

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

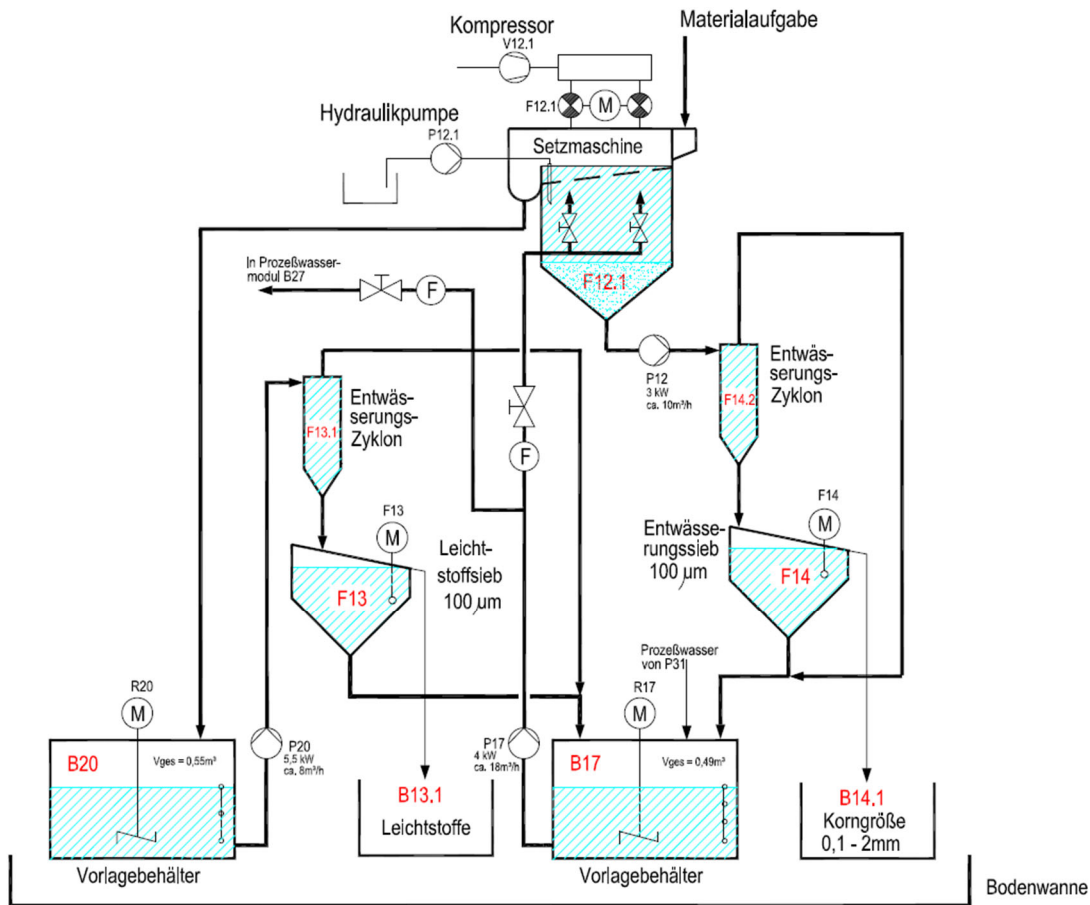


Abbildung S1. Verfahrensfliessschema der eingesetzten Nassaufbereitungsanlage für Abfälle

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)