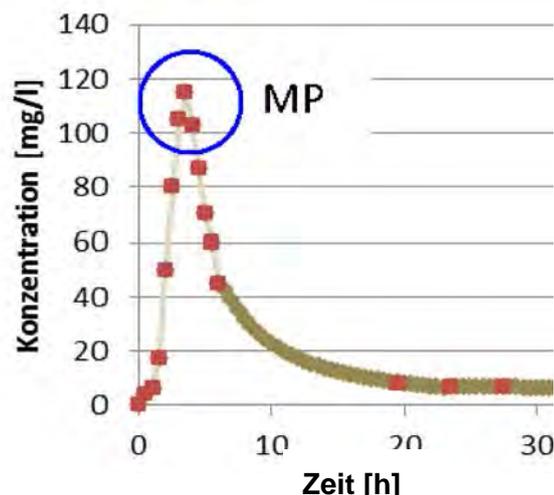
#### Arbeitsanweisung

Vorbereitung Mischprobe zur Überprüfung der Algentoxizität des Bauprodukteluates

#### Vereinigung zu Mischfraktionen

Für die Vereinigung der Eluatfraktionen zu einer Mischfraktion sind die Eluatfraktionen heranzuziehen, welche die drei höchsten Konzentrationen an TOC aufweisen (vgl. Abb. 1).

Diese drei Einzelfraktionen sind volumenanteilig (jeweils 300ml) so zu vereinen, dass die Mischprobe der Maximalphase 900ml beträgt. Die Mischprobe der Maximalphase ist in eine 1 Liter Braunglasflasche zu überführen. Die überstehende Luft dient zur Stabilisierung der Mischprobe.



**Abbildung 1:** TOC Verlauf einer Polyacrylatelution mit eingezeichneter Maximalphase (blauer Kreis)

Die Messung der allgemeinen Parameter (pH-Wert, Leitfähigkeit, Trübung, Geruch, Farbe, Neigung zur Schaumbildung) und des TOC sind mit der Mischprobe der Maximalphase zu wiederholen.

**Anmerkung:** Die Messung des TOC sollte direkt nach der Eluatentnahme erfolgen, um eine schnelle Vereinigung der Maximalphase zu einer Mischprobe und die anschließende Verbringung in das Labor zur Messung der Algentoxizität zu gewährleisten.

#### Lagerung

Die gebildete Mischprobe ist direkt an das ausgewählte Labor zu übersenden. Ist dies nicht möglich, ist die Mischprobe dunkel und kühl bei 4 ( $\pm$  2) °C zu lagern. Die Messung ist nach max. 72h nach Eluatherstellung zu starten.

Von einem Einfrieren der Probe soll abgesehen werden, da das Auftauen zu Veränderungen der Probe (Polymerisationseffekte) führt. Ist es trotzdem erforderlich, muss die eingefrorene Probe unter Schwenken oder Rühren und ggf. unter Sauerstoffzutritt aufgetaut werden. Sauerstoffmangel destabilisiert die Probe und führt zur Ausfällung von nachträglich polymerisierten Polyacrylatmonomeren bzw. Acrylsäure.

**Wichtige Informationen für das Labor:**

Da die Lagerungsbedingungen Einfluss auf die Probe ausüben, ist vor der Messung auf das Ausfällen von Inhaltsstoffen zu achten und der TOC sowie die Trübung zu messen.

**Zu untersuchende G<sub>A</sub>-Stufen**

Die zu beauftragenden G<sub>A</sub>-Stufen sind: 8, 16, 32, 64. Wenn die Hemmung höher als G<sub>A</sub>-Stufe 64 oder kleiner als G<sub>A</sub>-Stufe 8 ist, soll eine weitere Verdünnungsstufe getestet werden (G<sub>A</sub>-Stufe 128 oder 4).

## Anhang B

### Wichtige Information

zur Überprüfung der Algentoxizität eines Bauprodukteluats  
im Rahmen der Verfahrensvalidierung „inverser Säulenversuch“

**Verfahren:** Algenwachstumshemmtest nach DIN 38412-33 mit der Grünalge  
*Desmodesmus subspicatus*.

Anmerkung: Die Verwendung von Mikrotiterplatten (Ansatzmaßstab: 200 µL) ist zulässig.

#### Bitte beachten Sie folgende Hinweise:

Die Untersuchungsprobe sollte direkt nach Eingang gemessen werden, so dass der Start der Messung max. 72h nach Eluatherstellung erfolgt. Bei Lagerung ist die Mischprobe dunkel und kühl bei 4 ( $\pm 2$ ) °C aufzubewahren.

Ist die Probe eingefroren, ist diese unter Schwenken oder Rühren und ggf. unter Sauerstoffzutritt aufzutauen. Sauerstoffmangel destabilisiert die Probe und führt zur Ausfällung von nachträglich polymerisierten Polyacrylatmonomeren bzw. Acrylsäure.

Da die Lagerungsbedingungen Einfluss auf die Probe ausüben, ist vor der Messung auf das Ausfällen von Inhaltsstoffen zu achten und der TOC sowie die Trübung zu messen.

Die zu untersuchenden **G<sub>A</sub>-Stufen** sind: 8, 16, 32, 64. Wenn die Hemmung höher als G<sub>A</sub>-Stufe 64 oder kleiner als G<sub>A</sub>-Stufe 8 ist, soll eine weitere Verdünnungsstufe getestet werden (G<sub>A</sub>-Stufe 128 oder 4).