

Altölverordnung (AltöIV)

Vom 27. Oktober 1987

Auf Grund

- des § 5 a Abs. 2 Satz 2 und Abs. 3, des § 5 b Satz 4 sowie des § 14 Abs. 1 Nr. 1, 2 und 3 des Abfallgesetzes vom 27. August 1986 (BGBl. I S. 1410) wird von der Bundesregierung nach Anhörung der beteiligten Kreise,
- des § 13 Abs. 5 Nr. 2 des Abfallgesetzes wird von der Bundesregierung,
- des § 11 Abs. 2 Satz 3 des Abfallgesetzes wird vom Bundesminister für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit,
- des § 7 Abs. 1, § 23 Abs. 1, § 34 Abs. 1 und des § 35 Abs. 1 des Bundes-Immissionsschutzgesetzes vom 15. März 1974 (BGBl. I S. 721), geändert durch Gesetz vom 4. Oktober 1985 (BGBl. I S. 1950), wird von der Bundesregierung nach Anhörung der beteiligten Kreise sowie
- des § 37 des Bundes-Immissionsschutzgesetzes wird von der Bundesregierung

mit Zustimmung des Bundesrates verordnet:

Erster Abschnitt Allgemeine Bestimmungen

§ 1

Aufarbeitung von Altölen

Aufarbeitung im Sinne des § 5 a Abs. 2 Satz 2 Nr. 1 des Abfallgesetzes ist jedes Verfahren, das darauf abzielt, aus Altölen Grundöle, Fluxöle, verfahrensbedingte Koppelprodukte oder zur Weiterverarbeitung vorgesehene Produkte nach Abtrennung oder chemischer Umwandlung der Schadstoffe, der Oxidationsprodukte und der Zusätze herzustellen.

§ 2

Zur Aufarbeitung geeignete Altöle

Zur Aufarbeitung dürfen folgende Altöle eingesetzt werden:

1. Verbrennungsmotoren- und Getriebeöle,
2. mineralische Maschinen-, Turbinen- und Hydrauliköle.

Andere Altöle dürfen nur aufgearbeitet werden, wenn sie keine schädlichen Stoffe enthalten, die das Aufarbeitungsverfahren erschweren oder sich in den Produkten der Aufarbeitung anreichern.

§ 3

Grenzwerte

Altöle dürfen nicht aufgearbeitet werden, wenn sie mehr als 20 mg PCB/kg, bestimmt als 4 mg PCB/kg nach dem in Anlage 1 festgelegten Untersuchungsverfahren, oder mehr als 2 g Gesamthalogen/kg enthalten. Dies gilt nicht, wenn diese Schadstoffe durch das Aufarbeitungsverfahren zerstört werden oder in den Produkten der Aufarbeitung nur in dem Maß enthalten sind, das bei einer Aufarbeitung unter Einhaltung der Grenzwerte zu erreichen ist.

§ 4

Getrennte Entsorgung, Vermischungsverbote

(1) Synthetische Öle auf der Basis von PCB sowie halogenhaltige Ersatzprodukte, die insbesondere in Transformatoren, Kondensatoren und Hydraulikanlagen enthalten sein können, müssen getrennt von anderen Altölen gehalten, eingesammelt oder befördert und einer Entsorgung zugeführt werden. Die zuständige Behörde kann Ausnahmen von Satz 1 zulassen, wenn eine getrennte Haltung an der Anfallstelle aus betriebstechnischen Gründen nur mit einem unverhältnismäßig hohem Aufwand durchführbar ist und eine Entsorgung in einer nach § 7 des Abfallgesetzes oder nach § 4 des Bundes-Immissionsschutzgesetzes zugelassenen Anlage vom Altölbesitzer nachgewiesen wird.

(2) Es ist verboten, die in § 2 Satz 1 genannten Altöle mit anderen Altölen oder Abfällen, insbesondere solchen im Sinne des § 2 Abs. 2 des Abfallgesetzes, zu vermischen.

(3) In nach § 4 des Bundes-Immissionsschutzgesetzes oder nach § 7 des Abfallgesetzes zugelassenen Anlagen zur Aufarbeitung, thermischen Verwertung oder Entsorgung von Altölen oder Abfällen gelten die Verbote der Absätze 1 und 2 nicht, soweit in der Zulassung eine Vermischung vorgesehen ist.

§ 5

Entnahme, Untersuchung und Aufbewahrung von Proben

(1) Unternehmen der Altölsammlung haben bei der Übernahme von Altölen eine Probe zu entnehmen. Je eine Teilmenge dieser Probe (Rückstellungsprobe) ist von der Anfallstelle und vom Unternehmen der Altölsammlung aufzubewahren, bis die nach Absatz 2 vorgeschriebene Untersuchung durchgeführt worden ist und feststeht, daß die Altöle ordnungsgemäß entsorgt werden können.

(2) Wer Altöle aufarbeitet, thermisch verwertet oder in den, aus dem oder durch den Geltungsbereich des Abfallgesetzes verbringt, muß die Gehalte an PCB und Gesamthalogen in diesen Altölen untersuchen oder untersuchen lassen. Die zuständige Behörde kann eine bestimmte Untersuchungsstelle vorschreiben, sofern die Untersuchungen von einer Untersuchungsstelle durchgeführt werden, die nicht regelmäßig mit Erfolg an Ringversuchen teilnimmt.

(3) Aus den zu untersuchenden Altölen ist eine Probe zu entnehmen. Eine Teilmenge dieser Probe (Rückstellungsprobe) ist von dem nach Absatz 2 Untersuchungspflichtigen drei Jahre aufzubewahren. Die Entnahme, Untersuchung und Aufbewahrung von Proben zur Überwachung der in § 3 festgesetzten Grenzwerte erfolgt nach dem in Anlage 1 beschriebenen Verfahren.

§ 6

Ergänzende Erklärungen zur Nachweisführung

(1) Wer Altöle

1. als Altölsammler zum Zwecke der Aufarbeitung, thermischen Verwertung oder zur grenzüberschreitenden Verbringung abgibt oder
2. gewerbsmäßig, im Rahmen wirtschaftlicher Unternehmen oder als öffentliche Einrichtung an Unternehmen der Altölsammlung abgibt oder in den, aus dem oder durch den Geltungsbereich des Abfallgesetzes verbringt,

hat eine Erklärung nach dem in Anlage 2 enthaltenen Muster abzugeben. § 11 Abs. 2 und 3 des Abfallgesetzes in Verbindung mit den Vorschriften der Abfallnachweisverordnung bleiben unberührt.

(2) Wer Altöle nach § 5 Abs. 2 Satz 1 untersuchen muß, hat die ermittelten Gehalte an PCB und Gesamthalogen ergänzend in die Erklärung nach Anlage 2 einzutragen, auch soweit er nicht nach Absatz 1 verpflichtet ist.

(3) Je eine Ausfertigung der Erklärung ist von dem nach Absatz 1 Satz 1 Verpflichteten und dem Unternehmen, welches das Altöl übernimmt, drei Jahre aufzubewahren. Bei grenzüberschreitender Verbringung ist von dem nach Absatz 1 Satz 1 Verpflichteten eine Ausfertigung der Erklärung der Zollstelle unaufgefordert vorzulegen.

Zweiter Abschnitt

Anforderungen an die Abgabe von Verbrennungsmotoren- oder Getriebeölen

§ 7

Kennzeichnung der Gebinde

Verbrennungsmotoren- oder Getriebeöle dürfen in Gebinden nur in Verkehr gebracht werden, wenn sie durch Aufdruck oder Aufkleber folgendermaßen gekennzeichnet sind:

„Dieses Öl gehört nach Gebrauch in eine Altölannahmestelle! Unsachgemäße Beseitigung von Altöl gefährdet die Umwelt! Jede Beimischung von Fremdstoffen wie Lösemitteln, Brems- und Kühlfüssigkeiten ist verboten.“

§ 8

Altölannahmestelle bei Abgabe an private Endverbraucher

(1) Wer gewerbsmäßig Verbrennungsmotoren- oder Getriebeöle an private Endverbraucher abgibt, hat dort, wo die Ware angeboten wird, durch leicht erkennbare und lesbare Schrifttafeln auf die Annahmestelle nach § 5 b Satz 1 des Abfallgesetzes für gebrauchte Verbrennungsmotoren- oder Getriebeöle hinzuweisen.

(2) Befindet sich die Annahmestelle nicht am Verkaufsort, so muß sie in einem solchen räumlichen Zusammenhang zum Verkaufsort stehen, daß ihre Inanspruchnahme für den Käufer zumutbar ist.

§ 9

Ausnahmen für gewerbliche Endverbraucher, Schifffahrt

(1) Soweit gewerbliche oder sonstige wirtschaftliche Unternehmen oder öffentliche Einrichtungen Verbrennungsmotoren- oder Getriebeöle unmittelbar beim Hersteller oder Mineralölhandel erwerben, muß die Annahmestelle nicht am Verkaufsort oder in dessen Nähe eingerichtet oder nachgewiesen werden. Der Verkäufer kann sich zur Erfüllung seiner Annahmeverpflichtung Dritter bedienen.

(2) Für den Bereich der Binnenschifffahrt und der Seeschifffahrt gilt die Annahmeverpflichtung des Verkäufers als erfüllt, wenn der Käufer die Einrichtungen der Bilgentölung oder die Auffanganlagen gemäß des Internationalen Übereinkommens zur Verhütung der Meeresverschmutzung durch den Schiffsbetrieb (MARPOL) in Anspruch nimmt.

Dritter Abschnitt

Schlußbestimmungen

§ 10

Ordnungswidrigkeiten

Ordnungswidrig im Sinne des § 18 Abs. 1 Nr. 11 des Abfallgesetzes handelt, wer vorsätzlich oder fahrlässig

1. entgegen § 2 Satz 2 andere Altöle aufarbeitet, obwohl sie schädliche Stoffe enthalten, die sich in den Produkten der Aufarbeitung anreichern,
2. entgegen § 3 Satz 1 Altöle, die die dort genannten Stoffe über die festgesetzten Grenzwerte hinaus enthalten, aufarbeitet,
3. entgegen § 4 Abs. 1 Satz 1 synthetische Öle auf der Basis von PCB oder halogenhaltige Ersatzprodukte nicht von anderen Altölen getrennt hält, einsammelt, befördert oder einer Entsorgung zuführt,
4. entgegen § 4 Abs. 2 in § 2 Satz 1 genannte Altöle mit anderen Altölen oder Abfällen, insbesondere solcher im Sinne des § 2 Abs. 2 des Abfallgesetzes, vermischt,
5. entgegen § 6 Abs. 1 Satz 1 eine Erklärung nicht, nicht richtig oder nicht vollständig abgibt,
6. entgegen § 6 Abs. 3 Satz 2 eine Ausfertigung der Erklärung nicht vorlegt,

7. entgegen § 7 Verbrennungsmotoren- oder Getriebeöle in Gebinden ohne die vorgeschriebene Kennzeichnung in den Verkehr bringt, oder bis zum 31. Dezember 1989 nach Maßgabe des § 30 Abs. 2 Satz 1 des Abfallgesetzes gezahlt.
8. entgegen § 8 Abs. 1 nicht oder nicht in der vorgeschriebenen Weise auf die Annahmestelle hinweist.

§ 11

Verhältnis zur 10. BImSchV

Auf Altöle finden die Vorschriften der Zehnten Verordnung zur Durchführung des Bundes-Immissionsschutzgesetzes vom 26. Juli 1978 (BGBl. I S. 1138) keine Anwendung.

§ 12

Zuschußgewährung nach dem Altölgesetz

Die Kostenzuschüsse für die Entsorgung von Altölen werden unbeschadet der Regelungen dieser Verordnung

§ 13

Berlin-Klausel

Diese Verordnung gilt nach § 14 des Dritten Überleitungsgesetzes in Verbindung mit § 31 des Abfallgesetzes und mit § 73 des Bundes-Immissionsschutzgesetzes auch im Land Berlin.

§ 14

Inkrafttreten

Diese Verordnung tritt mit Ausnahme des § 7 sowie des § 10 Nr. 7 am 1. November 1987 in Kraft. § 7 sowie § 10 Nr. 7 treten am 1. Juli 1988 in Kraft.

Bonn, den 27. Oktober 1987

Der Bundeskanzler
Dr. Helmut Kohl

Der Bundesminister
für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit
Dr. Klaus Töpfer

Anlage 1

(zu § 5 Abs. 3)

Probenahme und Untersuchung von Altöl**1 Entnahme und Aufbewahrung der Proben**

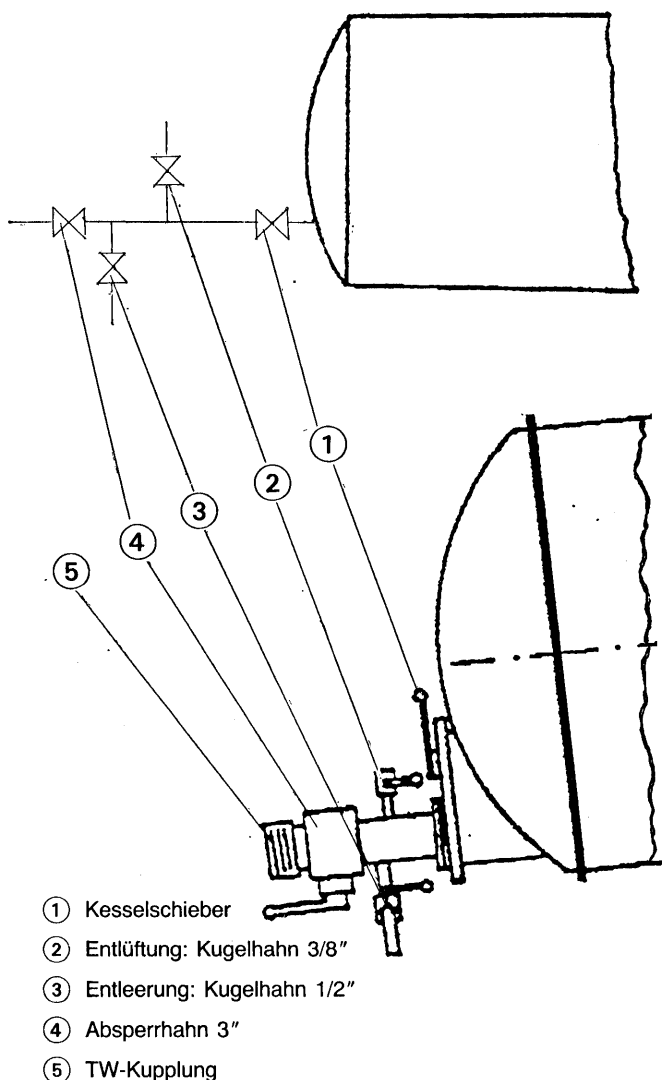
Die Probenahme für die Untersuchung eines Altöls auf die Gehalte an Gesamthalogenen und polychlorierten Biphenylen (PCB) wird nach DIN 51 750 Teil 1, Ausgabe August 1983, und Teil 2, Ausgabe März 1984, durchgeführt.

Ergänzend zu den Vorschriften der Norm DIN 51 750 wird auf folgendes hingewiesen:

1.1 Einsatz von Vakuum-Tankwagen

Bei Einsatz von Vakuum-Tankwagen kann die Probenahme wie nachfolgend beschrieben (siehe Abbildung 1) erfolgen.

Abbildung 1
Probenahmeverrichtung an Vakuum-Tankwagen



Der Saugschlauch wird an den Entnahmestutzen des Altöltanks angeschlossen oder in andere Behälter eingehängt. Nachdem der Tank des

Fahrzeugs unter Vakuum gesetzt wurde, werden die Schieber 1 und 4 bei geschlossenen Hähnen 2 und 3 geöffnet und der Übernahmevorgang beginnt. Am Anfang und mehrfach wiederholt bis zum Ende, werden die Schieber 1 und 4 geschlossen, das dazwischenliegende Rohrstück mittels des Hahnes 2 belüftet und anschließend über den Hahn 3 der Inhalt dieses Rohrstutzens in ein Probenahmegefäß abgelassen. Aus mehreren solchen Entnahmen wird eine Gesamtprobe von mindestens 1 l erhalten. Die Probenahme soll nicht sofort mit Beginn der Altölübernahme erfolgen, da sonst durch Verschleppungseffekte Probenverfälschungen eintreten können.

1.2 Probenahmegefäße

Zur Probenahme und zum Aufbewahren der Proben sind Glas- oder Metallgefäße zu verwenden. Gefäße aus anderen Werkstoffen sind dann zugelassen, wenn nachgewiesen ist, daß keine das Meßergebnis beeinflussende Aufnahme von PCB durch die Gefäßwandung erfolgt.

1.3 Probemenge

Die jeweilige Probenmenge beträgt mindestens 1 l.

1.4 Probenahme an der Anfallstelle

Bei der Probenahme an einer Altölanfallstelle gemäß § 5 Abs. 1 Satz 1 verbleiben von der Probe 250 ml bei der Anfallstelle und 250 ml beim Altölsammler.

1.5 Probenahme an der Aufarbeitungsstelle

Bei der Probenahme für Zwecke des § 5 Abs. 2 dieser Verordnung ist die Probe in vier Teilproben zu unterteilen. Hiervon ist je eine Probe für das Untersuchungslaboratorium, eine Probe für den Anlieferer, eine Probe für den Aufarbeiter und eine Probe für etwaige Schiedsanalysen (Rückstellproben) bestimmt.

Soweit im konkreten Fall mehrere Proben für ein und dieselbe Stelle bestimmt sind, reduziert sich die Zahl der Teilproben entsprechend.

1.6 Beachtung von Sicherheitsvorschriften

Bei der Probenahme sowie beim Umgang mit der Probe sind die einschlägigen Sicherheitsbestimmungen, insbesondere die des Brandschutzes, zu beachten.

1.7 Probenahmeprotokoll

Über die Probenahme ist ein Protokoll in Anlehnung an das Muster der Norm 51 750 Teil 1 zu fertigen.

1.8 Aufbewahrung von Proben

Die Aufbewahrung von nach dieser Verordnung entnommenen Proben richtet sich nach § 5 Abs. 1

und 3. Im Falle eines Straf- oder Bußgeldverfahrens sind die für die Schiedsprobe (Schiedsverfahren nach DIN 51 848, Ausgabe März 1984) vorgesehenen Probenbehälter bis zum Abschluß des Verfahrens aufzubewahren.

Die gezogenen Proben sind so zu sichern (z. B. durch Plombieren), daß die Probemenge unverändert bleibt, sowie Ort und Zeit der Entnahme jederzeit nachgewiesen werden können.

2 Bestimmung polychlorierter Biphenyle (PCB)

2.1 Anwendung der DIN 51 527

Die Bestimmung polychlorierter Biphenyle (PCB) hat nach DIN 51 527 Teil 1, Ausgabe Mai 1987, zu erfolgen.

2.2 Verwendung der Ergebnisse

Die nach den Vorschriften der Norm erhaltenen Ergebnisse sind zur Kontrolle der nach § 3 Abs. 1 und Abs. 2 einzuhaltenden Grenzwerte über die Bestimmungswerte 4 mg/kg PCB und 10 mg/kg PCB heranzuziehen.

2.3 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung ist derart durchzuführen, daß die ermittelten Ergebnisse sich auf die wasserfreie Ölphase beziehen.

2.4 Verhältnis Bestimmungswert/Grenzwert

Die Verwendung von Grenzwert und Bestimmungswert wurde erforderlich wegen des Gebrauchs unterschiedlicher Quantifizierungsverfahren bei der Festlegung von Grenzwerten im internationalen Bereich, insbesondere im Rahmen der Grenzwertfestlegung des EG-Rechts.

2.5 Zulässige Schwankung

Der zulässige Fehler bei der PCB-Bestimmung nach dieser Vorschrift beträgt ± 1 mg/kg PCB. Die nach § 3 einzuhaltenden Grenzwerte sind also dann überschritten, wenn die bestimmten Gehalte größer als 5 mg/kg bzw. größer als 11 mg/kg PCB sind.

3 Bestimmung des Gesamthalogengehaltes

3.1 Grundsatz

Unter dem Gehalt eines Altöles an Gesamthalogen wird der Massenanteil an anorganischem und organischem Halogen in der wasserfreien Ölphase verstanden, der unter den Arbeitsbedingungen dieses Verfahrens als Halogen bestimmt wird.

Die zu untersuchende Probe wird in einem Verbrennungsgerät nach Wickbold in Anlehnung an DIN EN 41 im Wägeschiffchen verdampft, und die entstehenden Dämpfe werden in einer Knallgasflamme im Sauerstoffüberschuß verbrannt. Bei der

Verbrennung entstehende Halogenwasserstoffe wie HCl, HBr und HI werden in einer Absorptionslösung absorbiert und potentiometrisch bestimmt.

3.2 Chemikalien

Es werden ausschließlich Chemikalien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ und bidestilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwendet. Die eingesetzten Chemikalien und Betriebsgase müssen frei von Halogenverbindungen sein.

3.2.1 Natriumhydroxidhydrat

3.2.2 Wasserstoffperoxid (Hydrogenperoxid), $\omega(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$

3.2.3 Natriumsulfat, wasserfrei

3.2.4 Absorptionslösung

1,16 g Natriumhydroxidhydrat ($\text{NaOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$) und 100 ml Wasserstoffperoxid (H_2O_2) in Wasser lösen und mit Wasser auf 1 l auffüllen. Die Lösung ist nur begrenzt haltbar.

3.2.5 Salpetersäure, $\omega(\text{HNO}_3) = 65 \%$

3.2.6 Aceton

3.2.7 Silbernitrat-Lösung, $c(\text{AgNO}_3) = 0,01$ mol/l:

1,6987 g Silbernitrat, AgNO_3 , zuvor bei 150°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, in Wasser lösen, mit Wasser auf 1 l auffüllen und in einer dunklen Glasflasche aufbewahren.

Anmerkung:

Ersatzweise können im Chemikalienhandel erhältliche, fertig hergestellte Lösungen verwendet werden.

3.2.8 Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff in Druckgasflaschen, handelsübliche Qualität, halogenfrei

3.2.9 Quarzwolle, halogenfrei

3.3 Geräte

– Erlenmeyer-Kolben, weithalsig, Nennvolumen 250 ml, z. B. WE 250 DIN 12 385, Ausgabe September 1972

– Meßkolben, diverse Nennvolumina, z. B. Meßkolben DIN 12 664 MSA 25 (100; 1 000), Teil 1, Ausgabe August 1983 und Teil 2, Ausgabe Januar 1981

– Meßkolben mit Kugelschliff, Nennvolumen 100; 250 ml, Kugelschliff S29/15 DIN 12 244, Teil 1, Ausgabe April 1979

– Vollpipetten, Nennvolumen 5; 10; 20 ml, z. B. Pipette DIN 12 691 – VPAS 5 (10; 20), Ausgabe April 1975

– Bechergläser, hohe Form, Nennvolumen HF 50, HF 100 ml, z. B. Becher HF 50, DIN 12 331, Ausgabe April 1971

– Indikatorelektrode: Silberelektrode oder Silber-Silbersulfidelektrode oder Silber-Silberchloridelektrode nach DIN 51 408, Teil 1, Ausgabe Juni 1983

- Bezugselektrode mit halogenidfreiem Stromschlüssel, (z. B. Quecksilber/Quecksilber(I)sulfat-Elektrode)
- Magnetrührer

3.3.1 Verbrennungsgerät nach DIN EN 41

Abbildung 2 zeigt den schematischen Aufbau des Verbrennungsgerätes nach Wickbold für zähflüssige und feste Proben. Für die Verbrennung von Altölproben ist nicht der abgebildete (21), sondern ein BITC-Feststoffbrenner einzusetzen.

3.3.2 Potentiograph mit Motorburette oder vergleichbare Geräte zur automatischen Durchführung und Auswertung potentiometrischer Titrationsen.

3.4 Durchführung

3.4.1 Trocknung der Altölprobe

Die zu untersuchende flüssige Probe wird auf etwa vorhandenes Absetzwasser hin geprüft. Falls eine Wasserphase erkennbar ist, wird diese mittels eines Scheidetrichters abgetrennt.

Die erhaltene Ölphase sowie Proben mit geringen Anteilen freien Wassers oder Emulsionen werden homogenisiert.

Die Wasseranteile der homogenisierten Proben werden mit wasserfreiem Natriumsulfat entfernt, das in eine Probemenge von 5 bis 30 g portionsweise eingerührt wird, bis das überstehende Öl klar ist.

Sofern erforderlich, werden das Natriumsulfat sowie andere Feststoffe vom Öl abzentrifugiert.

Anmerkung:

Die Trocknung der Altölprobe ist so durchzuführen, daß Verdampfungsverluste durch leichtflüchtige Bestandteile vermieden werden.

3.4.2 Verbrennung der Altölprobe

Die Verbrennung wird in Anlehnung an DIN EN 41 in einer Wickbold Apparatur (siehe Abbildung 2) mit einem BITC-Feststoffbrenner durchgeführt. Im Unterschied zur Vorschrift nach DIN EN 41 wird zu Beginn der Verbrennung (Verdampfung) der Sekundärsauerstoff durch Stickstoff ersetzt. Dieser wird bei geschlossenem Feinreguliertventil direkt von einem zweistufigen Druckminderer einer Stickstoffdruckflasche über den Einweghahn (23) zugeführt. Nach Einschalten der Vakuumpumpe und Aufdrehen des Kühlwassers werden etwa 1 bis 2 bar Gasvordruck an den Druckmindererventilen für Sauerstoff, Wasserstoff oder Stickstoff einreguliert. Anschließend wird mit Hilfe des Vakuumentils (9) bei geschlossenen Feinreguliertventilen an den Durchflußmeßgeräten (3), (4) und (5) ein Unterdruck von etwa 0,5 bar (5 000 mm Wassersäule) eingestellt.

Der BITC-Feststoffbrenner wird aus der Brennkammer (20) herausgenommen. Durch Öffnen

des Feinreguliertventils am Durchflußmeßgerät (4) wird ein Wasserstoffstrom von etwa 200 l/h einreguliert. Man läßt etwa 30 s lang Wasserstoff frei durchströmen, zündet den Brenner und reguliert mit dem Feinreguliertventil am Durchflußmeßgerät (5) langsam den Primärsauerstoff auf etwa 200 l/h. Der Feststoffbrenner wird wieder in die Brennkammer eingeführt.

In das Quarz-Wägeschiffchen werden etwa 1,0 g Altöl auf 0,001 g genau eingewogen (Verdampfungsverluste durch leichtflüchtige Bestandteile sind zu vermeiden) und mit einer Schicht halogenfreier Quarzwolle (etwa 0,2 g) locker bedeckt. Anschließend wird das Schiffchen mit einem Glasstab zur Mitte des BITC-Feststoffbrenners geschoben. Nach Einsetzen des Schliffstückes wird durch den Entlüftungshahn (23) ein Stickstoffstrom von 400 l/h eingeleitet. Das Feinreguliertventil (3) muß dabei geschlossen bleiben.

Die Zugabe der Absorptionslösung wird mit dem Einweghahn (18) so geregelt, daß ungefähr 2 Tropfen pro Sekunde in den Absorptionsturm (17) zufließen, wobei der Schwanzhahn in Stellung a gebracht wird.

Dann wird der Wasserstoffstrom auf 500 l/h, der Sauerstoffstrom auf 700 l/h und das Vakuum auf 0,3 bis 0,4 bar (3 000 bis 4 000 mm Wassersäule) eingestellt und während der Verbrennung nachgeregelt. Das Einhalten dieses Druckbereiches ist für ein gleichmäßiges Verbrennen der Proben wichtig. Die Probe wird durch vorsichtiges Erhitzen mit einem Bunsenbrenner zum Verdampfen gebracht. Anschließend wird das Rohr des BITC-Feststoffbrenners mit dem Bunsenbrenner in der ganzen Länge durchgeglüht, um eine vollständige Verbrennung sicherzustellen. Nach Erlöschen der Flamme hinter der Siebplatte des BITC-Brenners wird der Stickstoffstrom durch die gleiche Menge Sauerstoff ersetzt und solange weiter geblüht, bis eventuell unverbrannte Rückstände im Probenraum und Schiffchen vollständig verbrannt sind.

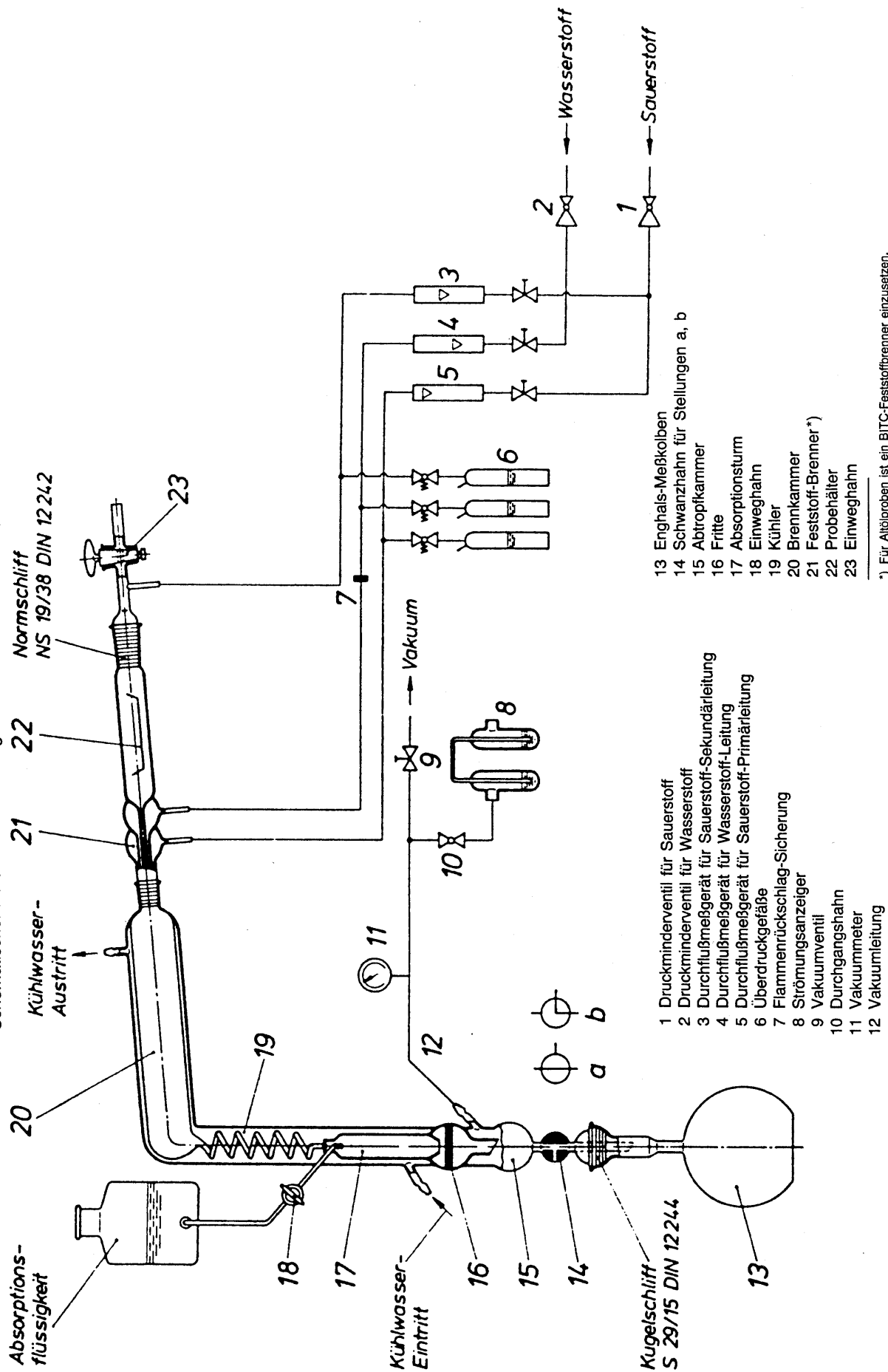
Ist die Verbrennung beendet, wird zunächst der Einweghahn (18) zum Abstellen des Zulaufs der Absorptionslösung geschlossen, dann wird das Schliffstück mit dem Entlüftungshahn (23) von der Apparatur gelöst und das Wägeschiffchen (22) aus dem BITC-Feststoffbrenner entfernt. Die Brennkammer wird mit 25 ml Wasser gespült. Bei hohen Halogengehalten der Probe muß gegebenenfalls mehrfach gespült werden.

Danach wird der Schwanzhahn (14) nach Stellung b gedreht, der Enghals-Meßkolben (13) gegen einen leeren Meßkolben ausgewechselt und der Schwanzhahn (14) wieder in Stellung a zurückgedreht, und der BITC-Feststoffbrenner kann mit der nächsten Probe beschickt werden. Die im Enghals-Meßkolben (13) enthaltene Absorptionslösung wird dem unter 3.5 aufgeführten Bestimmungsverfahren unterworfen.

Abbildung 2

Wickbold Apparat

Schematischer Aufbau des Gesamtgerätes für die Verbrennung zähflüssiger und fester Proben



3.5 Durchführung der potentiometrischen Bestimmung

siehe auch DIN 38 405, Teil 1, Ausgabe Dezember 1985 und DIN 51 408, Teil 1

3.5.1 Grundlage des Verfahrens

Die Halogen-Ionen werden mit Silber-Ionen titriert. Zur Endpunkterkennung verfolgt man die Spannung zwischen einer Bezugsselektrode einerseits und einer Indikatorelektrode andererseits.

3.5.2 Störungen

siehe DIN 38 405, Teil 1

3.5.3 Durchführung

Die bei der Verbrennung einer Ölprobe nach Wickbold erhaltene Absorptionslösung wird unter zweimaligem Nachspülen mit Wasser quantitativ in einen weithalsigen 250-ml-Erlenmeyerkolben überführt. Der pH-Wert wird mittels nicht blutendem pH-Indikatorstäbchen geprüft und gegebenenfalls mit verdünnter Natronlauge auf pH 8,5 bis 10 eingestellt. Der Kolbeninhalt wird auf einer Heizplatte ungefähr 20 Minuten zum Sieden erhitzt, um das Wasserstoffperoxid zu zerstören. Die Restlösung, im allgemeinen 10 bis 20 ml, wird quantitativ unter zweimaligem Nachspülen mit Wasser in einen 25-ml-Meßkolben überführt und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Nach sorgfältigem Umschütteln wird mittels Vollpipette ein Aliquot von 5 oder 10 ml in ein 50-ml-Becherglas (hohe Form) pipettiert, mit 1 ml Salpetersäure (65 %) versetzt und auf etwa 20 ml Volumen mit Wasser aufgefüllt. Beide Elektroden werden in die Lösung getaucht, und es wird unter intensivem Rühren mit 0,01 mol/l Silbernitratlösung titriert, bis der auf Chlorid-Ionen beruhende Wendepunkt der Potentialkurve ermittelt wurde.

Wird kein Potentialsprung angezeigt, so kann die Halogen-Ionen-Konzentration der untersuchten Lösung unter der für die angegebenen Bedingungen gültigen Nachweisgrenze von 3 bis 8 Mikrogramm Cl⁻/ml liegen. Es ist dann wie folgt zu verfahren:

Aus einem bekannten Volumen der Absorptionslösung wird ein Aliquot von 5 ml mittels Vollpipette entnommen und in ein 50-ml-Becherglas (hohe Form) überführt, mit 1 ml Salpetersäure versetzt und mit Aceton auf etwa 20 ml Gesamtvolumen aufgefüllt. Anschließend wird mit einer 0,002 mol/l oder 0,005 mol/l Silbernitratlösung wie oben titriert. Ist eine Identifizierung des den Chlorid-Ionen entsprechenden Wendepunktes erforderlich, so wird die Bestimmung unter Zusatz einer bekannten Chloridmenge wiederholt.

3.5.4 Blindwert

Zur Kontrolle auf Halogenfreiheit müssen regelmäßig, insbesondere beim Einsatz neuer Chemikalien und Betriebsgase, Blindwert-Bestimmungen durchgeführt werden.

Hierzu werden mehrfach hintereinander Verbrennungen, wie unter 3.1 beschrieben, ohne Probe durchgeführt und in den erhaltenen Absorptionslösungen die Halogen-Ionen gemäß 3.5 bestimmt.

Der Blindwert kann je nach Laborbedingungen bis zu 50 Mikrogramm Halogen absolut betragen und braucht in diesem Fall nicht berücksichtigt zu werden. Ist der Blindwert höher als 50 Mikrogramm Halogen absolut, so ist auf Störungen zu prüfen.

3.5.5 Auswertung

Zeigt die Potentialkurve der Titration mehrere Wendepunkte, so gilt das bis zu dem den Chlorid-Ionen entsprechenden Wendepunkt verbrauchte Gesamtvolumen der Silbernitrat-Lösung als Verbrauch V_{Ag} .

Die Massenkonzentration der Altölprobe an Halogen ergibt sich aus Gleichung (1).

$$\beta = \frac{V_{Ag} \cdot c_{Ag} \cdot f \cdot V_{Meß}}{E \cdot V_{Titr}} \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

β Massenkonzentration der Altölprobe an Gesamthalogen in g/kg

V_{Ag} Volumen der bei der Titration verbrauchten Silbernitrat-Lösung, in ml

c_{Ag} Stoffmengenkonzentration der Silbernitrat-Lösung, in mol/l

f Äquivalenzfaktor: $f = 35,453$ g/mol

E Einwaage der Altölprobe, in g

$V_{Meß}$ Volumen des Meßkolbens (nach 3.5), in ml

V_{Titr} Volumen, das aus dem Meßkolben für die Titration eingesetzt wurde, in ml

3.5.6 Angabe des Ergebnisses

Es werden auf 0,1 g/kg gerundete Werte angegeben. Beim Runden auf die letzte anzugebende Stelle ist DIN 1 333, Blatt 2, Ausgabe Februar 1972, zu berücksichtigen.

Beispiel: Gesamthalogengehalt 1,8 g/kg

Eine Überschreitung des nach § 3 zulässigen Gesamthalogengehaltes ist grundsätzlich nachgewiesen, wenn der ermittelte Gehalt um mehr als 5 % über dem Grenzwert liegt.

Anmerkung:

Zur Kontrolle auf Überschreitungen des zulässigen Gesamthalogengehaltes ist die Anwendung eines Vortestes mittels Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) gestattet.

Eine Untersuchung nach dem Referenzverfahren kann entfallen, wenn bei dem Vortest folgende Werte nicht überschritten werden:

Methode	Gesamthalogengehalt	Gesamtkloridgehalt
RFA wellenlängendispersiv	1,5 g/kg	1,2 g/kg
RFA energiedispersiv	1,0 g/kg	0,7 g/kg

4 Bekanntmachungen sachverständiger Stellen

Die in den Abschnitten 1, 2 und 3 genannten Bekanntmachungen sachverständiger Stellen sind beim Deutschen Patentamt in München archivmäßig gesichert niedergelegt. Die DIN-Normen sind im Beuth-Verlag GmbH, Berlin und Köln erschienen.

Anlage 2

(zu § 6 Abs. 1 und 2)

Zum Ausfüllen bitte Hinweise
auf der Rückseite beachten!

**Erklärung
über die Entsorgung von Altölen**

Nr. ¹⁾

Altölart ²⁾	Abfallschlüssel ³⁾	m ³	Menge ⁴⁾	t

Erklärungspflichtiger ⁵⁾: Tankstelle/Kfz-Werkstatt = 1 sonstiger Gewerbe- oder Industrie-
 betrieb/öffentliche Einrichtung = 2 Kaufhaus/Ladengeschäft = 3 Hersteller/Großhandel = 4
 Altölsammler = 5 Beförderer bei Einfuhr, Ausfuhr oder Durchfuhr = 6

⁵⁾

Dem Altöl wurden im Betrieb keine Fremdstoffe wie synthetische Öle auf der Basis von PCB oder deren Ersatzprodukte, für eine Aufarbeitung ungeeignete Altöle oder Abfälle, insbesondere Abfälle im Sinne des § 2 Abs. 2 AbfG, beigelegt.

Firma/Anschrift

Datum

Unterschrift/Firmenstempel

⁶⁾

Das Altöl enthält _____ mg/kg PCB; _____ g/kg Gesamthalogen nach dem Analyseergebnis vom

_____ 198__ der Untersuchungsstelle _____

Firma/Anschrift

Datum

Unterschrift/Firmenstempel

Anlage 2 (Rückseite)

Folgende Hinweise sind zu beachten:

Die Erklärung über die Entsorgung von Altölen ist vom Erklärungspflichtigen (§ 6 Abs. 1 der Altölverordnung) und gegebenenfalls vom Untersuchungspflichtigen (§§ 5 Abs. 2 Satz 1, 6 Abs. 2 der Altölverordnung) nach Maßgabe der nachstehenden Hinweise abzugeben:

- 1) Hier ist die Nummer des Begleitscheines einzutragen, soweit der Erklärungspflichtige nach § 11 Abs. 2 oder 3 des Abfallgesetzes in Verbindung mit der Abfallnachweis-Verordnung Begleitscheine auszufüllen hat.
 - 2) und 3) Hier sind die Bezeichnungen aus der Verordnung zur Bestimmung von Abfällen nach § 2 Abs. 2 des Abfallgesetzes, die Bezeichnungen des Abfallkataloges der Informationsschrift „Abfallarten“ oder die von der zuständigen Behörde mitgeteilten Bezeichnungen einzusetzen.
 - 4) Die Angaben zur Altölmenge können in m³ oder t eingesetzt werden.
 - 5) Im letzten Feld ist die für den Erklärungspflichtigen zutreffende Zahl einzusetzen.
 - 6) Diese Angaben sind vom Untersuchungspflichtigen (§§ 5 Abs. 2 Satz 1, 6 Abs. 2 der Altölverordnung) zu machen (Altölbesitzer, welche die Altöle aufarbeiten, thermisch verwerten oder in den, aus dem oder durch den Geltungsbereich des Abfallgesetzes verbringen. Die Angaben sind auch zu machen, soweit die Untersuchungen auf PCB und Gesamthalogen durch Dritte im Auftrag des Untersuchungspflichtigen oder durch eine von der zuständigen Behörde bestimmten Untersuchungsstelle erfolgen.
-