

# Schnell und präzise

## Einfache Klärschlamm- und Abwasseranalytik

Ulf Sengutta

*Beim Klärwerksbetrieb sind regelmäßig Trockensubstanz-Bestimmungen notwendig. Schließlich lassen sich die Massenströme aus Primär-, Sekundär- und eventuell Tertiärschlamm nur sinnvoll verfolgen, wenn man neben dem Volumen auch den Anteil an Feststoff kennt. Bei der Schlammstabilisierung, gleichgültig ob aerob oder anaerob, ist die kennzeichnende Größe der Gehalt der Trockensubstanz (oTS).*

Da Klärschlamm zunächst sehr dünn ist (~ 3 % TS), sind viele Verfahren zu dessen Eindickung gebräuchlich. In der Regel werden diese Anlagen unter Zuhilfenahme anorganischer und organischer Fällungs- und Flockungsmittel betrieben. Sinnvollerweise dosiert man die Hilfsmittel nicht mengen-, sondern frachtproportional, also entsprechend der Schlammmenge und deren TS- sowie oTS-Gehalte. Auch die Schlammabeseitigung z. B. mittels Verbrennung bedarf der Kontrolle des TS-Gehaltes. Die Schlammverbrennung ist eine kostenintensive Angelegenheit. Die Anlagen werden unter Anwendung einer ausgeklügelten Technik für eine festgelegte Durchsatzleistung bezüglich TS- und oTS-Gehalten getrimmt. Somit gibt es vielfachen Steuerungsbedarf in Anhängigkeit des TS- und oTS-Gehaltes der Klärschlammproben. Die Analysen sollten somit auch einfach und schnell durchzuführen sein [1].

### TS-Gehalt und oTS-Gehalt

Die Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung beschreiben die Analyse zur Trocknung und Bestimmung des TS-Rückstands so:

1. Trocknen der Probenschale
2. Abkühlen der Schale im Exsikkator

3. Einwiegen der Probe in die Schale und Trocknen im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz
4. Entnahme der Schale und Abkühlen im Exsikkator
5. Rückwiegen der Probe

Die Bestimmung des oTS-Gehaltes erfolgt analog, jedoch findet statt der Trocknung im Trockenschrank nun ein Glühen im Muffelofen statt. Beide Bestimmungen sind zeit- und arbeitsaufwändige Prozeduren. Die Alternative: Bestimmung des TS-Gehaltes sowie des TSS-Gehaltes im Mikrowellen-Feuchtebestimmer Smart Turbo.

Diese vorbeschriebene Problemstellung wurde vom Gerätehersteller CEM erkannt und mit der Gerätekombination Feuchtebestimmer Smart Turbo/Muffelofen Phönix wurde eine Lösung entwickelt. In wenigen Minuten werden die Proben getrocknet und verascht. Mit diesen Messwerten können die technischen Anlagen gesteuert werden und es kann sogar bei der Anlieferung per LKW die Ware zeitnah gemessen werden.

Im Feuchtebestimmer wird die Schlammprobe auf ein saugfähiges Probenträgermaterial gegeben und auf die im Mikrowellengerät eingebaute Waage gelegt. Ein Temperatursensor regelt die Mikrowellenstrahlung und verhindert ein Zersetzen der Probe. Die in den DEV-Methoden vorgegebene Trock-

Autor: Ulf Sengutta, CEM GmbH, Kamp-Lintfort



nungstemperatur von 105 °C wird auch im Smart Feuchtebestimmer eingehalten. Damit sind die Messwerte zum Trockenschrank vergleichbar. Um die gleiche Genauigkeit zu ermöglichen, die nach der DEV-Methode erreichbar ist, wurde das Gerät mit einer eingebauten Waage mit einer Auflösung von 0,0001 g ausgestattet. Diese Analysenwaage nimmt ständig das Probengewicht auf und sorgt während des Trocknungsvorganges für die Abschaltung bei Gewichtskonstanz nach wenigen Minuten Messdauer (typischerweise 2 min). Der entstandene Wasserdampf wird über ein Ventilationssystem schnell aus dem Probenraum transportiert.

Eine drastische Reduzierung der Fehlermöglichkeiten und somit eine Steigerung der Präzision erfolgt durch den hohen Automatisierungsgrad im Gerät: Der Anwender gibt die Probe auf die Probenträger und startet den Trocknungsvorgang. Der Mikrowellentrockner wiegt die Probe, trocknet und wiegt permanent während der Trocknung zurück, um den Endpunkt schnellstens zu ermitteln, anschließend wird das Ergebnis berechnet und über den integrierten Bildschirm, über Schnittstellen sowie Drucker ausgegeben. Zusätzlich kann ein Barcode-Reader angeschlossen werden. Ein weiterer Vorteil ist die Vermeidung von Unfällen. Der Probenträger mit der getrockneten Schlammprobe ist am Trocknungsende kalt, man kann sich also nicht die Finger verbrennen. Die Waage ist staubdicht gesichert untergebracht und kann praktisch nicht beschädigt werden.

### Abfiltrierbare Stoffe

Die Software im Feuchtebestimmer beinhaltet zudem die Bestimmung der gelösten/suspendierten Feststoffe (Total Suspended Solids, TSS). Dabei wird ein definiertes Volumen (typisch 1 l) der Wasserprobe filtriert und der Filter wird im Gerät innerhalb von 2 min getrocknet. Am Trocknungsende errechnet das Gerät den TSS-Gehalt, indem der gemessene Feststoffgehalt mit dem eingesetzten Volumen in Relation gesetzt wird.

Die oTS-Bestimmung kann aber auch im schnellen Muffelofen erfolgen, dem Phoenix. Konventionelle Muffelöfen benötigen viel Energie, die Veraschungen dauern viele Stunden und das Abkühlen der Tiegel im Exsikkator ist ebenfalls extrem zeitaufwändig.

Dieser Muffelofen hat folgende Vorteile: Durch die geringe Masse des Heizelements

und die rasche Aufnahme der eingestrahelten Mikrowellen-Energie erreicht der Ofenraum schnell in wenigen Minuten die Solltemperatur. Ebenso rasch lassen sich Temperaturschwankungen, z. B. beim Öffnen und Einbringen der Probe, wieder ausregeln. Der hohe Luftdurchsatz ermöglicht durch die luftdurchlässige Isolationskeramik ein schnelles Verbrennen der Schlammprobe und sorgt für eine gute Entlüftung des Systems. CEM-Spezialtiegel bieten den Vorteil, dass sie innerhalb von wenigen Sekunden nach der Entnahme aus dem Ofen abkühlt, ohne dabei Feuchtigkeit aufzunehmen. Somit wird ein Überführen in den Exsikkator hinfällig und beschleunigt das Handling des Rückwiegens enorm. Ein Abluftrohr wird direkt am Gerät angeschlossen. Die Raumluft und somit auch der Anwender werden nicht belastet und die Installation braucht unter keinem Abzug zu erfolgen. Sogar die „dreckige“ Vorveraschung wird im Phoenix durchgeführt und muss nicht mehr im offenen Tiegel erfolgen.

Die komplette Veraschung einer Klärschlammprobe erfolgt in diesem Muffelofen binnen 5 min. Danach wird der Tiegel mit dem Rückstand aus dem Gerät entnommen, kühlt innerhalb von nur 20 s ab und kann dann auf der Waage zurück gewogen werden. Rechnet man nun die Zeiten zusammen, so wird deutlich, dass sogar mit Einwiegen und Berechnen des oTS-Gehaltes diese Messung in weniger als 10 min. erledigt ist.

### Lipophile Stoffe

Der Mikrowellentrockner kann mit einem NMR-Modul gekoppelt werden. Diese Gerätekombination heißt SmartTrac und vermag in nur 8 s den Gehalt an Fett, Öl und lipophilen Stoffen im Wasser zu messen. Neben dem Zeitvorteil ist die Handhabung gegenüber der klassischen Extraktion extrem einfach und umweltschonend. Eine fertige Messmethode ermöglicht den sofortigen Einsatz im Routinebetrieb.

Vergleichsmessungen der TS- und oTS-Gehalte haben ergeben, dass die Resultate des Smart und des Phoenix mit denen der

#### Literaturhinweise

- [1] „Mikrowellengeräte zur Klärschlammanalytik“, P. Martin, KA-Betriebs Info 29, 879-880 (1999)  
[2] Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung, Beuth Verlag, Berlin



Die oTS-Bestimmung erfolgt im Muffelofen



Diese Gerätekombination heißt SmartTrac und vermag in nur 8 s, den Gehalt an Fett, Öl und lipophilen Stoffen im Wasser zu messen

DEV-Methoden gut übereinstimmen. Auch die Bestimmung der abfiltrierbaren Stoffe und die lipophilen Stoffe sind binnen kurzer Zeit präzise durchgeführt und entsprechen den Ergebnissen aus den Standardmethoden. Die Geräte sind dabei einfach zu bedienen.