

ICS 13.060.50

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge —
Sludge and sediments (group S) — Part 22: Determination of dry residue by
freezing and preparation of the freeze dried mass of sludge (S 22)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résidu-
aires et des boues — Boues et sédiments (groupe S) — Partie 22: Dosage du
résidu sec par congélation et préparation de la matière sèche par congélation
de la boue (S 22)

Vorwort

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

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 38414 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang A.

Anhang A ist informativ.

Einleitung

Der Trockenrückstand und der damit korrespondierende Wassergehalt sind wichtige Kenngrößen für die Behandlung bzw. Beseitigung von Schlämmen, Sedimenten und anderen wasserhaltigen, ungelösten Stoffen. Weiterhin sind sie als Bezugsgrößen notwendig, wenn analytisch ermittelte Inhaltsstoffe auf die Trockenmasse bezogen werden.

Die Trockenmasse einer Probe ist oft Ausgangsmaterial für die Bestimmung von anorganischen und organischen Spurenstoffen, z. B. im Rahmen der Klärschlamm-Verordnung [1]. Die Gefriertrocknung weist gegenüber der Trocknung bei 105 °C deutlich geringere Verluste an flüchtigen Substanzen auf (siehe hierzu Hinweise in DIN 38414-2 : 1985-11, Abschnitt 4, Störungen).

Fortsetzung Seite 2 bis 10

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist anwendbar auf Schlämme, Sedimente und andere wasserhaltige, ungelöste Stoffe.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 38409-1

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H) — Bestimmung des Gesamttrockenrückstandes, des Filtrattrockenrückstandes und des Glührückstandes (H 1).

DIN 38414-2 : 1985-11

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Bestimmung des Wassergehaltes und des Trockenrückstandes bzw. der Trockensubstanz (S 2).

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten folgende Begriffe:

3.1 Gefriertrockenmasse m_{TG}

Die nach diesem festgelegten Trocknungsverfahren erhaltene Masse einer Probe in Gramm oder Kilogramm.

3.2 Trockenmassenanteil; Gefriertrockenrückstand w_{TG}

Der bei diesem Trocknungsverfahren erhaltene Massenanteil fester Substanz der Probe, in Prozent oder Gramm je Kilogramm.

ANMERKUNG 1: Es wird darauf hingewiesen, dass dieser Gefriertrockenrückstand nicht mit dem Gesamttrockenrückstand einer Wasserprobe verwechselt werden darf, der als Massenkonzentration in Milligramm je Liter bestimmt wird (siehe DIN 38409-1).

ANMERKUNG 2: In der Klärtechnik ist die Bezeichnung TR_G üblich.

3.3 Wassergehalt w_{WG}

Der Massenanteil des Wassers der Probe in Prozent.

ANMERKUNG: Der Wassergehalt wird unter den hier festgelegten Bedingungen des Trocknungsverfahrens als Massenverlust bestimmt.

3.4 Trockenmassenkonzentration; Trockensubstanz TS_G

Sie wird unter bestimmten Bedingungen nach dem hier festgelegten Trocknungsverfahren als Massenkonzentration der abfiltrierbaren Stoffe in Gramm je Liter von belebtem Schlamm erhalten.

4 Störungen

Schlammproben können bei der Aufbewahrung Veränderungen unterliegen (z. B. Aufnahme und Abgabe von Wasser, Kohlenstoffdioxid, Methan und anderen Stoffen), die das Untersuchungsergebnis verfälschen.

Substanzen können entsprechend ihrer Flüchtigkeit verdampfen. Sie können zum Teil im Eiskondensat abgeschieden werden oder im Abgas zur Vakuumpumpe enthalten sein.

Während der Trocknung der Probe kann es zum Austrag von Feststoffteilchen aus der Probenoberfläche kommen. Dabei können geringe Probenverluste auftreten.

Die gefriergetrocknete Probe ist unter anderem wegen der relativ großen Oberfläche der Teilchen stark hygroskopisch. Durch geeignete Maßnahmen vor und nach dem Öffnen der Trocknungskammer kann die Wasseraufnahme minimiert werden, z. B. durch umgehendes Einbringen in einen Exsikkator über Phosphor(V)-oxid, jedoch ohne Vakuum.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des Gefriertrockenrückstandes und zur Herstellung der Gefriertrockenmasse eines Schlammes (S 22):

Verfahren DIN 38414 — S 22

6 Geräte

- Tiefkühlschrank, möglichst mit Kontaktgefrierung, Temperatur mindestens -35°C , Innenraum explosionsgeschützt¹⁾;
- Gefriertrocknungsanlage, geeignet für Flachschaalenbeschickung für einen Druck $\leq 37\text{ Pa}$, mit Einrichtung für druckgesteuerte Trocknung, Temperatur- und Druckmesseinrichtung;
- Begasungseinrichtung, z. B. Trockenturm, Stickstoffbegasung. Die Anweisungen des Geräteherstellers sind zu beachten;

¹⁾ Die Tiefkühlung der Probe ist auch in einem dafür eingerichteten Gefriertrockner möglich.