

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Bestimmung des Faulverhaltens (S 8)

DIN
38 414
Teil 8

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; sludge and sediments (group S); determination of the amenability to anaerobic digestion (S 8)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; boues et sédiments (groupe S); détermination du comportement à la digestion anaerobic (S 8)

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 Schlämme sowie auf Filtrerrückstände und Abwässer mit einer hohen Konzentration an organischen Inhaltsstoffen, deren anaerober Abbau untersucht werden soll.

2 Zweck

Die Bestimmung des Faulverhaltens im Labormaßstab (Standversuch) gibt Aufschluß über den anaeroben Abbau eines Schlammes innerhalb einer bestimmten Zeit, gemessen an der Faulgasproduktion.

Der zeitliche Ablauf der Gasentwicklung, die Zusammensetzung des Faulgases sowie die des Schlammes vor und nach dem Faulversuch und das auf die Masse an organischen Stoffen bezogene Faulgasvolumen ermöglichen im Vergleich mit normal zersetzbaren Schlämmen von häuslichen Abwässern die Beurteilung des Faulverhaltens eines Schlammes.

Die Untersuchungen können auf Schlämme unbekannter Zusammensetzung und unterschiedlicher Herkunft angewendet werden; sie dienen auch als begleitende Untersuchungen zur Erkennung der Ursache von Störungen bei der Faulung im technischen Maßstab (z. B. infolge Überlastung des Faulbehälters).

Darüber hinaus kann dieser Versuch Anwendung finden, um den Einfluß spezieller Stoffe auf den Faulprozeß in einem Simulationsversuch zu prüfen und gegebenenfalls den Ablauf des Abbaues einseitig zusammengesetzter Schlämme durch Zugabe von Hilfsstoffen zu verbessern.

Fortsetzung Seite 2 bis 12

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

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutschen Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

Es muß unterschieden werden, ob beurteilt werden soll:

- a) wieviel abbaubare organische Masse ein Schlamm enthält. Dies wird ausgedrückt durch das auf die organische Masse bezogene Faulgasvolumen. Durch ausreichende Verdünnung mit Impfschlamm müssen optimale Milieubedingungen für die Faulung sichergestellt werden (siehe Tabelle 1, Versuch Nr 1).
- b) ob ein Schlamm ausgefault ist oder ob er für eine Faulung noch abbaubare organische Stoffe enthält.
- c) ob ein Schlamm Stoffe enthält, welche die Faulung hemmen. Durch Ansetzen von Verdünnungsreihen (siehe Tabelle 1, Versuche Nr 0 bis 6) mit Vergleichsschlamm und Impfschlamm (siehe Abschnitt 3) kann der Einfluß toxischer Stoffe auf die Schlammfäulung erkannt werden.

Die Faulung kann durch Schwermetall-Ionen in toxisch wirkenden Konzentrationen, durch überdurchschnittliche Produktion von Dihydrogensulfid (H_2S) oder durch andere bakterizid wirkende Stoffe gehemmt werden. Durch Abstufung der Verdünnungsreihen ist es möglich, den Schwellenwert für die einsetzende Hemmung zu ermitteln.

3 Begriffe

3.1 Faulverhalten

Das Faulverhalten eines Schlammes ist eine Wirkungsgröße, die mittelbar über das in einer gegebenen Zeit aus organischen Stoffen entwickelte Gasvolumen gemessen wird. Da der Anteil an organischen Stoffen im Schlamm nicht direkt bestimmbar ist, dient als Maß hierfür der Glühverlust der Trockenmasse des Schlammes (siehe DIN 38 414 Teil 2 und Teil 3).

Anmerkung: Da Schlämme oftmals Carbonat, Hydrogencarbonat und auch bei der nötigen Glühtemperatur z. T. flüchtige Chloride und Sulfate enthalten, kann man nicht in jedem Fall den Glühverlust der Trockenmasse eines Schlammes mit dem Anteil an organischer Masse im Schlamm gleichsetzen.

3.2 Vergleichsschlamm

Vergleichsschlamm im Sinne dieser Norm ist ein Rohschlamm (siehe DIN 4045 *) aus einer kommunalen Kläranlage, der nicht mit Hemmstoffen belastet ist.

3.3 Impfschlamm

Impfschlamm ist ein weitgehend ausgefaulter Schlamm, der durch regelmäßige Zugabe geringer Mengen an Rohschlamm biologisch aktiv gehalten wird.

3.4 Spezifische Faulgasproduktion

Unter der spezifischen Faulgasproduktion versteht man das auf die Masse der organischen Stoffe des Schlammes bezogene Faulgasvolumen. Für die organischen Stoffe wird hier der Glühverlust der Trockenmasse gesetzt. Die Einheit der spezifischen Faulgasproduktion ist l/kg.

*) Z. Z. Entwurf

4 Störungen

Die Durchführung des Versuches wird gestört durch einen zu hohen Feststoffgehalt des Schlammes; in diesem Fall ist dieser durch Anteigen mit Wasser soweit zu verdünnen, daß die vorgesehenen Ansätze mit dem Impfschlamm im Reaktionsgefäß noch gut gemischt werden können.

Zu dünne Schlämme müssen durch Eindicken soweit konzentriert werden, daß eine ausreichende Menge organischer Stoffe für die Gaserzeugung vorhanden ist. Die Schlammproben sollten vor dem Ansetzen des Versuches kühl (0 bis 4 °C) und dunkel nicht länger als eine Woche aufbewahrt werden.

Der Prozeß der anaeroben Zersetzung der organischen Stoffe – speziell in Abwasserschlämmen – ist in entscheidendem Maße abhängig von den methanproduzierenden Bakterien. Diese reagieren besonders empfindlich auf im Schlamm enthaltene toxische Substanzen und rasche Milieuveränderungen (z. B. Temperatur, pH-Wert, Zutritt von Sauerstoff).

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des Faulverhaltens (S 8):

Verfahren DIN 38 414 – S 8

6 Geräte und Chemikalien

Für die Durchführung dieser Versuche kann eine Apparatur nach Bild 1 verwendet werden. Sie besteht aus einem Eudiometerrohr (B) mit einem Volumen von 300 bis 400 ml, das von oben nach unten graduert 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.

- Wasserthermostat oder thermostatisierter Raum
- Thermometer zur Messung der Raumtemperatur
- Barometer, möglichst ein Quecksilberbarometer
- gegebenenfalls Einrichtungen zur Gasanalyse für Kohlenstoffdioxid, Methan, Sauerstoff, Wasserstoff, Stickstoff (z. B. Orsat-Apparat, Gaschromatograph)
- Sperrflüssigkeit: 30 ml Schwefelsäure, H_2SO_4 ($\rho = 1,84 \text{ g/ml}$), werden zu 1 l destilliertem Wasser gegeben; in dieser Mischung werden unter leichtem Erwärmen 200 g Natriumsulfat-Decahydrat, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$, 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.

7 Probenvorbereitung

Von dem zu untersuchenden Schlamm, dem Vergleichsschlamm und dem Impfschlamm sind zu Beginn des Versuchs der Trockenrückstand (nach DIN 38 414 Teil 2) und der Glühverlust (nach DIN 38 414 Teil 3), evtl. der TOC (organisch gebundener Kohlenstoff) und der pH-Wert (nach DIN 38 414 Teil 5) zu bestimmen, letzterer auch bei Versuchsende.

Weiterhin wird vor Beginn der Untersuchung – von Ausnahmen abgesehen – der pH-Wert des zu untersuchenden Schlammes auf 7 bis 8 eingestellt, gegebenenfalls unter Zugabe anorganischer Puffersubstanzen, z. B. Natriumhydrogencarbonat, und der Schlamm auf etwa 35 °C temperiert.

In Sonderfällen kann die Optimierung des Nährstoffangebots durch Einstellen des C : N : P-Massenverhältnisses auf etwa 100 : 6 : 1 notwendig sein. Dies erfolgt durch Zugabe von Ammoniumchlorid, NH_4Cl , bzw. Natriumdihydrogenphosphat, NaH_2PO_4 .

Ergänzende Untersuchungen sind von der speziellen Fragestellung und gegebenenfalls von der Art der Vorbehandlung der Probe abhängig.

8 Bereitstellung des Impfschlammes

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 letzteren 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 ist bei der weiteren Lagerung alle 2 Wochen ein geringer Volumenanteil an faulfähigen Stoffen (etwa 0,1%) in Form von Rohschlamm zuzusetzen. 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.

9 Durchführung

Der Standversuch wird entweder in einem thermostatisierten Wasserbad oder in einem thermostatisierten Raum bei (35 ± 1) °C durchgeführt. Die Reaktionsgefäße (Standflaschen A), die für eine Versuchsreihe erforderlich sind, werden