



LÜRV-A-Bioabfall: Auswertung des Teilringsversuchs 2018 – eine Bestandsaufnahme

Labortag Jena 17.01. 2019

Harald Schaaf

Abteilung Landwirtschaft und Umwelt

Standorte



Kassel



Bad Hersfeld

Landesbetrieb
Hessisches
Landeslabor



Giessen

Frankfurt/Main

Wiesbaden

LÜRV-A-Bioabfall – das Team

- **Landesbetrieb Hessisches Landeslabor – federführend**
 - Abt. Landwirtschaft und Umwelt
 - Fachgebiet IV.5 Erneuerbare Energien, Boden und Sekundärrohstoffe
- **Staatliche Betriebsgesellschaft für Umwelt und Landwirtschaft (BfUL)**
 - Fachbereich 41 / Boden, Düngemittel
- **Thüringer Landesanstalt für Landwirtschaft (TLL)**
 - Abt. Untersuchungswesen
- **Universität Hohenheim**
 - Fachgebiet Infektions- und Umwelthygiene bei Nutztieren
- **Bundsgütegemeinschaft Kompost e.V. (BGK)**
 - Gütesicherung Kompost

LÜRV-A-Bioabfall- das Versuchskonzept

POS.	Untersuchungsbereiche	
1	FMA 3.2	Schwermetalle (Pb, Cd, Cr, Cu, Ni, Hg, Zn) im Königswasserextrakt nach § 4 BioAbfV
2	FMA 3.3	Fremdstoff- und Steingehalt, Trockenrückstand, pH-Wert (H ₂ O), Salzgehalt, Glühverlust nach § 4 BioAbfV
3	FMA 3.5a	seuchenhygienische Untersuchung (Salmonellen) nach § 3 BioAbfV
4	FMA 3.5b	phytohygienische Untersuchung (keimfähige Samen, austriebfähige Pflanzenteile) nach § 3 BioAbfV Volumengewicht, Salzgehalt
5	BGK C*	Rohdichte, Pflanzenverträglichkeit (25/50), Rottegrad, lösl. Nährstoffe [P (CAL), K (CAL), Mg (Schachtschabel), N-Is. (Summe NO ₃ -N+NH ₄ -N)], Ges.-N, Ges.-P, -K, -Mg (Königswasser), basisch wirksame Stoffe (BWS)
6	BGK D* (fakultativ)	Verunreinigungsgrad (quantitativ als Flächensumme)
7	DüMV E*	As, Fe, Na, Mn, S, Tl im Königswasserextrakt

*) gehört nicht zum FMA

LÜRV-A-Bioabfall – die Zeitachse

Zeitpunkt	Aktivität
18.10.2017	Vorbesprechung der ausrichtenden Bundesländer
Januar 2018	Ankündigung der Ringanalyse; direkte Benachrichtigung der Labore, Internetangebote
07.03.2018	Anmeldefrist per E-Mail mit pdf-Formular/Datei bei LTZ Augustenberg
10.04.2018	Versand der Proben für die Parametergruppe 3.5a
10.04.2018	Versand der Proben für alle anderen Parametergruppen
17.04.2018	Meldung der Ergebnisse für N_{Isl} (NO_3^- und $\text{NH}_4\text{-N}$)
27.04.2018	Meldung der Ergebnisse für die FMA 3.5a
14.05.2018	Meldung der Ergebnisse für die FMA 3.2/3.3, 3.5b, BGK (C, D) und DüMV E
Mai-August 2018	Übernahme der Werte in das Programm ProlabPlus, Auswertung, Erstellung des Berichtes und Versand der Teilnahmebescheinigungen

LÜRV-A-Bioabfall – die Bestimmungsgrenzen

Parameter	Bestimmungsgrenze	Dimension
Blei	3	mg/kg TM
Cadmium	0,1	mg/kg TM
Chrom	4	mg/kg TM
Kupfer	3	mg/kg TM
Nickel	3	mg/kg TM
Quecksilber	0,02	mg/kg TM
Zink	10	mg/kg TM
Gesamt-Stickstoff (N)	0,05	% TM
Gesamt-Phosphor (P)	0,01	% TM
Gesamt-Kalium (K)	0,02	% TM
Gesamt-Magnesium (Mg)	0,02	% TM
Bas. wirksame Stoffe	0,5	% CaO TM
NH ₄ -N (CaCl ₂)	0,2	mg/100 g FM
NO ₃ -N (CaCl ₂)	0,2	mg/100 g FM
P (CAL)	2	mg/100 g FM
K (CAL)	2	mg/100 g FM
Mg (Schachtschabel)	2	mg/100 g FM
Arsen	0,5	mg/kg TM
Eisen	10	mg/kg TM
Natrium	10	mg/kg TM
Mangan	10	mg/kg TM
Schwefel	10	mg/kg TM
Thallium	0,1	mg/kg TM

LÜRV-A-Bioabfall – Fehler Vergleich OST / WEST

Parametergruppe	Anzahl Labore	Teilnahme	
		Erfolgreich	nicht erfolgreich
FMA 3.2	26 / 31	25 / 28	1 / 3
FMA 3.3	23 / 31	23 / 27	0 / 4
FMA 3.5a	12 / 26	11 / 25	1 / 1
FMA 3.5b	15 / 18	13 / 15	2 / 3
BGK C	17 / 24	15 / 23	2 / 1
BGK D	15 / 17	15 / 17	0 / 0
DüMV E	20 / 24	18 / 23	2 / 1

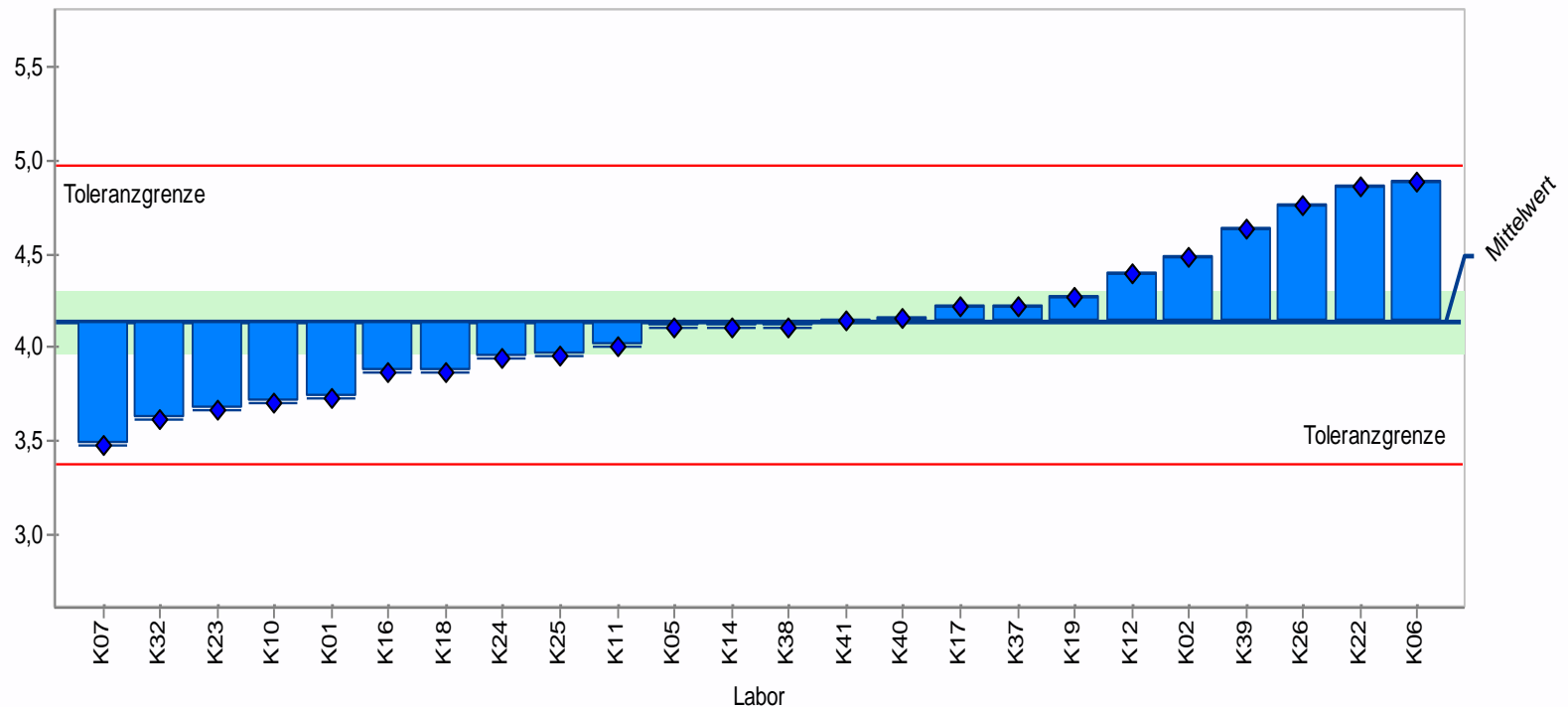
LÜRV-A-Bioabfall: Horrwitz-Verhältniszahl als Fehlerindikatoren

Parametergruppe	Probe	Parameter	HorRat
BGK C	Feuchtprobe A	P (CAL)	3,23
BGK C	Feuchtprobe A	K (CAL)	2,54
BGK C	Feuchtprobe A	Mg (Schach.)	2,04
BGK C	Feuchtprobe A	N _{ges.}	2,25
BGK C	Trockenprobe B	K (KW)	2,17
DüMV E	Feuchtprobe A	Fe	2,63
DüMV E	Trockenprobe B	S	2,24
DüMV E	Trockenprobe B	TI	10,53

LÜRV-A-Bioabfall: die grafische Auswertung (Beispiel As)

Ringversuch: LUERV2018
Probe: Feuchtprobe A DüMV-E
Merkmal: Arsen

Mittelwert: 4,131 mg/kg TM
Vergleich-Stdabw. (SR): 0,387 mg/kg TM
Rel. Vergleich-Stdabw. (VR): 9,37%



PROLab Plus

LÜRV-A-Bioabfall: Wann keine HorRat-Verhältniszahlen?

- **Kein HorRat bei biologischen Prüfverfahren oder hinterlegten Berechnungsformeln**
- Betroffene Parameter: pH-Wert, TM, GV, Salzgehalt, Fremdstoffe und Steine, BAST, Rottegrad, keimfähige Samen, Salmonellen, Pflanzenverträglichkeit, Verunreinigungsgrad.
- Besonderheit: CaCl_2 -löslicher Stickstoff (= Summe $\text{NO}_3\text{-N}$ und $\text{NH}_4\text{-N}$) HorRat wird zwar ausgewiesen, jedoch nicht in der Auswertung berücksichtigt.
- Einzelparameter $\text{NO}_3\text{-N}$ und $\text{NH}_4\text{-N}$ wurden nicht ausgewertet, weil dann das Versuchsergebnis in den letzten Jahren idR nicht zufriedenstellend war.
- Dennoch: weil beide Parameter nach der DÜMV relevant sind, muss als Kompetenznachweis eine differenzierte Analytik nach $\text{NO}_3\text{-N}$ und $\text{NH}_4\text{-N}$ künftig gefordert werden.

LÜRV-A-Bioabfall – abweichende Auswerteverfahren

- **Parametergruppe FMA 3.3**

pH-Wert: Feuchtprobe A und Trockenprobe B empirisch festgelegter Toleranzbereich 0,4 (+/- 0,2) vom Mittelwert .

Verunreinigungsgrad: Wiederfindung von teilnehmerspezifischen Sollwerten (Toleranzbereich +/- 10%)

- **Parametergruppe FMA 3.5a**

Salmonellennachweis: Anwendung statistischer Verfahren nicht sinnvoll (3 Proben müssen allesamt richtig bestimmt werden).
Da fast alle Proben richtig bestimmt wurden, ist ein höheres Anforderungsprofil vertretbar.

- **Parametergruppe D Verunreinigungsgrad**

Bedeckungsgrad von Plastikteilen cm2 - Flächenscan:

Bislang immer auf rd. 25 cm2 geprüft.
BGK-Gütesicherung deutlich verschärft.
künftig deutlich kleinere Bedeckungsgrade.
höheres Anforderungsprofil.

LÜRV-A-Bioabfall 2018 - Versuchsbewertung

• FMA 3.2 Metalle

Feuchtprobe A: HorRat mußte jeweils auf 0,5 angehoben werden

Trockenprobe B: HorRat mußte ebenfalls auf 0,5 angehoben werden

Fazit: Metalle werden sehr gut beherrscht – nur geringe Variationen.

• FMA 3.3 Fremdstoffe und Zusatzparameter

Ost-Gruppe: Salzgehalte Berechnungsfehler der 4 Ausreißer. Berechnung wurde ausdrücklich im Formblatt erläutert (Extraktionsverhältnis!) 2 Labore haben keine Ergebnisse bei Fremdstoffen und Steinen abgegeben.

West-Gruppe: relativ viele Fehler bei pH. Wäre bei Beachtung Merkblatt vermeidbar gewesen. Oder aber teils mit wässriger teils mit CaCl₂-Lsg. aufgeschlämmt und gemessen.

• FMA 3.5b Phytohygiene

Es gab Probleme beim Versand mittels DHL. Lieferzeit z.T. 8 Tage. Künftig ist Expressversand inkl. Zuschlag obligatorisch. Trotzdem gutes Ergebnis.

LÜRV-A-Bioabfall 2018 - Versuchsbewertung

• FMA 3.5a Seuchenhygiene

Versuchskonzept: Es kamen zwei Salmonellenstämme (Senftenberg, Typhimurium) zur Anwendung. Als Hintergrundflora wurde mit E. Coli beimpft.

Die in Hohenheim untersuchten 10 Rückstellproben bestätigten die Ergebnisse. Allerdings bei einer Probeneinwaage von 50 g wurde die Gesamtmenge eingewogen.

• FMA 3.5a neues Versuchskonzept

- **Teilrandomisierung des Versuchs:**
- größere Probenmengen (Repräsentativität)
- nicht durchgehend gleiches Raster von Positiv- und Negativproben
- auch drei Negativproben + drei Positivproben möglich
- unterschiedliche Konzentrationsniveaus und abweichende Stämme
- **Ziel: anspruchsvolleres Versuchsniveau.**

LÜRV-A-Bioabfall 2018: Modul Gütesicherung BGK C

- **Nährstoffvorräte aus der KW-Extraktion**

Schlechte Resultate bei Kalium

(Grund: offener Aufschluss // Mikrowelle Unterschiede in anderen RVen)

- **Pflanzenverfügbares K, P und Mg**

hohe HorRat-Werte und entsprechend hohe Streuungen
ein besonderes Augenmerk der Prüflabore ist geboten

- **NO₃-N und NH₄-N aus dem CaCl₂ Extrakt**

Folgende Hinweise:

Frischkomposte quantitative Gehalte an NH₄-N;
Rottegrade II und III (heißt 40 bis 60°C im Dewargefäß)

Humusgehalte deutlich größer 30%

Fertigkomposte geringe Gehalte an NH₄-N, fast ausschließlich NO₃-N
Humusgehalte im Bereich 30%

??Für die Diskussion: Versand fertiger Lösungen für CFA-Messung??

LÜRV-A-Bioabfall 2019 – was ändert sich?

Matrix	Verordnung	Parametergruppe	Parameter	max. Fehlerzahl				
LUERV-A-Bioabfall								
1 Feuchtprobe A	BioAbfV	Fachmodul Abfall	3.2	Pb, Cd, Cr, Cu, Ni, Zn und Hg (Königswasser)	2			
1 Trockenprobe B								
1 Feuchtprobe A			3.3	pH (H ₂ O), Salzgehalt, Glühverlust, Trockenrückstand	2			
1 Trockenprobe B						Fremdstoffe, Steine		
2 Feuchtproben C1, C2								
3 Feuchtproben S1, S2, S3			3.5a	Salmonellen	0			
2 Feuchtproben K1, K2						3.5b	keimf. Samen und austriebfähige Pflanzenteile	0
1 Feuchtprobe V								
1 Feuchtprobe A	BGK*	C	Nges, basisch wirksame Stoffe (BWS), P (CAL), K (CAL), Mg (Schachtschabel), N-lösl. (Summe NO ₃ -N + NH ₄ -N), Rohdichte, Rottegrad, Pflanzenverträglichkeit (25/50)	2				
1 Trockenprobe B			Nges, basisch wirksame Stoffe (BWS)					
1 Feuchtprobe D	BGK* fakultativ	D	Verunreinigungsgrad (Flächensumme)	0				
1 Feuchtprobe A	DüMV*	E	As, Fe, Na, Mn, S, Ti, P, K, Mg im Königswasserextrakt	3				
1 Trockenprobe B			As, Fe, Na, Mn, S, Ti, P, K, Mg im Königswasserextrakt					

18. * gehört nicht mit zum Fachmodul Abfall



LÜRV-A-Bioabfall: Ausblick + Zusammenfassung

- Ziel der Umstellung des Versuchs ist ein anspruchsvolleres Versuchsdesign sowie die Verschärfung eines Richtwertes (i. b. FMA 3.5a, BGK D)
- Aus dem Modul BGK werden die königswasserextrahierbaren Nährstoffvorräte herausgenommen und in das Modul DÜMV überführt.
- Dadurch soll das Gewicht biologischer Prüfverfahren sowie schlecht beherrschter Untersuchungsverfahren erhöht werden. Dann werden sie im Gesamtversuch hoffentlich eine größere Beachtung finden.
- Dies hat dann auch Auswirkungen auf die Fehlerzahl in den einzelnen Modulen.



Vielen Dank
für Ihre Aufmerksamkeit