

Biologische Abbaubarkeit des Trockenrückstandes der Originalsubstanz

Applikationsbericht Atmungsaktivität AT_4

Hinweis:

Der vorliegende Bericht befasst sich mit der AT_4 -Bestimmung. Dies ist die Atmungsaktivität von Bodenproben oder Fraktionen aus MBA-Anlagen (mechanisch-biologische Abfallbehandlungs-Anlagen) über 4 Tage. Die Daten des vorliegenden Berichts wurden mit dem OxiTop®-C ermittelt. Sie lassen sich mühelos auf das OxiTop®-IDS System übertragen

Messverfahren:

Bestimmung des biologischen Sauerstoffbedarfs

Rechtlicher Hinweis:

Die gesetzliche Basis ist durch das Bundesbodenschutzgesetz [1] und die Verordnung zur Ablagerung von Siedlungsabfällen [2] gegeben. Zweck des Bundesbodenschutzgesetzes ist es, die Funktion des Bodens nachhaltig zu sichern bzw. wiederherzustellen. Es bildet den Rahmen für Eigenkontrollmessungen im Bereich der Altlastenüberwachung. Die Verordnung zur Ablagerung von Siedlungsabfällen macht detaillierte Vorgaben zur Analytik und definiert die Klassenzuordnung von Deponien. Über die dort festgelegten Zuordnungswerte ist es möglich, den Prozess in der Rotte zu überwachen. Die mikrobielle Bodenatmung findet sich auch in der DIN 19737, ihrer Nachfolgenorm ISO 16072 oder deren deutscher Fassung DIN ISO 16072 [3] wieder.



Messeinrichtung:

Zur Untersuchung von Bodenproben eignen sich die Messsysteme der OxiTop® Control- bzw. OxiTop®-IDS Reihe mit:

- Controller bzw. Multi 3620/3630 IDS
- Software zur Datenübertragung vom Controller auf PC
- Verbindungskabel Controller / PC
- OxiTop®-C bzw. OxiTop®-IDS Messköpfe

Bitte beachten Sie die Bedienungsanleitungen der jeweiligen Systeme!

Zubehör:

Je nach Messproblem:

- Probengefäße 500 ml, 1l oder 2,5 l
- Deckeladapter inkl. Gestell und Ringdichtung
- Halteklammern
- Gummiköcher
- Messbecher: V = 50 ml

Reagenzien:

- Natronkalk-Absorber mit CO_2 -Indikator
- Alternativ: Flüssigabsorber (NaOH- oder KOH-Lösung)

Prinzipieller Aufbau des Messsystems

Die mit den Proben befüllten Messgefäße werden in einer präzise thermostatisierten Umgebung (Klimaraum, Thermostaten-schrank etc.) inkubiert und mit dem Controller überwacht (siehe "Praktische Hinweise: Temperatureinfluss"). Während der Messung können die Messdaten aller Messstellen beliebig oft in den Controller mittels Bluetooth-Schnittstelle übertragen werden. Der Controller bietet zur Überwachung direkt eine graphische Darstellung der Messdaten. Der gesamte Datenbestand lässt sich per Bluetooth auf einen Computer übertragen. Die Berechnung der Bodenatmung bzw. des AT_4 -Wertes erfolgt mit einem geeigneten Tabellenkalkulationsprogramm (z.B. Microsoft Excel) oder einer spezifischen Software.



Messprinzip und Auswertung

Die in der Probe ablaufenden biologischen Vorgänge basieren in der Hauptsache auf der Umsetzung des vorhandenen Kohlenstoffs. Gemäß Bundesgesetzblatt G 5702 und der Abfallablagerungsverordnung (AbfAbIV) können zur Bewertung von Abfallproben aerobe (AT_4 -Bestimmung) und anaerobe Prozesse (Gärttest GB21) herangezogen werden. Bei Abwesenheit von Sauerstoff laufen anaerobe Prozesse unter Bildung von Biogas (im Wesentlichen $CH_4 + CO_2$) ab. Bei der AT_4 -Bestimmung muss dagegen genügend Sauerstoff vorhanden sein, damit durch die aerobe Veratmung Kohlendioxid (CO_2) gebildet wird.



Um den organischen Stoffabbau messen zu können, muss das in äquivalenten Mengen gebildete Reaktionsprodukt CO_2 chemisch durch einen Absorber gebunden und so aus dem Gasraum entfernt werden. Nur so lässt sich aus der gemessenen Druckdifferenz direkt auf den Verbrauch an Sauerstoff schließen. Geeignet sind Flüssigabsorber (NaOH- oder KOH-Lösung) in entsprechender Molarität oder Natronkalk als Granulat. Besonders wichtig ist das Einhalten einer konstanten Inkubationstemperatur. Dies sorgt einerseits für einen definierten Rahmen der mikrobiellen Reaktionen und ermöglicht andererseits mittels Gasgesetz die Zuordnung von Druckänderungen zu Stoffumsätzen. Zwischen der Atmungsaktivität und dem Gärttest besteht ein Zusammenhang. Wegen des geringeren Arbeitsaufwands und der wesentlich kürzeren Messdauer wird der aerobe Abbau bevorzugt. Prinzipiell können mit dem OxiTop® IDS System aber auch drucksteigernde anaerobe Prozesse mit Biogasbildung bis 1500 hPa gemessen und aufgezeichnet werden.

Im Messmodus „Druck p“ wird der Verlauf der Druckdifferenz im Gasraum ermittelt und steht damit als Messgröße zur Berechnung der Bodenatmung nach folgender Formel zur Verfügung (siehe auch [3]):

$$2 \quad BA = \frac{M_{O_2}}{R \times T} \times \frac{V_{fr}}{m_{Bt}} \times |\Delta p|$$

mit:

BA Bodenatmung
 M_{O_2} Molekulargewicht O_2 (31,998 mg/mol)
 R allgemeine Gaskonstante (83,14 L x hPa/(K x mol))
 T Messtemperatur (in Kelvin)
 V_{fr} Freies Gasvolumen (in Liter)
 m_{Bt} Masse Bodentrockensubstanz (in kg)
 $|\Delta p|$ Betrag der Druckänderung (in hPa)

Wobei:

$$3 \quad V_{fr} = V_{ges} - V_{AM} - V_{Bf}$$

mit:

V_{ges} Gesamtheit des vom Messgefäß umschlossenen Volumens
 V_{AM} Volumen des Absorptionsmittels und der Hilfsvorrichtungen
 V_{Bf} Volumen des feuchten Bodens

Die Volumina können durch Auslitern bestimmt oder - sofern ausreichend - abgeschätzt werden. Für die Bestimmung der Trockensubstanz wird DIN 38414-10 empfohlen. Die Berechnung der eingesetzten Bodentrockensubstanz m_{Bt} erfolgt gemäß:

$$4 \quad m_{Bt} = m_{Bf} \times \frac{TS}{100\%}$$

mit:

m_{Bt} Masse Bodentrockensubstanz (in kg)
 m_{Bf} Masse Bodenfeuchtschubstanz (in kg)
 TS Trockensubstanzgehalt (in %)

Die BSB-Anzeige wird berechnet nach:

$$5 \quad BSB = \frac{M_{O_2}}{R \times T} \times \left(\frac{V_{ges} - V_{Probe}}{V_{Probe}} + \alpha \frac{T}{T_0} \right) \frac{1}{\rho} \times |\Delta p|$$

Für die Bodenatmung gilt:

$$6 \quad BA = \frac{M_{O_2}}{R \times T} \times \left(\frac{V_{ges} - V_{Probe}}{V_{Probe}} + \alpha \frac{T}{T_0} \right) \frac{1}{\rho} \times |\Delta p|$$

mit:

BA Bodenatmung
 M_{O_2} Molekulargewicht O_2 (31,998 g/mol)
 R allgemeine Gaskonstante (83,14 L x hPa/(K x mol))
 T Messtemperatur (in Kelvin)
 T_0 Temperatur des Celsius-Nullpunkts (273,15 K)
 V_{ges} Gesamtgasvolumen (in Liter)
 V_{Probe} Volumen der Probe (in Liter)
 α Bunsenscher Absorptionkoeffizient
 ρ Dichte der Trockensubstanz (in kg/L)
 $|\Delta p|$ Betrag der Druckänderung (in hPa)

Umgeformt nach Gleichung (7) ist zu erkennen, dass die BSB-Anzeige im Messmodus "BSB-Spezial" gemäß Gleichung (5) dem Produkt aus Bodenatmung und Trockensubstanzdichte entspricht.

$$7 \quad BA \times \rho = \frac{M_{O_2}}{R \times T} \times \left(\frac{V_{ges} - V_{Probe}}{V_{Probe}} + \alpha \frac{T}{T_0} \right) \times |\Delta p|$$

In diesem Modus stellt das Multi 36x0 IDS nach freier Wahl der Parameter (Gasvolumen, Probenvolumen, Umgebungsdruck, Messbereich, Temperatur, etc.) einen simultan errechneten BSB-Messwert in mg O_2 / L zur Verfügung. Um zur Bodenatmung zu kommen, muss dieser BSB-Wert durch die Dichte der Probe geteilt werden. Die Einstellung der entsprechenden Rahmenparameter ist in der Bedienungsanleitung des Controllers beschrieben.

Durchführung

Vorbereitung der Probe

1. Die Originalprobe ist vollständig auf < 10 mm zu zerkleinern.
2. Gegebenenfalls sind Störstoffe wie Glas, Steine und Metalle vor dem Zerkleinern zu entfernen. Ihre Massenanteile sind bei der Versuchsauswertung zu berücksichtigen.
3. Ebenfalls auszusondern sind alle nicht zu Deponieinformation gehörenden Teile, wie z. B. PE-Tüten.
4. Die für die spätere Auswertung benötigten Daten wie Probenvolumen, Trockensubstanzdichte und Gefäßvolumen sind zu ermitteln. Die Trockensubstanz umfasst die mineralischen und organischen Bestandteile nach vollständigem Wasserentzug durch Trocknung bei 105°C (siehe DIN 38414-10 [4]).
5. Der optimale Wassergehalt ist einzustellen (ca. 50-60 % der maximalen Wasserhaltekapazität). Dazu werden 300 g Probe mit 300 ml Leitungswasser angefeuchtet und 30 min über eine Nutsche mit Filterplatte (P1) mit Wasserstrahlvakuum abgesaugt. Proben, die keine Nettowasseraufnahme zeigen, können ohne Wasserzugabe direkt abgesaugt werden.
6. Die Probenvorbereitung muss innerhalb von 48 Stunden abgeschlossen und der Test gestartet sein. Die Probe darf dabei für maximal 24 Stunden einer Temperatur von über 4°C ausgesetzt sein. Ist dies nicht zu gewährleisten, muss sie innerhalb 24 Stunden nach Probennahme bei -18°C bis -20°C eingefroren werden. Das Einfrieren ist zu dokumentieren. Derartige Proben sind innerhalb 24 h schonend aufzutauen. Dabei darf die Temperatur 20°C nicht überschreiten.

Messung

1. Für die Untersuchung werden 40 g Probe eingesetzt. Die Größe des Messgefäßes ist je nach Belastungsgrad der Probe zu wählen. Ggf. sind Erfahrungswerte heranzuziehen. Der Druckunterschied soll maximal 100 hPa betragen. Ist dies mit dem größten Gefäß nicht möglich, muss wiederbelüftet werden. Hier ist die Funktion „Warndifferenzdruck“ nützlich (siehe Hinweise unten).
2. Für jeden Probennahmeort sind drei Proben parallel zu vermessen.
3. Nach Einbringen des CO_2 -Absorbers sind die Messgefäße mit Deckel und Messkopf dicht zu verschließen (siehe Hinweise unten).
4. Die Messergebnisse müssen stündlich aufgezeichnet werden. Die entsprechenden Einstellungen lassen sich über den Controller durchführen.
5. Der Messvorgang wird mit dem Controller gestartet und die Messgefäße bei 20°C inkubiert (Thermostatschrank).
6. Der Auswertezeitraum beträgt 4 Tage. Er beginnt nach einer anfänglichen lag-Phase. Die lag-Phase ist dann beendet, wenn der mittlere O_2 -Verbrauch 25 % des Wertes erreicht, der sich im Bereich der größten Steigung des O_2 -Verbrauchs innerhalb der ersten 4 Tage ergibt.
7. Die Masse des in der lag-Phase verbrauchten Sauerstoffs wird für das Endergebnis nicht berücksichtigt, d.h. dieser Wert wird von dem nach der lag-Phase + 4 Tagen vorliegenden Gesamtergebnis abgezogen. Die Messung darf nur gewertet werden, wenn der lag-Anteil 10% des Gesamtwerts nicht übersteigt.

Ergebnis

1. Die Daten werden vom Controller auf einen Computer übertragen und dort mittels eines geeigneten Programms (Tabellekalkulationsprogramm z.B. Microsoft Excel) ausgewertet.
2. Grundlage sind die o.g. Gleichungen 2 bzw. 7.
3. Die Darstellung der Ergebnisse (Analysenfunktion und 3- Stunden-Mittelwerte) erfolgt durch graphisches Auftragen des Sauerstoffverbrauchs (mg O_2) pro Gramm Trockenmasse gegen die Zeit in Stunden.
4. Das Endergebnis ist mit 2 signifikanten Stellen in mg O_2 je g Trockenmasse mit Mittelwert und Standardabweichung anzugeben. Ausreißer mit einer Abweichung von mehr als 20% vom Mittelwert sind zu eliminieren.

Praktische Hinweise

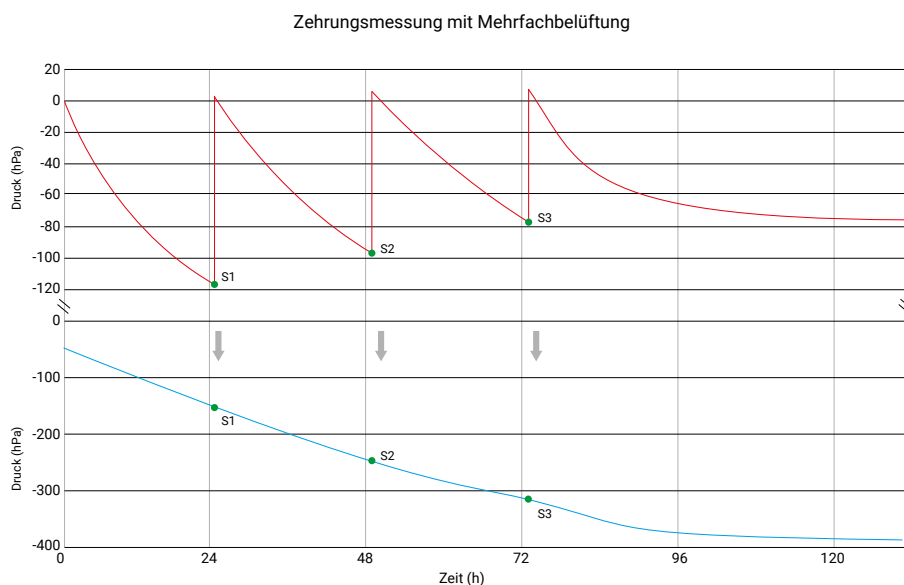
OxiTop® Controller, OxiTop® C-Messköpfe, OxiTop® IDS Messköpfe und Multi 36x0

Details zur Handhabung der Geräte sind den jeweiligen Bedienungsanleitungen zu entnehmen.

Probenmenge, Gefäßgröße und Belüftung

Die Probenmenge ist gesetzlich auf 40 g festgelegt. Liegen stärker belastete Proben vor, sind entsprechend größere Messgefäße zu verwenden. Eine Reduzierung der Probenmenge ist nicht vorgesehen, um zu starke Schwankungen der Ergebnisse durch Probeninhomogenitäten zu vermeiden. Bei hoch belasteten Proben müssen die Gefäße ggf. mehrfach belüftet werden, um den gesamten Umsatz ohne O₂-Limitierung zu ermöglichen. Dies ist dann der Fall, wenn der Betrag des Druckunterschieds über 100 hPa liegt. Die Gefäße für die B6M- und B6M2,5 Systeme haben einen genügend großen Durchmesser, um nach Abnahme des Deckels einen optimalen Austausch des gesamten freien Gasvolumens mit frischer, unverbrauchter Luft mit 21 % O₂-Anteil zu gewährleisten. Es ist hilfreich, mit der Hand kurz in das Gefäß zu fassen, um so das Gasvolumen zu verdrängen. Bei Verwendung von PF45/... Probengefäßen muss wegen der kleinen Gefäßöffnung der gesamte freie Gasraum bei der Belüftung durch eine gezielte Spülmaßnahme (z.B. Pumpe mit Schlauch) mehrfach mit neuer Luft ausgetauscht werden. Ansonsten besteht die Gefahr einer O₂-Limitierung und damit einer Messwertverfälschung!

Der Messverlauf mit Mehrfachbelüftung sieht dann folgendermaßen aus:



Die obere Kurve stellt den tatsächlichen Druckverlauf mit den einzelnen Wiederbelüftungsaktionen dar. Die untere Kurve zeigt den Gesamtverlauf, nachdem die einzelnen Teilbereiche zusammengesetzt wurden. Luftdruckänderungen können dazu führen, dass die jeweiligen Startwerte nach Belüftung nicht auf der anfänglichen Nulllinie liegen. Für die Auswertung sind jeweils die gesamten Druckänderungen zu berücksichtigen, d.h. die Werte sind auf den jeweils nächsten zurückliegenden Startpunkt nach Wiederbelüftung zu beziehen, nicht auf die Nulllinie.

Warndifferenzdruck

Das OxiTop® Control und IDS System bietet im Modus "Druck p" die Einstellfunktion "Warndifferenzdruck". Hier wird z.B. ein mittlerer Warndifferenzdruck von 100 hPa (empfohlen) eingestellt. Dieser Einstellwert kann je nach Empfindlichkeit der Bioorganik größer oder kleiner gewählt werden. Nach Abruf aller Messdaten über einen Sammelruf werden in der Probenverwaltung des Controllers nur die Proben gezeigt, bei denen der eingestellte Warndifferenzdruck überschritten wurde. Die davon betroffenen Messproben können dann selektiv bearbeitet, z.B. belüftet werden.

Abdichtung

Für das korrekte Arbeiten ist es wichtig, dass die Dichtigkeit des Systems über die gesamte Prozessdauer erhalten bleibt. Deshalb ist bei der Beschickung des Messgefäßes mit Probe darauf zu achten, dass der Deckelrand und die Dichtung nicht verschmutzt werden. Es wird empfohlen die Dichtflächen vor jedem Messvorgang auf Beschädigungen zu überprüfen. Saubere Flächen, Befestigung des Deckels mit den Halteklammern und handfestes Aufschrauben des Messkopfes sorgen für eine ordnungsgemäße Abdichtung des Gefäßes. Es empfiehlt sich, die Flachdichtungen am Deckelrand mit dem mitgelieferten Silikonfett einzufetten, um eine optimale Dichtigkeit zu erreichen. Nicht die Gummiköcher fetten! Eine einfache Überprüfung der Dichtfunktion kann im Modus „Druck p“ über beispielsweise 3 bis 6 h bei einer ca. 50 %-igen Messgefäßbefüllung mit 45 ... 50 °C heißem Wasser erfolgen. Beim Abkühlen auf Messtemperatur muss sich ein stabiler Unterdruck einstellen.

Absorber

Als Absorber wird Natronkalk NKI oder Natronlauge eingesetzt. Der Natronkalk NKI hat den Vorteil, dass er in granulierter Form als Feststoff leicht handhabbar ist und eine sehr große aktive Oberfläche hat. Zudem beeinflusst er speziell bei den Messungen zur Bodenatmung und AT_4 -Bestimmung den Wasserhaushalt der Probe nicht nennenswert. Schließlich zeigt sich seine CO_2 -Erschöpfung bzw. Absorberkapazität durch die Verfärbung eines Indikators. Damit kann der Anwender eine mögliche CO_2 -Limitierung direkt erkennen oder sicher ausschließen. Üblicherweise wird pro Messgefäß ein Teelöffel Natronkalk verwendet und anschließend verworfen. Das Absorbervolumen ist beim freien Gasraum entsprechend zu berücksichtigen. Natriumhydroxid in Form fester Plättchen, wie es für die BSB-Bestimmung benutzt wird, kann für die Bodenatmung und AT_4 -Bestimmung nicht verwendet werden, weil es den Feuchtegehalt der Probe stark verändert. In Form einer 2 bis 4 molaren Natronlauge ist ein Einsatz möglich. Üblicherweise ist eine Menge von 30 bis 40 ml ausreichend. Bei Zwischenbelüftungen sollte dieser Absorber ebenfalls ausgetauscht werden. Die entsprechenden Vorsichtsmaßnahmen beim Umgang mit Natronlauge sind zu beachten.

Messfunktion

Zur Durchführung der Bodenatmung und AT_4 -Bestimmung ist speziell der Controller bzw. ein Multi 36x0 IDS geeignet. Er kann gemäß Bedienungsanleitung in den Messfunktionen „Druck p“ oder „BSB-Spezial“ betrieben werden.

Bestimmung der Volumina

Für eine genaue Bestimmung sind die einzelnen Größen in den Bestimmungsgleichungen möglichst präzise einzusetzen. Die Volumina spielen hier eine wichtige Rolle. Das freie Gasvolumen lässt sich durch Auslitern des tatsächlichen Gefäßvolumens und Abzug der im Gefäß befindlichen Teile (Träger, Becherglas, Absorber etc.) ermitteln.

Lag-Phase und Messzeit

Die eigentliche Messzeit bei der AT_4 -Bestimmung beträgt 4 Tage. Um sie hinsichtlich der zu Beginn auftretenden lag-Phase sicher zu erfassen, geht man in der Regel von 6 Tagen Gesamtmesszeit aus. Um aussagekräftige, gesetzeskonforme Daten zu erhalten, sind die vorgegebenen Lagerzeiten und Temperaturen genau einzuhalten.

Temperatureinfluss

Wie aus den Gleichungen 2 und 7 ersichtlich ist, geht die Messtemperatur maßgeblich in das Ergebnis ein. Die hohe Präzision und Auflösung der Druckmessung der OxiTop®-C bzw. OxiTop® IDS Messköpfe von 1 hPa garantiert ein reproduzierbares Ergebnis. Dieses hängt aber auch maßgeblich von der Konstanz der Umgebungstemperatur ab. Nach bisheriger Erkenntnis erfüllen nur sehr wenige Klimaräume diese Anforderungen. Beste Erfahrungen über das gesamte OxiTop®-Applikationspektrum wurden mit den eigens zu diesem Zweck konzipierten und entwickelten Thermoschränken mit PI-Regler und Umluftführung gemacht.

Literatur

- [1] Bundesbodenschutzgesetz; Bundesgesetzblatt G 5702 Teil I vom 17.03.1998
- [2] Verordnung über die umweltverträgliche Ablagerung von Siedlungsabfällen und über biologische Abfallbehandlungsanlagen; Bundesgesetzblatt G 5702 Teil I vom 27.02.2001
- [3] DIN 19737 bzw. Nachfolgenorm DIN ISO 16072, Ausgabe 2005/6
- [4] DIN 38414-10 zur Trockenmassebestimmung

Hinweis

Die Angaben in unseren Applikationsberichten dienen ausschließlich der prinzipiellen Darstellung der Vorgehensweise bei der Anwendung unserer Messsysteme. Besondere Eigenschaften der jeweiligen Probe im Einzelfall oder spezielle Rahmenbedingungen auf Anwenderseite können jedoch eine veränderte Durchführung des Verfahrens oder ergänzende Maßnahmen erforderlich machen oder im Einzelfall dazu führen, dass ein beschriebenes Verfahren für die beabsichtigte Anwendung ungeeignet ist. Außerdem können besondere Eigenschaften der jeweiligen Probe wie auch spezielle Rahmenbedingungen zu abweichenden Messergebnissen führen. Die Applikationsberichte wurden mit größtmöglicher Sorgfalt erstellt. Trotzdem können wir für ihre Richtigkeit keine Gewähr übernehmen. Es gelten unsere Allgemeinen Geschäftsbedingungen in der jeweils aktuellen Fassung.



Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG
Am Achalaich 11
82362 Weilheim
Germany

Tel: +49 881 183-0
Info.XAGS@xylem.com
xylemanalytics.com



Angebote und Bestellungen

Tel: +49 881 183-323
Orders.XAGS@xylem.com

Technische Information

Tel: +49 881 183-321
TechInfo.XAGS@xylem.com

Service

Tel: +49 881 183-325
Service.XAGS@xylem.com