

DIN 38402-24

ICS 13.060.45

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung –
Allgemeine Angaben (Gruppe A) –
Teil 24: Anleitung zur Probenahme von Schwebstoffen (A 24)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –
General informations (group A) –
Part 24: Guidance on sampling of suspended sediments (A 24)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –
Informations générales (groupe A) –
Partie 24: Lignes directrices pour l'échantillonnage des sédiments en suspension (A 24)

Gesamtumfang 34 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Bezeichnung	6
5 Strategien und Ziele der Probenahme von Schwebstoffen	6
5.1 Probenahmeprogramm und -plan	6
5.2 Abhängigkeit des Schwebstoffgehalts vom Abfluss	7
5.3 Häufigkeit, Dauer und Zeitpunkt der Probenahme	8
5.4 Probenahmestellen	8
6 Verfahren zur Schwebstoffgewinnung	9
6.1 Allgemeines	9
6.2 Zentrifugationsverfahren	9
6.3 Absetzverfahren	13
6.4 Filtrationsverfahren	16
6.5 Anforderungen an Pumpen und Schlauchmaterial	18
7 Vor-Ort-Messungen	20
8 Probenidentifizierung und Protokoll	20
9 Transport und Lagerung von Schwebstoffproben	20
10 Sicherheitsvorkehrungen	21
11 Qualitätssicherung	22
12 Interpretation der Daten	23
12.1 Allgemeines	23
12.2 Messwertstreuung, zeitabhängig	23
12.3 Messwertstreuung, ortsabhängig	24
12.4 Korngrößenverteilung und stoffliche Zusammensetzung	24
12.5 Folgerungen für die Interpretation der Messdaten	24
Anhang A (informativ) Beispiel für ein Protokoll — Probenahme von Schwebstoffen mittels Durchlaufzentrifuge (modifiziert nach [5])	26
Anhang B (informativ) Beschreibung von Probenahmegeräten	27
Anhang C (informativ) Erläuterungen	32
Literaturhinweise	34

Bilder

Bild B.1 — Schematische Darstellung einer Durchlaufzentrifuge	27
Bild B.2 — Schematische Darstellung eines Sedimentationsbeckens Wassergütestelle Elbe	28
Bild B.3 — Beispiel: Sedimentationskasten	29
Bild B.4 — Beispiel: Schwimmender Sammler	30
Bild B.5 — Schematische Darstellung einer Tellerfalle im geöffneten Zustand	31

Vorwort

Diese Norm wurde für die Umsetzung der Richtlinie 2000/60/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 23. Oktober 2000 zur Schaffung eines Ordnungsrahmens für Maßnahmen der Gemeinschaft im Bereich der Wasserpolitik¹⁾ entwickelt.

Das zuständige deutsche Gremium ist der NA 119-01-03-01-01 AK „Probenahme“ im NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN.

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Wasserchemischen Gesellschaft — eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker — aufgestellt (siehe Anhang C).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen erforderlich ist.

Zu DIN 38402 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang C.

¹⁾ Nachgewiesen in der DITR-Datenbank der DIN Software GmbH, zu beziehen bei: Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin.

Einleitung

Diese Norm trägt der wichtigen Rolle von Schwebstoffen Rechnung. Unter Schwebstoffen werden hier verstanden: hauptsächlich Schluff- und Ton-Fraktionen ($< 63 \mu\text{m}$) und der Anteil an organischem Kohlenstoff, in fließenden Gewässern als ein Transport-Medium für Pflanzennährstoffe (insbesondere Phosphor), Spurenmetalle und bestimmte Arten organischer Verbindungen.

Obwohl Schwebstoffuntersuchungen schon seit vielen Jahren durchgeführt werden, gibt es kein standardisiertes Verfahren zur Probenahme von Schwebstoffen. Daher soll diese Norm eine Übersicht der verschiedenen Probenahmeverfahren, ihren Fehlern und Alternativen bieten. Diese Norm erhebt keinen Anspruch auf Vollständigkeit.

Das anzuwendende Verfahren und die erforderliche Probenmenge richten sich nach dem Untersuchungsziel. Im Allgemeinen werden zur Untersuchung von physikalischen, chemischen, biologischen und toxikologischen Eigenschaften Proben im Gramm-Bereich benötigt. Im Folgenden sind beispielhaft Messprogramme aufgeführt, die eine Sammelprobeentnahme von Schwebstoffen erfordern:

- a) Bestimmung, Beurteilung oder Kontrolle der Wasserbeschaffenheit hinsichtlich der vorzugsweise an Partikeln adsorbierten Wasserinhaltsstoffe;
- b) Immissionsüberwachung in Fließgewässern zur Überwachung der Auswirkungen von Einleitungen, besonders für chemische und toxikologische Kenngrößen;
- c) Untersuchungen der Wasserbeschaffenheit einschließlich der physikalisch-chemischen Vorgänge zur Ermittlung der Eintragspfade, des Verbleibs und der Auswirkungen von Schwebstoffen mit ihren Nährstoffen und chemischen Schadstoffen;
- d) die Gewinnung von Schwebstoffen für physikalische Bestimmungen inklusive Korngröße sowie der Sediment-Geochemie;
- e) Sammlung von Schwebstoffproben zum Zweck der Langzeitarchivierung [1].

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gibt eine Anleitung für die Probenahme suspendierter Feststoffe mit dem Ziel, die Wasserbeschaffenheit, vor allem von Fließgewässern, hinsichtlich ihres Gehalts und Art der suspendierten Feststoffe zu ermitteln bzw. zu überwachen. Teile der Norm sind auch auf Süßwasserseen, Speicherbecken und Wasser aus Stauanlagen anwendbar, wegen der unterschiedlichen Anforderung an die Probenahmeprogramme werden diese jedoch hier nicht berücksichtigt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken*

ISO 5667-15, *Water quality — Sampling — Part 15: Guidance on preservation and handling of sludge and sediment samples*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Schwebstoff

Feststoff, der durch das Gleichgewicht der Vertikalkräfte in Schwebe gehalten wird

[DIN 4049-3:1994-10, 2.8.24]

ANMERKUNG Er kann unter festgelegten Bedingungen durch Filtrieren, Sedimentieren oder Zentrifugieren aus der Wasserphase abgetrennt werden.

3.2

isokinetische Probenahme

Verfahren zur Probenahme aus fließendem Wasser, wobei das durch die Öffnung in das Probenahmegefäß fließende Wasser die gleiche Geschwindigkeit hat, wie das Wasser in der unmittelbaren Umgebung

ANMERKUNG In Anlehnung an ISO 6107-2:2006.

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Anleitung für die Probenahme von Schwebstoffen (A 24):

Verfahren DIN 38402 — A 24

5 Strategien und Ziele der Probenahme von Schwebstoffen

5.1 Probenahmeprogramm und -plan

Die Entwicklung eines geeigneten Probenahmeplans ist einer der wichtigsten Schritte bei den Überwachungs- und Bewertungsuntersuchungen.

Den Probenahmeplan in Übereinstimmung mit den einzelnen Untersuchungszielen und den spezifischen Anforderungen an die Qualität der Daten erstellen.

Die Probenahmestrategie schließt die Festlegung des Untersuchungsgebietes, die Wahl des Verfahrens und des Untersuchungstyps und die Wahl und Anzahl der Probenahmestellen ein. Diese werden in ein Probenahmeprogramm integriert, das zeitliche Anforderungen, wie Saisonalität, Einleitungsmuster usw., berücksichtigt.

Die erforderliche Genauigkeit der Ergebnisse, lokale Substrattypen, topographische und hydrographische Bedingungen im Untersuchungsgebiet, Informationen über lokale Kontaminationsquellen und die Kenntnis aus vorherigen Untersuchungen (sofern vorhanden) sollten berücksichtigt werden. Die Anzahl der Probenahmestellen, ihre Position und die Anzahl der an jeder Stelle zu entnehmenden Proben sollten vor Beginn der Untersuchung festgelegt werden. Geeignete Anpassungen können vor Ort vorgenommen werden, müssen dann aber nachvollziehbar dokumentiert werden. Bei der Planung von Trend-Untersuchungen ist es wichtig, die erforderliche statistische Datensicherheit zu berücksichtigen, um Aussagen über messbare Veränderungen innerhalb einer Zeitspanne machen zu können. Dies erfordert statistische Auswertungen. Aus statistischer Sicht wirken sich insbesondere die möglichen Fehler bei der Probenahme und/oder der Messungen auf die Varianz aus. Weitere Informationen zum Aufstellen von Probenahmeprogrammen siehe DIN EN ISO 5667-1.

5.2 Abhängigkeit des Schwebstoffgehalts vom Abfluss

Der Schwebstoffgehalt eines Fließgewässers wird in erster Linie durch die Fließgeschwindigkeit und damit in dem jeweiligen Gewässer durch den Abfluss bestimmt. Je größer die Fließgeschwindigkeit ist, umso größer ist auch die Erosionskraft und das Verharren der Feststoffpartikel in der Schwebel. Daraus folgt auch die große Dynamik des Schwebstofftransportes: In fließberuhigten Gewässerabschnitten — z. B. in Staubereichen und Häfen — sedimentieren Schwebstoffe, um bei steigender Wasserführung gegebenenfalls wieder weitertransportiert zu werden [2].

Eine sorgfältige Interpretation von Schwebstoffuntersuchungen setzt folglich die Kenntnis des jeweiligen Abflusses und eine Berücksichtigung der Herkunft (Probenahmestelle) voraus. Beispielsweise steigen mit zunehmendem Abfluss die Schwebstoffgehalte oft exponentiell an, so dass wesentliche Anteile der Schwebstofffracht bei Hochwässern transportiert werden. Dabei können bei auflaufenden Hochwässern die höchsten Schwebstoffkonzentrationen auch vor Durchlaufen des Hochwasserscheitels auftreten. Die höheren Schadstoffkonzentrationen können zu einer signifikanten Erhöhung der potentiellen Toxizität der Schwebstoffe führen [3].

Die verstärkte Erosion und der erhöhte Eintrag von abgeschwemmten Partikeln durch starke Regenereignisse äußert sich unter anderem in der Zusammensetzung der Schwebstoffe. Insbesondere in Gewässern mit hohen Planktondichten nimmt der mineralische Anteil, bezogen auf den Glührückstand, mit steigenden Abflüssen meist merklich zu.

Bei staugeregelten Gewässern wurde beobachtet, dass bei geringen Abflüssen einerseits eine gesteigerte Primärproduktion in den Stauhaltungen und andererseits eine verstärkte Sedimentation der mineralischen Partikel aufgrund ihrer

im Vergleich zum Plankton höheren Dichte stattfindet. Bei steigenden Abflüssen kehrt sich dieses Verhältnis in der Weise um, dass einerseits das spezifisch leichtere Plankton rasch fortgespült und andererseits sedimentierte mineralische Partikel resuspendiert werden [4].

5.3 Häufigkeit, Dauer und Zeitpunkt der Probenahme

Die Häufigkeit, Dauer und der Zeitpunkt der Probenahme sind insbesondere abhängig vom jeweiligen Untersuchungsziel.

Je nach Fragestellung kann bereits eine Untersuchung ausreichen, während für die Abschätzung von Frachten oder die Ableitung von langfristigen Trendausagen, besonders bei Messgrößen mit höheren Gehaltsschwankungen, auch monatliche oder wöchentliche Untersuchungen für eine ausreichend abgesicherte Aussage erforderlich sein können. Ob zufällige Schwankungen (z. B. normalverteilt) oder systematische Schwankungen (Trends, zyklische Schwankungen) vorliegen, kann mit Hilfe der Statistik erkannt werden (siehe DIN EN ISO 5667-1).

Die Dauer der Schwebstoffgewinnung wird im Wesentlichen durch den Schwebstoffanteil im Gewässer und die für die Analytik erforderliche Schwebstoffmasse bestimmt. Je nach Probenahmeverfahren kann die Dauer der Schwebstoffgewinnung von einigen Stunden bis zu mehreren Wochen variieren. Die Schwebstoffmenge ist in erster Linie eine Funktion der Wasserführung (Abfluss) des Fließgewässers und damit von der Tageszeit in der Regel unabhängig. Besondere hydraulische Ereignisse wie Hoch- und Niedrigwasser gehören als solche auch zur repräsentativen Probenahme und sollten in die Routine einbezogen werden [5].

5.4 Probenahmestellen

Bei der Auswahl der Messstellen wird in der Regel die Repräsentativität für einen größeren Gewässerabschnitt ausschlaggebend sein. Dabei ist das vorhandene Messnetz zur Probenahme von Wasserproben mit heranzuziehen, um korrespondierende und ergänzende Ergebnisse für beide Kompartimente zu erzielen.

Bei der Ermittlung von Belastungsursachen die Probenahmestellen örtlich den zu prüfenden Emissionsquellen anpassen. Vielfach müssen auch praktische Gründe, wie die Zugänglichkeit des Gewässers, die Erreichbarkeit der Probenahmestelle, ein geeigneter Standort für die mobile Zentrifuge und der Schutz der Probenahmeeinrichtung vor Vandalismus, berücksichtigt werden.

Vor der Festlegung der Lage von Dauermessstellen, z. B. für die Ermittlung von Zeitreihen, in Voruntersuchungen an möglichen Messstellen ermitteln, für welchen Bereich und für welche Merkmale der Entnahmeort repräsentativ ist [5].

Die Probenahmestelle durch die Lagekoordinaten (Rechts- und Hochwert) und die genaue Lage des jeweiligen Messpunktes beschreiben. Zusätzlich wird die Stelle in Karten im Maßstab 1:5 000 und 1:25 000 und mit Fotos dokumentiert sowie der Anfahrtsweg beschrieben, um z. B. beim Wechsel des Probenahme-

personals die Identität der Probenahmestelle sicherzustellen. Falls möglich ist die Probenahmestelle vor Ort zu kennzeichnen (z. B. Markierung durch Bojen). Geeignete Probenahmestellen finden sich vielfach im Bereich von Brücken oder Pegelhäusern, da sie im Gelände leicht wieder zu finden sind. In der Regel ist dort die Zugänglichkeit des Gewässers auch bei höheren Wasserständen gegeben. An Gewässerpegeln können korrespondierende Abflüsse ermittelt werden.

6 Verfahren zur Schwebstoffgewinnung

6.1 Allgemeines

Da es zur Schwebstoffgewinnung noch keine standardisierten Arbeitsanweisungen gibt, ist es wichtig, ein gleich bleibendes Verfahren beizubehalten, um die Vergleichbarkeit der langfristigen Überwachung sicherzustellen.

Die folgenden Kenntnisse sind zur Auswahl eines Probenahmeverfahrens wesentlich:

- a) horizontale Verteilung der Schwebstoffe;
- b) vertikale Verteilung der Schwebstoffe;
- c) räumliche und zeitliche Verteilung der Schwebstoffe bei konstanten Abflüssen (Basisabfluss) bzw. schnellen Abflussänderungen (Hochwasserabfluss);
- d) unterschiedliche Schwebstoffzusammensetzungen, bedingt durch Probenahmestrategien oder -verfahren;
- e) Probenmenge, um Fehler bei ungleichmäßiger Verteilung von Schwebstoffen im Gewässer zu minimieren sowie analytischen Anforderungen zu entsprechen.

Für die Gewinnung von Schwebstoffen existieren verschiedene Probenahmeverfahren mit unterschiedlichen Geräten:

- Zentrifugationsverfahren (z. B. Durchlaufzentrifugen);
- Absetzverfahren (z. B. Sedimentationsbecken, -kästen, schwimmende Sammler);
- Filtrationsverfahren (Normal-, Druck-, Vakuumfiltration).

Einige Verfahren erfordern die Entnahme größerer Volumina an Feststoff-Wasser-Gemisch aus dem Gewässer. Diese Norm bezieht sich ausschließlich auf die Vor-Ort-Verfahren, daher werden Labor-Zentrifugen und andere Labor-Verfahren zur Feststoff-Wasser-Trennung hier nicht behandelt.

6.2 Zentrifugationsverfahren

6.2.1 Allgemeines

Probenahmegeräte auf der Basis von Zentrifugationsverfahren werden auch als Klärgeräte, Separatoren oder gebräuchlicher als Zentrifuge bezeichnet. Diese Gerätetypen arbeiten mit konstantem Durchfluss, wobei das Wasser kontinuierlich durch das Zentrifugal-Kraftfeld gepumpt wird, in dem die Feststoffe aus

dem wässrigen Medium abgeschieden werden (siehe B.2). Ungeachtet der Vielzahl verschiedener Typen von Durchflusszentrifugen arbeiten sie alle nach demselben Prinzip. Sie benötigen jeweils:

- a) einen Antrieb (Elektro- oder Benzinmotor), um den Rotor auf eine hohe Umdrehungszahl zu bringen;
- b) eine Pumpe, um das Sediment-Wasser-Gemisch in den Rotor zu fördern und
- c) einen Rotor (Separator, Klärzylinder), der die entwässerten Schwebstoffe zurückhält.

Alle Zentrifugenbauteile, die mit dem Wasser-Feststoff-Gemisch in Kontakt kommen, sollten aus Edelstahl bestehen oder mit einer PTFE-Beschichtung (PTFE: Polytetrafluorethen) versehen sein, um eine Probenkontamination zu verhindern. Dies ist besonders wichtig, wenn das geklärte Wasser (Permeat) für weitere chemische Analysen benötigt wird und/oder Schwermetalle im gewonnenen Schwebstoff untersucht werden sollen. In den Zentrifugen wird das Rohwasser von oben oder unten in die Mitte des Rotors gepumpt. Das im Vergleich zu Wasser spezifisch dichtere Sediment wird durch die Zentrifugalkräfte an die Wandung des Rotors gepresst, wo es aufgrund von Kohäsions- und Adsorptionskräften verbleibt. Das geklärte Wasser fließt aus dem Rotor ab. Diese Systeme eignen sich zur Gewinnung von Schwebstoffen [6], vorausgesetzt, der organische Anteil ist nicht zu groß. Die kleinste Korngröße, die abgeschieden werden kann, ist abhängig von der Geometrie des Rotors, der Zentrifugalkraft (Umdrehungsgeschwindigkeit) und der physikalischen Charakteristik der Schwebstoffe (chemische Zusammensetzung und Dichte).

Mit einer Zentrifuge lassen sich einzelne gewässerkundliche Ereignisse (z. B. bei Hochwasserbeprobung oder räumliche Schwebstoffverteilungen) zeitnah erfassen. Die Analysenbefunde lassen bei ausreichend hoher Messfrequenz über einen festgelegten Zeitraum (z. B. 13 Mal je Jahr) eine Prüfung von Zielvorgaben zu und zeigen den aktuellen Stand der Schwebstoffbelastung mit Schadstoffen. Bei einer Messreihe über mehrere Jahre lassen sich Trends von Stoffkonzentrationen in Schwebstoffen ermitteln. Durch den Einzelprobencharakter einer Zentrifugenprobenahme ist eine direkte Korrelation zum Abfluss zum Zeitpunkt der Probenahme gegeben, so dass mit einer genügend großen Anzahl von Probenahmen im Jahr (z. B. 14-tägliche Probenahmen) auch Frachtabschätzungen durchgeführt sowie weitergehende gewässerkundliche Bewertungen (z. B. Herkunft von Belastungen) vorgenommen werden können.

Durchflusszentrifugen können in verschiedenen Weisen eingesetzt werden:

- Gewinnung vor Ort (Wasserzufuhr direkt aus dem Gewässer);
- stationärer Einsatz (Einbau einer Durchflusszentrifuge in einer Gewässerkontrollstation);
- mobiler Einsatz (Montage einer Durchflusszentrifuge auf einem Schiff, Autoanhänger usw.);
- Gewinnung im Labor (Wasserzufuhr aus einem Reservoir).

6.2.2 Vorteile von Zentrifugationsverfahren

- Zeitnahe Auflösung der Probenahme für außergewöhnliche Ereignisse (Hochwasser- und Schadstoffwellen);
- variable Probenahmestellung in Abhängigkeit der Schwebstoffführung möglich;
- erlaubt die Sammlung größerer Schwebstoffmassen innerhalb weniger Stunden;
- gute Separierung zwischen Schwebstoff und Wasser, d. h. hohe Abscheideraten zwischen 91 % und 98 % [6];
- Frachtabschätzung von überwiegend schwebstoffgebundenen Stoffen möglich;
- gewässerkundliche Bewertung der Schwebstoffbelastung durch direkten Bezug zum Abfluss möglich;
- Probe verändert sich nach der Gewinnung nicht mehr (wird sofort gekühlt bzw. tiefgefroren);
- Beprobung mehrerer Probenahmestellen je nach geographischer Lage in wenigen Tagen möglich;
- bei mobilem Einsatz auf einem Schiff sind Quer- und Tiefenprofilmessungen möglich.

6.2.3 Nachteile von Zentrifugationsverfahren

- Hohe Beschaffungskosten;
- hoher Wartungsaufwand bei Dauerbetrieb;
- hohe Ersatzteilkosten;
- personalintensiv bei mobilem Einsatz;
- Gewinnung von Schwebstoffen mit einer Durchflusszentrifuge im Labor nur für ortsnahe Probenahmestellen sinnvoll (siehe auch 6.2.4).
- hat keinen integrierenden Charakter, sondern kann nur Momentaufnahme sein;
- bei unzugänglichem Gelände das Flusssufer nicht überall erreichbar;
- bei Frost keine Probenahme am Gewässer möglich.

6.2.4 Betriebshinweise für Durchflusszentrifugen

Betrieb und Wartung der Zentrifuge nach Betriebsanleitung durchführen, Sicherheitsvorkehrungen beachten (siehe Abschnitt 10).

Weiterhin darauf achten, dass

- die Probenahmedauer je nach Schwebstoffgehalt im zu untersuchenden Gewässer entsprechend angepasst wird. Zur Gewinnung größerer Probenmengen kann die Probenahme mehrere Stunden dauern. Mit zunehmender