

Testmethoden für die Bewertung der Ablagerungseignung von MBA-Abfällen

A. Bockreis, C. Brockmann, J. Jäger

66 Einleitung

Durch die Einhaltung der Zuordnungswerte der Deponieklasse II im Anhang B der TA Siedlungsabfall soll in den zukünftigen Deponien die Deponiegasbildung vermindert und die organische Sickerwasserbelastung möglichst gering gehalten werden. Nur durch den Behandlungsschritt der Verbrennung können bisher i.d.R. diese Zuordnungswerte (z.B. für Glühverlust und TOC) eingehalten werden. Allerdings wird mit den Parametern Glühverlust und TOC der gesamte organische Anteil bestimmt, unabhängig von dessen biologischer Abbaubarkeit. Weiterhin erfolgt beim Glühverlust eine Erfassung der anorganischen Komponenten. Zusätzlich sollen zur Charakterisierung von MBA-Abfällen die beiden Parameter Gärtest (GB 21) und Atmungstest (AT₄) zugelassen bzw. vorgeschrieben werden. Im Rahmen des BMBF-Verbundprojektes "Mechanisch-biologische Behandlung von zu deponierenden Abfällen" wurden für die beiden Parameter Methodenvorschriften entwickelt und auf ihre Anwendbarkeit überprüft.

67 Gesetzliche Grundlagen

Bedingt durch die derzeit gültigen Zuordnungswerte im Anhang B der TA Siedlungsabfall dürfen ab dem Jahr 2005 nur noch thermisch vorbehandelte Abfälle abgelagert werden, da nur durch diesen Behandlungsschritt die Zuordnungswerte eingehalten werden. In einer Pressemitteilung vom 20.08.1999 legte das Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit (BMU) die Eckpunkte für die Zukunft der Entsorgung von Siedlungsabfällen fest. So sollen die Prinzipien der Kreislaufwirtschaft umgesetzt werden und bis zum Jahr 2020 alle Siedlungsabfälle einer vollständigen umweltverträglichen Verwertung zugeführt werden. Weiterhin wurde festgelegt, daß eine hochwertige mechanisch-biologische Abfallbehandlung (MBA) neben der thermischen Behandlung als gleichwertig angesehen wird. Es wird daran festgehalten, das spätestens ab dem Jahr 2005 nur noch vorbehandelte Abfälle abgelagert werden. [BMU 99]

Als alternative Parameter zur Beurteilung der Reaktivität von MBA-Abfällen und somit zu deren Beurteilung der Ablagerbarkeit werden sowohl von wissenschaftlicher als auch gesetzgeberischer Seite aus die Parameter Atmungstest und Gärtest genannt [Binner et al. 99, Brockmann et al. 99, Bröker 2000, UBA 99, BMU 2000].

Mit diesen Parametern soll die Leistungsfähigkeit von MBA-Verfahren eingeordnet werden. Darüber hinaus soll eine Abschätzung ermöglicht werden, ob bzw. in welchem Maße mit Emissionen nach der Ablagerung zu rechnen ist.

68 Methodenentwicklung allgemein

Da bislang keine standardisierten Verfahren zum Atmungstest bzw. Gärtest für feste Abfallstoffe, insbesondere für MBA-Abfälle, bestehen, wurden im Rahmen des BMBF-Verbundvorhabens "Mechanisch-biologische Behandlung von zu deponierenden Abfällen" von der Arbeitsgruppe Qualitätssicherung Ringversuche durchgeführt und auf deren Basis detaillierte Methodenvorschläge erarbeitet. Es ist davon auszugehen, daß bei Anwendung der verabschiedeten Methoden von verschiedenen Prüflaboratorien vergleichbare Ergebnisse erzielt werden. Allerdings hat die Probenahme einen entscheidenden Einfluß auf die zu erwartenden Fehlerbereiche der Gesamtbestimmung, insbesondere bei einem derart inhomogenen Material wie Restabfall. Vergleichbare Ergebnisse können demnach also nur dann erreicht werden, wenn die Festlegung der Probenahme ebenfalls Eingang in die gesetzlichen Regelwerke findet.

Zu berücksichtigen sind hierbei in erster Linie die folgenden Aspekte:

- Erlangung einer repräsentativen Probe
 - Art der Einzelprobenentnahme (Anzahl, Menge)
 - Erstellung von Mischproben
 - Erstellung der zur Analyse gelangenden Teilprobe
- Optimale Eigenschaften der Teilprobe hinsichtlich der nachfolgenden Analyse
- Einfachheit der Durchführung hinsichtlich
 - Zeitaufwand
 - erforderlicher technischer Ausrüstung

Die verabschiedeten Methoden stellen eine Zusammenfassung der wissenschaftlichen Erkenntnisse dar und wurden im allgemeinen Konsens erarbeitet. Bei einigen Punkten bestand bzw. besteht allerdings noch Diskussions- und Forschungsbedarf. Beispielsweise ist bei beiden Methoden der Einfluß der Aufbereitungsart (z.B. Zerkleinerung, Absiebung) sowie die Art der Aufbewahrung (z.B. Trocknung, Tiefrieren) auf die Analyseergebnisse nicht zu unterschätzen.

Von den Teilnehmern der AG Qualitätssicherung wird es daher als notwendig angesehen, beide Methodenvorschriften nach einem angemessenen Zeitraum, in dem Erfahrungen mit der Durchführung gesammelt und ausgetauscht werden können, einer eingehenden Überprüfung und Überarbeitung zu unterziehen.

69 Methodenentwicklung: Atmungstest

Als Atmungstest wird der Sauerstoffverbrauch pro Zeiteinheit während des aeroben Abbaus von organischer Substanz bezeichnet. Die Bestimmung gibt somit Aufschluß über die momentane biologische Aktivität, was als Vorteil gegenüber physikalisch-chemischen Verfahren zu sehen ist. Der Analysezeitraum beträgt für AT₄ vier Tage bzw. 96 h und für AT₇ entsprechend sieben Tage. Festzustellen ist, daß mit der relativ kurzen Versuchsdauer von vier Tagen nur eine Abschätzung der Reaktivität erfolgt, es wird nur die Anfangsphase repräsentiert.

Für die Durchführung des Atmungstests gab es bisher keine einheitliche Vorgehensweise. So erfolgte die Messung entweder über die O₂-Zehrung oder über die CO₂-Produktion. Favorisiert wurde in der verabschiedeten Methodenvorschrift die Messung in einem Respirometer, wobei die Möglichkeit zum Nachweis der Gleichwertigkeit von anderen Geräten gegeben ist. Respirometer stammen aus dem Bereich der Abwasseranalytik, wo sie zur Bestimmung des biologischen Sauerstoffbedarfs (BSB) von Flüssigproben entwickelt wurden. Die von der AG Qualitätssicherung verabschiedete Methode ist in Anhang I dargestellt.

Ein Schwerpunkt bei der Diskussion während der Methodenentwicklung lag beim Atmungstest auf der Einstellung des Wassergehaltes der Probe. Weiterhin wurde diskutiert, ob eine ausführlichere Ergebnisdokumentation (z.B. Darstellung der Summenkurven, Versuchsbericht) notwendig ist, um die Ergebnisse leichter nachvollziehbar und umfassend zu gestalten.

70 Methodenentwicklung: Gärtest

Beim Gärtest (GB 21) wird die anaerobe Abbaubarkeit eines Substrats im Labormaßstab im unbeeinflussten Standversuch unter optimierten Bedingungen getestet. Der Analysenzeitraum beträgt 21 Tage.

Durchgeführt wird der Gärtest auf Grundlage der DIN 38 414 Teil 8 (DEV S8) – Bestimmung des Faulverhaltens von Schlamm und Sedimenten. Die von der AG Qualitätssicherung verabschiedete Methode ist in Anhang II dargestellt.

Diskussionsbedarf bei der Methodenentwicklung des Gärtests gab es zum einen bei der Art und Aufbewahrung des Impfschlammes und zum anderen bei der Berücksichtigung der lag-Phase und der Berechnung der Gasproduktion im Untersuchungszeitraum von 21 Tagen. Weiterhin wurde, dem Atmungstest entsprechend, eine ausführlichere Ergebnisdokumentation diskutiert.

71 Vergleich der Gasbildung im Deponiereaktorversuch und im Gärtest

Im Rahmen des BMBF-Verbundprojektes wurden, parallel zu sogenannten Langzeitgärttests, Reaktorversuche durchgeführt, um die zu erwartende Deponiegasproduktion bei verdichtetem Einbau der MBA-Abfälle zu ermitteln. Die Versuche wurden unter optimalen Bedingungen durchgeführt (T = 35 °C, WG = 33,3 Gew.% FS), um eine Abschätzung maximal zu erwartender Gasbildungsraten zu ermöglichen. Diese liegen im Anfangsbereich zwischen 0,01 und 0,15 NI/kg oTS*d (s. Abbildung 1). Die im Gärtest gebildeten Gasraten liegen um den Faktor 4 bis 15 darüber, bei Werten zwischen 0,15 und 0,6 NI/kg oTS*d (s. Abbildung 2) [Danhamer et al. 99]. Damit zeigt sich, daß mit dem Gärtest eine Abschätzung der maximalen Gasbildungsrate möglich ist, d.h. es werden Überbefunde bezüglich der Reaktivität erzielt.

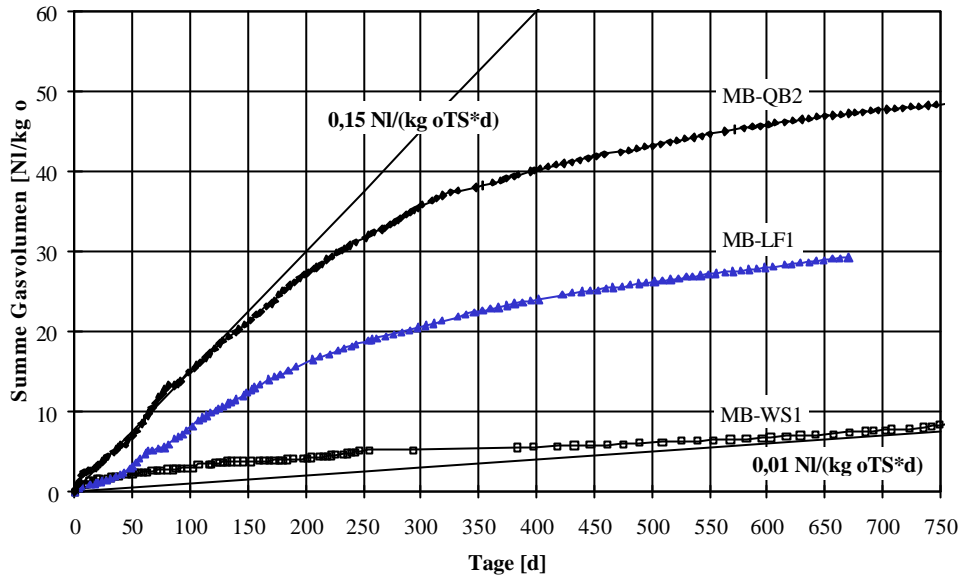


Abb. 1 Gasbildung im Deponiereaktorversuch bei 35°C, 33,3 Gew.-% FS Wassergehalt (300-Liter Reaktoren, 250 kN/m² Verdichtung) [Danhamer et al. 99]

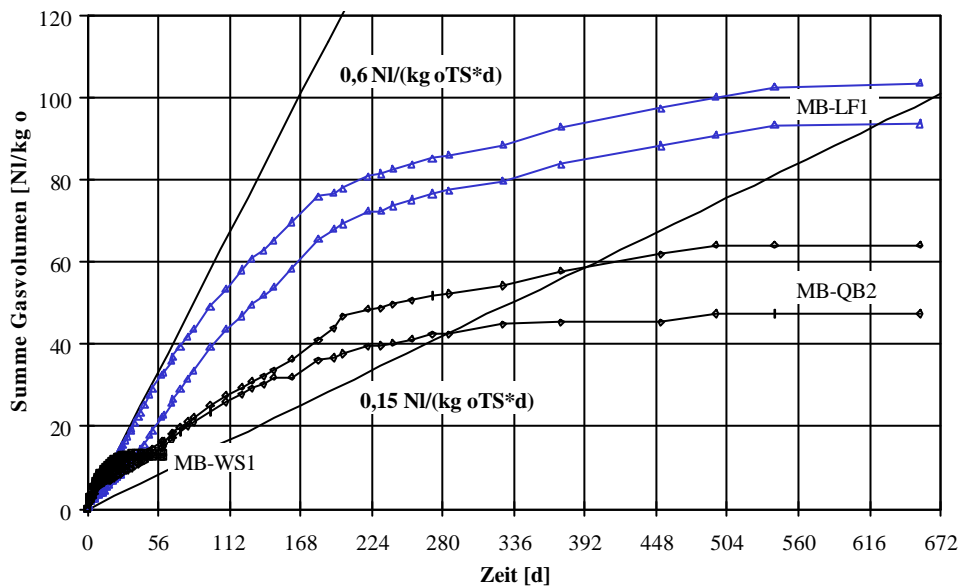


Abb. 2 Gasbildung im Gärttest bei 35°C, 90 Gew.-% FS Wassergehalt [Danhamer et al. 99]

72 Ringversuch

Auf der Basis eines ersten Laborvergleichs [vgl. Dach et al. 96] sowie durch Diskussion der verschiedenen Hausmethoden und weiterer Forschungsergebnisse wurde ein weiterer Ringversuch für die Parameter AT₄ und GB 21 durchgeführt, um deren Eignung zur Standardisierung zu testen. Die getesteten Methoden stehen in unmittelbarem Zusammenhang mit den endgültig verabschiedeten Methoden-

vorschriften, wie sie in Anhang I und II aufgeführt sind, und unterscheiden sich hauptsächlich im Bereich der Probenaufbereitung [Brockmann et al. 99].

Von einer nicht am Verbund beteiligten Anlage wurden jeweils drei Materialproben unterschiedlicher Behandlungsdauer zur Untersuchung verschickt:

Probe 1: MBA-Abfall, Behandlungsdauer ca. 2 Wochen

Probe 2: MBA-Abfall, Behandlungsdauer ca. 4 Wochen

Probe 3: MBA-Abfall, Behandlungsdauer ca. 8 - 12 Wochen

Tab. 1 Ringversuchsergebnisse für die Parameter AT₄ und GB 21

Teilnehmer	AT ₄			GB 21		
	Probe 1 mg O ₂ / g TS	Probe 2 mg O ₂ / g TS	Probe 3 mg O ₂ / g TS	Probe 1 L/kg TS	Probe 2 L/kg TS	Probe 3 L/kg TS
Nr. 1	15,5	9,5	8,7	23,7	18,2	19,1
Nr. 2	15,8	12,4	9,4	n.b.	n.b.	n.b.
Nr. 3	14,9	10,9	8,6	a.M.	a.M.	a.M.
Nr. 4	15,2	9,7	7,9	36,2	16,0	14,9
Nr. 5	13,4		7,0	37,0	18,9	10,1
Nr. 6	18,6	11,1	8,5	n.b.	n.b.	n.b.
Nr. 7	16,1	9,3	6,4	a.M.	a.M.	a.M.
Nr. 8	17,5	11,5	7,5	n.b.	n.b.	n.b.
Nr. 9				n.b.	n.b.	n.b.
Nr. 10	n.b.	n.b.	n.b.	29,0	14,0	13,0
Nr. 11	17,5	10,0	9,3	a.M.	a.M.	a.M.
Nr. 12	a.M.	a.M.	a.M.	n.b.	n.b.	n.b.
Nr. 13	14,4	9,6	8,7	43,0	14,7	19,7
Nr. 14	15,3	10,4	9,9	23,3	12,1	9,3
Nr. 15	20,3	9,5	6,4	37,5	15,9	16,8
Nr. 16	16,7	10,8	8,5	33,6	14,0	12,2
Mittelwert	16,25	10,39	8,22	32,91	15,48	14,39
Standardabweichung	1,86	0,96	1,11	7,00	2,27	3,92
Vergleichs-VK	11,43%	9,28%	13,55%	21,28%	14,65%	27,24%

n.b. = nicht bestimmt

a.M. = abweichende Methode

Von jeder Probe wurden 2-3 kg Frischmaterial (analysenfertig auf eine Korngröße < 10 mm) versandt. Das Impfmateriel für den GB 21 wurde von der Fraunhofer Gesellschaft – Institut Grenzflächen und Bioverfahrenstechnik in Stuttgart zur Verfügung gestellt.

Die Ringversuchsergebnisse für die Parameter AT₄ und GB 21 sind in Tabelle 1 aufgeführt. Die in der Tabelle grau unterlegten Felder wurden als Ausreißer (Typ 2) ermittelt und bei der Berechnung der Mittelwerte nicht berücksichtigt. Die Ergebnissfelder der Laboratorien, die an der Untersuchung des jeweiligen Parameters nicht teilgenommen haben, sind mit n.b. gekennzeichnet. Die Ergebnissfelder der Laboratorien, die, z.T. aufgrund interner Probleme, stark abweichende Methoden verwendet haben, sind mit a.M. gekennzeichnet.

Die für die zu überprüfenden Methoden erhaltenen Vergleichs-Variationskoeffizienten sind mit etwa maximal 14 % für AT₄ und 27 % für GB 21 vor dem Hintergrund der schwierigen Matrix und der Instabilität biologischer Prozesse als absolut ausreichend anzusehen.

73 Fazit

Die genannten Parameter können auf Basis einer einheitlichen Methode die biologische Restaktivität von MBA-Abfällen charakterisieren.

Die vorgestellten Methodenvorschriften sind geeignet, bei Anwendung durch verschiedene Prüflaboratorien vergleichbare Ergebnisse zu erzielen. Dies konnte anhand des durchgeführten Ringversuchs mit den erzielten Vergleichs-Variationskoeffizienten bestätigt werden. Es ist sinnvoll, die festzusetzenden Grenzwerte für GB 21 und AT₄ auf diese Methoden abzustimmen.

Es wird als notwendig angesehen, beide Methodenvorschriften nach einem angemessenen Zeitraum, in dem Erfahrungen mit der Durchführung gesammelt und ausgetauscht werden können, einer eingehenden Überprüfung und Überarbeitung zu unterziehen.

74 Literatur

- Binner et al. 99 Binner, E.; Zach, A.: Beurteilung der Reaktivität von Endprodukten aus mechanisch-biologischen Behandlungsanlagen. Waste Magazin 1/1999
- BMU 99 Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit: BMU legt Eckpunkte für die Zukunft der Entsorgung von Siedlungsabfällen vor. BMU-Pressemitteilung vom 20.08.1999
- Brockmann et al. 99 Brockmann, Ch., Bockreis, A.; Danhamer, H.; Jager, J.: Analytische Qualitätssicherung im Verbundvorhaben. Verbundvorhaben Mechanisch-biologische Behandlung von zu deponierenden Abfällen. Beiträge der Ergebnispräsentation. Potsdam 1999
- Bröker et al. 2000 Bröker, E.; Ketelsen, K.: Untersuchung von Restabfällen mit dem Gärtest. Entsorgungspraxis. EP 1-2/2000
- Dach 98 Dach, J.: Zur Deponiegas- und Temperaturentwicklung in Deponien mit Siedlungsabfällen nach mechanisch-biologischer Abfallbehandlung. Dissertation. Schriftenreihe WAR der TU Darmstadt, Bd. 107, Darmstadt 1998
- Dach et al. 96 Dach, J.; Danhamer, H.; Jager, J.: Ergebnisse eines Laborvergleiches zur Harmonisierung des Gärtests für feste Siedlungsabfälle. Waste Reports 4, 1996
- Dahamer 99 Danhamer, H.; Jager, J.: Gasbildung mechanisch-biologisch vorbehandelter Abfälle – Einfluß der Temperatur und des Wassergehalts. Entsorgungspraxis. EP 4/1999
- UBA 99 Umweltbundesamt Berlin (III 4): Bericht zur "Ökologischen Vertretbarkeit" der mechanisch-biologischen Vorbehandlung von Restabfällen einschließlich deren Ablagerung. Berlin Juli 1999

Anschrift der Autoren:

Dipl.-Ing. Anke Bockreis, Dr. rer. nat. Christiane Brockmann, Prof. Dr. Johannes Jager
Technische Universität Darmstadt
Institut WAR, Fachgebiet Abfalltechnik,
Petersenstr. 13
64287 Darmstadt

BMBF-Verbundvorhaben

„Mechanisch-biologische Behandlung von zu deponierenden Abfällen“

AT₄

1. Testgerät:

- Die Bestimmung des AT₄ erfolgt mit einem Sapromat, Respiromat oder einem gleichwertigen Gerät. Alle Abweichungen von der nachfolgend aufgeführten Methode sind zu dokumentieren.

2. Temperatur:

- 20 ± 1°C im temperierten Wasserbad oder Klimaraum.

3. Probenlagerung:

- Innerhalb von 48 h nach der Probennahme müssen die Probenaufbereitungen abgeschlossen und der Test gestartet sein. In diesem Zeitraum sind Temperaturen über 4°C maximal 24 h zulässig. Ist diese Vorgehensweise nicht zu gewährleisten, so ist die Probe innerhalb von 24 h nach der Probennahme bei – 18 bis – 20 °C einzufrieren. Das Einfrieren der Probe ist bei der Auswertung zu dokumentieren. Das schonende Auftauen der Probe soll innerhalb von 24 h erfolgen, dabei darf die Temperatur 20°C nicht überschreiten.

4. Probenaufbereitung:

- Die Originalprobe ist in ihrer Gesamtheit feucht auf < 10 mm zu zerkleinern. Gegebenenfalls können Störstoffe (Glas, Steine und Metalle) vor dem Zerkleinern ausgeschleust werden. Ihre Massenanteile sind bei der Auswertung des Versuchs zu berücksichtigen.

5. Einstellung des Wassergehaltes:

- 300 g der aufbereiteten Probe werden mit 300 ml Leitungswasser angefeuchtet und in die in Anhang 1 beschriebene Apparatur überführt. Nach Auflegen des Deckels und Abdichtung wird ein Unterdruck von ca. 100.000 Pa (Wasserstrahlvakuum) angelegt und über 30 min gehalten. Das abfiltrierte Wasservolumen ist zu bestimmen und von den zugegebenen 300 ml Leitungswasser abzuziehen. Die so ermittelte Wassermasse ist dem Teil der Probe zuzugeben, der in die Testapparatur eingebaut wird.
Liegt der Wassergehalt der einzusetzenden Probe über dem ermittelten Wassergehalt, so ist die Probe ohne weiteres Anfeuchten in die in Anhang 1 beschriebene Apparatur zu überführen, über 30 min dem Unterdruck in der Saugnutsche auszusetzen und in die Testapparatur einzubauen.

6. Probenmasse:

- Es werden 40 g Probe, die auf den oben ermittelten Wassergehalt eingestellt wurde, eingesetzt.

7. Anzahl der Parallelansätze:

- Die Proben werden in drei Parallelansätzen untersucht.

8. Versuchsdauer und Auswertung:

- Der Bewertungszeitraum beträgt 4 Tage und beginnt nach der anfänglichen lag-Phase. Die lag-Phase ist beendet, wenn der mittlere Sauerstoffverbrauch, ausgedrückt als 3-Stunden-Mittelwert, 25 % des Wertes beträgt, der sich als 3-Stunden-Mittelwert im Bereich der größten Steigung des Sauerstoffverbrauchs innerhalb der ersten 4 Tage ergibt.
Die Masse des in der lag-Phase verbrauchten Sauerstoffs wird von der Masse des in der gesamten Versuchsdauer (lag-Phase + 4 Tage) verbrauchten Sauerstoffs abgezogen und darf nicht mehr als 10 % des Gesamtwertes betragen. Ansonsten darf die Bestimmung nicht

gewertet werden.

Die Meßwerte sind stündlich zu erfassen.

- Zur Darstellung der Analysenfunktion und der 3-Stunden-Mittelwerte werden auf der x-Achse die Versuchsdauer (in Stunden) und auf der y-Achse die summierten Sauerstoffmassen (in mg O₂ je g Trockenmasse) aufgetragen.

9. Angabe des Ergebnisses:

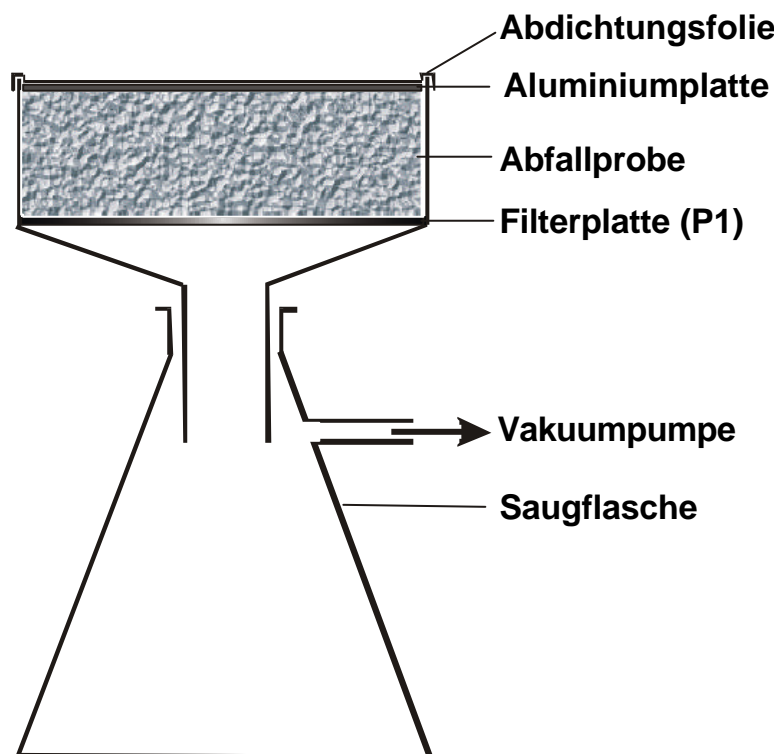
- Das Ergebnis wird mit zwei signifikanten Stellen in mg O₂ je g Trockenmasse angegeben. Es sind der Mittelwert und die Standardabweichung anzugeben. Weicht ein einzelner Wert der Dreifachbestimmung mehr als 20 % vom Mittelwert ab, so ist der Wert als Ausreißer zu eliminieren. Die Berechnung des neuen Mittelwertes erfolgt aus den 2 verbleibenden Werten.

10. Gleichwertigkeit anderer Verfahren:

- Die Anwendung gleichwertiger Methoden oder der Ersatz einzelner Arbeitsschritte oder Festlegungen der oben genannten Methode durch gleichwertige Maßnahmen ist zulässig. Der Nachweis der Gleichwertigkeit ist durch den Anwender zu erbringen.

Apparatur:

Geräte: Saugflasche, vakuumfest, Inhalt 1 bis 2 Liter, mit Gummikonus
Filternutsche, Durchmesser 120 mm, Filterplatte (P1), Inhalt 1 Liter, Ausführung mit senkrechten Seitenwänden
Aluminiumplatte, Durchmesser gleich Innendurchmesser Nutsche
Vakuumpumpe und Unterdruckmanometer



Schema der Apparatur zur Einstellung des Wassergehalts

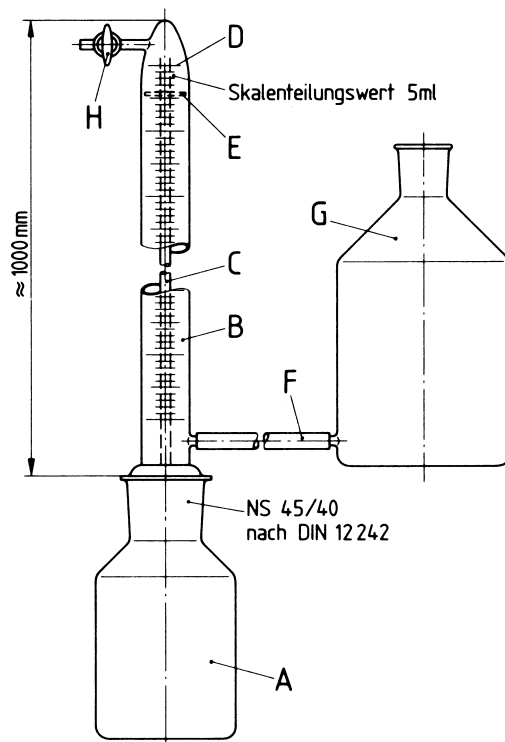
BMBF-Verbundvorhaben
„Mechanisch-biologische Behandlung von zu deponierenden Abfällen“
GB 21

1. Allgemeines:

- Der Gärtest wird auf Grundlage der DIN 38 414 Teil 8 (DEV S8) mit Modifikationen (s. Punkte 4 – 11) durchgeführt. Alle Abweichungen von der nachfolgend aufgeführten Methode sind zu dokumentieren.

2. Versuchsaufbau und Gasmessung:

- Für die Durchführung der Bestimmung wird eine Apparatur nach Bild 1 verwendet.
„Sie besteht aus einem Eudiometerrohr (B) mit einem Volumen von 300 bis 400 ml, das von oben nach unten graduiert ist (Skalenteilungswert 5 ml) und mit einem Glasschliff auf die Standflasche (A), Volumen etwa 500 ml, aufgesetzt wird. Durch den Boden des Eudiometerrohres geht ein Verbindungsrohr (C), das dem in der Standflasche entwickelten Faulgas den Eintritt in das Meßrohr ermöglicht. Das Verbindungsrohr wird durch vierseitig angebrachte Glasstäbe in der Position gehalten (E). Am unteren Ende des Eudiometerrohres ist eine Glasolive angebracht, von der eine ausreichend lang bemessene Schlauchverbindung (F) zu einem Niveaugefäß (G) aus Glas oder Kunststoff (Volumen mindestens 750 ml) führt. Am oberen Ende des Eudiometerrohres ist ein Kegelhahn (H) zur Entnahme von Gasproben und zur Einstellung des Nullpunktes (D) angebracht.“ [DIN 38 414 Teil 8, Seite 3]
- *„Sperrflüssigkeit: 30 ml Schwefelsäure, H_2SO_4 ($\rho = 1,84$ g/ml), werden zu 1 l destilliertem Wasser gegeben; in dieser Mischung werden unter leichtem Erwärmen 200 g Natriumsulfat-Decahydrat, $Na_2SO_4 \cdot 10 H_2O$, gelöst. Die Lösung wird durch Zugabe einiger Tropfen Methylorange-Lösung (0,1 g Methylorange-Natriumsalz gelöst in 100 ml destilliertem Wasser) rotorange gefärbt. Die Sperrflüssigkeit ist bei Raumtemperatur aufzubewahren. Bei niedrigen Temperaturen kann Natriumsulfat auskristallisieren, das erst durch Erwärmen der Mischung wieder in Lösung gebracht werden muß.“* [DIN 38 414 Teil 8 – Seite 3]
- *„Die Standflasche (A) wird mit der angegeben...“* Menge Probe, Impfschlamm und Wasser *„... gefüllt; die in der Flasche enthaltene Luft wird mit Stickstoff verdrängt und das Eudiometerrohr (B) aufgesetzt. Mit Hilfe des Niveaugefäßes (G) wird bei geöffnetem Hahn (H) des Eudiometerrohres das Niveau der Sperrflüssigkeit auf die 0-Marke eingestellt. Dabei darf auf keinen Fall Sperrflüssigkeit in das Verbindungsrohr (C) und damit in...“* den Probenraum *„... übertreten. Das Niveaugefäß muß noch etwa zu einem Viertel gefüllt sein. Anschließend wird der Hahn (H) geschlossen. Die Standflasche (A) mit der...“* Probenmischung *„...ist im Dunkeln aufzubewahren. Das entwickelte Gasvolumen wird jeweils bei Niveaugleichheit der Sperrflüssigkeit mit dem Eudiometerrohr und Niveaugefäß abgelesen, nachdem vorher der Inhalt der Standflasche (A) vorsichtig umgeschwenkt wurde.“* [DIN 38 414 Teil 8, Seite 5]
- *„Bei jeder Ablesung des Gasvolumens im Eudiometerrohr sind Temperatur und Luftdruck zu bestimmen, um das Gasvolumen auf den Normstand umrechnen zu können. Das Niveau der Sperrflüssigkeit wird – je nach Gasentwicklung – nach jeder oder nach mehreren Ableseungen bei geöffnetem Hahn (H) auf 0 eingestellt; dabei darf keine Luft durch den Hahn (H) angesaugt werden.“* [DIN 38 414 Teil 8, Seite 5]



- A Standflasche mit Schlammprobe, Inhalt 500 ml, z. B. Standflasche DIN 12 039 – W 500
- B Eudiometerrohr, Inhalt 300 bis 400 ml, Durchmesser 30 bis 35 mm, Skalenteilungswert 5 ml
- C Verbindungsrohr, Durchmesser etwa 6 mm
- D Nullmarke
- E Haltestifte bzw. Abstandhalter oder Lochverbindung zwischen Mantel des Eudiometerrohres und Verbindungsrohr
- F Schlauchverbindung
- G Niveaugefäß, Inhalt min. 750 ml, z. B. Stutzenflasche DIN 12 037 – K 1
- H Einweg-Kegelhahn, z. B. Küken DIN 12 541 – EM 3

Bild 1 Versuchsanordnung zur Bestimmung des Faulverhaltens von Schlamm (DIN 38 414 Teil 8, Seite 6)

3. Temperatur:

- $35 \pm 1^\circ\text{C}$ im temperierten Wasserbad oder Klimaraum [nach DIN 38 414 Teil 8].

4. Probenlagerung:

- Innerhalb von 48 h nach der Probennahme müssen die Probenaufbereitungen abgeschlossen und der Test gestartet sein. In diesem Zeitraum sind Temperaturen über 4°C maximal 24 h zulässig. Ist diese Vorgehensweise nicht zu gewährleisten, so ist die Probe innerhalb von 24 h nach der Probennahme bei -18 bis -20°C einzufrieren. Das Einfrieren der Probe ist bei der Auswertung zu dokumentieren. Das schonende Auftauen der Probe soll innerhalb von 24 h erfolgen, dabei darf die Temperatur 35°C nicht überschreiten.

5. Probenaufbereitung: Aufbereitung der Probe auf < 10 mm:

- Die Originalprobe ist in ihrer Gesamtheit feucht auf < 10 mm zu zerkleinern. Gegebenenfalls können Störstoffe (Glas, Steine und Metalle) vor dem Zerkleinern ausgeschleust werden. Ihre Massenanteile sind bei der Auswertung des Versuchs zu berücksichtigen.

6. Impfschlamm:

- „Als Impfschlamm eignet sich Faulschlamm einer kommunalen Kläranlage, der keiner meßbaren Hemmung während der Faulung unterlegen ist und der etwa einen Monat unter den nachstehenden Bedingungen gehalten wurde. Er darf keine größeren Teile enthalten und soll möglichst wenig Gas entwickeln. Es ist zweckmäßig, ein größeres Volumen (etwa 10 l) des Impfschlammes mit etwa 5 % Trockenrückstand unter anaeroben Bedingungen im geschlossenen System bei (35 ± 1) °C bereitzuhalten, um eine größere Anzahl von Untersuchungen gleichzeitig durchführen zu können. Im letzten Fall ist dafür Sorge zu tragen, daß die Umgebungstemperatur keinen größeren Schwankungen unterliegt (z.B. Abdeckung der Apparatur durch eine Haube o. ä.). Dem Impfschlamm...“ kann „... bei der weiteren Lagerung alle 2 Wochen ein geringer Volumenanteil an faulfähigen Stoffen (etwa 0,1 %) in Form von Rohschlamm...“ zugesetzt werden. „... Der Rohschlamm muß frei von toxischen Stoffen sein und sollte keine größeren Teile enthalten. Nach jeder Zugabe muß gründlich gemischt werden. Dieser Impfschlamm darf erst 1 Woche nach der letzten Rohschlammzugabe für den Versuchsansatz verwendet werden.“ [DIN 38 414 Teil 8, Seite 4]

7. Probenmasse:

- Es werden 50 g der aufbereiteten Probe in die Versuchsanlage eingesetzt. Die Proben werden mit 50 ml Impfschlamm versetzt und der Ansatz mit Leitungswasser auf 300 ml aufgefüllt.

8. Referenzansatz:

- Zur Kontrolle der Gasbildung des Impfschlammes wird Mikrokristalline Cellulose eingesetzt. Dazu werden 1 g Cellulose mit 50 ml Impfschlamm versetzt und der Ansatz mit Leitungswasser auf 300 ml aufgefüllt. Der Referenzansatz kann während der gesamten Versuchsdauer gerührt werden.
- Bei dem Referenzansatz müssen mindestens 400 NI/kg erreicht werden, anderenfalls sind die Ergebnisse zu verwerfen und die Versuchsbedingungen und der Impfschlamm müssen überprüft werden.

9. pH-Wert:

- Der pH-Wert des Testansatzes muß bei Beginn und Ende gemessen werden.
- Wird ein pH-Wert von 6,8 unter- oder von 8,2 überschritten, so darf die Bestimmung nicht gewertet werden. Wird der pH-Wert schon zu Beginn über- bzw. unterschritten und zur Einstellung des pH-Wertes ein Alkalisierungsmittel (Natronlauge oder Kalilauge) bzw. Salzsäure zum Senken des pH-Wertes verwendet, so ist dies bei der Angabe des Ergebnisses zu dokumentieren.

10. Anzahl der Parallelansätze:

- Die Proben werden in drei Parallelansätzen untersucht.
- Impfschlamm und Cellulose werden in zwei Parallelansätzen untersucht.

11. Versuchsdauer und Auswertung:

- Die Ermittlung der gebildeten Gasvolumina erfolgt analog DIN 38 414 Teil 8, Nr. 10:

Vorlage für die Datensammlung und Berechnung für jeden Ansatz ist Tabelle 1. Mit folgender Gleichung ist die Berechnung des Normvolumens des in den einzelnen Zeitschnitten gebildeten Gases durchzuführen:

$$V_0 = V \cdot \frac{(p_L - p_w) \cdot T_0}{p_0 \cdot T} \quad (1) \text{ [nach DIN 38 414 Teil 8, S. 8]}$$

V_0	Gasvolumen, in ml
V	gebildetes Gasvolumen, in ml
p_L	Luftdruck zum Zeitpunkt der Ablesung, in mbar
p_w	Dampfdruck des Wassers bei der Temperatur des umgebenden Raumes, in mbar
T_0	Normtemperatur, $T_0 = 273 \text{ K}$
p_0	Normdruck, $p_0 = 1013 \text{ mbar}$
T	Temperatur des Gases bzw. des umgebenden Raumes, in K

Tabelle 1 Muster für die Auswertung des Tests [nach DIN 38 414 Teil 8, S. 9]

1	2	3	4	5	6	7
Datum	Uhrzeit	Gebildetes Gasvolumen	Temperatur	Dampfdruck des Wassers	Luftdruck	Normvolumen
		V ml	T K	p_w mbar	p_L mbar	V_0 Nml

Das Versuchsprotokoll nach Tabelle 1 ist für jede angesetzte Mischung aus der Probe ($V_0 \cong V_P$), dem Referenzansatz ($V_0 \cong V_R$) und dem Impfschlamm ($V_0 \cong V_{IS}$) zu führen. Das angefallene Gasvolumen wird schrittweise in der Reihenfolge der Ablesungen summiert. Änderungen des Totvolumens, aufgrund veränderter Temperatur- und Druckverhältnisse zwischen den Ablesungen, sind unerheblich und können deshalb vernachlässigt werden. [DIN 38 414 Teil 8]

Für die weitere Berechnung sind die Gasvolumina der Probe sowie des Impfschlammes (als arithmetische Mittel des Doppelansatzes) in Tabelle 2 einzutragen.

Das Netto-Gasvolumen (V_N) der Probe ergibt sich für gleiche Versuchszeiten als Differenz der Gasvolumina von Probe sowie des arithmetischen Mittels des Doppelansatzes für den Impfschlamm.

Die spezifische Gasbildung V_s von der Probe während der Versuchsdauer berechnet man von Ablesung zu Ablesung schrittweise nach der Gleichung:

$$V_s = \frac{\sum V_n \cdot 10^2}{m \cdot w_T} \quad (2) \text{ [nach DIN 38 414 Teil 8, S. 9]}$$

V_s	spezifisches, auf die Trockenmasse bezogenes gebildetes Gasvolumen während der Versuchszeit, in l/kg
$\sum V_n$	gebildetes Netto-Gasvolumen für die betrachtete Versuchsdauer, in ml
m	Masse der eingewogenen Probe, in g
w_T	Trockenmasse der Probe, in %

Tabelle 2 Muster für die Ermittlung der auf die Trockenmasse bezogenen Gasbildung [nach DIN 38 414 Teil 8, S. 10]

1	2	3	4	5
Versuchsdauer	Summe der Normvolumina	Anteiliges aus dem Impfschlamm entwickeltes Normvolumen	Netto-Gasvolumen der Probe (Spalte 2 – Spalte 3)	Spezifische Gasbildung, bezogen auf die Trockenmasse
d	V_P Nml	V_{IS} Nml	(V_N) Nml	V_S NI/kg

- Bezugsgröße für die Gasbildung ist die Trockenmasse der Probe [NI/kg TS].
- Der Bewertungszeitraum beträgt 21 Tage und beginnt nach der anfänglichen lag-Phase. Die lag-Phase ist beendet, wenn die mittlere Gasbildung, ausgedrückt als 3-Tage-Mittelwert, 25 % des Wertes beträgt, der sich als 3-Tage-Mittelwert im Bereich der größten Steigung der Gasbildungsfunktion innerhalb der ersten 21 Tage ergibt.
- Das Volumen des in der lag-Phase gebildeten Gases wird vom Volumen des in der gesamten Versuchsdauer (lag-Phase + 21 Tage) gebildeten Gases abgezogen und darf nicht mehr als 10 % des Gesamtwertes betragen. Ansonsten darf die Bestimmung nicht gewertet werden.
Bis zum Erreichen der maximalen Gasbildungsrate ist arbeitstäglich abzulesen.
- Zur Darstellung der Analysenfunktion und der 3-Tage-Mittelwerte werden auf der x-Achse die Versuchsdauer (in Tagen) und auf der y-Achse die summierten Gasvolumina (in NI/kg Trockenmasse) aufgetragen.

12. Angabe des Ergebnisses:

- Das Ergebnis wird mit zwei signifikanten Stellen in NI/kg Trockenmasse angegeben. Es sind der Mittelwert und die Standardabweichung der Dreifachbestimmung anzugeben. Weicht ein einzelner Wert der Dreifachbestimmung mehr als 20 % vom Mittelwert ab, so ist der Wert als Ausreißer zu eliminieren. Die Berechnung des neuen Mittelwertes erfolgt aus den 2 verbleibenden Werten.
- Das Ergebnis für die Referenzansätze ist anzugeben.

13. Gleichwertigkeit anderer Verfahren:

- Die Anwendung gleichwertiger Methoden oder der Ersatz einzelner Arbeitsschritte oder Festlegungen der oben genannten Methode durch gleichwertige Maßnahmen ist zulässig. Der Nachweis der Gleichwertigkeit ist durch den Anwender zu erbringen.

Zitierte Normen

DIN 38 414 Teil 8 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammunter-suchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung des Faulverhaltens (S 8); Beuth Verlag GmbH; Berlin 1985