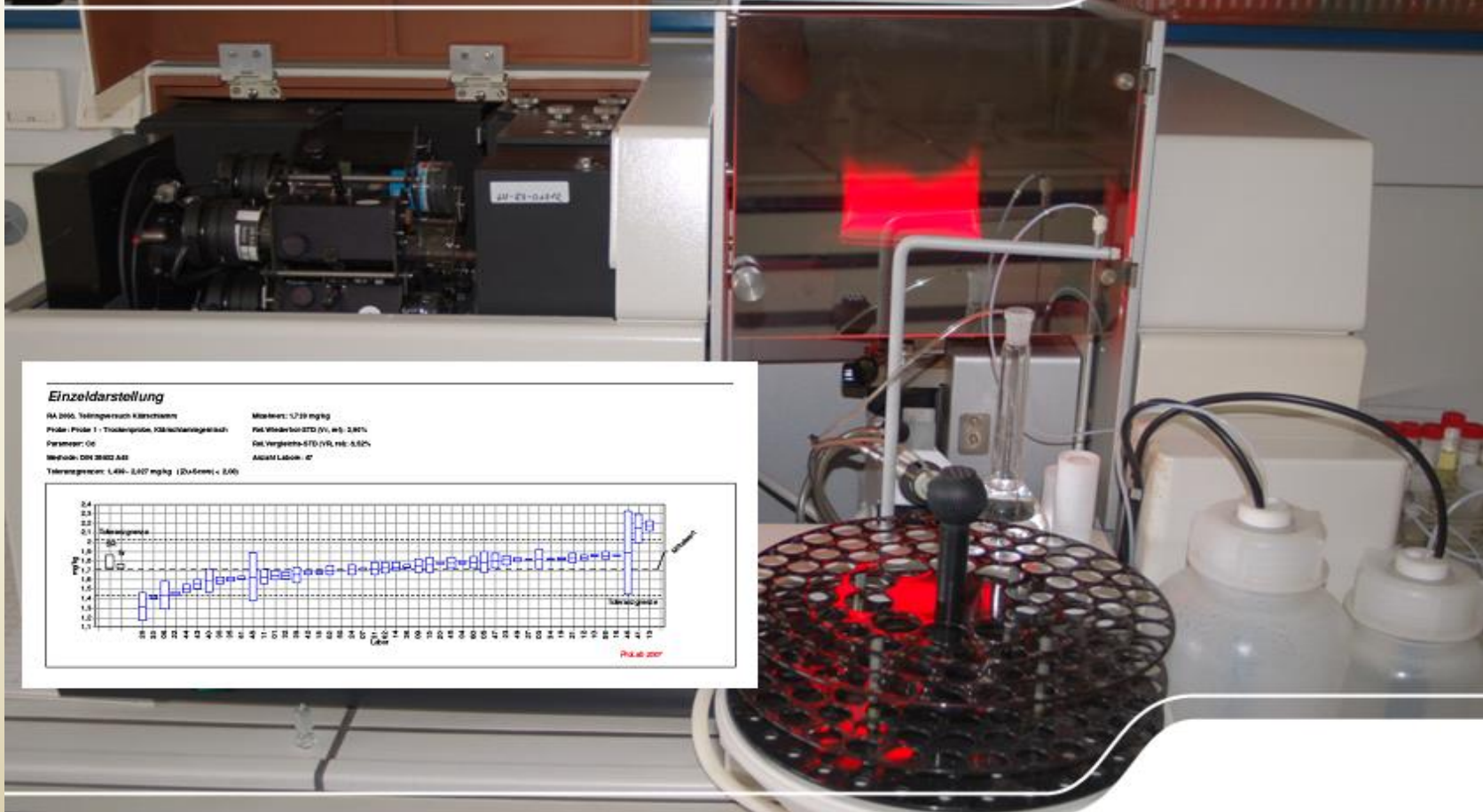


# LÜRV-A Klärschlamm 2018

## Länderübergreifender Ringversuch Klärschlamm für das Fachmodul Abfall

### Teilbericht FMA 1.2 bis 1.4

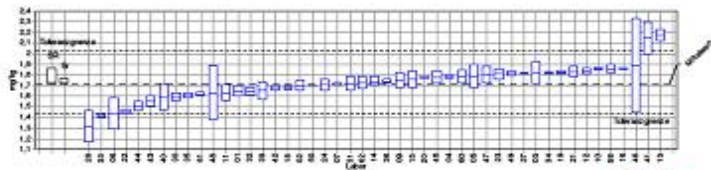


#### Einzeldarstellung

RA 2006, Teilringversuch Klärschlamm  
Proben: Proben 1 - Trockenprobe, KSA/Klärablauf  
Parameter: O<sub>2</sub>  
Methode: DIN 52032 A42  
Toleranzgrenzen: 1,40 - 2,07 mg/kg (2x0,6mm) < 2,06

Mittelwert: 1,729 mg/kg  
Pkt. Wiederhol. STD (V), n=9: 0,071  
Rel. Vergleichs-STD (V), n=9: 3,92%

Abgibt Labcode: 47



## Fachmodul Abfall (2018): Neuer Zuschnitt der Parametergruppen

Parametergruppe nach Fachmodul Abfall	Parameter	Maximal mögliche Fehler
FMA 1.2	As, Fe, Pb, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Tl, Zn, Cr <sup>6+</sup> (fakultativ) in mg/kg TM	4 Fehler
FMA 1.3	AOX in mg/kg TM	0 Fehler
FMA 1.4	pH-Wert, TS-Gehalt in % der Originalsubstanz, basisch wirksame Stoffe (als % CaO), organische Substanz, Gesamtstickstoff, Ammoniumstickstoff, Phosphor jeweils in %TM	2 Fehler

## Bestimmungsgrenzen

Parameter	Bestimmungsgrenze	Dimension
Arsen	0,5	mg/kg TM
Blei	3	mg/kg TM
Cadmium	0,1	mg/kg TM
Chrom	4	mg/kg TM
Chrom (VI)	derzeit nicht bekannt	mg/kg TM
Eisen	10	mg/kg TM
Kupfer	3	mg/kg TM
Nickel	3	mg/kg TM
Thallium	0,1	mg/kg TM
Quecksilber	0,02	mg/kg TM
Zink	10	mg/kg TM
Gesamt-N	0,05	% TM
Phosphor	0,03	% TM
NH <sub>4</sub> -N	0,01	% TM
AOX	10	mg/kg TM
Bas. wirksame Stoffe	0,5	% CaO i. TM

← Elementform!

## 36 teilnehmende Labore

- Sachsen: 12
- Sachsen-Anhalt: 8
- Thüringen: 10
- Bayern: 2
- Baden-W., Schleswig-H., NRW 3
- Tschechien: 1

## Material:

- 2 Klärschlämme aus sächsischen Kläranlagen
- Je 45 Einzelproben vorbereitet

## Homogenität:

- Cu, Pb
- t-Test (Mittelwertvergleich)
- F-Test (Varianzenvergleich)

- Programm Prolab plus, Fa. QuoData
- DIN 38402 A 45, robuste Q-Methode und Hampel-Schätzer
- Toleranzbereich  $z_u = 2$
  
- HorRat 0,5 bis 2,0
- pH-Wert: Mindesttoleranzbereich  $\pm 0,2$
- TS-Gehalt, OS: Mindesttoleranzbereich  $\pm 5\%$

# Ergebnisse

## Parametergruppe 1.2 Schwermetalle

Probe KS-1	As	Cd	Cr	Cu	Fe	Hg	Ni	Pb	Tl	Zn
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Mittelwert	<b>2,24</b>	<b>0,417</b>	<b>12,1</b>	<b>94,8</b>	<b>33548</b>	<b>0,199</b>	<b>13,5</b>	<b>9,75</b>	<b>0,041</b>	<b>445</b>
Rel. Vergleich-Stdabw.	12,6%	13,1%	14,1%	7,07%	8,41%	15,5%	14,6%	12,0%	37,1%	8,31%
HORRAT	0,9	0,7	1,3	0,9	2,5	0,8	1,3	1,1	1,4	1,3
<b>Probe KS-2</b>										
Mittelwert	<b>7,40</b>	<b>2,45</b>	<b>54,7</b>	<b>224</b>	<b>67962</b>	<b>0,637</b>	<b>36,7</b>	<b>58,3</b>	<b>0,112</b>	<b>1426</b>
Rel. Vergleich-Stdabw.	10,1%	10,4%	10,3%	5,07%	6,52%	13,4%	7,71%	9,58%	18,8%	8,70%
HORRAT	0,9	0,7	1,2	0,7	2,2	0,8	0,8	1,1	0,8	1,6

## Parametergruppen 1.3 AOX und 1.4 Nährstoffe, physikal. Parameter

	AOX	TS	OS	pH-Wert	BWS	N	NH4-N	P
	mg/kg	%	%		% CaO	%	%	%
<b>Probe KS-1</b>								
Mittelwert	<b>70,0</b>	<b>13,5</b>	<b>48,8</b>	<b>12,4</b>	<b>21,2</b>	<b>4,10</b>	<b>0,144</b>	<b>1,72</b>
Rel. Vergleich-Stdabw.	23,2%	1,32%	2,90%	1,34%	6,82%	2,98%	21,6%	7,89%
HORRAT	2,0		1,3			0,9	4,0	2,1
<b>Probe KS-2</b>								
Mittelwert	<b>168</b>	<b>10,5</b>	<b>57,9</b>	<b>7,35</b>	<b>4,65</b>	<b>4,45</b>	<b>0,623</b>	<b>3,88</b>
Rel. Vergleich-Stdabw.	7,60%	1,78%	1,54%	3,08%	11,4%	4,37%	9,65%	6,51%
HORRAT	1,0		1,2			1,4	2,2	2,0

## PG 1.2: neue Parameter

Arsen, Eisen:

- problemlos
- Mehrheitlich ICP-OES, wenig AAS

# Einzeldarstellung



Probe: KS L1

Rel. Soll-Stdabw.: 12,60% (empirischer Wert)

Merkmal: Arsen

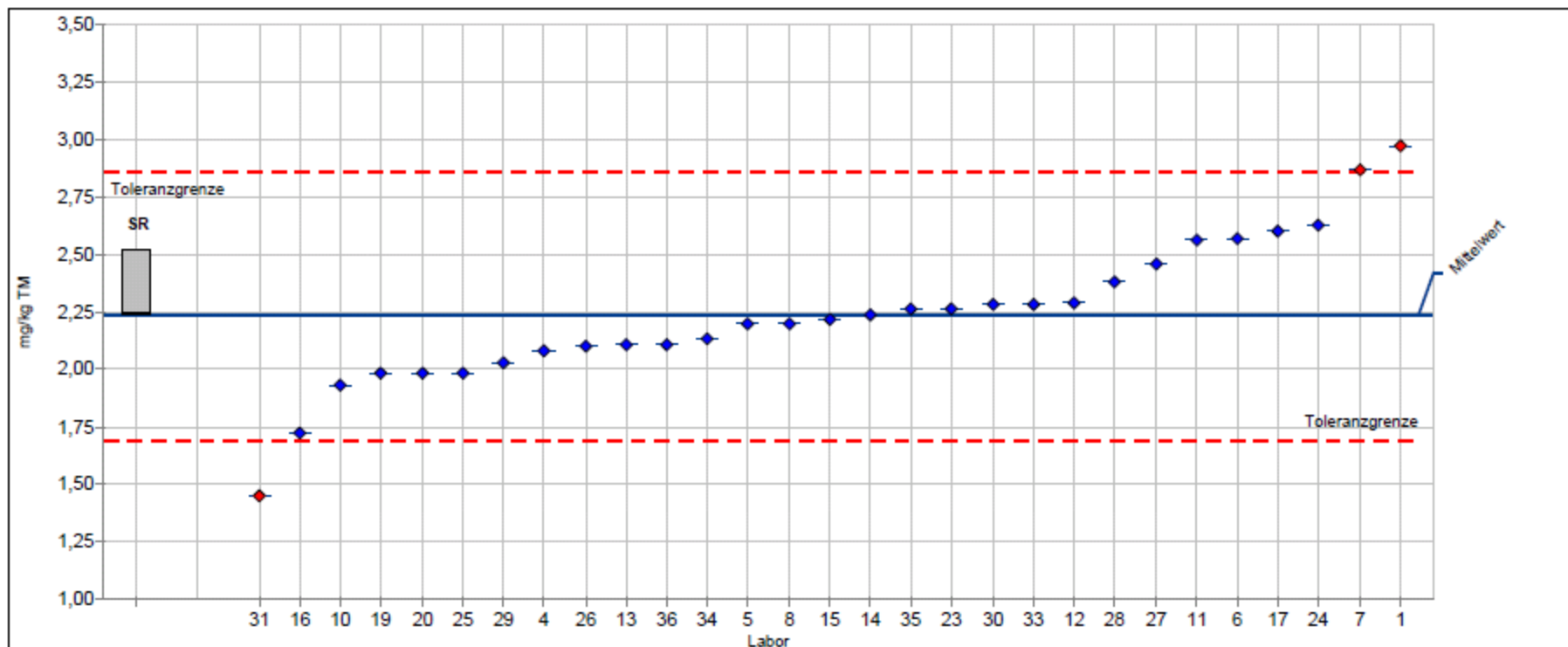
Rel. Vergleich-Stdabw. (VR): 12,60%

Mittelwert: 2,235 mg/kg TM

HORRAT: 0,9

Toleranzbereich: 1,689 - 2,853 mg/kg TM (|Zu-Score| <= 2,0)

Statistische Methode: DIN 38402 A45



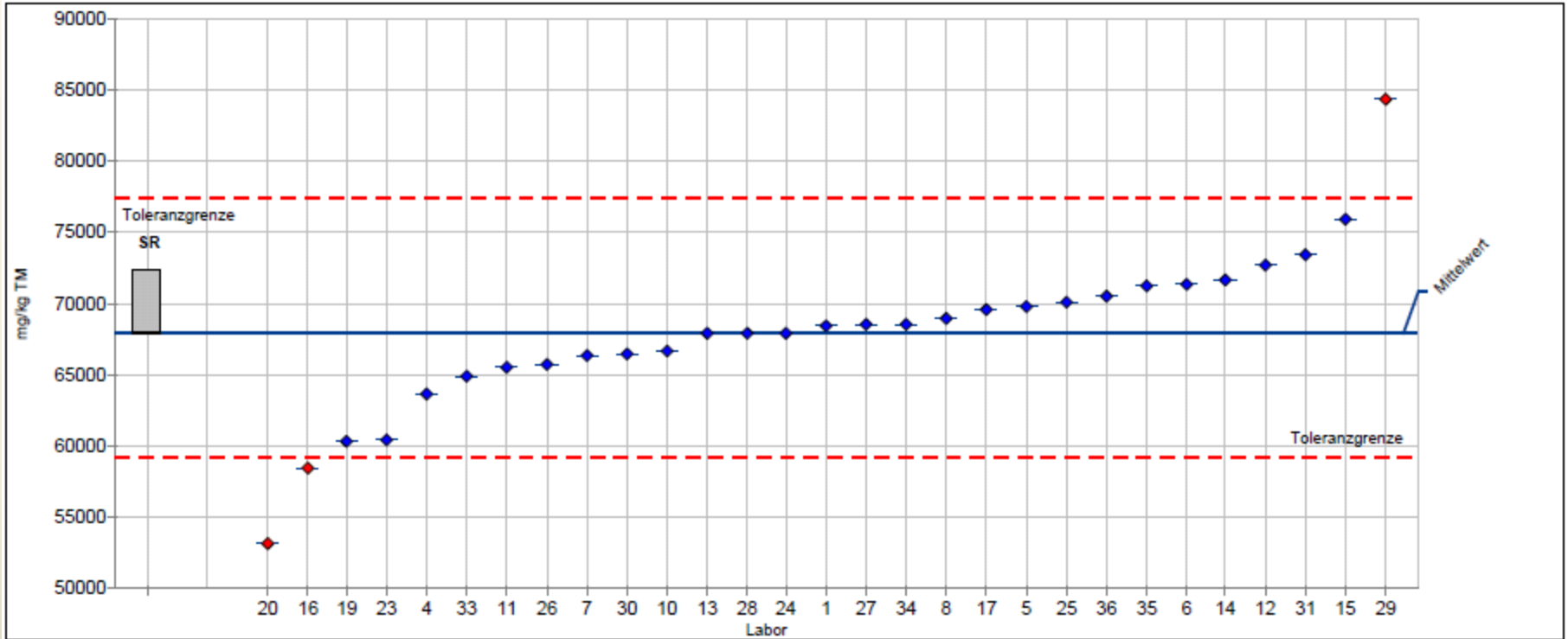
PROLab Plus



# Einzeldarstellung



Probe:	KS L2	Rel. Soll-Stdabw.:	6,52% (empirischer Wert)
Merkmal:	Eisen	Rel. Vergleich-Stdabw. (VR):	6,52%
Mittelwert:	67962,35 mg/kg TM	HORRAT:	2,2
Toleranzbereich:	59161,35 - 77355,68 mg/kg TM ( Zu-Score  <= 2,0)	Statistische Methode:	DIN 38402 A45



PROLab Plus

## PG 1.2: neue Parameter

### Arsen, Eisen:

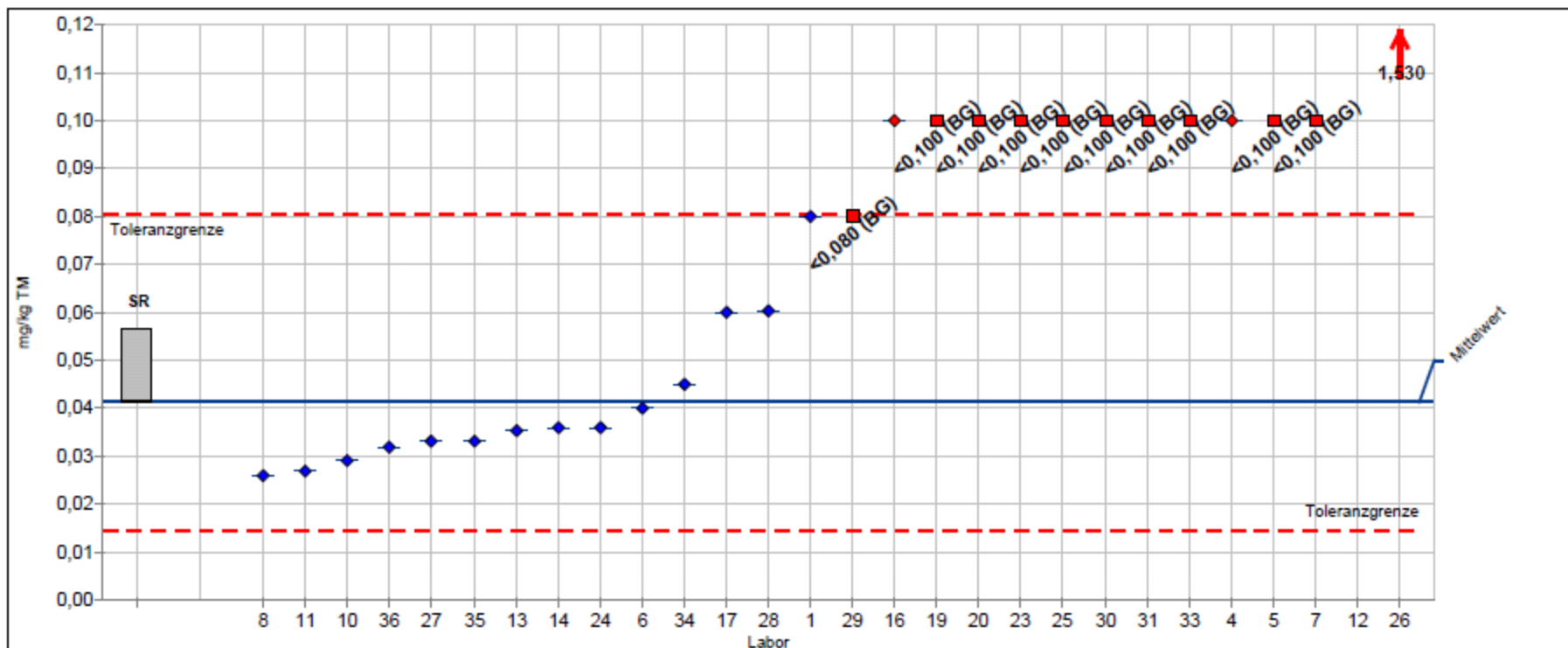
- problemlos
- Mehrheitlich ICP-OES, wenig AAS

### Thallium:

- GF-AAS und ICP-OES
- BG: 0,1 mg/kg entspricht 3 µg/l
- $\text{TlCl}_3$ ?
- > 33% mit „<“-Werten → keine Bewertung

# Einzeldarstellung

Probe:	KS L1	Rel. Soll-Stdabw.:	37,10% (empirischer Wert)
Merkmal:	Thallium	Rel. Vergleich-Stdabw. (VR):	37,10%
Mittelwert:	0,041 mg/kg TM	HORRAT:	1,4
Toleranzbereich:	0,014 - 0,080 mg/kg TM ( Zu-Score  <= 2,0)	Statistische Methode:	DIN 38402 A45



PROLab Plus

## PG 1.2: neue Parameter

### Arsen, Eisen:

- problemlos
- mehrheitlich ICP-OES, wenig AAS

### Thallium:

- GF-AAS und ICP-OES
- BG: 0,1 mg/kg entspricht 3 µg/l
- $\text{TlCl}_3$ ?
- > 33% mit „<“-Werten → keine Bewertung

### Chrom-VI:

- DIN EN 16318 (wässriger Extrakt (A) oder alkalischer Heißextrakt (B))
- DIN EN 15192 (alkalischer Heißextrakt)
- nur einzelne numerische Werte → keine Bewertung
- erste Erfahrungen
- BG : 0,1 mg/kg TM

Kompetenznachweis und Notifizierung von Prüflaboratorien und Messstellen (Untersuchungsstellen)  
im abfallrechtlich geregelten Umweltbereich FACHMODUL ABFALL (Stand: Mai 2018)

	<b>Teilbereiche/ Parameter</b>	<b>Grundlage/ Verfahren</b>
	Chrom VI (aus alkalischem Heißextrakt)**	<b>DIN EN 16318 (07.16)</b> DIN EN 15192 (02.07) DIN 10304-3 (11.97)*** DIN EN ISO 17294-2 (01.17)***

\*\*) Für den alkalischen Heißextrakt sind die Verfahren DIN EN 16318 oder DIN EN 15192 zu verwenden.

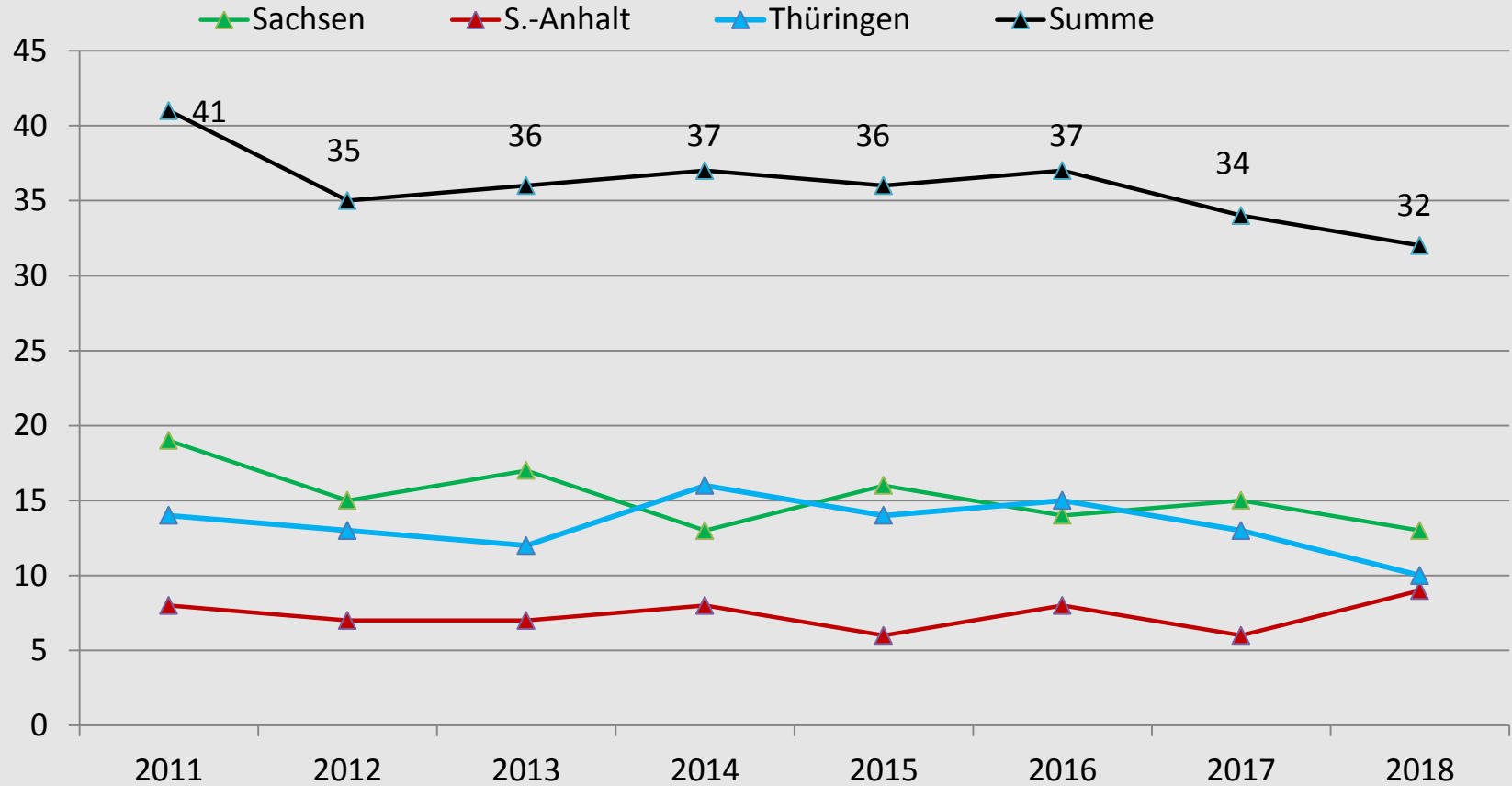
\*\*\*) Anstelle der Nachsäulenderivatisierung mit 1,5 Diphenylcarbazid kann nach ionenchromatographischer Trennung gemäß DIN 10304-3 auch die CrVI-Bestimmung durch Kopplung mit ICP-MS-Detektion auf Basis der DIN EN ISO 17294-2 erfolgen.

## Erfolgsquoten FMA 1.2 – 1.4, bundesweit

Jahr	Anzahl Labore	FMA 1.2	FMA 1.3	FMA 1.4	Bemerkungen
2011	156	84%	96%	80%	
2012	145	83%	94%	82%	
2013	145	84%	93%	83%	
2014	130	85%	94%	86%	
2015	132	87%	89%	83%	Änderung Fehleranzahl FMA 1.3 (AOX)
2016	118	89%	87%	84%	
2017	118	82%	86%	80%	
<b>2018</b>	<b>105</b>	<b>89%</b>	<b>85%</b>	<b>84%</b>	<b>Änderung Parameteranzahl FMA 1.2 und 1.4</b>

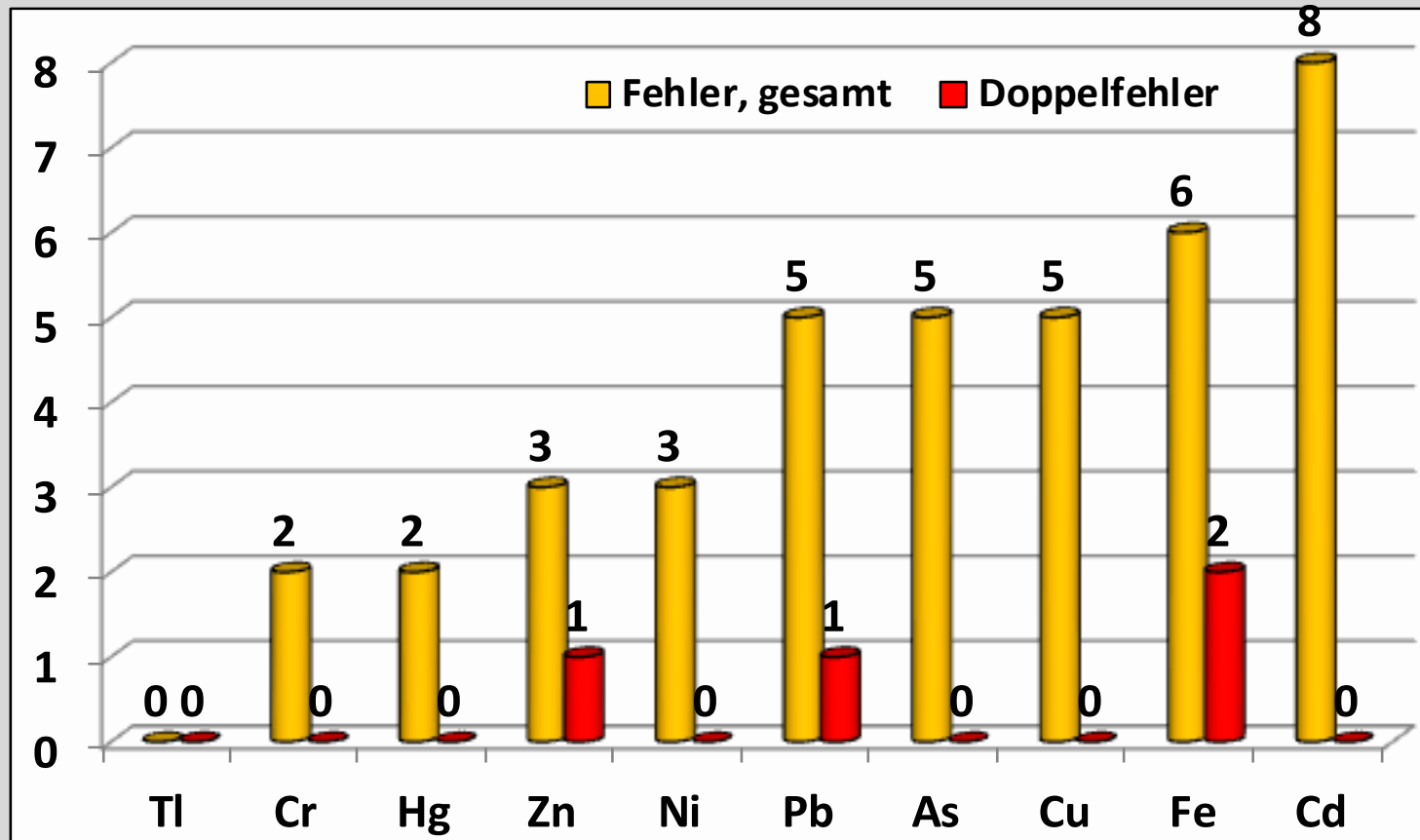
# Teilnehmeranzahl Sachsen, S.-Anhalt, Thüringen

## Teilnehmeranzahl Mitteldeutschland



## Fehler

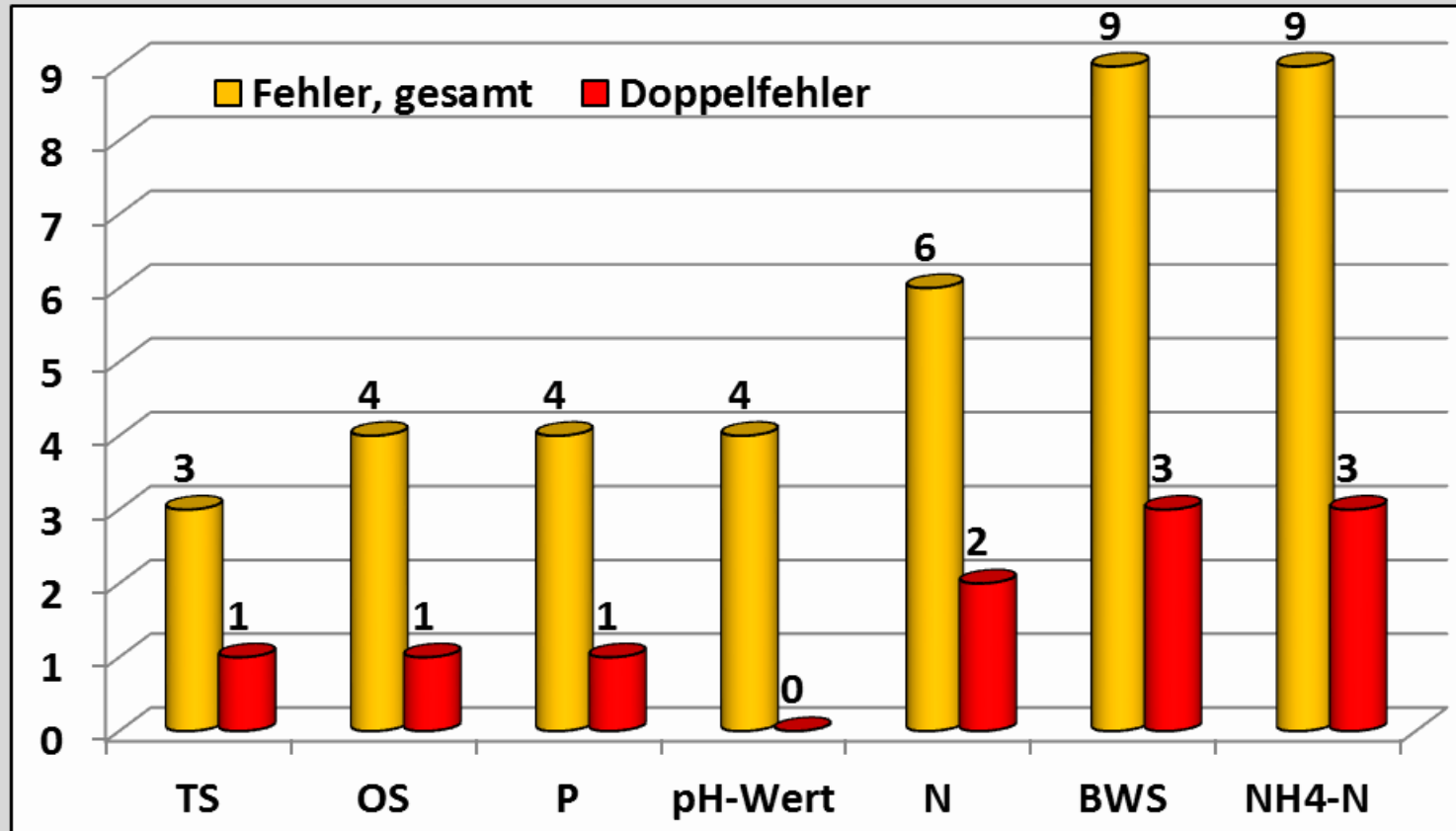
### FMA 1.2 (Schwermetalle)





## Fehler

### FMA 1.4 (Nährstoffe, physikal. Parameter)



## Termine KS-Ringanalyse 2019

**Anmeldung:** 14. KW, bis 02.04.19 per Email mit pdf-Formular/Datei

**Probenausgabe/-versand:** 19. KW, 06.05.19

**Berichtserstellung:** bis Ende Juli 2019

Informationen zum aktuellen Ringversuch Klärschlamm:  
<http://www.bful.sachsen.de/klaerschlamm-4233.html>