

Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB) in Abwässern

1 Arbeitsgrundlagen

- DIN 38 402 - A 11; Probenahme von Abwasser (Juni 1985)
- DIN 38 402 - A 30; Vorbehandlung, Teilung und Homogenisierung heterogener Wasserproben für die Bestimmung des Chemischen Sauerstoffbedarfs (Juli 1986)
- DIN 38 405 - D 1; Bestimmung der Chlorid-Ionen (Dezember 1985)
- DIN 38 405 - H 41; Bestimmung des Chemischen Sauerstoffbedarfs (CSB) im Bereich > 15 mg/l (Dezember 1980)
- DIN 38 402 - A 51; Kalibrierung von Analysenverfahren, (Mai 1986)
- AQS-Analytische Qualitätssicherung
Rahmenempfehlungen der Länderarbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA)
für Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchungen
Herausgegeben von der Länderarbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA)
Erich Schmidt Verlag GmbH & Co., Berlin 1989

2 Zweck

Zur Bestimmung des CSB in Abwässern ist nach o.g. Normen zu verfahren. Das vorliegende Merkblatt enthält Ergänzungen und Hinweise für die praktische Durchführung. Es legt außerdem verbindliche Maßnahmen zur analytischen Qualitätssicherung (AQS) fest.

3 Probenahme

Die Probenahme ist gemäß DIN 38 402-A 11 durchzuführen. Je nach Aufgabenstellung sind Stichproben oder zeit- bzw. abflußproportionale Proben zu entnehmen.

Für die Probenahme sind Flaschen aus Glas oder Polyethylen mit mindestens 250 ml Fassungsvermögen zu verwenden.

4 Probenkonservierung

Die nach Pkt. 3 erhaltene Probe wird bis zur Untersuchung gekühlt (+4 °C) aufbewahrt. Die CSB-Bestimmung muß spätestens 24 Stunden nach der Probenahme begonnen werden. Ist eine sofortige Weiterverarbeitung ausnahmsweise nicht möglich, kann die in eine Polyethylen-Flasche abgefüllte Probe bis zu 14 Tagen bei unter -18 °C gelagert werden.

5 Probenvorbehandlung

Die nach Pkt. 4 konservierte Probe muß vor der analytischen Bestimmung auf eine Temperatur von 20 °C gebracht werden. Das Auftauen tiefgefrorener Proben geschieht am besten durch Stehenlassen bei Raumtemperatur oder schneller durch leichtes Erwärmen auf maximal 40 °C im Wasserbad.

Grundsätzlich sind die Flaschen während des Erwärmens geschlossen zu halten.

Zur Aliquotierung wird der gesamte Flascheninhalt nach DIN 38 402-A 30 homogenisiert und sofort weiterverarbeitet.

Ist die Untersuchung einer algenfreien Probe vorgeschrieben, so wird - wenn die Probe deutlich durch Algen gefärbt ist - innerhalb von 24 Stunden nach der Probenahme die Probe durch Filtration (Glasfaserfilter, z.B. Schleicher & Schüll, Sorte 6) von Algen befreit. Führt diese Maßnahme nicht zum Erfolg, so muß zentrifugiert (max. 4 000 Upm) werden.

Durch die Abtrennung von Algen werden auch andere partikuläre Inhaltsstoffe, die einen Beitrag zum CSB-Wert liefern, aus der Probe entfernt.

6 Durchführung

In der nach Pkt. 5 vorbehandelten Probe wird eine Chloridbestimmung nach DIN 38 405-D 1 oder orientierend mit Alternativmethoden (z.B. Schnelltests) durchgeführt.

Liegt die elektrische Leitfähigkeit unter einem Wert von 3 000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, kann davon ausgegangen werden, daß der Chloridgehalt $< 1 \text{ g/l}$ ist.

Bei Chlorid-Gehalten $< 1 \text{ g/l Cl}$ wird die Probe nach DIN 38 409-H 41-1, bei Chlorid-Gehalten $> 1 \text{ g/l Cl}$ nach DIN 38 409-H 41-2 weiterverarbeitet.

In der Regel sind mindesten zwei, in voraussichtlich kritischen Fällen drei voneinander unabhängige Bestimmungen durchzuführen. Unterscheiden sich der niedrigste und höchste Wert der Mehrfachbestimmung um mehr als 15 % des Mittelwertes und mehr als 10 mg/l, ist die Bestimmung zu wiederholen.

7 Angabe des Ergebnisses

Das Ergebnis wird gemäß DIN 38 409-H 41 angegeben. Im Falle von Mehrfachbestimmungen ist als Ergebnis der Mittelwert anzugeben.

8 Statistische AQS

Laborintern sind die in der anliegenden Tabelle zusammengestellten Maßnahmen zur analytischen Qualitätssicherung durchzuführen.

Zur **externen** Qualitätssicherung ist eine Teilnahme an den jeweils angebotenen und vereinbarten Ringversuchen, bzw. Vergleichsuntersuchungen zwingend notwendig.

Kenndaten von Ringversuchen zur CSB-Bestimmung nach DIN 38 409-H 41 sind in der anliegenden Tabelle zusammengestellt.

Für biologisch gereinigtes kommunales Abwasser ist als Qualitätsziel eines Ringversuches ein Vergleichskoeffizient von $< 10 \%$ (bei einem Mittelwert von 40 - 100 mg/l O_2) anzustreben.

9 Abwasserentsorgung

Die silber- und quecksilberhaltigen Lösungen der CSB-Bestimmung sind zu sammeln und gesondert als Sondermüll zu entsorgen oder zu behandeln.

Als eine Möglichkeit hierzu bietet der Laborfachhandel Selektivaustauscher an oder nimmt die unbehandelten Lösungen zurück. Jedes Labor hat die Verpflichtung, den Wirkungsgrad des Selektivaustauschers ständig zu überprüfen, bzw. sich von der ordnungsgemäßen Entsorgung des quecksilberhaltigen Materials zu überzeugen.

AQS-Maßnahme	Matrix	Häufigkeit	Qualitätsziele	Hinweise
Linearitätstest im Bereich 15 - 150 mg/l in Anlehnung an DIN 38 402-A 51	Kaliumhydrogenphthalat	Während der Einübphase, sowie bei wesentlichen Änderungen der Versuchsbedingungen	$S_{X0} \leq 1,8 \text{ mg/l}$ $X_B \leq 15 \text{ mg/l}$	
Blindwertkontrollkarte	Entionisiertes Wasser	3 pro Serie	Oxidationsmittelverbrauch < 10 % (H41)	
Mittelwertkontrollkarte	Kaliumhydrogenphthalat gemäß H41, Abschnitt 5.4.7	arbeitstäglich	$200 \pm 8 \text{ mg/l}$	
Spannweitenkontrollkarte	Abwasser	arbeitstäglich		

Laborinterne Maßnahmen zur statistischen Qualitätskontrolle bei der CSB-Bestimmung in Abwässern.

CSB-Ringversuchskenndaten

Datum des Ringversuchs	N	NAP %	$\bar{\bar{X}}$ mg/l	VR %
Standardlösungen				
3/82	183	2,7	198,9	2,0
"	172	6,5	258,2	2,4
10/82	23	4,1	173,9	0,9
"	23	4,1	84,5	2,5
"	14	41,6	460,7	0,4
"	23	4,1	28,2	10,5
3/83	196	3,9	159,9	2,2
8/83	14	22,2	28,5	11,3
"	16	11,1	59,3	4,0
"	19	0	88,1	3,7
"	20	0	117,5	3,8
"	19	5	149,0	2,2
"	19	5	180,4	1,6
8/83	18	5,2	209,6	1,3
"	19	0	239,9	1,7
"	18	5,2	267,1	1,7
"	19	0	298,4	1,7
1/84	124	9,6	23,6	9,8
"	123	10,5	145,9	3,2
"	132	0	276,4	2,9
1/85	84	4,5	295,5	2,2
"	88	0	29,5	12,8
11/85	116	4,1	156,1	3,3
Standardlösungen mit Chloridgehalt > 1 g/l				
3/83	171	12,5	31,7	27,2
1/84	120	10	26,7	26,2
"	132	0	128,9	7,8
"	131	0,7	266,8	4,7
9/84	59	7,8	39,5	13,6
"	12	0	50,3	10,2
4/88	122	9,6	103,2	6,8
Oberflächenwasser				
1/84	132	3,0	28,7	14,4
"	136	0	108,6	4,1
"	134	1,4	206,0	2,0
"	124	6,4	42,0	18,6
"	124	6,4	129,6	8,8
"	127	3,9	204,0	3,6
6/85	52	0	22,3	15,5
6/86	52	0	16,6	46,2
"	80	9,1	13,7	33,9

N = Gesamtzahl der Analysenwerte

NAP = Anteil der Ausreißer

 $\bar{\bar{X}}$ = Gesamtmittelwert

VR = Vergleichsvariationskoeffizient

CSB-Ringversuchskenndaten

Datum des Ringversuchs	N	NAP %	$\bar{\bar{X}}$ mg/l	VR %
kommunales Abwasser				
12/80	28	0	71,5	5,4
10/81	22	8,3	55,8	3,2
3/82	20	16,6	70,5	4,5
10/82	15	37,5	136,3	0,8
10/84	20	0	121,6	3,9
1/85	83	0	270,1	9,1
"	83	0	110,3	15,3
7/85	14	0	296,8	3,2
11/85	113	6,6	105,9	4,6
3/87	120	3,2	33,2	10,6
4/88	139	3,5	102,6	8,7
gewerbliches Abwasser				
10/81	24	0	163,7	1,8
3/82	20	16,6	172,8	2,4
10/82	32	11,1	170,1	4,0
"	36	0	175,7	5,0
10/84	20	0	78,1	3,9

N = Gesamtzahl der Analysenwerte

NAP = Anteil der Ausreißer

 $\bar{\bar{X}}$ = Gesamtmittelwert

VR = Vergleichsvariationskoeffizient