

	Wasserbeschaffenheit Bestimmung der „vollständigen“ anaeroben biologischen Abbaubarkeit organischer Verbindungen im Faulschlamm Verfahren durch Messung der Biogasproduktion (ISO 11734 : 1995) Deutsche Fassung EN ISO 11734 : 1998	DIN EN ISO 11734
--	--	--

ICS 07.100.20

Deskriptoren: Wasserbeschaffenheit, Prüfverfahren, Screening-Verfahren,
Mikroorganismen, biologische Abbaubarkeit

Water quality — Evaluation of the „ultimate“ anaerobic biodegradability of organic compounds in digested sludge — Method by measurement of the biogas production (ISO 11734 : 1995); German version EN ISO 11734 : 1998

Qualité de l'eau — Évaluation de la biodégradabilité anaérobie „ultime“ des composés organiques dans les boues de digesteurs — Méthode par mesurage de la production de biogaz (ISO 11734 : 1995); Version allemande EN ISO 11734 : 1998

Die Europäische Norm EN ISO 11734 : 1998 hat den Status einer Deutschen Norm.

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser-
und Schlammuntersuchung

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

und beschreibt das Verfahren

Bestimmung der vollständigen anaeroben biologischen Abbaubarkeit organischer Verbindungen im Faulschlamm — Verfahren durch Messung der Biogasproduktion (L 47)

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 11734, die vom ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet wurde, wurde von CEN aufgrund der Ergebnisse des Einstufigen Annahmeverfahrens (UAP) ohne Änderungen als Europäische Norm EN ISO 11734 übernommen.

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

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

Die als DIN-Normen veröffentlichten Einheitsverfahren sind beim Beuth Verlag einzeln oder zusammengefaßt erhältlich. Außerdem werden die genormten Einheitsverfahren in der Loseblatt-Sammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam vom Beuth Verlag GmbH und von dem WILEY-VCH Verlag publiziert. Die für das Wasserhaushaltsgesetz (WHG) und für das Abwasserabgabengesetz (AbwAG) relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit dem WHG und allen bisher erschienenen Abwasserwaltungsvorschriften als DIN-Taschenbuch (DIN-TAB 230) herausgegeben worden.

Fortsetzung Seite 2
und 22 Seiten EN

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

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel

„Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“
sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)	(DIN 38402)
Sensorische Verfahren (Gruppe B)	(DIN 38403)
Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)	(DIN 38404)
Anionen (Gruppe D)	(DIN 38405)
Kationen (Gruppe E)	(DIN 38406)
Gemeinsam erfaßbare Stoffgruppen (Gruppe F)	(DIN 38407)
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)	(DIN 38408)
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngößen (Gruppe H)	(DIN 38409)
Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)	(DIN 38410)
Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)	(DIN 38411)
Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)	(DIN 38412)
Einzelkomponenten (Gruppe P)	(DIN 38413)
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)	(DIN 38414)
Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)	(DIN 38415)

Außer den in der Reihe DIN 38402 bis DIN 38415 genormten Untersuchungsverfahren liegen eine Reihe Europäischer und Internationaler Normen als DIN-EN-, DIN-EN-ISO- und DIN-ISO-Normen vor, die ebenfalls Bestandteil der „Deutschen Einheitsverfahren“ sind.

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon (0 30) 26 01 - 24 23, oder der Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin), Auskunft.

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

ISO 10634	siehe DIN EN ISO 10634
ISO 11923	siehe DIN EN 872

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 872

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung suspendierter Feststoffe — Verfahren durch Abtrennung mittels Glasfaserfilter; Deutsche Fassung EN 872 : 1996

DIN EN ISO 10634

Wasserbeschaffenheit — Anleitung für die Vorbereitung und Behandlung von in Wasser schwer löslichen organischen Verbindungen für die nachfolgende Bestimmung ihrer biologischen Abbaubarkeit in einem wäßrigen Medium (ISO 10634 : 1995); Deutsche Fassung EN ISO 10634 : 1995

ICS 13.060.40

Deskriptoren: Wasser, Beschaffenheit, Abwasser, Klärschlämme, organische Bestandteile, Untersuchungen, Wasseruntersuchungen, Bestimmung, biologische Abbaubarkeit

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit

**Bestimmung der „vollständigen“ anaeroben biologischen
Abbaubarkeit organischer Verbindungen im Faulschlamm**
Verfahren durch Messung der Biogasproduktion
(ISO 11734 : 1995)

Water quality — Evaluation of the „ultimate“ anaerobic biodegradability of organic compounds in digested sludge — Method by measurement of the biogas production (ISO 11734 : 1995)

Qualité de l'eau — Évaluation de la biodégradabilité anaérobie „ultime“ des composés organiques dans les boues de digesteurs — Méthode par mesurage de la production de biogaz (ISO 11734 : 1995)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 21. Juni 1998 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 Zentralsekretariat 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 Zentralsekretariat 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.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Definitionen	4
3.1 Vollständige anaerobe biologische Abbaubarkeit	5
3.2 Anaerobe biologische Primärabbaubarkeit	5
3.3 Faulschlamm	5
3.4 Trockensubstanz	5
4 Grundlagen	5
5 Testumgebung	6
6 Reagenzien	6
6.1 Destilliertes oder deionisiertes Wasser	6
6.2 Testmedium	6
6.3 Prüfsubstanz	7
6.4 Referenzsubstanz	7
6.5 Hemmkontrolle (optional)	7
6.6 Faulschlamm	7
6.7 Vorbereitung des Inokulums	8
7 Geräte	8
7.1 Inkubationsschrank oder ein thermostatisierbares Sand- oder Wasserbad	8
7.2 Druckstabile Glasgefäße	8
7.3 Vorrichtung zur Druckmessung	9
7.4 Kohlenstoffanalysator	9
8 Durchführung	9
8.1 Ansetzen der Prüf- und Kontrollansätze	9
8.2 Inkubation und Gasmessung	10
8.3 Bestimmung des anorganischen Kohlenstoffs	11
8.4 Spezifische Analysen	11
9 Auswertung und Angabe der Ergebnisse	12
9.1 Kohlenstoffgehalt in der Gasphase	12
9.2 Kohlenstoffgehalt der wäßrigen Phase	13
9.3 Zu Gas umgesetzter Gesamtkohlenstoff	13
9.4 Kohlenstoffgehalt der Prüfsubstanz	13
9.5 Biologischer Abbaugrad	13
10 Gültigkeit der Ergebnisse	14
10.1 Aufrechterhaltung von anaeroben Bedingungen	14
10.2 Hemmung des Abbaus	14
10.3 Gültigkeit des Tests	14
11 Untersuchungsbericht	14

Anhang A	(informativ) Meßapparatur zur Erfassung der Gasbildung über Druckmessung (Beispiel)	16
Anhang B	(informativ) Beispiel einer biologischen Abbaukurve (kumulierter Druckanstieg netto)	17
Anhang C	(informativ) Beispiele für Formblätter zur Auswertung des Anaeroben Tests auf biologische Abbaubarkeit	18
Anhang D	(informativ) Literaturhinweise	22
Anhang ZA	(normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	22

Vorwort

Diese Internationale Norm des ISO/TC 147 „Water quality“ der International Organization for Standardization (ISO) wurde als Europäische Norm durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 1999, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 1999 zurückgezogen werden.

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.

Die Anhänge A, B, C und D in dieser Norm sind informativ.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 11734 : 1995 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG: Die normativen Verweisungen auf internationale Publikationen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

Warnung: Faulschlämme können pathogene Mikroorganismen enthalten. Der Umgang mit Faulschlamm erfordert daher angemessene Vorsichtsmaßnahmen. Faulschlamm bildet brennbare Gase, die Brände und Explosionen hervorrufen können. Transport und Lagerung größerer Mengen Faulschlamm sind entsprechend sicherheitsbewußt durchzuführen. Der Umgang mit giftigen Chemikalien und Stoffen, deren Eigenschaften unbekannt sind, erfordert geeignete Schutzmaßnahmen. Mit Druckmeßgeräten und Einstechkanülen sollte sorgsam umgegangen werden, damit Verletzungen vermieden werden. Kontaminierte Kanülen sind nach Gebrauch so zu entsorgen, daß Verletzungen ausgeschlossen werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Screeningverfahren zur Bestimmung der biologischen Abbaubarkeit organischer Verbindungen einer vorgegebenen Konzentration durch anaerobe Mikroorganismen fest. Die in diesem Testverfahren beschriebenen Bedingungen entsprechen nicht notwendigerweise den optimalen Bedingungen, unter denen der maximale biologische Abbaugrad erreicht wird, da ein verdünnter Schlamm in Verbindung mit einer relativ hohen Prüfsubstanzkonzentration eingesetzt wird. Das Testverfahren ermöglicht eine Inkubationszeit des Schlammes bis 60 d in Gegenwart der Prüfsubstanz. Die Testdauer ist folglich länger als das übliche Schlammalter in anaeroben Faultürmen (25 d bis 30 d); es gibt aber auch industrielle Faultürme, die mit Schlamm wesentlich höheren Alters betrieben werden.

Das Verfahren ist zur Prüfung organischer Verbindungen mit bekanntem Kohlenstoffanteil geeignet, sofern sie folgende Eigenschaften besitzen:

- wasserlöslich unter den Testbedingungen;
- wasserunlöslich unter den Testbedingungen, vorausgesetzt sie können mit einem geeigneten Verfahren dosiert werden;
- in der gewählten Testkonzentration nicht hemmend für Mikroorganismen. Hemmeffekte lassen sich mit einem weiteren Testverfahren messen oder mit einem zusätzlichen Hemmansatz.

Bei flüchtigen Substanzen ist im Einzelfall zu entscheiden, ob besondere Vorkehrungen zu treffen sind, beispielsweise eine Testvariante ohne Überdruckentspannung während der gesamten Prüfdauer.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Bezugnahme in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle normativen Dokumente unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 10634 : 1995

Water quality — Guidance for the preparation and treatment of poorly water-soluble organic compounds for the subsequent evaluation of their biodegradability in an aqueous medium

ISO 11923 : 1997

Water quality — Determination of suspended solids by filtration through glass-fibre filters

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die folgenden Definitionen:

3.1 Vollständige anaerobe biologische Abbaubarkeit: Der erreichte Abbaugrad einer Prüfsubstanz, die von anaeroben Mikroorganismen zu Kohlenstoffdioxid, Methan, Mineralsalzen und neusynthetisierten mikrobiellen Zellbestandteilen (Biomasse) metabolisiert wurde.

3.2 Anaerobe biologische Primärabbaubarkeit: Der erreichte Abbaugrad einer Prüfsubstanz, die von anaeroben Mikroorganismen in ihrer Struktur verändert, jedoch nicht vollständig mineralisiert wurde.

3.3 Faulschlamm: Eine Mischung von abgesetztem Faulschlamm, bestehend aus Abwasser und Belebtschlamm, die in einem anaeroben Faulturm bei etwa 35°C zum Zwecke der Biomassereduktion inkubiert wurde. Die anaerobe Behandlung dient auch der Vermeidung von Geruchsproblemen und verbessert die Entwässerungseigenschaften des Schlammes. Der Faulschlamm besteht aus einer Mischung von anaeroben gärenden und methanogenen Bakterien, die Kohlenstoffdioxid und Methan produzieren.

3.4 Trockensubstanz: Die Konzentration an Feststoffen, die durch Filtration oder Zentrifugation eines bekannten Belebtschlammvolumens unter festgelegten Bedingungen abgetrennt werden und bei etwa 105°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet werden.

4 Grundlagen

Gewaschener Faulschlamm mit geringem anorganischem Kohlenstoffgehalt wird auf eine Trockensubstanz von 1 g/l bis 3 g/l verdünnt und bei $(35 \pm 2)^\circ\text{C}$ in verschlossenen Testgefäßen zusammen mit der Prüfsubstanz inkubiert. Die Prüfsubstanzkonzentration beträgt 20 mg/l bis 100 mg/l an organischem Kohlenstoff (OC); die Inkubationszeit beträgt etwa 60 d.

Der durch die Kohlenstoffdioxid- (CO_2) und Methanproduktion (CH_4) ansteigende Gasdruck wird gemessen. Ein erheblicher Anteil des CO_2 wird unter den Testbedingungen in Wasser gelöst oder in Hydrogencarbonat oder Carbonat umgewandelt. Dieser anorganische Kohlenstoff (IC) wird am Testende gemessen.

Die Konzentration des mikrobiologisch gebildeten Kohlenstoffs wird aus der Nettogasproduktion und der Netto-IC-Bildung nach Abzug des Blindwerts berechnet. Der biologische Abbaugrad in Prozent ergibt sich aus dem insgesamt gebildeten IC und dem gemessenen oder berechneten Kohlenstoffgehalt der zugegebenen Prüfsubstanz. Der Verlauf des biologischen Abbaus wird anhand der während der Testdauer gemessenen Gasbildung verfolgt.

Zusätzliche Informationen zum biologischen Primärabbau können durch spezifische Analysen zu Beginn und Ende des Tests erhalten werden.

5 Testumgebung

Die Inkubation erfolgt in verschlossenen Gefäßen in Abwesenheit von Sauerstoff. Zu Testbeginn wird eine reine Stickstoffatmosphäre in den Gefäßen erzeugt. Die Temperatur wird wie in realen anaeroben Faultürmen konstant auf $(35 \pm 2)^\circ\text{C}$ einreguliert.

6 Reagenzien

6.1 Destilliertes oder deionisiertes Wasser mit einer DOC-Konzentration $< 2 \text{ mg/l}$.

6.2 Testmedium

6.2.1 Medium

Es werden nur Chemikalien ausreichend analytischen Reinheitsgrades verwendet. Das herzustellende Verdünnungsmedium enthält folgende Verbindungen in den angegebenen Konzentrationen:

Wasserfreies Kaliumdihydrogenphosphat, (KH_2PO_4)	0,27 g
Dinatriumhydrogenphosphatdodecahydrat, $(\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12 \text{ H}_2\text{O})$	1,12 g
Ammoniumchlorid (NH_4Cl)	0,53 g
Calciumchlorid-dihydrat $(\text{CaCl}_2 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O})$	0,075 g
Magnesiumchlorid-hexahydrat $(\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O})$	0,1 g
Eisen-II-chlorid-tetrahydrat $(\text{FeCl}_2 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O})$	0,02 g
Resazurin (Sauerstoffindikator)	0,001 g
Natriumsulfid, $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9 \text{ H}_2\text{O}$ (siehe Anmerkung)	0,1 g
Spurenelementstammlösung (optional)	10,0 ml
Mit sauerstofffreiem Wasser (siehe 6.1) das Volumen auf	1,0 l einstellen.

Um anoxische Bedingungen herzustellen, wird das Medium direkt vor Verwendung 20 min mit Stickstoff begast, um den vorhandenen Sauerstoff zu entfernen. Der pH-Wert des Mediums wird, sofern nötig, mit verdünnter Salzsäure oder Lauge auf $\text{pH } 7 \pm 0,2$ eingestellt.

ANMERKUNG: Das Natriumsulfid sollte frisch hergestellt oder vor Gebrauch gewaschen und getrocknet sein, damit eine ausreichend hohe Reduktionsfähigkeit sichergestellt ist.

6.2.2 Spurenelement-Stammlösung (optional)

Um den anaeroben Abbauprozess zu verbessern, wird insbesondere bei geringer Inokulumkonzentration die Zugabe folgender Spurenelemente zum Testmedium empfohlen.

Manganchlorid-tetrahydrat $(\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$	0,05 g
Borsäure (H_3BO_3)	0,005 g
Zinkchlorid (ZnCl_2)	0,005 g
Kupfer(II)chlorid (CuCl_2)	0,003 g
Dinatriummolybdat-dihydrat $(\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O})$	0,001 g