

# Ausschreibung

## Länderübergreifender Ringversuch Klärschlamm 2021 (LÜRV-A Klärschlamm 2021)

### Bereiche, Parameter

Dieser Ringversuch dient der Überprüfung von Untersuchungsstellen gemäß Verordnung zur Neuordnung der Klärschlammverwertung (AbfKlärV) vom 27.09.2017.

Die erfolgreiche Teilnahme der Labore wird von den Notifizierungsstellen aller Bundesländer anerkannt. Für notifizierte Labore besteht Teilnahmepflicht. Grundlage für den Ringversuch LÜRV-A Klärschlamm 2021 ist das Fachmodul Abfall (FMA) in der Fassung Mai 2018. Ist die Untersuchungsstelle für Verfahren und/oder Parameter nach neuer AbfKlärV nicht notifiziert und strebt eine Notifizierung an, so muss sie sich mit den Verfahren und/oder Parametern der neuen AbfKlärV am Ringversuch beteiligen.

Der LÜRV-A-Klärschlamm 2021 gliedert sich in die folgenden Teilbereiche:

<b>LÜRV-A Klärschlamm 2021, Anorganik</b>	
<b>FMA 1.2</b> Arsen, Blei, Cadmium, Chrom, Eisen, Kupfer, Nickel, Thallium, Quecksilber, Zink	As, Pb, Cd, Cr, Fe, Cu, Ni, Tl, Hg, Zn
<b>Chrom (VI) fakultativ</b>	Cr (VI)
<b>FMA 1.3</b> Adsorbierte organisch gebundene Halogene	AOX
<b>FMA 1.4</b> Trockenrückstand, organische Substanz, pH-Wert, Basisch wirksame Stoffe, Gesamt-Stickstoff, Ammonium-Stickstoff, Phosphor	TS, Org. Subs., pH, BWS, N <sub>ges</sub> , NH <sub>4</sub> -N, P

<b>LÜRV-A Klärschlamm 2021, Organik</b>	
<b>FMA 1.5</b> Polychlorierte Biphenyle	PCB
<b>FMA 1.6</b> Polychlorierte Dibenzodioxine und -furane und dioxinähnliche polychlorierte Biphenyle	PCDD, PCDF und dl-PCB
<b>FMA 1.7</b> Benzo(a)pyren	B(a)P
<b>FMA 1.8</b> <b>Polyfluorierte Verbindungen</b> Summe (PFC) und Einzelsubstanzen Perfluoroctansäure und Perfluoroctansulfonsäure	PFC (PFOA+PFOS), PFOA, PFOS

## Ringversuchsveranstalter

FMA 1.2, Cr (VI), 1.3, 1.4, Anorganik:

Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL) – federführend  
Abt. Qualitätssicherung und Untersuchungswesen  
Sachgebiet AQU 1 - Anorganik  
Günter Henkelmann  
Lange Point 4  
85354 Freising  
Tel: 08161/71-3823, Fax: 08161/71-4103  
E-Mail: Guenter.Henkelmann@LfL.bayern.de

FMA 1.5, 1.6, Parameter Organik:

LUFA Speyer  
Dr. Anja Mannuß  
Obere Langgasse 40  
67346 Speyer  
Tel: 06232/136-291, Fax: 06232/136-110  
E-Mail: Mannuss@lufa-speyer.de

## Termine

Anmeldung:	13. KW, <b>bis 31.03.2021</b> per E-Mail mit PDF-Formular/Datei (siehe Anlage 1)
Probenausgabe/-versand:	17. KW, <b>ab 26.04.2021</b>
Ergebnisabgabe:	<b>bis 04.05.2021</b> (für Ammonium-Stickstoff) <b>bis 27.05.2021</b> (für alle weiteren Parameter)
Berichterstellung:	August 2021

## Zugelassene Analyseverfahren

In untenstehender Tabelle sind die Verfahren aus dem FMA genannt, die nach derzeitigem Stand von den Länderbehörden als gleichwertig anerkannt werden. Die vom Gesetzgeber genannten Verfahren aus der AbfKlärV sind fett gedruckt, gleichwertige Verfahren weisen eine normale Schriftstärke auf.

Nach AbfKlärV vom 27.09.2017 (Teil 5, Anlage 2, 2. Klärschlammproben, 2.3 Probenanalyse) sind: „Gleichwertige Analysemethoden nach dem Stand der Technik sind mit Zustimmung der zuständigen Behörde zulässig.“

<b>1.2</b>	<b>Schwermetalle und Chrom (VI) *</b>	<b>§ 5 Abs. 1 Nr. 1 AbfKlärV</b>
	Königswasserauflösung	<b>DIN EN 16174 (11.12)</b> DIN EN 16174 Verfahren A (11.12) <b>DIN EN 13346 Verfahren A (04.01)</b>
	Arsen, Blei, Cadmium, Chrom, Kupfer, Nickel, Zink, Eisen (aus Königswasserauflösung)	<b>DIN EN ISO 11885 (09.09)</b> <b>DIN ISO 11047 (05.03)</b> <b>DIN EN ISO 17294-2 (01.17)</b> <b>DIN EN 16170 (01.17)</b> <b>DIN EN 16171 (01.17)</b> <b>CEN/TS 16172; DIN SPEC 91258 (04.13)</b> DIN ISO 22036 (06.09)
	Thallium (aus Königswasserauflösung)	<b>DIN EN ISO 11885 (09.09)</b> <b>DIN ISO 11047 (05.03)</b> <b>DIN EN ISO 17294-2 (01.17)</b> <b>DIN 38406-26 (07.97)</b> <b>DIN EN 16170 (01.17)</b> <b>DIN EN 16171 (01.17)</b> <b>CEN/TS 16172; DIN SPEC 91258 (04.13)</b> DIN ISO 22036 (06.09)
	Quecksilber (aus Königswasserauflösung)	<b>DIN EN ISO 17852 (04.08)</b> <b>DIN EN 16175-1 (12.16)</b> <b>DIN EN 16175-2 (12.16)</b> <b>DIN EN 16171 (01.17)</b> DIN EN ISO 12846 (08.12)
	Chrom (VI) (aus alkalischem Heißeextrakt)**	<b>DIN EN 16318 (07.16)</b> DIN EN 15192 (02.07) DIN 10304-3 (11.97)*** DIN EN ISO 17294-2 (01.17)***

\*) Abweichend von Teil III Nr. 1 kann der Kompetenznachweis für den Teilbereich 1.2 auch ohne Chrom (VI) erbracht werden.

\*\*\*) Für den alkalischen Heißeextrakt 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 Cr (VI)-Bestimmung durch Kopplung mit ICP-MS-Detektion auf Basis der DIN EN ISO 17294-2 erfolgen.

<b>1.3</b>	<b>Adsorbierte organisch gebundene Halogene</b>	<b>§ 5 Abs. 1 Nr. 2 AbfKlärV</b>
	AOX (aus Trockenrückstand)	<b>DIN 38414-18 (11.89)</b> <b>DIN EN 16166 (11.12)</b>

<b>1.4</b>	<b>Physikalische Parameter, Nährstoffe</b>	<b>§ 5 Abs. 1 Nrn. 3 – 9 AbfKlärV</b>
	Trockenrückstand	<b>DIN EN 15934 (11.12)</b> DIN EN 12880 (02.01)
	organische Substanz als Glühverlust (vom Trockenrückstand)	<b>DIN EN 15935 (11.12)</b> DIN EN 12879 (02.01)
	pH-Wert	<b>DIN EN 15933 (11.12)</b> DIN 38414-5 (07.09)
	Basisch wirksame Stoffe als CaO	<b>Methodenbuch des VDLUFA Band II.2, Methode 4.5.1</b>
	Ammoniumstickstoff (NH <sub>4</sub> -N )	<b>DIN 38406-5 (10.83)</b>
	Gesamt-Stickstoff (N <sub>ges</sub> )	<b>DIN EN 13342 (01.01)</b> <b>DIN EN 16169 (11.12)</b> DIN ISO 11261 (05.97)
	Königswasseraufschluss	<b>DIN EN 16174 (11.12)</b> <b>DIN EN 13346 Verfahren A (04.01)</b>
	Phosphor (P) (aus Königswasseraufschluss)	<b>DIN EN ISO 11885 (09.09)</b> <b>DIN EN ISO 6878 (09.04)</b> <b>DIN EN ISO 17294-2 (01.17)</b> <b>DIN EN 16171 (01.17)</b> DIN EN 16170 (01.17)

	<b>Persistente organische Schadstoffe</b>	<b>§ 5 Abs. 2 Nrn. 1 – 4 AbfKlärV</b>
<b>1.5</b>	<b>Polychlorierte Biphenyle (PCB)</b>	<b>DIN 38414-20 (01.96)</b> <b>DIN EN 16167 (11.12)</b>
<b>1.6</b>	<b>Polychlorierte Dibenzodioxine und -furane (PCDD/PCDF) sowie dioxin- ähnliche polychlorierte Biphenyle (dl- PCB)</b>	<b>DIN CEN/TS 16190; DIN SPEC 91267 (05.12)</b> DIN 38414-24 (10.00)
<b>1.7</b>	<b>Benzo(a)pyren (B(a)P)</b>	<b>DIN EN 15527 (09.08)</b> <b>DIN 38414-23 (02.02)</b> <b>DIN CEN/TS 16181; DIN SPEC 91243 (12.13)</b>
<b>1.8</b>	<b>Polyfluorierte Verbindungen (PFC) mit den Einzelsubstanzen Perfluorocetan- säure und Perfluorocetansulfonsäure (PFOA/PFOS)</b>	<b>DIN 38414-14 (08.11)</b>

## Probenverteilung

Der Versand erfolgt per Post bzw. Kurierdienst.

## Probendetails

	Probenart	Probenversand
Anorganik	zwei Feuchtproben	gekühlt, per Express
Organik	max. vier Feuchtproben	gekühlt

Der Versand erfolgt in Kunststoffgefäßen mit Schraubverschluss, die Probenmengen sind jeweils für Doppelbestimmungen ausreichend.

Durch den Transport der Proben kann es zu Entmischungsvorgängen kommen. Vor der Entnahme von Teilmengen ist deshalb eine entsprechende Homogenisierung vorzunehmen. Anschließend ist der Klärschlamm gemäß den spezifischen Analysevorschriften zu trocknen (Gefriertrocknung oder 105 °C) und zu vermahlen.

## Arbeitsbereich

Bei der Auswahl der Verfahren ist sicherzustellen, dass folgende untere Grenzen des Arbeitsbereichs erreicht werden können:

Parameter	Bestimmungsgrenze Untere Grenze des Arbeitsbereiches	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	0,01	% TM
NH <sub>4</sub> -N	0,01	% TM
AOX	10	mg/kg TM
Bas. wirksame Stoffe	0,5	% CaO i. TM
PCB	1	µg/kg TM
PCDD/F	1	ng/kg TM
dl-PCB	1	ng/kg TM
Benzo(a)pyren	0,05	mg/kg TM
PFC, PFOA, PFOS	0,01	mg/kg TM

## Durchführung der Analytik

Die Proben sind vom Teilnehmerlabor vollständig selbst zu untersuchen (im eigenen Labor mit eigenem Personal und eigenen Geräten). Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass eine Untervergabe von Analysen an ein Filial- oder Partnerlabor bei diesem Ringversuch nicht erlaubt ist.

## pH-Wert

Bitte die Vorgabe aus der „DIN EN 15933 (11.12), 8.1 Herstellen der Suspension“ beachten: „Bei flüssigem Schlamm wird die Suspension ohne die Zugabe von Wasser erstellt. Die Messungen in flüssigem Schlamm werden direkt in dieser flüssigen Suspension vorgenommen.“

## Angabe des Ergebnisses

Je Parameter ist eine Doppelbestimmung durchzuführen. Anzugeben ist der Mittelwert der beiden Messwerte mit 3 signifikanten Stellen, in der im Ergebnisformular zur Mitteilung der Analyseergebnisse vorgegebenen Dimension.

Gehalte unterhalb der Bestimmungsgrenze sind mit <... anzugeben.

Mitzuteilen sind ebenfalls die jeweils verwendeten Methoden (Auswahl über Dropdown-Liste im Ergebnisformular) für alle Parameter.

Bei der Berechnung der Toxizitätsäquivalente (TEQ) und der Berechnung des Wertes von PFC aus der Summe von PFOA und PFOS gilt: Bei der Addition bleiben Einzelstoffkonzentrationen unterhalb der analytischen Nachweisgrenze unberücksichtigt; Einzelstoffkonzentrationen, die oberhalb der Nachweisgrenze, aber unterhalb der Bestimmungsgrenze liegen, gehen mit der Hälfte des Wertes der Bestimmungsgrenze in die Addition ein.

## Auswertung

Die Auswertung der Einzelparameter erfolgt grundsätzlich nach LAWA-Merkblatt A 3 in der jeweils gültigen Fassung (i. d. j. g. F.). Die statistische Auswertung der Daten erfolgt nach DIN 38402-A45 i. d. j. g. F. mit einer robusten Methode (Q-Methode, Hampel-Schätzer) und mittels  $Z_u$ -Scores ( $|Z_u| \leq 2,0 = \text{bestanden}$ ).

Als nicht erfolgreich analysiert gelten:

- Werte mit berechneten  $Z_u$ -Scores größer 2,0 oder kleiner  $-2,0$
- Werte bei denen die geforderte Bestimmungsgrenze nicht erreicht wird <sup>\*)</sup>
- nicht bestimmte Werte
- Werte, die nicht innerhalb der vorgegebenen Frist beim Veranstalter eintreffen
- Werte, die aus der Untervergabe an ein Filial- oder Fremdlabor stammen

<sup>\*)</sup> Die Bestimmungsgrenzen sind auf Seite 5 unter „Arbeitsbereich“ aufgelistet. Wird die Bestimmungsgrenze nicht erreicht so wird dies als Fehler bewertet.

Soweit möglich, werden für die Parameter die Horwitz-Verhältniszahlen (HorRat) berechnet. Laut Protokollbeschluss aus der Sitzung Ringversuchsveranstalter/Notifizierungsstellen vom 17.11.2016 erfolgt eine Eingrenzung/Aufweitung auf Basis der HorRat-Funktion im Ermessen des Ringversuchsveranstalters.

## Besonderheiten bei den Auswertungen

Wenn beim pH-Wert ein Toleranzbereich kleiner  $\pm 0,2$  berechnet wird, dann werden  $Z_U$ -Scores mit einer Sollstandardabweichung von 0,1 verwendet, damit ein Toleranzbereich von genau  $\pm 0,2$  entsteht. Für die Parameter Trockensubstanz (TS) und organische Substanz (org. Subs.) ist die Berechnung der Horwitz-Verhältniszahl nicht sinnvoll. Deshalb wird eine Rel. Soll-Stdabw. von 2,5 % zum Mittelwert festgelegt.

## Bewertungskriterien

Es werden alle Teilbereiche separat bewertet.

Die Teilnahme am Ringversuch eines Teilbereichs ist erfolgreich, wenn

- mindestens 80 % der bewerteten Parameter-Niveau(Proben)-Kombinationen erfolgreich bestimmt wurden (d.h. 80 % der Labormittelwerte der Untersuchungsstelle müssen innerhalb der jeweiligen Toleranzgrenzen liegen)

### UND

- mindestens 80 % der zu untersuchenden Parameter erfolgreich analysiert wurden, wobei ein Parameter als erfolgreich analysiert gilt, wenn mindestens 50 % der Mittelwerte der zugehörigen Konzentrationsniveaus innerhalb der vorgegebenen Toleranzgrenzen liegen.

## Kosten

Die Gebühren richten sich nach dem LAWA-Merkblatt A-3. Sie setzen sich aus einer Grundgebühr, einer Probengebühr und einer Parametergebühr zusammen.

Die Gebühren verstehen sich ohne Mehrwertsteuer.

Wird die Teilnahme nach Erhalt der Proben zurückgezogen, fallen Gebühren in voller Höhe an.

<b>FMA 1.2, 1.3, 1.4</b>	Grundgebühr:	200,- €
	Probengebühr:	50,- €
	Parametergebühr:	7,- €
<b>FMA 1.5, 1.6, 1.7, 1.8</b>	Grundgebühr:	100,- €
	Probengebühr:	90,- €
	Parametergebühr:	8,- €

Für den fakultativ angebotenen Parameter Chrom (VI) werden im diesjährigen Ringversuch keine Parametergebühren erhoben.

Die Kosten für den Versand des Probenmaterials werden den Teilnehmern in Rechnung gestellt.

## **Anmeldung**

Die Anmeldung für alle Parameter des LÜRV-A-Klärschlamm 2021 erfolgt **über das E-Mail-Postfach: [luerv-a-klarschlamm@lfi.bayern.de](mailto:luerv-a-klarschlamm@lfi.bayern.de)**

**Im Falle von Filialstellen mit eigenem Laborbetrieb müssen sich diese getrennt anmelden.**

Es wird gebeten, sich bei beabsichtigter Teilnahme bis spätestens **31.03.2021** per E-Mail anzumelden. Dazu ist ausschließlich die in Anlage 1 genannte Word-Datei zu nutzen.

## **Mitteilung des Ringversuchsergebnisses**

Die Ringversuchsveranstalter erstellen nach Eingang und Auswertung der Messwerte einen Ergebnisbericht, der den Teilnehmern im August 2021 per E-Mail als PDF-Datei zugesandt wird. Jedes teilnehmende Labor erhält eine Bestätigung mit Bewertung der einzelnen Parameter. Diese dient zur Vorlage bei der zuständigen Notifizierungsstelle.

Die Notifizierungsstellen werden über das Ergebnis des Ringversuches informiert.



## Anlage 1

### Anmeldeformalitäten:

Die Anmeldung zu diesem Ringversuch wird nur in elektronischer Form akzeptiert.

**Füllen Sie bitte das Anmeldeformular (z.B. E-Mail-Adresse) sorgfältig aus, da diese Texte automatisch übertragen und für den gesamten Ringversuch verwendet werden. Anschließend können Sie die Datei abspeichern. Sie können als Dateiname den Namen Ihres Labors verwenden.**

Die abgespeicherte Word-Datei senden Sie bitte an die E-Mail-Adresse: [luerv-a-klaerschlamme@lfl.bayern.de](mailto:luerv-a-klaerschlamme@lfl.bayern.de) der Bayerischen Landesanstalt für Landwirtschaft (LfL). Sie erhalten umgehend eine automatische Antwort von unserem E-Mail-System.

**Anmeldeschluss für den LÜRV-A 2021 ist der 31.03.2021.**

Alle bis 31.03.2021 angemeldeten Labore erhalten bis zum 01.04.2021 eine Anmeldebestätigung an die angegebene E-Mail-Adresse. Damit wird überprüft, ob die angegebene und erfasste E-Mail-Adresse korrekt ist. Wenn Sie sich angemeldet haben und bis zum 01.04.2021 keine E-Mail erhalten haben, bitten wir um sofortige Rückmeldung an folgende E-Mail-Adresse: [luerv-a-klaerschlamme@lfl.bayern.de](mailto:luerv-a-klaerschlamme@lfl.bayern.de)

Bitte vermerken Sie den Termin der Anmeldebestätigung in Ihrem Terminkalender, damit Sie umgehend reagieren können, falls Sie an diesem Tag keine E-Mail von uns erhalten haben. Spätere Korrekturen verursachen bei allen Beteiligten viel Aufwand.

## **Anlage 2**

### **Länderspezifische Hinweise der Notifizierungsstellen Untersuchung nach Fachmodul Abfall**

Es gelten die länderspezifischen Regelungen des Bundeslandes, in dem Ihr Labor eine Notifizierung (Zulassung) hat, in der Regel das Bundesland des Geschäftssitzes.

**Für die Länder Baden-Württemberg, Bayern, Berlin, Brandenburg, Hamburg, Hessen, Niedersachsen, Nordrhein-Westfalen, Saarland, Sachsen, Schleswig-Holstein, Sachsen-Anhalt und Thüringen gilt:**

***Untersuchungsstellen mit einer Notifizierung nach AbfKlärV/BioAbfV sind verpflichtet innerhalb von zwei Jahren einen erfolgreichen Ringversuch für die notifizierten Teilbereiche nachzuweisen. Es sind die im Notifizierungsbescheid genannten Untersuchungsverfahren anzuwenden.***

Darüber hinaus haben folgende Bundesländer eigene Formulierungen (Rückfragen hierzu bitte an die jeweiligen Notifizierungsstellen):

#### **Rheinland-Pfalz**

Eine Untersuchungsstelle ist verpflichtet, Maßnahmen der internen und externen Qualitätsprüfung/-sicherung vorzunehmen. Hierzu gehören auch entsprechende Ringversuche nach dem Fachmodul Abfall. Bei wiederholt nicht erfolgreichen Teilnahmen oder einer mehrfachen Nichtteilnahme kann die Notifizierung abgelehnt oder jederzeit widerrufen werden.