

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4)

DIN**38 414**

Teil 4

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; sludge and sediments (group S); determination of the leachability by water (S 4)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; boues et sédiments (groupe S); détermination du lessivage par l'eau (S 4)

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker aufgestellt (siehe Erläuterungen).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist anwendbar auf feste, pastöse und schlammige Materialien. Wenn Schlämme beim Stehen selbständig Wasser abgeben, d. h. eine Trennschicht Schlamm/Wasser ausbilden (Dünnschlämme), ist es zweckmäßig, diese Proben nach Abschnitt 6.4 vorzubehandeln.

2 Zweck

Mit diesem Verfahren sollen aus den zu untersuchenden Materialien die Stoffe bestimmt werden, die unter den Bedingungen dieses Verfahrens in Wasser gelöst werden. Ihre Erfassung nach Art und Masse soll Hinweise darauf geben, welche Beeinträchtigungen oder Gefährdungen von Gewässern eintreten können, wenn die Materialien so gelagert oder deponiert werden, daß sie mit Wasser in Berührung kommen. Das Verfahren kann allerdings Werte ergeben, die unter Deponiebedingungen nicht oder nur in langen Zeitspannen erreicht werden. Die Schädlichkeit des deponierten bzw. zu deponierenden Materials ist aus den Analysenwerten des Eluats allein nicht zu ermitteln.

Zur Beurteilung des voraussichtlichen Deponieverhaltens und der zum Schutz des Grund- und Oberflächenwassers zu fordernden Ablagerungsbedingungen sind weitere Kriterien zu berücksichtigen. Dazu gehört z. B. das Verhältnis des eluierbaren Anteils zum Gesamtgehalt eines Stoffes im Trockenrückstand des Schlammes.

Von Bedeutung sind außerdem die Wasserdurchlässigkeit des deponierten Materials und des Deponieuntergrunds, die vermutliche Jahresmenge des durch die Deponie sickern den Wassers, die Beschaffenheit des betreffenden Grundwassers, sein Pegelstand, seine Mächtigkeit und seine Fließrichtung,

Fortsetzung Seite 2 bis 10

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

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.

eventuell auch seine Fließgeschwindigkeit. Gegebenenfalls sind auch mögliche Wechselwirkungen mit anderem Deponiegut oder von Sickerwasser mit dem anstehenden Boden zu beachten. Das sehr komplexe Deponieverhalten ist im Einzelfall also nur von einem Fachmann zu beurteilen.

3 Grundlagen

Das Probengut wird unter definierten Bedingungen mit Wasser eluiert; anschließend werden die ungelösten Bestandteile durch Filtration abgetrennt; im Filtrat werden die Konzentrationen der zu bestimmenden Komponenten nach den Verfahren der Wasseranalytik ermittelt.

Da die Materialien bei der Ablagerung wiederholt mit frischem Niederschlags- bzw. Grundwasser in Berührung kommen können, ist es manchmal zweckmäßig, eine mehrmalige Elution durchzuführen. Drei Fälle sind dabei zu unterscheiden:

Das Probengut enthält

- a) Stoffe, die so leicht löslich oder in so geringer Masse vorhanden sind, daß sie bei der ersten Elution bereits weitgehend ausgelaugt werden; in diesem Fall genügt eine einmalige Elution,
- b) Stoffe, die schwerer löslich oder in so großer Masse enthalten sind, daß sie auch bei weiteren Elutionen nur zum Teil in Lösung gehen,
- c) Stoffe, deren Lösungsverhalten sich während der Untersuchung ändert.

In den Fällen b) und c) kann eine mehrmalige Elution notwendig sein [1].

Anmerkung: Zur Beantwortung besonderer Fragen kann es zweckmäßig sein, andere Elutionsflüssigkeiten als Wasser zu verwenden. Beispiele hierfür sind die Untersuchungen der Wechselwirkung zwischen Sediment und Oberflächenwasser und die Klärung möglicher Wechselwirkungen innerhalb des Deponiekörpers.

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4):
Verfahren DIN 38 414 – S 4

5 Geräte und Chemikalien

- Weithalsflaschen aus Glas oder Kunststoff, in der Regel Nennvolumen 2000 ml
- Schüttel- und Umwälzgerät
- Filtriergerät, gegebenenfalls Druckfiltrationsgerät mit Rührvorrichtung (siehe Bild)
- Zentrifuge
- Gerät zur Messung der elektrischen Leitfähigkeit; siehe Verfahren DIN 38 404 – C 8
- pH-Meßgerät, z. B. nach DIN 19 261
- destilliertes Wasser oder Wasser des gleichen Reinheitsgrades

6 Probenvorbereitung

6.1 Probenahme

Es ist auf jeden Fall darauf zu achten, daß dem zu untersuchenden Material eine repräsentative Teilprobe entnommen wird. Hierzu sind die Ausführungen im Blatt S 1 der Deutschen Einheitsverfahren [2] zu beachten.

Weitere materialbezogene Anweisungen enthalten [3] und [4].

6.2 Zerkleinerung

In der Regel ist das Material in dem Zustand zu untersuchen, in dem es deponiert wird. Eine Zerkleinerung ist nur insoweit vorzunehmen, wie sie für die Probenahme und die Durchführung der Untersuchung notwendig ist; im allgemeinen wird ein Gut erst zerkleinert werden, wenn seine Korngröße über 10 mm liegt; auf keinen Fall soll es gemahlen werden. Das beim Zerkleinern anfallende Feinkorn ist der Probe wieder beizumischen.

6.3 Ansatz bei festen oder pastösen Proben

Die Einwaage der Originalprobe zur Eluierung ist so zu bemessen, daß in ihr etwa 100 g Trockenmasse enthalten sind. Es ist also eine gesonderte Bestimmung des Trockenrückstandes nach Verfahren DIN 38 414 – S 2 notwendig.

Wenn bei inhomogenem oder stückigem Material eine wesentlich größere Probenmenge verwendet wird, so ist diese mit einem entsprechend größeren Volumen Wasser zu versetzen (siehe Abschnitt 7).

6.4 Ansatz bei Dünnschlämmen

Dünnschlämme, die im allgemeinen weniger als 5 % Trockenrückstand enthalten, geben beim Stehen selbständig Wasser ab. Die Entnahme von Teilmengen setzt homogene Proben voraus; kann die Bedingung nicht erfüllt werden, muß die gesamte Probe untersucht werden. Dünnschlämme sind vor der Elution zu filtrieren oder zu zentrifugieren; der Filtrerrückstand wird eluiert, seine Trockenmasse soll etwa 100 g betragen. Die Masse des zur Untersuchung gelangenden Schlammes richtet sich also nach dem Trockenrückstand des Filtrerrückstandes (siehe Verfahren DIN 38 414 – S 2). Das beim Filtrieren oder Zentrifugieren des Dünnschlammes anfallende Filtrat bzw. Überstandswasser soll klar sein. Das Gesamtvolumen des Filtrats bzw. des überstehenden Wassers im Zentrifugenrohr (Schlammwasser) wird gemessen, unter Umständen auch seine Dichte. Die Masse des getrockneten Filtrerrückstandes bzw. des Sediments im Zentrifugenrohr wird bestimmt.

7 Durchführung

Die Elution wird bei Raumtemperatur in einer Weithalsflasche, Nennvolumen 2000 ml, durchgeführt. Die Wahl des Flaschenmaterials richtet sich nach den zu bestimmenden Stoffen. Die Elutionsdauer beträgt 24 Stunden.

Je nach Problemstellung wird ein- oder mehrmals eluiert.

Anmerkung: Während dieser Zeit ablaufende Reaktionen werden im einzelnen nicht erfaßt. Durch von Zeit zu Zeit durchgeführte Messungen der elektrischen Leitfähigkeit kann man feststellen, ob weitere ionogene Stoffe in Lösung gegangen sind.

7.1 Einmalige Elution

Die Originalprobe oder die nach Abschnitt 6.2 bis Abschnitt 6.4 vorbehandelte Probe, die etwa 100 g Trockenmasse enthält, wird in einer Weithalsflasche entsprechenden Volumens auf 1 g eingewogen und anschließend mit 1 l Wasser (nach Abschnitt 5) versetzt. Die Flasche wird langsam über Kopf gedreht oder geschüttelt, so daß die Probe dauernd in Bewegung bleibt, eine weitere Zerkleinerung jedoch, zum Beispiel durch Abrieb, möglichst vermieden wird. Nach Ablauf der Elutionsdauer wird der ungelöste Rückstand durch Filtrieren bzw. Zentrifugieren abgetrennt. Feste und flüssige Phase sind, soweit wie unter den Bedingungen möglich, zu trennen. Ein Nachwaschen mit Wasser oder anderen Flüssigkeiten ist nicht erlaubt. Im Filtrat bzw. Zentrifugat werden der pH-Wert und die elektrische Leitfähigkeit gemessen.

7.2 Mehrmalige Elution

Dem Rückstand der nach Abschnitt 7.1 behandelten Probe wird erneut 1 l Wasser zugesetzt; danach wird weiter verfahren, wie in Abschnitt 7.1 beschrieben. Gegebenenfalls wird die Elution noch ein- oder mehrmals wiederholt.

7.3 Weiterbehandlung des angefallenen Eluats

Das nach Abschnitt 7.1 bzw. Abschnitt 7.2 erhaltene Eluat soll völlig klar sein. Andernfalls muß es noch einmal durch ein mit Wasser (nach Abschnitt 5) vorgewaschenes Membranfilter, Porenweite 0,45 µm, filtriert werden; gegebenenfalls ist der Einsatz eines Druckfiltrationsgerätes mit Rührvorrichtung (siehe Bild) notwendig, um feindisperse Stoffe aus dem Eluat zu entfernen.

Das Volumen eines jeden Eluats wird auf 10 ml gemessen.

Die Konzentrationen der gelösten Stoffe werden nach den Verfahren der Wasseranalytik bestimmt.

8 Auswertung

8.1 Der Massenanteil eines eluierten Stoffes, bezogen auf den Originalschlamm, wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$w_{\text{ES}} = \frac{\beta \cdot V_{\text{E}}}{m_{\text{S}}} \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

- w_{ES} Massenanteil eines aus der wasserhaltigen Schlammprobe eluierten Stoffes, in mg/kg
- β Massenkonzentration des eluierten Stoffes im Eluat, in mg/l
- V_{E} Volumen des filtrierten Eluats, in l
- m_{S} Masse der eingewogenen Originalprobe des wasserhaltigen Schlammes, in kg

Anmerkung: Wird bei mehrmaliger Elution jedes Einzeleluat untersucht, so ergibt sich w_{ES} als Summe aus den Einzelbestimmungen. Wird bei einem Dünnschlamm das abgetrennte Schlammwasser auf den Massenanteil