

# Applikationsbericht

## Atmungsaktivität AT<sub>4</sub>

# Biologische Abbaubarkeit des Trockenrückstandes der Originalsubstanz

### Hinweis

Der vorliegende Bericht befasst sich mit der AT<sub>4</sub>-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. wieder herzustellen. 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 incl. Gestell und Ringdichtung  
Halteklammern  
Gummiköcher  
Messbecher: V = 50 ml

## Reagenzien

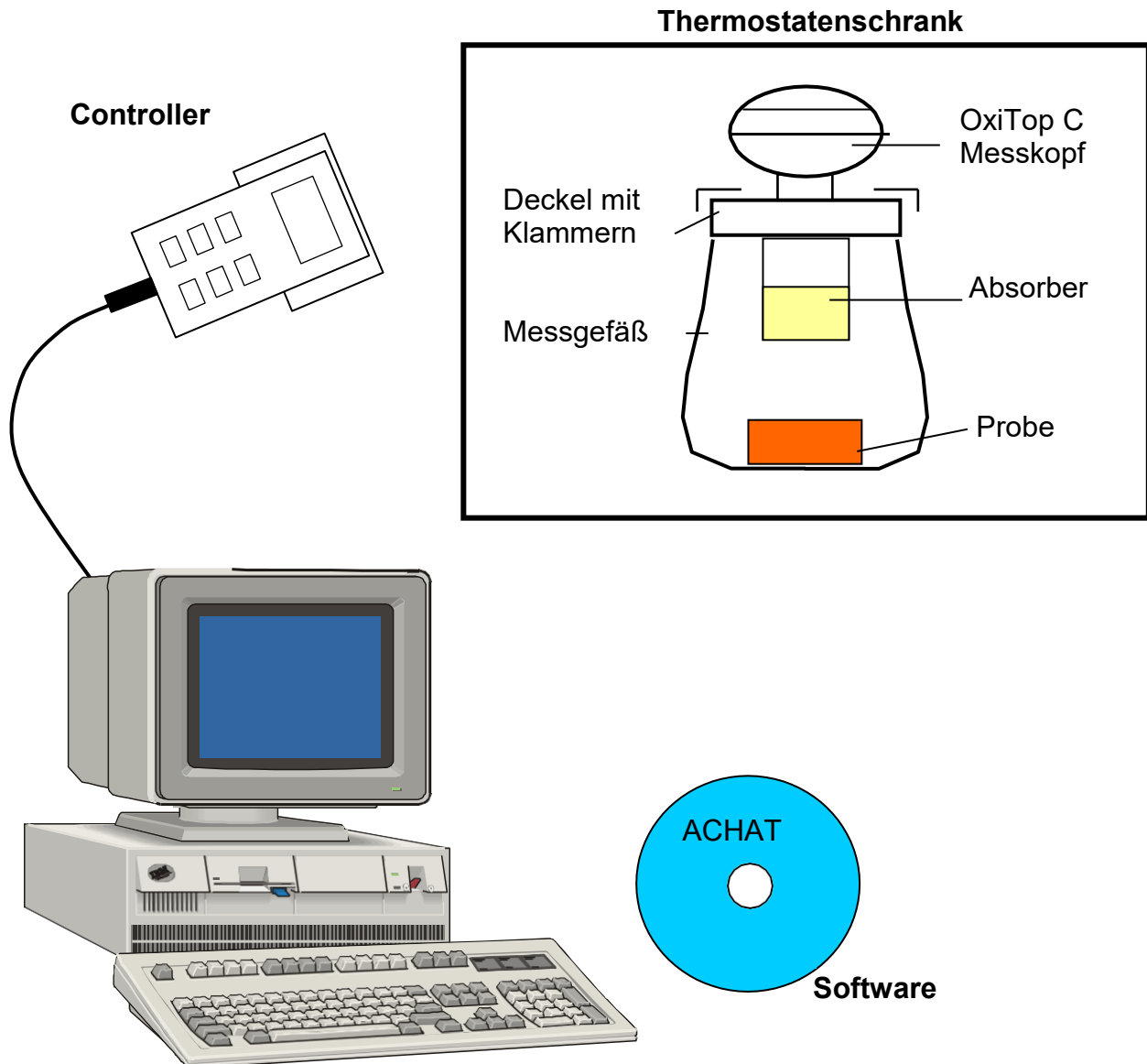
Natronkalk-Absorber mit CO<sub>2</sub>-Indikator  
alternativ: Flüssigabsorber (NaOH- oder KOH-Lösung)

## Messgefäße mit Messköpfen



## Prinzipieller Aufbau des Messsystems

Die mit den Proben beschickten Messgefäße werden in einer präzise thermostatisierten Umgebung (Klimaraum, Thermostatschrank etc.) inkubiert und mit dem Controller überwacht (siehe Praktische Hinweise: Temperatureinfluss, Seite 10)

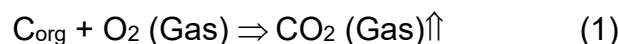


Während der Messung können die Messdaten aller Messstellen beliebig oft in den Controller mittels Infrarot-Schnittstelle übertragen werden. Der Controller bietet zur Überwachung direkt eine graphische Darstellung der Messdaten. Der gesamte Datenbestand lässt sich mit dem Kommunikationsprogramm Achat über die serielle Schnittstelle und das Datenkabel auf einen Computer übertragen

Die Berechnung der Bodenatmung bzw. des AT4-Wertes erfolgt mit einem geeigneten Tabellenkalkulationsprogramm (z.B. Microsoft Excel) oder spezifischer 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 Abfallablagerversordnung (AbfAbIV) können zur Bewertung von Abfallproben aerobe (AT<sub>4</sub>-Bestimmung) und anaerobe Prozesse (Gärttest GB<sub>21</sub>) herangezogen werden. Bei Abwesenheit von Sauerstoff laufen anaerobe Prozesse unter Bildung von Biogas (im Wesentlichen CH<sub>4</sub> + CO<sub>2</sub>) ab. Bei der AT<sub>4</sub>-Bestimmung muss dagegen genügend Sauerstoff vorhanden sein, damit durch die aerobe Veratmung Kohlendioxid (CO<sub>2</sub>) gebildet wird.



Um den organischen Stoffabbau messen zu können, muss das in äquivalenten Mengen gebildete Reaktionsprodukt CO<sub>2</sub> 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 Control System aber auch drucksteigernde anaerobe Prozesse mit Biogasbildung bis 1350 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]):

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

mit	BA	Bodenatmung
	M <sub>O<sub>2</sub></sub>	Molekulargewicht O <sub>2</sub> (31998 mg/mol)
	R	allgemeine Gaskonstante (83.14 L·hPa/(K·mol))
	T	Messtemperatur (in Kelvin)
	V <sub>fr</sub>	Freies Gasvolumen (in Liter)
	m <sub>Bt</sub>	Masse Bodentrockensubstanz (in kg)
	\Delta p	Betrag der Druckänderung (in hPa)

Wobei  $V_{fr} = V_{ges} - V_{AM} - V_{Bf}$  (3)

- 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:

$$m_{Bt} = m_{Bf} \cdot \frac{TS}{100 \%} \quad (4)$$

- Mit  $m_{Bt}$  Masse Bodentrockensubstanz (in kg)  
 $m_{Bf}$  Masse Bodenfeuchtsubstanz (in kg)  
 TS Trockensubstanzgehalt (in %)

Die BSB-Anzeige wird berechnet nach:

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

Für die Bodenatmung gilt:

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

- mit BA Bodenatmung  
 $M_{O_2}$  Molekulargewicht O<sub>2</sub> (31,998 g/mol)  
 R allgemeine Gaskonstante (83,14 L·hPa/(K·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)  
 $\alpha$  Bunsenscher Absorptionkoeffizient  
 $\rho$  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.

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

In diesem Modus stellt der OxiTop Controller OC 110 nach freier Wahl der Parameter (Gasvolumen, Probenvolumen, Umgebungsdruck, Messbereich, Temperatur, ect.) einen simultan errechneten BSB-Messwert in mg O<sub>2</sub> / 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 Deponieformation 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 Probenahme 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<sub>2</sub>-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 Auswertzeitraum beträgt 4 Tage. Er beginnt nach einer anfänglichen lag-Phase. Die lag-Phase ist dann beendet, wenn der mittlere O<sub>2</sub>-Verbrauch 25 % des Wertes erreicht, der sich im Bereich der größten Steigung des O<sub>2</sub>-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 (Tabellenkalkulationsprogramm 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<sub>2</sub>) pro Gramm Trockenmasse gegen die Zeit in Stunden.



4. Das Endergebnis ist mit 2 signifikanten Stellen in mg O<sub>2</sub> 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 und OxiTop C-Messköpfe*

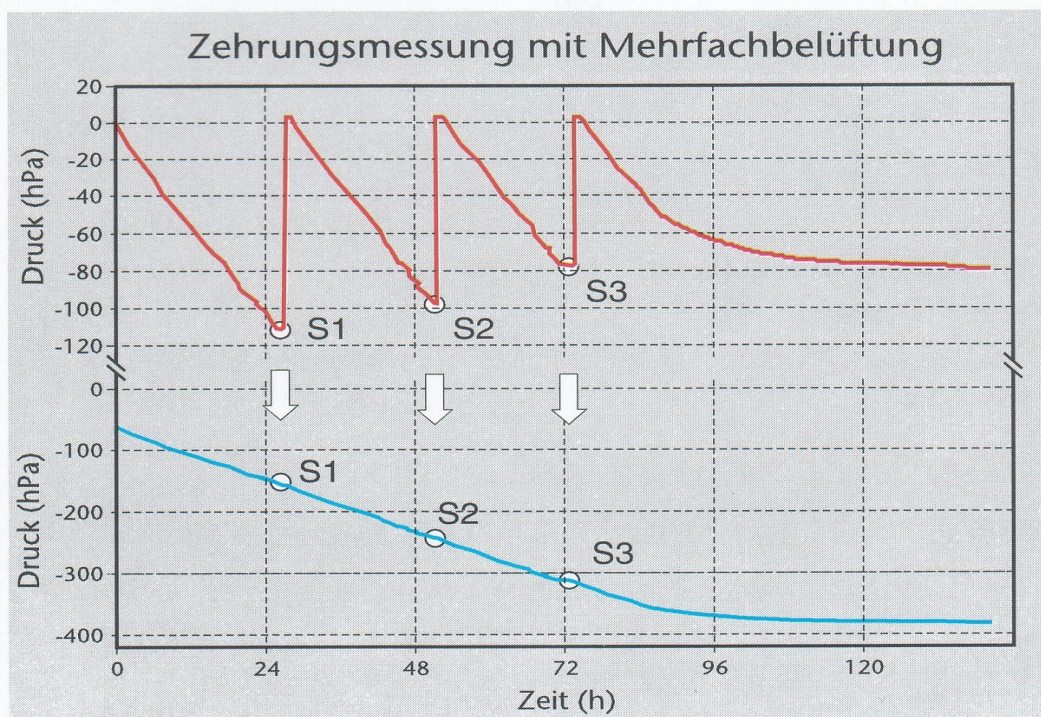
Details zur Handhabung der Geräte sind den jeweiligen Bedienungsanleitungen zu entnehmen.

### *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 O<sub>2</sub> 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 % O<sub>2</sub>-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 O<sub>2</sub>-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 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. Von einem Fetten der Dichtflächen oder anderer Teile wird dringend abgeraten, da dadurch Fehlmessungen und Beschädigungen der Einrichtung möglich sind. 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<sub>4</sub>-Bestimmung den Wasserhaushalt der Probe nicht nennenswert. Schließlich zeigt sich seine CO<sub>2</sub>-Erschöpfung bzw. Absorberkapazität durch die Verfärbung eines Indikators. Damit kann der Anwender eine mögliche CO<sub>2</sub>-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<sub>4</sub>-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<sub>4</sub>-Bestimmung ist speziell der Controller 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<sub>4</sub>-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 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-Applikationsspektrum 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.

Haben Sie noch weitere Fragen? Bitte wenden Sie sich an unser Customer Care Center:

### **Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH**

Dr.-Karl-Slevogt- Straße 1  
D-82362 Weilheim

Tel: +49 (0)881 / 183-0  
/ 183-100

Fax: +49 (0)881 / 183-420

E-Mail: [Info@WTW.com](mailto:Info@WTW.com)

Internet: <http://www.WTW.com>