

# Schnell geklärt

**Einfache und schnelle Klärschlammanalytik mit Mikrowellen-Labortechnik** // Nicht zuletzt im Sinne der Umweltanalytik gehört die Analyse von Klärschlämmen zu den wesentlichen Routine-Aufgaben eines Klärwerksbetriebs. Sie sollte daher einfach und schnell durchzuführen sein – mit konventionellen Verfahren ist das jedoch nicht immer möglich. Eine neue Gerätekombination setzt genau dort an.

ULF SENGUTTA\*

**A**llein in Deutschland fielen im Jahr 2016 circa 1,8 Millionen Tonnen Klärschlamm aus kommunalen Abwasserbehandlungsanlagen an. Gut ein Viertel davon wurde im selben Jahr als Dünger in der Landwirtschaft verwertet. Aufgrund möglicher Schwermetallbelastungen und hoher Phosphatanteile, die Grund- und Oberflächenwasser belasten können, steht diese Praxis in der Kritik. Doch was ist

Klärschlamm eigentlich im Detail? Welche Rolle spielt die Analytik bei der Kontrolle von Prozessen und möglichen Umweltgefährdungen und welchen Herausforderungen muss sie sich stellen?

„Klärschlamm“ ist laut der Klärschlammverordnung „der bei der Behandlung von Abwasser ... anfallende Schlamm, auch entwässert oder getrocknet...“. Die Trockensubstanz des zunächst noch wasserhaltigen Schlammes besteht zu 50 bis 70% aus organischer Masse. Die

zwei wesentlichen Parameter zur Kennzeichnung der Klärschlammbeschaffenheit sind damit die Trockensubstanz (TS) und der organische Anteil der Trockensubstanz (oTS) [1].

Beim Klärwerksbetrieb sind regelmäßig TS-Bestimmungen notwendig. Schließlich lassen sich die Massenströme aus Primär-, Sekundär-

\* U. Sengutta:  
CEM GmbH, 47475 Kamp-Lintfort,  
Tel. + 49-2842-9644-0

**1 Die Bestimmung der Trockensubstanz von Klärschlämmen gehört im Klärwerksbetrieb zur Routine. Die Trocknungswaage Smart 6 kann diesen Prozess deutlich vereinfachen und verkürzen.**



und eventuell Tertiärschlamm nur dann 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 oTS-Gehalt.

Da Klärschlamm zunächst sehr dünn ist (~ 3% TS), sind viele Verfahren zu dessen Eindickung gebräuchlich, z. B. Zentrifugen, Filterpressen, Schwerkrafteindecker und andere. I. d. R. 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].

### Herkömmliche Bestimmung des TS- und des oTS-Gehaltes

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. Sowohl die Bestimmung des TS-Gehaltes im Trockenschrank sowie die Bestimmung des oTS-Gehaltes

im konventionellen Muffelofen sind zeit- und arbeitsaufwändige Prozeduren. Häufig werden mehrere Stunden zur Trocknung sowie zur Veraschung im Muffelofen benötigt. Dazu kommen die langen Abkühlzeiten im Exsikkator, die bei der oTS-Bestimmung ebenfalls bis zu einer Stunde dauern kann. Die Resultate liegen somit häufig erst am nächsten Arbeitstag vor und können nicht zur zeitnahen Steuerung von technischen Anlagen genutzt werden.

### Neue Gerätekombination schafft Alternative

Diese vorgeschriebene Problemstellung wurde vom Gerätehersteller CEM erkannt und mit der Gerätekombination Feuchtebestimmer Smart 6/Muffelofen Phönix eine Lösung entwickelt. In wenigen Minuten werden die Proben getrocknet und verascht. Mit diesen schnellen Messwerten können die technischen Anlagen gesteuert werden und es kann sogar bei der Anlieferung per LKW die Ware zeitnah gemessen werden.

Im Smart 6 wird die Schlammprobe auf ein saugfähiges Probenträgermaterial gegeben und auf die im Mikrowellengerät eingebaute Waage gelegt (s. Abb. 1). Ein Temperatursensor regelt die Erwärmung durch Mikrowellenstrahlung und verhindert ein Zersetzen der Probe. Die in den Methoden vorgegebene Trocknungstemperatur von 105°C wird auch im Feuchtebestimmer Smart 6 eingehalten. Damit sind die Messwerte zum Trockenschrank vergleichbar. Um die gleiche Genauigkeit zu ermöglichen, die nach der Norm mit Trockenschrank und Analysenwaage erreichbar ist, wurde das Smart 6 mit einer eingebauten Waage mit einer Auflösung von 0,0001 g ausgestattet. Diese eingebaute 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



Bild: CEM

durch den hohen Automatisationsgrad im Smart 6: 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 Bar Code Reader am Smart 6 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 im Smart 6 untergebracht und kann praktisch nicht beschädigt werden, ein großer Vorteil im rauen Klärwerksbetrieb. Das Smart 6 kann praktisch an jedem Ort des Klärwerks aufgestellt werden und liefert die Ergebnisse so rasch, dass Schlammbehandlungsanlagen umgehend danach reguliert werden können.

### Bestimmung von filterbaren Stoffen und oTS-Gehalt

Die Software im Smart 6 beinhaltet zudem die Bestimmung der gelösten/suspendierten Feststoffe (Total Suspended Solids, TSS). Dabei wird ein definiertes Volumen (z. B. 1 l) der Wasserprobe filtriert und der Filter wird im Smart 6 innerhalb von zwei Minuten getrocknet. Am Trocknungsende errechnet das Smart 6 den TSS-Gehalt, indem der gemess-

**2 Auch die oTS-Bestimmung wird im Phönix-Muffelofen stark beschleunigt und dauert nur noch wenige Minuten.**

**LP Tipp+**  
mehr zum Thema:

- Mehr zu diesem Thema sowie weitere Abbildungen finden Sie unter dem **Suchbegriff „Mikrowellen-Labortechnik“** auf [www.laborpraxis.de](http://www.laborpraxis.de).
- Besuchen Sie CEM vom 24. bis 27. September 2019 auf der **Ilmac** in Basel, Schweiz (weitere Infos unter [www.ilmac.ch](http://www.ilmac.ch))
- Besuchen Sie CEM auf den Seminaren im April in Österreich in Graz, Wien und Wels sowie im Mai in Hamburg, Haan, Ludwigsburg, Nürnberg, Potsdam, Leipzig und Kamp-Lintfort (Infos unter [www.cem.de](http://www.cem.de))





### 3 Bestimmung von Fett, Öl und lipophilen Stoffen: Der Mikrowellentrockner Smart 6 kann mit einem NMR-Modul ausgestattet werden.

sene Feststoffgehalt mit dem eingesetzten Volumen in Relation gesetzt wird.

Die oTS-Bestimmung erfolgt im schnellsten Muffelofen der Welt, dem Phönix (s. Abb. 2). Herkömmliche konventionelle Muffelöfen benötigen viel Energie, die Veraschungen dauern viele Stunden und das Abkühlen der Tiegel im Exsikkator ist ebenfalls zeitaufwändig. Der Phönix-Muffelofen hat gegenüber konventionellen Muffelöfen

mit Heizwendeln einige Vorteile. Durch die geringe Masse des Heizelements und die rasche Aufnahme der eingestrahlten Energie erreicht der Ofenraum in wenigen Minuten die Solltemperatur. Ebenso schnell 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 kühlen innerhalb von wenigen Sekunden nach der Entnahme aus dem Ofen ab, ohne dabei Feuchtigkeit aufzunehmen. Somit wird ein Überführen in den Exsikkator hinfällig, was das Handling des Rückwiegens beschleunigt.

Ein Abluftrohr wird direkt am Gerät angeschlossen, das damit selbst, wie auch seine Umgebung frei von dreckigen Ablagerungen bleibt. 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, muss nicht mehr im offenen Tiegel erfolgen und verschmutzt somit nicht mehr den Abzug.

Die komplette Veraschung einer Klärschlammprobe erfolgt im Phoenix binnen fünf Minuten. Danach wird der Tiegel mit dem Rückstand aus dem Phoenix entnommen, kühlt innerhalb von 20 Sekunden ab und kann dann auf der Waage zurück gewogen werden. Auch mit Einwiegen und Berechnen des oTS-Gehaltes ist diese Messung in weniger als zehn Minuten erledigt.

### Bestimmung der lipophilen Stoffe

Der Mikrowellentrockner Smart 6 kann mit einem NMR-Modul gekoppelt werden. Diese Gerätekombination heißt Smart Trac II (s. Abb. 3) und vermag in nur acht Sekunden den Gehalt an Fett, Öl und lipophilen Stoffen im Wasser oder Schlamm zu messen. Neben dem Zeitvorteil ist die Handhabung gegenüber der klassischen Extraktion einfach und umweltschonend. Eine fertige Messmethode ermöglicht den sofortigen Einsatz im Routinebetrieb.

### Bestimmung von Gesamt-Phosphat in der Mikrowelle

Phosphorverbindungen – vor allem Ortho-Phosphat gelten in der Mehrzahl der stehenden und fließenden Gewässer als der limitierende Nährstoff. Eine Konzentrationszunahme durch erhöhten Eintrag (Abwasser, Bodenabschwemmung etc.) bedeutet unmittelbar eine höhere Nährstoffbelastung = „Eutrophierung“ des Gewässers mit den bekannten Auswirkungen wie verstärktes Algenwachstum, Sauerstoffzehrung bis hin zur Anoxie in der Tiefenzone und mehr. Deshalb ist eine kontinuierliche Messung des Phosphatgehaltes in der Umweltanalytik unerlässlich.

Der Aufschluss geschieht i. d. R. durch Erhitzen mit Peroxodisulfat. Das klassische Verfahren bei Siedetemperatur ist sehr zeitaufwändig und arbeitsintensiv. Als schnelle Alternative hat CEM mit der Mikrowelle Mars 6 (s. Abb. 4, online) ein Verfahren ausgearbeitet, das die Aufschlusszeiten verringert. Die Proben werden in speziell kalibrierten Glas-Einsätzen in 30 Minuten im Mars 6 aufgeschlossen. Dabei können 24 Proben gleichzeitig bearbeitet werden. Anschließend wird in den Glaseinsätzen bis zur Füllmarke aufgefüllt (ein Überführen mit möglichen Fehlern entfällt) und am Spektrometer wird der Gesamt-P-Gehalt bestimmt.

### Bestimmung von CSB und Schwermetallgehalten

Analog zum Aufschluss für die Bestimmung von Gesamt-P werden die Proben im Mars 6 mit Chromschwefelsäure aufgeschlossen um den CSB-Gehalt (CSB: chemischer Sauerstoffbedarf) zu ermitteln. Für die spektrometrische Messung der Schwermetallgehalte können normenkonforme Salpetersäure-Aufschlüsse von Wasser und Königswasser-Aufschlüsse von Schlamm im Mars 6 durchgeführt werden. ■

### Literaturtitel

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



**LP Info**

**Dr. Ilka Ottleben, Redakteurin**

### SCHNELL, SICHER UND EINFACH

Vergleichsmessungen der **TS- und oTS-Gehalte** haben nach Angaben von CEM ergeben, dass die Resultate des Smart 6 und des Phönix mit denen der **DEV-Methoden** gut übereinstimmen. Auch die Bestimmung der **abfiltrierbaren Stoffe** und die **lipophilen Stoffe** sind innerhalb sehr kurzer Zeit präzise durchgeführt und entsprechen den Ergebnissen aus den Standardmethoden. Analog dazu können schnell und sicher die Gehalte an **Gesamt-Phosphat, CSB (chemischer Sauerstoffbedarf) und Schwermetallen** gemessen werden. Die Geräte sind **einfach** zu bedienen. Auch angelerntes Personal kann problemlos damit umgehen.