

Nassmechanische Aufbereitung von Bauschutt-Brechsand mit der Setztechnik – ein Schritt auf dem Weg zum Ersatzbaustoff

Fabian Pienkoß, Ute Kalbe und Franz-Georg Simon*

DOI: 10.1002/cite.202300019

This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution License, which permits use, distribution and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.



Supporting Information
available online

Das Recycling von gemischten Baustoffen führt neben der Herstellung von Gesteinskörnungen parallel zu einem stärker schadstoffbelasteten Stoffstrom, der circa ein Drittel der ursprünglichen Masse ausmacht. Dieser sogenannte Brechsand endet derzeit in der Deponierung und wird somit der Kreislaufwirtschaft entzogen. Der vorliegende Beitrag untersucht nun die Aufbereitung dieses Materials unter Verwendung einer Setzmaschine im Pilotmaßstab. Hierbei wird die Eignung dieser Technik evaluiert und das Aufbereitungsprodukt als möglicher Ersatzbaustoff untersucht.

Schlagwörter: Aufbereitung, Ersatzbaustoff, Kreislaufwirtschaft, Setzmaschine, Umweltverträglichkeit

Eingegangen: 06. Februar 2023; *akzeptiert:* 03. August 2023

Wet-Mechanical Processing of Crushed-Sand from Construction-Waste – A First Step Towards a Circular Building Material

Besides the generation of aggregates, recycling of mixed construction and demolition waste leads to a more polluted side stream accounting for up to one third of the input materials. This so-called crushed sand often ends up in landfills and is hence lost for a circular economy. This article reports about the processing of this material using a pilot plant jig. The suitability of jiggling technology is evaluated, and the product is analyzed as possible circular building material.

Keywords: Circular economy, Environmental compatibility, Jiggling machine, Secondary building material, Waste processing

1 Einleitung und Motivation

Das Abfall- und Reststoffaufkommen in Deutschland betrug im Jahr 2020 414 Mt. Davon werden beispielsweise Glas und Papier seit längerer Zeit im Rohstoffkreislauf geführt und so als Sekundärrohstoff genutzt [1]. Auch bei anderen Materialien, wie beispielsweise Kunststoffen, sind stetige Zuwächse des Recyclinganteils zu verzeichnen [2]. Der im Jahr 2020 55 % bzw. 229 Mt umfassende größte Anteil des Abfallaufkommens bestand jedoch aus Bau- und Abbruchabfällen. Neben „Boden, Steinen und Baggergut“ (58 %) fielen hier mit 27 % auch rund 61 Mt „Beton Ziegel, Fliesen und Keramik“ an [1]. Hierbei handelt es sich um mineralische Stoffe aus Rückbau- und Abbruchmaßnahmen der Bauwirtschaft, die häufig einer Verwertung auf geringerer Qualitätsstufe, wie z. B. im Straßen- oder Erdbau, zugeführt werden [3]. Entsprechend besteht hier ein großes

Potenzial zum weiteren Ausbau der Kreislaufwirtschaft und einer nachhaltigeren Bauwirtschaft.

Eine hochwertige Verwendung dieser mineralischen Stoffe als Sekundärbaustoffe ist beispielsweise durch die Herstellung von ressourcenschonendem RC-Beton gegeben. Für diesen können zwei aus Betonbruch herzustellende Gesteinskörnungstypen verwendet werden, die sich überwiegend durch den Ziegelanteil voneinander unterscheiden. Dabei enthält Typ 1 bis zu 10 % und Typ 2 bis zu 30 % Ziegel [4]. Im günstigsten Fall wird hierbei der Ziegelanteil

¹Dr. Fabian Pienkoß, ¹Dr. Ute Kalbe, ¹Dr. Franz-Georg Simon
 <https://orcid.org/0000-0002-4512-2031>
(Franz-Georg.Simon@bam.de)

¹BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin, Deutschland.

über bereits mit Betonbruch vermischte Baustoffe zugeführt, also über Material der Abfallschlüsselnummer 17 01 07 „Gemische aus Beton, Ziegeln, Fliesen und Keramik mit Ausnahme derjenigen, die unter 17 01 06 fallen“ [5]. Da dieses Material, wie auch der Betonbruch, in grober undefinierter Körnung anfällt, werden durch Brech- und Siebprozesse Körnungen wie beispielsweise 2/16 mm hergestellt [6]. Die untere Korngrößengrenze von 2 mm ergibt sich hierbei aus der Tatsache, dass Anteile rezyklierter Gesteinskörnungen unterhalb von 2 mm, die sogenannten Brechsande, in RC-Betonen zurzeit wegen der häufigen Anreicherung von Störstoffen in dieser feineren Fraktion noch nicht zulässig sind [4]. Ein Entwurf zur Änderung dieses Aspektes in Bezug auf Beton-Brechsand befindet sich zurzeit in der Diskussion [7]. In der Größenfraktion kleiner 2 mm reichern sich, bedingt durch den geringeren Zerkleinerungswiderstand, vermehrt Stoffe mit geringerer Korndichte an [6, 8]. Bei diesen handelt es sich typischerweise um Reste von Gipsbaustoffen, die in einem Dichtebereich von 1,6 bis 1,9 g mL⁻¹ vorliegen [9] und durch ihre chemische Natur als Calciumsulfat, die Sulfatwerte der Sandfraktion signifikant erhöhen. Die Gegenwart von Sulfat wiederum, kann in Verbindung mit Feuchtigkeit, zu Bauschäden in Form von Betontreiben durch Ettringit- und Thaumasit-Bildung führen [10]. Weitere Schadstoffe [11], die in Bauschutt enthalten sein können, sind einerseits polyaromatische Kohlenwasserstoffe PAK, die beispielsweise aus Schornsteinen, Teerprodukten oder Holzschutzmitteln herühren können, sowie andererseits Schwermetalle, die beispielsweise aus Beschüttungen, Fliesen oder Schlackenbeton stammen. Entsprechend werden die während des Brechens von gemischten Baustoffen entstehenden und mit Störstoffen belasteten Brechsande meist einer Deponierung zugeführt und gehen so dem Stoffkreislauf verloren. Dieser ausgeschleuste Stoffstrom beläuft sich auf ca. 35 % des ursprünglich eingesetzten Materials.

Mit zunehmender bundesweiter Herstellung von RC-Betonen werden somit große Massen belasteter Brechsande anfallen, die dringend einer wirtschaftlichen Verwendung bedürfen. Dies ist insbesondere vor dem Hintergrund der durch die Deponierung entstehenden Kosten und des Flächenbedarfs für Deponieraums erforderlich. Es ist entsprechend notwendig, geeignete Aufbereitungsverfahren zu entwickeln und hierdurch ebenfalls dem Kreislaufwirtschaftsgedanken gerecht zu werden.

Die Aufbereitung des Brechsands erfolgte mit der Setzmaschinenteknik. Zu Grunde liegt hier die Sortierung durch Setzen [12], die Anordnung von spezifisch leichteren Körnern über spezifisch schwereren in einem aufwärts gerichteten Fluidstrom, Wasser im Fall von Hydrosetzmaschinen, Luft bei Luftsetzmaschinen. Sortierung durch Setzen wird seit Jahrhunderten zur Aufbereitung von Erzen eingesetzt. In der deutschen Übersetzung des Werks von Georg Agricola (1556) wird das Prinzip des Setzen wie folgt beschrieben [13]: „Erst vor kurzem wurde der Gebrauch des engen Siebes beim Bergbau eingeführt. Das Erz wird einge-

tragen und in einem nahezu mit Wasser gefüllten Fasse gesiebt, wobei das Sieb geschüttelt wird. Dadurch gelangt das Korn unter Erbsengröße in das Fass, das übrige bleibt am Boden des Siebes zurück; es ist zweierlei: das Erz, welches die unteren Lagen einnimmt, und Nebengestein und Berge, die obenauf liegen. Denn das Schwere sinkt immer nieder, während das Leichte durch den Wasserstoß in die Höhe gebracht wird.“ In der englischen Übersetzung von Hoover und Hoover (1912) [14] wird „enges Sieb“ mit „jigging sieve“ angegeben, der ursprüngliche lateinische Begriff lautet demnach „Cribrum angustum“. Heutige Einsatzgebiete von Setzmaschinen sind die Sand- und Kiesindustrie [15], Bodenwäsche [15, 16], aber auch die Aufbereitung von Baurestmassen [9, 17]. Die vorliegende Arbeit geht der Frage nach, ob die Setztechnik eine geeignete Methode darstellt, um Schad- und Störstoffe in Brechsanden aus der Aufbereitung gemischter Baurestmassen zu entfernen. Weiterhin ist es von Interesse abzuschätzen, ob die Technik in der Lage ist, das Material zu einem Ersatzbaustoff oberhalb der Kategorie RC-3 aufzuwerten.

2 Material und Methoden

2.1 Material

Das zur Aufbereitung verwendete Material wurde von einem Unternehmen aus dem Bereich des Baustoffrecyclings in Süddeutschland bezogen. Dabei handelte es sich um einen wirtschaftlich nicht verwertbaren und belasteten Brechsand, der als Begleitprodukt während der Brechprozesse bei Recycling von Material mit der Abfallschlüsselnummer 17 01 07 anfällt. Die Schadstoffbelastung war hierbei so hoch, dass eine Deponierung erforderlich war. Von diesem Material wurden aufgeteilt auf vier Bigbags 4,2 t bezogen. Jeder Bigbag wurde mittels Probenlanze (L : 100 cm, ID: 36 mm) und Liner vierfach beprobt. Pro Bigbag wurden anschließend, wie in Abschn. 2.5 beschrieben, Korndichte, Siebkurve, Elementzusammensetzung und die Ionengehalte im Feststoff nach Sodauszug und Königswasseraufschluss bestimmt. Die vereinigten Sammelp Proben der vier Großgebinde wurden anschließend zu einer Mischprobe zusammengeführt, homogenisiert und mittels Riffelteilern auf Analyseprobengröße geteilt.

2.2 Anlagentechnik

Zur Durchführung der Aufbereitungsversuche und Trennung des Materials nach der Korndichte wurde eine Setzmaschine im Pilotmaßstab mit maximalem Durchsatz von 2 t h⁻¹ verwendet. Bei dieser handelt es sich um eine Setzmaschine vom Typ Alljig P400/600x800 der Firma Allmineral mit einem zu verarbeitendem Korngrößenspektrum von 0,1 bis 4,0 mm, die im Zuge des EU Projektes RECDEMO [18] als Prototyp entwickelt wurde. Die Setzfläche beträgt

0,3 m² bei möglichen Setzbethöhen im Bereich von 60–140 mm und Hubfrequenzen im Bereich von 40–217 min⁻¹. Der Hub des Prozesswassers erfolgt seitlich mittels Druckluft, wobei die Hubfrequenz durch die Rotationsgeschwindigkeit eines Drehkolbenschieber bestimmt wird. Das Setzfass ist in zwei Bereiche mit jeweils durch Handflachschieber unabhängig einstellbare Wasser- und Luftdrücke unterteilt. Hierbei sind im aufgabenahnen Bereich jeweils 100 % und im aufgabefernen Bereich jeweils 50 % Ventilöffnung für Wasser- und Luftdruck eingestellt. Die Setzbethöhe wird mittels eines Schwimmers erfasst, mit dem Sollwert abgeglichen und über die Öffnung eines hydraulisch gesteuerten Bodenaustragsschiebers geregelt. Das Aufgabegut wird der Setzmaschine über eine Vibrationsrinne Typ DE 200/1050-DA von Vibtech zugeführt. Die beiden durch den Setzprozess erzeugten Materialströme Schwergut und Leichtgut verlassen das Setzmaschinenaggregat durch den Bodenschieber bzw. durch Überlaufen eines Wehrs. Anschließend werden beide Suspensionen über eine Pumpe einem Hydrozyklon, und darauffolgend einem Taumelsieb, zur Entwässerung zugeführt und getrennt in Loren aufgefangen. Die Maschenweite der Siebeläge beträgt hier 0,1 mm, so dass Korngrößen unterhalb dieser Schwelle teilweise durch das Prozesswasser im Kreislauf geführt und teilweise dem Abwasser zugeführt werden. Ein Verfahrensfließschema des Setzmaschinenaggregats inklusive Peripherie befindet sich der Supporting Information (Abb. S1).

2.3 Versuchsdurchführung

Vor der Durchführung eines Versuches wurden zunächst die entsprechenden Prozesswasservorratsbehälter befüllt und der Siebboden der Setzmaschine mittels Gummihammer von Klemmkorn befreit. Das Anfahren der Setzmaschine inklusive Peripherie erfolgte mittels einer einprogrammierten Schrittkette, die die einzelnen Aggregate zeitversetzt startete. Die gewünschte Setzbethöhe und maximale Bodenaustragsöffnung wurden im Prozessterminal hinterlegt. Sobald ein stabiler Wasserkreislauf hergestellt war, wurde die Abluftanlage mit einer Absaugungsvorrichtung über der Vibrationsrinne und anschließend die Materialaufgabe gestartet. Als nächstes wurde via Handrad die gewünschte Hubfrequenz eingestellt. Der gesamte bis zur Realisierung stabiler Betriebsbedingungen und konstanter Setzbethöhe anfallende Materialverschnitt wurde in einer Lore gesammelt. Anschließend wurde diese zur Probennahme durch jeweils eine Lore für Schwer- und Leichtgut ausgetauscht. Die Dauer der Probennahme wurde festgehalten und erfolgte bis eine ausreichende Menge Probenmaterial gesammelt war.

2.4 Probenvorbereitung

Zwecks Vortrocknung von ca. 3 Tagen wurden aus den Schwer- und Leichtgütern Haufwerke gebildet. Diese wur-

den im Anschluss und sofern erforderlich unter Zuhilfenahme von Metallblechen geviertelt und ein Viertel auf gewogene Metallbleche überführt. Es folgte eine Trocknung bei 80 °C für 2–3 Tage im Trockenschrank. Das getrocknete Material wurde erneut gewogen und anschließend mittels Rotationsteiler und Riffelteilern repräsentativ auf die für die entsprechenden Analysen benötigten Probenmassen heruntergeteilt (Säulenversuche: 2 × 1 kg, Siebanalyse: 400 g, pH und Leitfähigkeit: 30 g, Dichte und Feuchte: 30 g, Carbonat: 50 g gemahlen, Sodauszug und Königswasseraufschluss: 35 g gemahlen, PAK: 2 × 10 g, Glühverlust: 45 g).

2.5 Analysemethoden

Sowohl zur Charakterisierung des Ausgangsmaterials als auch zur Quantifizierung der erzielten Materialaufbereitung wurden Feststoffanalysen durchgeführt. Die ebenfalls durchgeführte Beurteilung als Ersatzbaustoff erfolgte gemäß der Ersatzbaustoffverordnung EBV [19] durch die Analyse von wässrigen Säuleneluat. Entsprechend wurden mit den erzeugten Schwer- und Leichtgütern Säulenversuche als Kurztest bis zu einem Wasser-Feststoffverhältnis W/F von 2,0 L kg⁻¹ durchgeführt. Bei allen beschriebenen Analysemethoden, außer den Siebungen, wurden jeweils mindestens Doppelbestimmungen durchgeführt. Details zu den durchgeführten Analysen finden sich in der Supporting Information.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Charakterisierung des Probenmaterials

Nachdem die Analysen der vier Bigbags mit Bauschuttbrechsand hinreichend übereinstimmende Charakterisierungsparameter zeigten, wurde die weitergehende Charakterisierung an einer Mischprobe durchgeführt. Für das Material mit einem Medianpartikeldurchmesser von 0,63 mm und einer Korndichte von 2,59 kg dm⁻³, wurden folgende Hauptstörstoffe identifiziert: Sulfat mit 8,72 g kg⁻¹ und PAK-15 mit 4,09 mg kg⁻¹. Zur genaueren Evaluierung wurde eine Siebanalyse mit Sulfat- und PAK-Quantifizierung für die einzelnen Siebfraktionen erstellt (Abb. 1).

Die Analyse der Siebfraktionen zeigte bei geringeren Partikelgrößen deutlich erhöhte Sulfatgehalte im Vergleich zu größeren Partikeln. Für Partikel unterhalb von 0,063 mm lag der Sulfatgehalt bei 14,9 g kg⁻¹ und sank weitgehend linear um ca. 48 % auf einen Wert von 7,7 g kg⁻¹ für Partikel unterhalb von 0,5 mm. Im Anschluss liegt eine deutlich geringere relative Abnahme der Sulfatkonzentration mit der Partikelgröße vor. Diese betrug 16 % für den Bereich von Partikeln zwischen 0,5 mm und 4 mm. Insgesamt wies die Probe einen Sulfatgehalt von 8,7 g kg⁻¹ auf. Die Summe der PAK-15, nach EPA (US Environmental Protection Agency) ohne Naphthalin, lag hingegen weitgehend unabhängig von

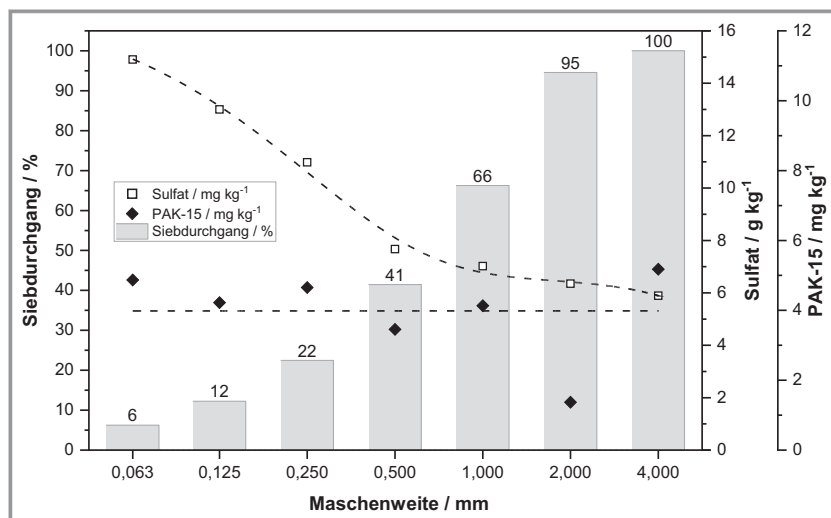


Abbildung 1. Die Hauptstörfstoffe im Probenmaterial als Funktion des Korndurchmessers.

der Partikelgröße im linearen Fit auf einem konstanten Konzentrationsniveau von ca. 4 mg kg^{-1} . Auch bezüglich der Korndichte wurde für die einzelnen Partikelgrößen ein konstantes Niveau von $2,59 \text{ kg dm}^{-3}$ festgestellt.

Zur Beurteilung, ob ein Material als Ersatzbaustoff eingesetzt werden darf und somit im Sinne der Kreislaufwirtschaft genutzt werden kann, sind die Eluatgrenzwerte aus der EBV [19] entscheidend. Entsprechend wurde mit dem Material ein Säulenversuch durchgeführt und die resultierenden Eluatkonzentrationen den Grenzwerten gegenübergestellt (Tab. 1).

Wie in Tab. 1 ersichtlich, ist das Ausgangsmaterial der Kategorie RC-3 zuzuordnen. Hierdurch ergibt sich ein eingeschränkter Anwendungsbereich, der sich vor allem auf gebundene Systeme oder solche mit weitgehendem Ausschluss von Wasserkontakt beschränken [19]. Neben den beiden zuvor identifizierten Hauptstörfstoffen PAK-15 und Sulfat, ist ebenfalls die elektrische Leitfähigkeit der Kategorie RC-3 zugeordnet. Bei der Aufbereitung des Materials mit dem Ziel der Sulfatabreicherung geht jedoch eine Sen-

Tabelle 1. Säuleneluatwerte des Probenmaterials ($\text{W/F } 2,0 \text{ L kg}^{-1}$) im Vergleich mit den Grenzwerten für verschiedene Einbauklassen aus der Ersatzbaustoffverordnung.

Parameter	Grenzwert RC-1	Grenzwert RC-2	Grenzwert RC-3	Säuleneluat
pH-Wert [-]	6–13	6–13	6–13	9,5
Elektrische Leitfähigkeit [$\mu\text{S cm}^{-1}$]	2500	3200	10 000	3200
Sulfat [mg L^{-1}]	600	1000	3500	1895
PAK-15 [$\mu\text{g L}^{-1}$]	4,0	8,0	25	8,5
Chrom [$\mu\text{g L}^{-1}$]	150	440	900	246
Kupfer [$\mu\text{g L}^{-1}$]	110	250	500	47
Vanadium [$\mu\text{g L}^{-1}$]	120	700	1350	27

kung der elektrischen Leitfähigkeit einher. Die bezüglich der EBV relevanten Schwermetalle Chrom, Kupfer und Vanadium liegen bereits im Bereich der Stufe RC-2 bzw. RC-1 vor. Zur Herstellung eines Ersatzbaustoffes der Kategorie RC-2, ist somit durch die Aufbereitung des Materials eine Absenkung der Eluatwerte für Sulfat um 53 % und von PAK-15 um 6 % erforderlich.

3.2 Evaluierung der Setzmaschinenteknik

Um die Eignung des gewählten Verfahrens zur Aufbereitung von Bauschuttbrechsand zu beurteilen, werden zunächst die für die einzelnen Zielgrößen erhaltenen Ergebnisse über alle Versuche

hinweg in der Form von Boxplots betrachtet. Die Setzmaschinenteknik trennt das Aufgabegut nach der Korndichte in die zwei Stoffströme Schwergut mit höherer Dichte und Leichtgut mit niedrigerer Dichte, entsprechend sind in Abb. 2 die Ergebnisse der Korndichte dargestellt.

Aus der Analyse der Daten zur Korndichte kann geschlossen werden, dass die Aufbereitung von Bauschuttbrechsand mittels Setzmaschinenteknik eine geeignete Methode ist, um das Material in zwei Stoffströme unterschiedlicher Dichte zu trennen. Hierbei wurde im Mittel die Dichte des Leichtgutes um 2,3 % gesenkt und im Gegenzug die des Schwergutes um 1,5 % erhöht. Neben der Sortierung des Materials nach der Dichte kann während Setzprozessen ebenfalls eine Klassierung nach der Partikelgröße auftreten. In Abb. 3 sind die aufgrund der stark ähnlichen Verläufe gemittelten Siebrückstände der Schwer- und Leichtgüter aus sieben Versuchsfahrten den Siebrückständen des Aufgabegutes gegenübergestellt.

Bezüglich der Korngrößenverteilungen zeigt sich, dass Schwergut und Aufgabegut für Partikel oberhalb von 1 mm identische Verläufe aufweisen. Für Partikel von 0,25 bis 1 mm ist das Schwergut bei ähnlichem Verlauf jeweils ca. 5 % größer als das Aufgabegut. Nach einem erneut gleichen Wert für die Partikel zwischen 0,125 und 0,25 mm, werden für feinere Partikel ($\leq 0,125 \text{ mm}$) im Schwergut anschließend nur noch sehr geringe Anteile von in Summe 4,1 % festgestellt, während diese Fraktion im Aufgabegut 12,3 % ausmacht. Hier wird in geringem Maß der Prozesswasseraustrag von $0,6 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ nach Nasssiebung bei 0,1 mm zum Tragen kommen und in größerem Ausmaß eine Klassierung dieser Partikel in das Leichtgut stattfinden.

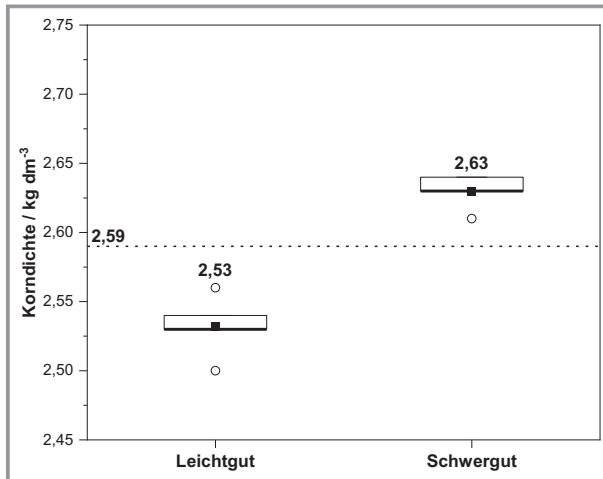


Abbildung 2. Durch die Aufbereitung resultierende Korndichten von Leicht- und Schwergut. Die gebrochene Linie entspricht dem Wert im Aufgabegut, die Vierecke den Mittelwerten mit Zahlenwerten über den Boxen, die breiten Linien den Medianen und die Kreise den Ausreißern.

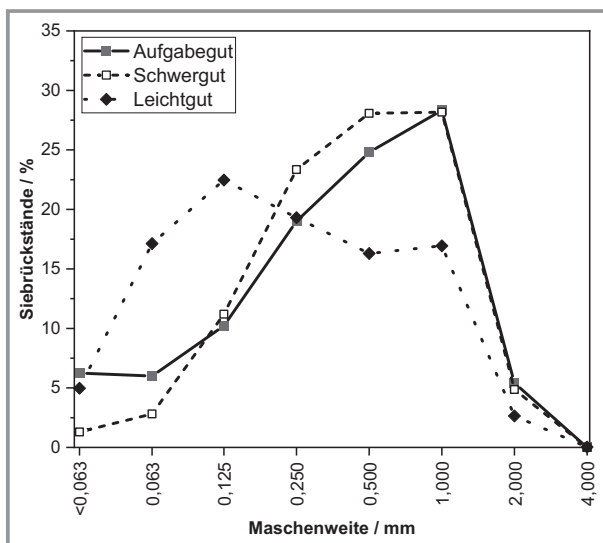


Abbildung 3. Einfluss der Aufbereitung auf die Korngrößenverteilungen in Form von Siebrückständen von Schwergut und Leichtgut im Vergleich zum Aufgabegut.

Während der Siebrückstand von Partikeln $<0,063$ mm für das Leichtgut (5,0 %) noch einen ähnlichen Wert wie das Aufgabegut (6,3 %) aufweist, ist der Anteil der Fraktion 0,063 bis 0,125 mm mit in Summe 39,6 % signifikant oberhalb der Werte für Schwergut (14,0 %) und Aufgabegut (16,2 %). Schwergut und Aufgabegut weisen zudem einen Peak-ähnlichen Verlauf mit Maximum bei 1 mm auf, während der Verlauf des Leichtgutes eher einem tieferen Plateau entspricht. Zur Quantifizierung der Partikeldurchmesser kann der Median d_{50} -Wert als Maß herangezogen werden, der für das Aufgabegut bei 0,63 mm lag. Durch die Aufbereitung wurde dieser im Schwergut um 6 % auf einen Wert

von 0,67 mm erhöht und im Leichtgut signifikant um 48 % auf 0,33 mm abgesenkt. Da im Schwergut keine ausgeprägte Abweichung zum Aufgabegut auffällt, ist es naheliegend, dass während des Aufbereitungsprozesses abrasive Prozesse stattfinden. Diese können beispielsweise während der Reibung der Partikel im pulsierenden Setzbett, in den Pumpen, Hydrozyklonen und Taumelsieben erfolgen. Dies deckt sich mit der Natur des Brechsandes, der als Beiprodukt während der Brechprozesse im Baustoffrecycling anfällt und somit vermehrt Stoffe mit geringen Zerkleinerungswiderständen enthält.

3.3 Einfluss der Aufbereitung auf die Feststoffwerte und Säuleneluatwerte

Die Aufbereitung von Brechsand mit der Setzmaschentechnik erzeugt zwei Stoffströme, deren Messwerte entsprechend vom Aufgabegut abweichen werden. Um den generellen Einfluss der Aufbereitung zu diskutieren, werden im Folgenden sowohl die im Feststoff erzielten An- bzw. Abreicherungen als auch die Ergebnisse der Eluatanalysen anhand von Boxplots dargestellt. Abb. 4 zeigt die Ergebnisse bezüglich der pH-Werte und elektrischen Leitfähigkeit der erzeugten Eluate von Schwer- und Leichtgut.

Wie in der linken Abbildung ersichtlich, bewegen sich die pH-Werte in den Eluaten der Leicht- und Schwergüter nahe dem Wert des Aufgabegutes und befinden sich im zulässigen Bereich zwischen pH 6 und pH 13. Bezüglich der elektrischen Leitfähigkeit, dargestellt in der rechten Abbildung, ist eine signifikante Herabsetzung im Schwergut (von 3200 auf $2480 \mu\text{S cm}^{-1}$) bei nahezu konstantem Wert für das Leichtgut (3139 statt $3200 \mu\text{S cm}^{-1}$) zu beobachten. Das Schwergut liegt somit im Mittel nahe an den Anforderungen für RC-1, während das Leichtgut weiterhin RC-3 zuzuordnen ist. In Abb. 5 wird eine analoge Betrachtung für die Kationenkonzentrationen durchgeführt.

In Tab. 1 wurde das Aufgabegut bezüglich Chrom als Ersatzbaustoff Typ RC-2 eingeordnet. Wie in Abb. 5 klar erkennbar, wurde der Ausgangswert von $246 \mu\text{g L}^{-1}$ durch die Aufbereitung sowohl für das Leicht- als auch das Schwergut um ca. 55 %, auf ein ähnliches Niveau von $110 \mu\text{g L}^{-1}$ und somit unter den RC-1-Grenzwert von $150 \mu\text{g L}^{-1}$ gesenkt. Die Konzentrationsniveaus der Metalle Vanadium und Kupfer hingegen bewegen sich auf einem Niveau nahe des Ausgangswertes, wobei für Kupfer die Konzentration im Leichtgut, bei simultaner Absenkung im Schwergut, angehoben wurde. Um der ausgeprägten Abnahme der Chromkonzentration nachzugehen, wurden zwei während des laufenden Betriebs aus dem Setzfass entnommene Prozesswasserproben analysiert. Die Kationenkonzentration lag hier für einen Prozesswasserstrom von $15,4 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ und einer Materialzugabe von 175 kg h^{-1} , also einem W/F von 88, im Mittel bei $20 \mu\text{g L}^{-1}$ Chrom. Somit kann angenommen werden, dass die Konzentrationsabsenkung für Chrom überwiegend durch Löslichkeitseffekte verursacht wurde. Für eine denkbare

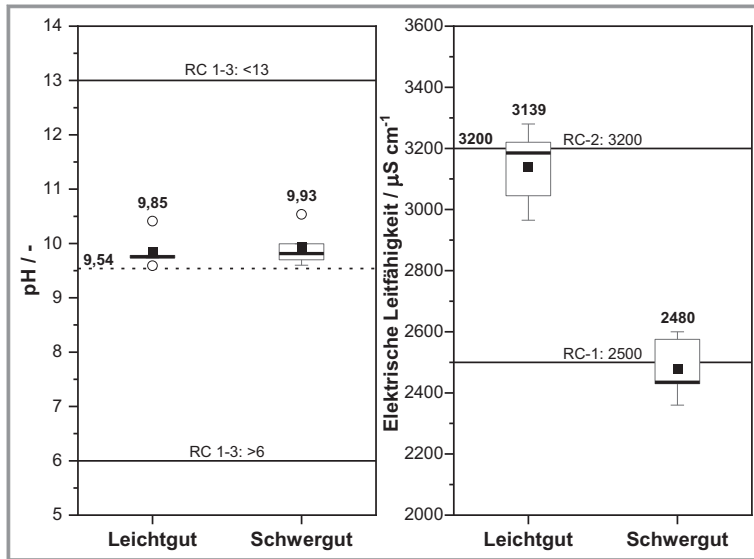


Abbildung 4. Übersicht über die Parameter pH-Wert und elektrische Leitfähigkeit im Säuleneluat ($W/F\ 2,0\ L\ kg^{-1}$) der durch die Aufbereitung produzierten Leicht- und Schwergüter. Die gestrichelten Linien entsprechen dem Wert des Aufgabeguts, die durchgezogenen Linien den Grenzwerten der EBV, die Vierecke den Mittelwerten mit Zahlenwerten über den Boxen, die breiten Linien den Medianen und die Kreise den Ausreißern.

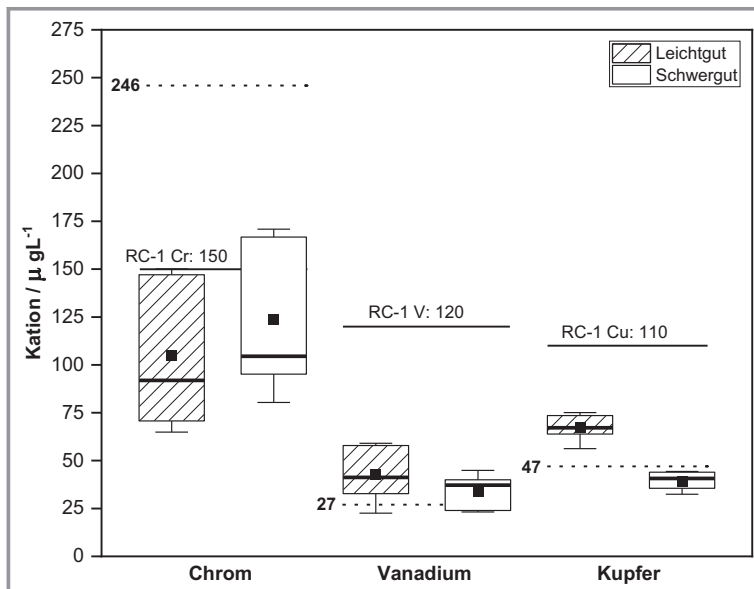


Abbildung 5. Übersicht über die Schwermetallkonzentrationen im Säuleneluat ($W/F\ 2,0\ L\ kg^{-1}$) der durch die Aufbereitung produzierten Leicht- und Schwergüter. Die gestrichelten Linien entsprechen dem Wert des Aufgabeguts, die durchgezogenen Linien den Grenzwerten der EBV, die Vierecke den Mittelwerten und die breiten Linien den Medianen.

Anwendung und die entsprechende Prozesswasseraufbereitung ergibt sich somit ggf. das Erfordernis der Metallentfernung durch beispielsweise Fällung oder Sorption. Ein weiterer wichtiger Schadstoff sind die organischen PAK, die ebenfalls in erhöhter Konzentration im Baustoffbrechsand vorlagen. Die Feststoffwerte und die erhaltenen Konzentra-

tionen im Säuleneluat werden gemeinsam in Abb. 6 dargestellt.

Das Aufgabegut entspricht bezüglich PAK im Feststoff, die in der EBV anhand der Summe EPA PAK-16, beurteilt werden, mit einem Messwert von $4,11\ mg\ kg^{-1}$ und einem Grenzwert von $10\ mg\ kg^{-1}$ der Kategorie RC-1. In Abb. 6 werden zwecks direkten Vergleichs mit den Säuleneluat, bei denen die PAK-15 (= PAK-16 abzüglich Naphthalin) herangezogen werden, die Feststoffwerte ebenfalls in der PAK-15-Definition betrachtet. Da bei den PAK-Bestimmungen zudem teilweise signifikante Ausreißer auftraten, wird im Folgenden statt der Betrachtung der Mittelwerte der Median herangezogen. Das zur Setzmaschinenaufbereitung verwendete Aufgabegut enthielt eine PAK-Belastung von $4,09\ mg\ kg^{-1}$. Bei Betrachtung der im Schwergut gemessenen Werte wird deutlich, dass die Setzmaschinenteknik eine effektive Methode zur Entfernung von PAK ist: der Ausgangswert wurde um 56 %, auf einen Wert von $1,8\ mg\ kg^{-1}$ abgesenkt. Hierbei fand eine einhergehende Erhöhung des PAK-Gehalts im Leichtgut um 273 %, von 4,1 auf $15,3\ mg\ kg^{-1}$ statt. Die aus diesen Medianwerten, den anteiligen Austragsgütern und dem mit einer Standardabweichung von 20 % behafteten Wert des Aufgabegutes berechnete PAK-Massenbilanz ergibt einen Wert von 81 %. In Bezug auf die aus den Feststoffen resultierenden Eluatwerte kann die für das Schwergut gefundene Absenkung von 64 % im Feststoff nicht auf das Eluat übertragen werden kann. Die Eluatwerte bewegen sich hier mit einem Median von $8,3\ \mu g\ L^{-1}$ um den Wert des Aufgabegutes von $8,5\ \mu g\ L^{-1}$ verteilt, so dass keine Änderung im Vergleich zum Aufgabegut beobachtet wurde. Auch für das Leichtgut, mit einem Median von $9,7\ \mu g\ L^{-1}$ ist dieses Verhalten mit einer signifikant erhöhten Schwankungsbreite ebenfalls zu beobachten. Der gesamte organische Kohlenstoffgehalt TOC hingegen wurde ausgehend von $23,9\ mg\ L^{-1}$ auf $10,2\ mg\ L^{-1}$ im Schwergut abgesenkt und im Leichtgut entsprechend auf einen Wert von $26,5\ mg\ L^{-1}$ erhöht. Einhergehend sank auch die Trübung von einem Wert von 1,5 FNU auf 0,5 FNU im Schwer- und 0,6 FNU im Leichtgut. Eine der PAK-15-Betrachtung analoge Darstellung für den Parameter Sulfat findet sich in Abb. 7.

Der Sulfatgehalt im Aufgabegut lag bei $8,7\ g\ kg^{-1}$ und wurde durch den Aufbereitungsprozess für das Schwergut um 29 % auf einen Medianwert von $6,2\ g\ kg^{-1}$ gesenkt. Im anteilmäßig geringeren Leichtgut erfolgte einhergehend eine Erhöhung um 37 % auf einen Wert von $11,9\ g\ kg^{-1}$, wobei für beide Austragsgüter jeweils eine sehr enge Verteilung

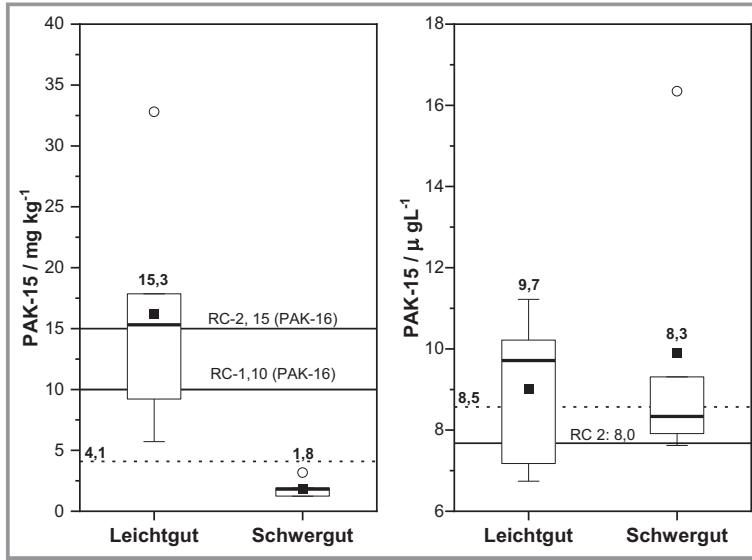


Abbildung 6. Übersicht über die PAK-15 Feststoffwerte und die Konzentrationen im Säuleneluat (W/F 2,0 L kg⁻¹) der durch die Aufbereitung produzierten Leicht- und Schwergüter. Die gestrichelten Linien entsprechen hier dem Wert des Aufgabeguts, die durchgezogenen Linien den Grenzwerten der EBV, die Vierecke den Mittelwerten, die breiten Linien den Medianen mit Zahlenwerten über den Boxen und die Kreise den Ausreißern.

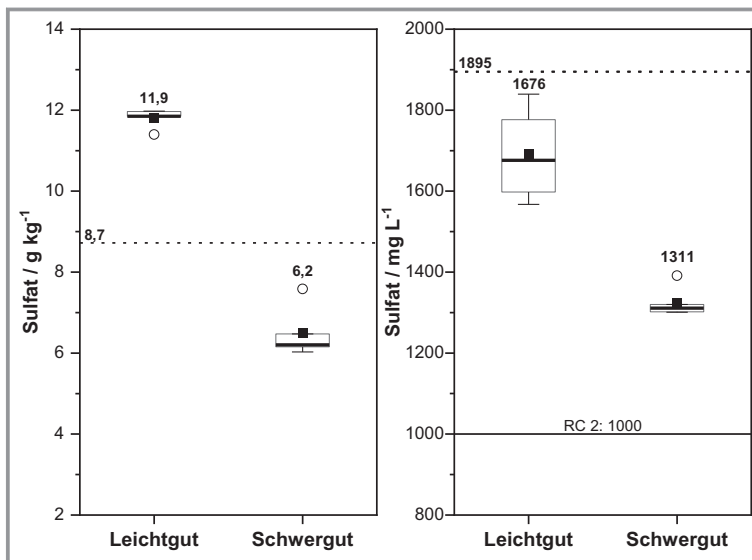


Abbildung 7. Übersicht über die Sulfat Feststoffwerte und die Konzentrationen im Säuleneluat (W/F 2,0 L kg⁻¹) der durch die Aufbereitung produzierten Leicht- und Schwergüter. Die gestrichelten Linien entsprechen hier dem Wert im Aufgabegut, die durchgezogenen Linien den Grenzwerten der EBV, die Vierecke den Mittelwerten, die breiten Linien den Medianen mit Zahlenwerten über den Boxen und die Kreise den Ausreißern.

der Feststoffwerte vorliegt. Die Massenbilanz bezüglich Sulfat im Feststoff beträgt im Mittel 78 %. Die verbleibenden 22 % dürften demnach in das Prozesswasser übergegangen sein, das in der zuvor erwähnten Probe eine Konzentration von 492 mg L⁻¹ aufwies. Diese Annahme deckt sich weitgehend mit den Ergebnissen eines Säulenversuches mit

Aufgabegut, bei dem nach dem Säulenversuch erneut der Feststoffwert für Sulfat bestimmt wurde. Hier wurde eine Absenkung des Feststoffwertes um 24 % von 8,7 g kg⁻¹ auf 6,6 g kg⁻¹ festgestellt. In Bezug auf die Eluatwerte fällt für das Leichtgut auf, dass trotz des signifikanten Konzentrationsanstiegs im Feststoff, kein erhöhter Eluatwert im Vergleich zum Aufgabegut auftritt. Folglich wird es sich bei der Sulfatanreicherung im Leichtgut vermehrt um schwer lösliche Sulfatspezies handeln. Sowohl das Leichtgut (1676 mg L⁻¹, 12 %) als auch das Schwergut (1311 mg L⁻¹, 30 %) generieren Konzentrationen unterhalb des Eluatwertes im Aufgabegut (1895 mg L⁻¹). Weitere relevante Parameter zur Beurteilung des Schwergutproduktes sind der Glühverlust und der Carbonatgehalt. Beide Parameter wurden durch den Kontakt mit Prozesswasser deutlich reduziert. Der Glühverlust von 10,5 % für das Aufgabegut wurde auf 2,1 % für das Schwergut und auf 4,4 % für das Leichtgut reduziert. Der Carbonatgehalt hingegen wurde von 18,2 % auf 15,0 % und 16,1 % abgesenkt. In Tab.2 findet sich zur Zusammenfassung eine Übersicht der oben beschriebenen Parameter.

4 Fazit und Schlussfolgerung

Zusammenfassend wurde in dieser Arbeit gezeigt, dass die Setzmaschinenteknik eine geeignete Methode ist, um Brechsande aus gemischten Bauabfällen aufzubereiten. Die Trennung des Materials in zwei Stoffströme unterschiedlicher Dichte hat sich mit einer Absenkung um 56 % besonders effizient in der Reduzierung von PAK-Belastungen im Feststoff erwiesen. Auch die Sulfatlast im Produktstrom wurde durch den Prozess im Vergleich zum Aufgabegut um 29 % gesenkt. Neben der Erhöhung des Median-Partikeldurchmessers durch Klassierungseffekte ist die Herabsetzung verschiedener Eluatparameter ebenfalls positiv zu bewerten. Dies bezieht sich zum einen auf die elektrische Leitfähigkeit, die nach EBV von RC-3 auf RC-1 aufgewertet wurde, und zum anderen auf die Chromkonzentration, die von RC-2 auf die Stufe RC-1 verbessert wurde. Die vorliegenden Aufbereitungsergebnisse erlaubten jedoch nicht eine Gesamteinordnung des Materials als Ersatzbaustoff oberhalb der Klasse RC-3. Hierzu ist eine weitere Absenkung der Eluatwerte für Sulfat um 25 % von RC-3 (1325 mg L⁻¹) auf RC-2 (< 1000 mg L⁻¹) und des PAK-15-Wertes um 4 % von RC-3 (8,3 µg L⁻¹) auf RC-2 (< 8,0 µg L⁻¹) erforderlich. Eine weitere gezielte Optimierung der Prozessparameter der Setzmaschinenteknik könnten diesen Spielraum ermöglichen.

Tabelle 2. Übersicht über die Feststoff- und Säuleneluatwerte (W/F 2,0 L kg⁻¹) des Aufgabeguts gegenüber den Werten von Schwer- und Leichtgut.

	Aufgabegut	Schwergut	Leichtgut
<i>Feststoff</i>			
Massenbilanz [%]	100	89	11
d50 [mm]	0,63	0,67	0,33
Korndichte [kg dm ⁻³]	2,59	2,63 ± 0,01	2,54 ± 0,02
Glühverlust [%]	10,50	2,09 ± 0,15	4,43 ± 0,71
Carbonatgehalt [%]	18,15	14,95 ± 0,66	16,06 ± 0,84
PAK-15 [mg kg ⁻¹]	4,01 ± 0,82	1,82* ± 0,79	15,31* ± 10,46
Sulfat [g kg ⁻¹]	8,72 ± 0,88	6,20* ± 0,63	11,85* ± 0,24
<i>Eluat</i>			
pH [-]	9,54	9,91 ± 0,33	9,79 ± 0,32
Leitfähigkeit [μS cm ⁻¹]	3200	2491 ± 96	3158 ± 126
TOC [mg L ⁻¹]	23,91	10,24 ± 1,75	26,48 ± 4,29
Trübung [FNU]	1,51	0,46 ± 0,24	0,55 ± 0,20
PAK-15 [μg L ⁻¹]	8,53	8,34* ± 3,66	9,71* ± 1,96
Sulfat [mg L ⁻¹]	1895	1311* ± 38	1676* ± 116
Chrom [μg L ⁻¹]	246,41	123,6 ± 42,2	104,9 ± 41,1
Kupfer [μg L ⁻¹]	46,86	39,40 ± 5,25	67,19 ± 7,63
Vanadium [μg L ⁻¹]	27,15	33,86 ± 9,79	42,70 ± 15,85

*Median

Supporting Information

Weiterführende Informationen zu diesem Artikel (Supporting Information) finden Sie unter DOI: <https://doi.org/10.1002/cite.202300019>. Sie beinhalten zusätzliche Literaturstellen in Zusammenhang mit dieser Arbeit [20–34].

Danksagung

Die dargestellten Erkenntnisse wurden im Rahmen des Verbundvorhabens „Integriertes Konzept für mineralische Abfälle und Landmanagement zur nachhaltigen Entwicklung (INTEGRAL)“ innerhalb der Förderrichtlinie „Stadt-Land-Plus“ zur Förderung von Forschungs- und Entwicklungsvorhaben im Themenbereich „Ressource Land“ und als Teil der Leitinitiative Zukunftsstadt innerhalb des BMBF-Rahmenprogramms „Forschung für Nachhaltige Entwicklung – FONAS³“ gewonnen (Förderkennzeichen 033L233D). Bedanken möchten wir uns zudem bei Anna-Maria Böwe, Antje Bollwahn, Bianca Coesfeld, Katja Nordhauß, Maren Riedel und Guido Söhring für die Unterstützung bei der Versuchsdurchführung und die Analyse von Proben. Open

Access Veröffentlichung ermöglicht und organisiert durch Projekt DEAL.

Abkürzungen

d50	Median Partikeldurchmesser
EBV	Ersatzbaustoffverordnung
EPA	Environmental Protection Agency (USA)
FNU	Einheit für die Trübung (Formazine Nephelometric Units)
PAK	Polyaromatische Kohlenwasserstoffe
TOC	Gesamter organische Kohlenstoffgehalt
W/F	Wasser/Feststoffverhältnis

Literatur

- [1] *Abfallbilanz 2020*, Statistisches Bundesamt, Wiesbaden **2022**.
- [2] C. Lindner, J. Schmitt, E. Fischer, J. Hein, *Stoffstrombild Kunststoffe Deutschland 2021: Zahlen und Fakten zum Lebensweg von Kunststoffen*, Conversio Market & Strategy GmbH, Mainaschaff **2022**.
- [3] M. Basten, *Mineralische Bauabfälle Monitoring 2018*, Bundesverband Baustoffe – Steine und Erden e. V., Berlin **2021**.
- [4] Deutscher Ausschuss für Stahlbeton e. V., *Beton nach DIN EN 206-1 und DIN 1045-2 mit rezyklierten Gesteinskörnungen nach DIN EN 12620*, Berlin **2010**.
- [5] Bundesregierung, *Bundesgesetzblatt I 2001*, 65, 3379–3412.
- [6] A. Müller, *Baustoffrecycling*, Springer Vieweg, Wiesbaden **2018**.
- [7] *DIN 1045-2:2022-07 – Entwurf, Tragwerke aus Beton, Stahlbeton und Spannbeton – Teil 2 Beton*, Beuth Verlag, Berlin **2022**.
- [8] K. Loehr, M. Melchiorre, *Int. J. Miner. Process.* **1996**, 45, 143–153. DOI: [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(95\)00025-9](https://doi.org/10.1016/0301-7516(95)00025-9)
- [9] A. Müller, T. Schnellert, K. Kehr, *AT Mineral Processing* **2010**, 51 (7–8), 54–69.
- [10] J. Göske, H. Pöhlmann, R. Wenda, *Beton- und Stahlbetonbau* **2007**, 102 (5), 321–329.
- [11] D. Clement, K. Hammer, J. Schnöller, H. Daxbeck, P. H. Brunner, *Oesterr. Wasser-Abfallwirtsch.* **2011**, 63 (3), 61–69. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00506-010-0272-4>
- [12] H. Schubert, *Aufbereitung fester Stoffe, Band II: Sortierprozesse*, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Stuttgart **1996**.
- [13] E. Treptow, *Achtes Buch: Von der Vorbereitung der Erze für das Schmelzen*, in *Georg Agricola, Zwölf Bücher vom Berg- und Hüttenwesen* (Eds: C. Schifflner, Agricola Gesellschaft beim Deutschen Museum, Verein deutscher Ingenieure, Berlin, **1928**, 231–309).
- [14] G. Agricola, *De re metallica (translated by H. C. Hoover and L. H. Hoover)*, Dover Publications, New York **1950**.
- [15] J. Pollmanns, *Berg-Huettenmaenn. Monatsh.* **2008**, 153 (6), 225–229.
- [16] R. B. Richter, H. Flachberger, *AT, Miner. Process.* **2013**, 54 (6), 60–72.
- [17] C. Hoffmann Sampaio, W. M. Ambrós, B. G. Cazacliu, J. Oliva Moncunill, M. M. Veras, G. L. Miltzarek, L. F. O. Silva, A. S. Kuerten, M. A. Liendo, *Minerals* **2021**, 11 (8), 904. DOI: <https://doi.org/10.3390/min11080904>
- [18] K. Weimann, L. B. Giese, G. Mellmann, F. G. Simon, *Mater. Trans.* **2003**, 44 (7), 1255–1258. DOI: <https://doi.org/10.2320/matertrans.44.1255>
- [19] Bundesregierung, *Bundesgesetzblatt I 2021*, 43, 2598–2752.

- [20] DIN 66137-2:2019-03, *Bestimmung der Dichte fester Stoffe – Teil 2: Gaspyknometrie*, Beuth Verlag, Berlin **2019**.
- [21] DIN EN ISO 10304-1:2009-07, *Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von gelösten Anionen mittels Flüssigkeits-Ionenchromatographie – Teil 1: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Phosphat und Sulfat*, Beuth Verlag, Berlin **2009**.
- [22] DIN EN 17503:2022-08, *Boden, Schlamm, behandelter Bioabfall und Abfall – Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)*, Beuth Verlag, Berlin **2022**.
- [23] DIN 18128:2002-12, *Baugrund – Untersuchung von Bodenproben – Bestimmung des Glühverlustes*, Beuth Verlag, Berlin **2002**.
- [24] DIN EN ISO 10693:2014-06, *Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des Carbonatgehaltes – Volumetrisches Verfahren*, Beuth Verlag, Berlin **2014**.
- [25] DIN EN 15934:2012-11, *Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall – Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts*, Beuth Verlag, Berlin **2012**.
- [26] DIN EN ISO 17892-4:2017-04, *Geotechnische Erkundung und Untersuchung – Laborversuche an Bodenproben – Teil 4: Bestimmung der Korngrößenverteilung*, Beuth Verlag, Berlin **2017**.
- [27] DIN 19528:2009-01, *Elution von Feststoffen – Perkolationsverfahren zur gemeinsamen Untersuchung des Elutionsverhaltens von organischen und anorganischen Stoffen für Materialien mit einer Korngröße bis 32 mm – Grundlegende Charakterisierung mit einem ausführlichen Säulenversuch und Übereinstimmungsuntersuchung mit einem Säulenschnelltest*, Beuth Verlag, Berlin **2009**.
- [28] DIN ISO 10390:2022-08, *Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm – Bestimmung des pH-Werts*, Beuth Verlag, Berlin **2022**.
- [29] DIN ISO 11265:1997-06, *Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit*, Beuth Verlag, Berlin **1997**.
- [30] DIN EN ISO 7027:2016-11, *Wasserbeschaffenheit – Bestimmung der Trübung*, Beuth Verlag, Berlin **2016**.
- [31] DIN EN 1484:2019-04, *Wasseranalytik – Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)*, Beuth Verlag, Berlin **2019**.
- [32] DIN EN ISO 17294-2:2017-01, *Wasserbeschaffenheit – Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) – Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope*, Beuth Verlag, Berlin **2017**.
- [33] DIN EN ISO 11885:2009-09, *Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)*, Beuth Verlag, Berlin **2009**.
- [34] DIN 38407-39:2011-09, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) – Teil 39: Bestimmung ausgewählter polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe (PAK) – Verfahren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) (F 39)*, Beuth Verlag, Berlin **2011**.

DOI: 10.1002/cite.202300019

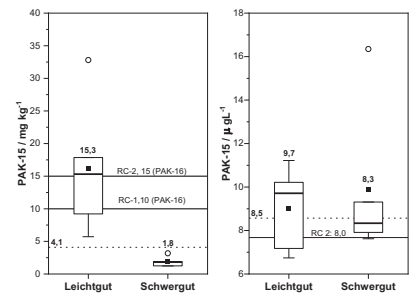
Nassmechanische Aufbereitung von Bauschutt-Brechsand mit der Setztechnik – ein Schritt auf dem Weg zum Ersatzbaustoff

Fabian Pienkoß, Ute Kalbe, Franz-Georg Simon*

Research Article: Die deutsche Ersatzbaustoffverordnung definiert drei Klassen von Recyclingbaustoffen. Der Brechsand erreicht wegen Störstoffen wie Sulfat oder PAK oftmals nur das niedrigste Qualitätslevel RC-3. Im Artikel wird untersucht, ob mit der Setzmaschinenteknik eine Verbesserung erzielt werden kann.



Supporting Information
available online



Supporting Information

Nassmechanische Aufbereitung von Bauschutt-Brechsand mit der Setztechnik – ein Schritt auf dem Weg zum Ersatzbaustoff

Fabian Pienkoß¹, Ute Kalbe¹ und Franz-Georg Simon^{1,*}

DOI: 10.1002/cite.202300019

¹ BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin, Deutschland.

* Korrespondenzautor (Franz-Georg.Simon@bam.de)

S1.0 Anlagentechnik

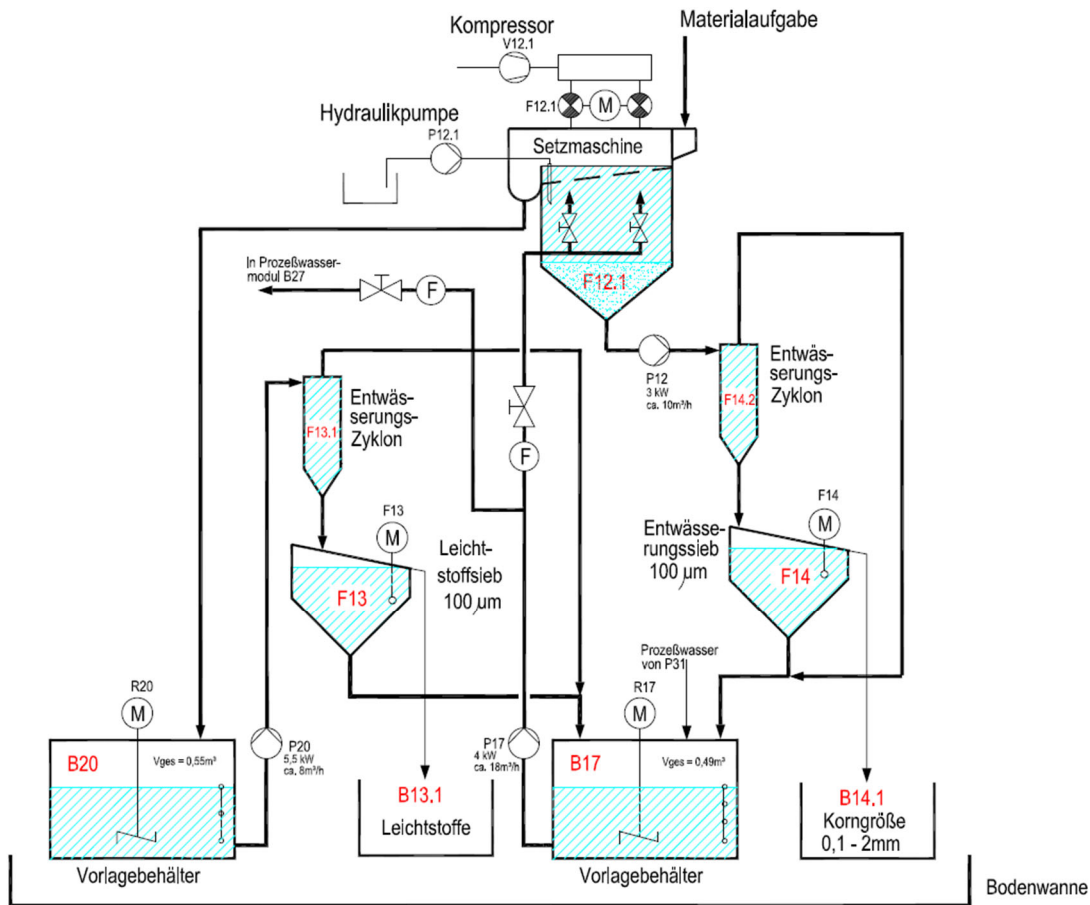


Abbildung S1. Verfahrensfliesschema der eingesetzten Nassaufbereitungsanlage für Abfälle

S2.0 Analysemethoden

S2.1 Feststoffanalysen

Zur Bestimmung der Korndichte (DIN 66137-2 [20]) diente ein Helium-Pyknometer Typ AccuPyc 1330 von Micrometrics. Hierzu wurden 1,4 bar Helium und circa 11 g Probenmaterial für ein Zellvolumen von 12 cm³ verwendet. Der Gehalt an Sulfat wurde mittels Sodauszug und Ionenchromatographie (DIN EN ISO 10304-1 [21]) mit einem Metrohm 883 Basic IC plus und einer Metrosep A Supp 5 – 100/4.0 Säule bestimmt. Für den Auszug wurden 1 g Probe, 3 g Na₂CO₃ und 100 g deionisiertes Wasser im Becherglas mit Glasstab und Uhrglasabdeckung für 10 min gesiedet, anschließend heiß filtriert und auf 250 mL aufgefüllt. Die Bestimmung der PAK-Gehalte (DIN EN 17503 [22]) wurde mit circa 10 g Probenmaterial durchgeführt. Die Proben wurden hierzu zunächst 30 min mit 50 mL Aceton und 100 µL internem Standard (bestehend aus fünf deuterierten PAK) und anschließend mit 50 mL n-Hexan für mindestens 12 h auf dem Horizontalschüttler extrahiert. Nach dem Dekantieren über Glaswolle in einen Scheidetrichter, wurde der Rückstand erneut für 20 min mit 50 mL n-Hexan auf dem Horizontalschüttler extrahiert. Die vereinigten Extrakte wurden anschließend zweimal mit 400 mL deionisiertem Wasser ausgeschüttelt, wobei im zweiten Durchlauf NaCl zugegeben wurde. Der verbleibende organische Extrakt wurde mit Na₂SO₄ getrocknet und das Lösungsmittel zusammen mit weiteren 450 mL n-Hexan über einen Genevac Rocket Synergy Evaporation System entfernt. Die so

erzeugten Proben wurden anschließend mit einem Agilent 6890N Gaschromatographen mit angeschlossenem Agilent 5973 Quadrupol GC/MS Detektor vermessen. Hierzu wurden $0,8 \text{ mL min}^{-1}$ Helium als Trägergas, ein Injektionsvolumen von $0,1 \mu\text{L}$ bei einer Injektortemperatur von $280 \text{ }^\circ\text{C}$ und einer finalen Ofentemperatur von $320 \text{ }^\circ\text{C}$ verwendet. Der Detektor (Source/Quad, $230 \text{ }^\circ\text{C}/150 \text{ }^\circ\text{C}$) wurde im EI-SIM Modus mit 70 eV betrieben. Die verwendete Säule war eine ZB-PAH-EU Phenomenex Säule ($30 \text{ m} \times 0,25 \text{ mm} \times 0,2 \mu\text{m}$). Zur Bestimmung des Glühverlustes (DIN 18128 [23]) wurden circa 10 g der bei $105 \text{ }^\circ\text{C}$ getrockneten Probe für $2\text{-}3 \text{ h}$ bei $550 \text{ }^\circ\text{C}$ geglüht und nach Abkühlung im Exsikkator der Massenverlust bestimmt. Der Carbonatgehalt der Proben wurde gasvolumetrisch mit einem Gerät der Firma Klosa in Anlehnung an DIN EN ISO 10693 [24] bestimmt. Hierzu wurde der 5 min nach der Vermischung von 4 g gemahlener Probe und $10 \text{ mL HCl}_{\text{aq}}$ ($10\% \text{ v/v}$) in 500 mL Glasflaschen gemessene CO_2 Druck herangezogen. Die Kalibrierung erfolgte hierbei mit 500 mg CaCO_3 . Der Wassergehalt der Proben (DIN EN 15934 [25]) wurde über den Massenverlust bei der Trocknung von 1 g Probe bei $105 \text{ }^\circ\text{C}$ bis zur Gewichtskonstanz mit einem Satorius MA-40 Gerät bestimmt. Zur Bestimmung der massenmäßigen Korngrößenverteilungen (DIN EN ISO 17892-4 [26]) wurden Analysensiebe von Retsch mit Maschenweiten von $0,063, 0,125, 0,250, 0,500, 1,00, 2,00$ und $4,00 \text{ mm}$ auf einer AS 200 Control Siebmaschine von Retsch für 4 min bei $1,5 \text{ mm}$ Amplitude verwendet.

S2.2 Säulenversuche

Säulenperkolationsversuche wurden nach DIN 19528 [27] bis zu einem Wasser-Feststoffverhältnis (W/F) von 2 L kg^{-1} nach der Variante der Übereinstimmungsuntersuchung mit einem sogenannten Säulenkurztest durchgeführt. Hierzu wurden mit Kappen verschließbare Glassäulen ($32 \text{ cm} \times 5,86 \text{ cm ID}$) mit angeschlossenen FEP-Kunststoffschläuchen ($\text{ID } 1,85 \text{ mm}$) verwendet. Der Boden, der im Aufwärtsstrom mit deionisiertem Wasser perkolierten Säulen, wurde zunächst durch ein Filterpapier abgedeckt und anschließend 1 cm gewaschener Quarzsand ($0,6\text{-}1,2 \text{ mm}$) eingefüllt. Hierüber wurden schichtweise 25 cm leicht verdichtetes Probematerial gepackt und die verbleibende Säulenlänge (6 cm) erneut mit einer Quarzsandfilterschicht befüllt. Die Flussrate der Aufsättigung betrug circa $2,7 \text{ mL min}^{-1}$ bei einer Aufsättigungsdauer von circa 2 h . Das Erreichen der Aufsättigung wurde an der automatisierten Säulenversuchsanlage (ASPA, EcoTech GmbH) mit einem Sensor ermittelt und die eigentliche Perkolation bei einer Flussrate von circa $1,1 \text{ mL min}^{-1}$ und einer Kontaktzeit von circa 5 h bis zu einem Wasser-Feststoffverhältnis von 2 L kg^{-1} durchgeführt. Das Eluat wurde in einer Fraktion gesammelt.

S2.3 Eluatanalysen

Die durch Säulenversuche erzeugten Eluate wurden zur Bestimmung des pH-Wertes (DIN ISO 10390 [28]) mit einem pH-526 Gerät von WTW und zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit (DIN ISO 11265 [29]) mit einem LF-537 Gerät, ebenfalls von WTW, analysiert. Die Trübung (DIN EN ISO 7027 [30]) wurde mit einem 2100AN IS Turbidimeter von Hach und mit 20 mL Eluat bestimmt. Zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC DIN EN 1484 [31]) wurde ein TOC-V CPN Analysator mit Autosampler von Shimadzu mit 200 mbar synthetischer Luft als Trägergas, $680 \text{ }^\circ\text{C}$ Verbrennungstemperatur, 150 mL min^{-1} Flussrate und automatischer HCl Übersäuerung verwendet. Anionen wie Sulfat wurden mittels reagenzienfreier Ionenchromatographie mit Eluentengeneration (RFIC-EG) (DIN EN ISO 10304-1 [21]) an einem Dionex Integriion von Thermo Fisher Scientific analysiert. Hierzu wurden $5 \mu\text{L}$ Eluat bei $30 \text{ }^\circ\text{C}$ auf eine IonPac AS20 Säule ($2 \times 250 \text{ mm}$) mit einer Ag20 Vorsäule ($2 \times 50 \text{ mm}$) vom selben Hersteller aufgegeben. Die Eluentengeneration erfolgte mit einem CR-TC 600 (Thermo-Fisher) durch Anhebung der KOH Konzentration von 10 auf 35 mM und anschließender Quantifizierung via Leitfähigkeitsmessung. Zur Analyse der Kationenspezies wurden zunächst 50 mL Probe mit $100 \mu\text{L}$ konzentrierter HNO_3 angesäuert und so der pH auf einen Wert von 2 eingestellt. Anschließend erfolgte über ICP (induktiv gekoppeltes Plasma) (DIN EN ISO 17294-2 [32]) je nach

Konzentrationsniveau die Quantifizierung über MS (Massenspektrometrie) mit einem I-CAP Q von Thermo Fisher oder über OES (Optische Emissionsspektrometrie) (DIN EN ISO 11885 [33]) mit einem I-CAP 7000, ebenfalls von Thermo-Fisher. Zur Bestimmung der PAK (DIN 38407-39 [34]) wurden circa 900 mL Eluat in eine 1000 mL Glasflasche mit Teflonseptum eingewogen und 50 mL n-Hexan sowie 100 µL interner Standard (bestehend aus fünf deuterierten PAK) zugegeben. Die Extraktion wurde liegend für eine Stunde auf einem Horizontalschüttler bei 125 min⁻¹ durchgeführt und die wässrige Phase durch einen Scheidetrichter abgelassen. Der Extrakt wurde anschließend in einem Erlenmeyerkolben mit ausreichend Na₂SO₄ getrocknet. Die Entfernung des Lösungsmittels und anschließende Bestimmung der PAK erfolgte analog zur PAK-Bestimmung im Feststoff (Abschnitt S2.1).

Literatur

- [20] DIN 66137-2: 2019-03, Bestimmung der Dichte fester Stoffe - Teil 2: Gaspyknometrie
- [21] DIN EN ISO 10304-1: 2009-07, Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von gelösten Anionen mittels Flüssigkeits-Ionenchromatographie - Teil 1: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Phosphat und Sulfat
- [22] DIN EN 17503: 2022-08, Boden, Schlamm, behandelter Bioabfall und Abfall - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)
- [23] DIN 18128: 2002-12, Baugrund - Untersuchung von Bodenproben - Bestimmung des Glühverlustes
- [24] DIN EN ISO 10693: 2014-06, Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des Carbonatgehaltes - Volumetrisches Verfahren
- [25] DIN EN 15934: 2012-11, Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall - Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts
- [26] DIN EN ISO 17892-4: 2017-04, Geotechnische Erkundung und Untersuchung - Laborversuche an Bodenproben - Teil 4: Bestimmung der Korngrößenverteilung
- [27] DIN 19528: 2009-01, Elution von Feststoffen - Perkolationsverfahren zur gemeinsamen Untersuchung des Elutionsverhaltens von organischen und anorganischen Stoffen für Materialien mit einer Korngröße bis 32 mm - Grundlegende Charakterisierung mit einem ausführlichen Säulenversuch und Übereinstimmungsuntersuchung mit einem Säulenschnelltest
- [28] DIN ISO 10390: 2022-08, Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm - Bestimmung des pH-Werts
- [29] DIN ISO 11265 (1997-06), Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit
- [30] DIN EN ISO 7027: 2016-11, Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der Trübung
- [31] DIN EN 1484: 2019-04, Wasseranalytik - Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs [TOC] und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)
- [32] DIN EN ISO 17294-2: 2017-01, Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope
- [33] DIN EN ISO 11885: 2009-09, Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)
- [34] DIN 38407-39: 2011-09, Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) - Teil 39: Bestimmung ausgewählter polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe (PAK) - Verfahren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) (F 39)