

Charakterisierung von Abfall – Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) in Abfall, Schlämmen und Sedimenten
Deutsche Fassung EN 13137:2001

DIN
EN 13137

ICS 13.030.10; 13.030.20

Characterization of waste – Determination of total organic carbon (TOC) in waste, sludges and sediments;
German version EN 13137:2001

Caractérisation des déchets – Dosage du carbone organique total (COT) dans les déchets, boues et sédiments;
Version allemande EN 13137:2001

Die Europäische Norm EN 13137:2001 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist die Deutsche Fassung der vom Technischen Komitee TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ (Sekretariat: Niederlande) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) ausgearbeiteten Norm EN 13137, die in Deutsch, Englisch und Französisch herausgegeben wurde.

Diese Europäische Norm wurde im Rahmen der horizontalen Normung in einer Gemeinschaftsarbeit zwischen CEN/TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ und CEN/TC 308 „Charakterisierung von Schlämmen“ erarbeitet; die vorbereitenden Arbeiten wurden von der Arbeitsgruppe 5 „Abfallanalyse – Ausgewählte Gruppenparameter“ des CEN/TC 292 durchgeführt, deren Federführung in Deutschland lag. Seitens des DIN war an der Erstellung der Europäischen Norm der NAW AA I 2 „Boden- und Abfalluntersuchung“ beteiligt.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 8466-1 siehe DIN 38402-51

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Allgemeine Angaben (Gruppe A) – Kalibrierung von Analyseverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51).*

Fortsetzung 16 Seiten EN

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

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Charakterisierung von Abfall – Bestimmung des gesamten
organischen Kohlenstoffs (TOC) in Abfall, Schlämmen
und Sedimenten

Characterization of waste – Determination of total
organic carbon (TOC) in waste, sludges and
sediments

Caractérisation des déchets – Dosage du carbone
organique total (COT) dans les déchets, boues et
sédiments

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 18. Juni 2001 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort.	2
Einleitung	2
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen.	3
3 Begriffe.	3
4 Prinzip	3
5 Störungen	4
6 Gefahren.	4
7 Reagenzien	4
8 Geräte	5
9 Probenlagerung	5
10 Durchführung Verfahren A (Indirektes Verfahren).	5
11 Durchführung Verfahren B (Direktes Verfahren).	8
12 Reproduzierbarkeit und Genauigkeit.	10
13 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Zusätzliche Ergebnisse von Vergleichsuntersuchungen	12

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Dieses Europäische Dokument muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2002, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2002 zurückgezogen werden.

Der Anhang A dieser Europäischen Norm ist informativ.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Einleitung

Organischer Kohlenstoff kommt in Abfällen, ebenso wie in Schlämmen und Sedimenten, in unterschiedlicher Form vor. Aufgrund der Vielzahl möglicher organischer Kohlenstoffverbindungen ist die quantitative Bestimmung aller organischen Einzelkomponenten natürlicher und anthropogener Herkunft nicht möglich. Man ist daher auf die Messung summarischer Größen angewiesen. Eine dieser Größen ist der Gesamte Organische Kohlenstoff (TOC).

Dieser Parameter kann zum Beispiel zur Beurteilung der Deponiefähigkeit von Abfällen genutzt werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt zwei Verfahren für die Bestimmung des Gesamten Organischen Kohlenstoffs (TOC) in nicht getrockneten Abfallproben mit mehr als 1 g Kohlenstoff je kg Trockenmasse (0,1%).

Diese Norm kann ebenso für Schlämme, Sedimente und vergleichbares Material genutzt werden.

Elementarer Kohlenstoff, Carbide, Cyanide, Cyanate, Isocyanate, Isothiocyanate und Thiocyanate werden, soweit vorhanden, mit den in dieser Norm beschriebenen Methoden als organischer Kohlenstoff bestimmt. Bei Abfällen mit hohen Anteilen der oben genannten Komponenten kann daher eine Interpretation des erhaltenen Messwertes problematisch sein. Falls notwendig, sind diese Komponenten getrennt mit geeigneten Verfahren zu bestimmen und im Prüfbericht mit anzugeben.

ANMERKUNG Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Europäischen Norm ist kein standardisiertes Verfahren zur Bestimmung des elementaren Kohlenstoffes verfügbar.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische 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 nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

ISO 3733, *Petroleum products and bituminous materials – Determination of water – Distillation method*.

ISO 8466-1, *Water quality – Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics – Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*.

ISO 6296, *Petroleum products – Determination of water – Potentiometric Karl Fischer titration method*.

ISO 11465, *Soil quality – Determination of dry matter and water content on a mass basis – Gravimetric method*.

EN 12880, *Charakterisierung von Schlämmen – Bestimmung des Trockenrückstandes und des Wassergehalts*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Gesamter Kohlenstoff (TC)

total carbon

Menge an Kohlenstoff im Abfall, organisch und anorganisch gebunden und als elementarer Kohlenstoff

3.2

Gesamter Anorganischer Kohlenstoff (TIC)

total inorganic carbon

Menge an Kohlenstoff, der bei der Behandlung mit Säure als Kohlenstoffdioxid freigesetzt wird

3.3

Gesamter Organischer Kohlenstoff (TOC)

total organic carbon

Menge an Kohlenstoff, der bei der Verbrennung zu Kohlenstoffdioxid umgesetzt wird und der bei der Behandlung mit Säure nicht als Kohlenstoffdioxid freigesetzt wird

ANMERKUNG Die oben genannten Begriffe sind nur für diese Europäische Norm gültig und stimmen nicht vollständig mit wissenschaftlichen Begriffen von TC, TOC und TIC überein.

4 Prinzip

Der TOC kann entweder mit dem indirekten Verfahren A oder dem direkten Verfahren B bestimmt werden.

4.1 Verfahren A (Indirektes Verfahren)

Bei diesem Verfahren wird der TOC aus der Differenz der Ergebnisse der TC- und der TIC-Messung ermittelt.

Der vorhandene gesamte Kohlenstoff (TC) der ungetrockneten Probe wird durch Verbrennung in einem sauerstoffhaltigen Gasstrom, der frei von Kohlenstoffdioxid (CO_2) ist, in Kohlenstoffdioxid umgewandelt. Um die vollständige Verbrennung sicherzustellen, können Katalysatoren und/oder Zuschlagstoffe bei der Verbrennung eingesetzt werden. Die freigesetzte Menge Kohlenstoffdioxid wird durch Gravimetrie, Infrarot-Spektrometrie, Coulometrie, Konduktometrie, Wärmeleitfähigkeitsdetektion, Flammenionisationsdetektion nach Reduktion zu Methan oder mit anderen geeigneten Messverfahren bestimmt.

Der TIC wird separat aus einer anderen Teilprobe durch Ansäuern, Ausblasen des freigesetzten Kohlenstoffdioxids und Messung des Kohlenstoffdioxids mit einem der oben genannten Messverfahren bestimmt.

4.2 Verfahren B (Direktes Verfahren)

Bei diesem Verfahren wird zuerst das vorhandene Carbonat aus der ungetrockneten Probe durch Säurebehandlung entfernt. Das bei dem nachfolgenden Verbrennungsschritt freiwerdende Kohlenstoffdioxid wird mit einem der in 4.1 genannten Messverfahren bestimmt und stellt ein direktes Maß für den TOC dar.

4.3 Anwendbarkeit der Verfahren A oder B

Verfahren A und B sind für die gleichen TOC-Gehalte und/oder TIC-/TOC-Verhältnisse anwendbar.

Verfahren B kann in folgenden Fällen zu fehlerhaften Ergebnissen führen:

- die Probe enthält flüchtige Substanzen, die während der Säurebehandlung verdampfen (z. B. flüchtige Kohlenwasserstoffe aus Schlamm von Ölabscheidern);
- es finden Nebenreaktionen zwischen der Probe und der verwendeten Säure statt (z. B. Decarboxylierung, Bildung leichtflüchtiger Reaktionsprodukte).

Wenn diese Einschränkungen ausgeschlossen werden können, liefern Verfahren A und B vergleichbare Ergebnisse. In Zweifelsfällen sollte Verfahren A bevorzugt werden.

ANMERKUNG Die Qualität der Ergebnisse ist bei Verfahren B stärker von der Erfahrung und Übung des Anwenders abhängig, dies gilt vor allem für die Verfahrensschritte vor der Verbrennung.

5 Störungen

Bei der Probenvorbereitung können Verluste flüchtiger organischer Substanzen auftreten. Falls notwendig, muss der auf flüchtige organische Substanzen zurückzuführende Kohlenstoffgehalt separat bestimmt werden.

Das Verfahren kann zu falschen TOC-Ergebnissen führen, wenn das Verhältnis von TIC zu TOC sehr hoch ist (z. B. ≥ 10).

Abhängig vom verwendeten Detektionsverfahren können unterschiedliche Störungen auftreten, z. B.:

- die Anwesenheit von Cyaniden kann die coulometrische Detektion des TIC durch Veränderungen des pH-Wertes (Lösung des HCN) stören;
- ein hoher Gehalt an halogenierten Verbindungen kann zu Überbefunden an TOC führen, wenn die coulometrische Detektion benutzt wird; in einigen Fällen ist es möglich, dass die klassische Silber- oder Kupferfalle nicht ausreicht, um sämtliche Halogenverbindungen zu absorbieren.

6 Gefahren

Proben können leicht zur Fermentation neigen und infektiös sein. Deswegen sollten solche Proben mit besonderer Vorsicht behandelt werden. Auf Grund der Aktivität von Mikroorganismen sind gebildete Gase potenziell leicht entflammbar. Durch auftretenden Überdruck kann der Probenbehälter bersten, wobei möglicherweise infektiöse Aerosole und kontaminierte Splitter entstehen.

Beim Verbrennungsprozess und bei der Säurebehandlung können Schadstoffe entstehen. Der Anwender hat geeignete Vorkehrungen zu treffen (z. B. Aktivkohlefilter), um zu verhindern, dass diese in die Laborluft gelangen.

Proben mit hohen Konzentrationen an organischen Stoffen können beim Einbringen in den Ofen explodieren. Dieses Risiko kann durch die Verwendung einer geringen Probemenge oder durch Bedecken mit inertem Material vermindert werden.

7 Reagenzien

7.1 Allgemeine Bemerkungen

Alle verwendeten Reagenzien müssen mindestens dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ entsprechen und für den speziellen Zweck geeignet sein.

Hygroskopische Substanzen müssen im Exsikkator aufbewahrt werden.

7.2 Calciumcarbonat, CaCO_3

7.3 Natriumcarbonat, Na_2CO_3 , wasserfrei

7.4 Tetranatriummethylenediamintetraacetat-hydrat, $\text{Na}_4\text{-EDTA} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 2 Stunden bei 80 °C getrocknet

ANMERKUNG Andere $\text{Na}_4\text{-EDTA}$ -Hydrate können benutzt werden, wenn der Wassergehalt genau bekannt ist. Dann muss die Zusammensetzung der Kontrollmischung entsprechend neu berechnet werden (siehe auch 7.8 und 7.9).

7.5 Kaliumhydrogenphthalat, $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$

7.6 Natriumsalicylat, $\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3\text{Na}$