

DWA-Regelwerk

Merkblatt DWA-M 269

Prozessmessgeräte für Stickstoff, Phosphor und Kohlenstoff in
Abwasserbehandlungsanlagen

Juni 2018



DWA-Regelwerk

Merkblatt DWA-M 269

Prozessmessgeräte für Stickstoff, Phosphor und Kohlenstoff in
Abwasserbehandlungsanlagen

Juni 2018



Die Deutsche Vereinigung für Wasserwirtschaft, Abwasser und Abfall e. V. (DWA) setzt sich intensiv für die Entwicklung einer sicheren und nachhaltigen Wasser- und Abfallwirtschaft ein. Als politisch und wirtschaftlich unabhängige Organisation arbeitet sie fachlich auf den Gebieten Wasserwirtschaft, Abwasser, Abfall und Bodenschutz.

In Europa ist die DWA die mitgliederstärkste Vereinigung auf diesem Gebiet und nimmt durch ihre fachliche Kompetenz bezüglich Regelsetzung, Bildung und Information sowohl der Fachleute als auch der Öffentlichkeit eine besondere Stellung ein. Die rund 14 000 Mitglieder repräsentieren die Fachleute und Führungskräfte aus Kommunen, Hochschulen, Ingenieurbüros, Behörden und Unternehmen.

Impressum

Herausgeber und Vertrieb:

Deutsche Vereinigung für Wasserwirtschaft,
Abwasser und Abfall e. V. (DWA)
Theodor-Heuss-Allee 17
53773 Hennef, Deutschland
Tel.: +49 2242 872-333
Fax: +49 2242 872-100
E-Mail: info@dwa.de
Internet: www.dwa.de

Satz:

Christiane Krieg, DWA

Druck:

druckhaus köthen GmbH & Co KG

ISBN:

978-3-88721-651-1 (Print)
978-3-88721-652-8 (E-Book)

Gedruckt auf 100 % Recyclingpapier

© Deutsche Vereinigung für Wasserwirtschaft, Abwasser und Abfall e. V. (DWA), Hennef 2018

Alle Rechte, insbesondere die der Übersetzung in andere Sprachen, vorbehalten. Kein Teil dieses Merkblatts darf ohne schriftliche Genehmigung des Herausgebers in irgendeiner Form – durch Fotokopie, Digitalisierung oder irgendein anderes Verfahren – reproduziert oder in eine von Maschinen, insbesondere von Datenverarbeitungsmaschinen, verwendbare Sprache übertragen werden.

Vorwort

Seit dem Erscheinen des Merkblatts DWA-M 269 „Prozessmessgeräte für Stickstoff, Phosphor und Kohlenstoff in Abwasserbehandlungsanlagen“ im Jahr 2008 hat in diesem Bereich eine ständige technische Weiterentwicklung stattgefunden. Infolge der zunehmenden Verbreitung der Prozessanalysetechnik auch auf kleineren Abwasseranlagen, der Entwicklung neuer Systeme zur Probenvorbereitung sowie der verstärkten Anwendung von Systemen für In-situ-Messungen wurde eine Überarbeitung und Ergänzung des Merkblatts aus dem Jahre 2008 erforderlich.

Änderungen

Gegenüber dem Merkblatt DWA-M 269 (03/2008) wurden im vorliegenden Merkblatt folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anpassung an die europäische Normung und zwischenzeitlich eingetretene Veränderungen hinsichtlich Gesetzen und Verordnungen;
- b) Anpassung an den Stand der Technik.

In diesem Merkblatt wird im Hinblick auf einen gut verständlichen und lesefreundlichen Text für personenbezogene Berufs- und Funktionsbezeichnungen verallgemeinernd die männliche Form verwendet. Alle Informationen beziehen sich in gleicher Weise auf alle Geschlechter.

Frühere Ausgaben

Merkblatt DWA-M 269 (03/2008)

Merkblatt ATV-DVWK-M 269 (03/2000)

Merkblatt ATV-M 269 (12/1995)

Verfasser

Das Merkblatt wurde von der DWA-Arbeitsgruppe KA-13.1 „Prozessmessgeräte für Stickstoff, Phosphor und Kohlenstoff in Abwasserbehandlungsanlagen“ im DWA-Fachausschuss KA-13 „Automatisierung von Kläranlagen“ erstellt.

Der DWA-Arbeitsgruppe KA-13.1 „Prozessmessgeräte für Stickstoff, Phosphor und Kohlenstoff in Abwasserbehandlungsanlagen“ gehören folgende Mitglieder an:

ARTS, Werner	Dr.-Ing., Berlin
BAUMANN, Peter	Prof. Dr.-Ing., Stuttgart (Sprecher)
CYBULSKI, Barbara	Dipl.-Ing., Pforzheim
DESINGER, Dirk	Essen
GAHR, Achim	Dr. rer. nat., Gerlingen
HAUFF, Rainer	Dipl.-Ing., Wendlingen a. N.
HONOLD, Frank	Dr., Weilheim
KIRNER, Gerhard	Dipl.-Ing., Filderstadt-Plattenhardt
LAUBER, Martina	Dipl.-Biochem., Düsseldorf
RIEKEN, Kai	Dipl.-Ing., Berlin
STEINLE-SILVA, Ingrid	Dipl.-Ing., Nürnberg

Dem DWA-Fachausschuss KA-13 „Automatisierung von Kläranlagen“ gehören folgende Mitglieder an:

BAUMANN, Peter	Prof. Dr.-Ing., Stuttgart
GAHR, Achim	Dr. rer. nat., Gerlingen
HANSEN, Joachim	Prof. Dr.-Ing., Luxemburg
HARTWIG, Peter	Prof. Dr.-Ing., Hannover
JUMAR, Ulrich	Prof. Dr.-Ing., Magdeburg
OBENAU, Frank	Dr.-Ing., Essen (Obmann)
PACHALY, Uta	Dipl.-Ing., Berlin
THÖLE, Dieter	Dr.-Ing., Essen

Projektbetreuer in der DWA-Bundesgeschäftsstelle:

WILHELM, Christian	Dr.-Ing., Hennef Abteilung Wasser- und Abfallwirtschaft
--------------------	------------------------------------------------------------

Inhalt

Vorwort	3
Verfasser	4
Bilderverzeichnis	9
Tabellenverzeichnis	9
Hinweis für die Benutzung	10
1 Anwendungsbereich	10
2 Symbole und Abkürzungen	10
3 Einsatzzweck und allgemeine Anforderungen	13
4 Darstellung und Anordnung der Messsysteme	14
4.1 Übersicht.....	14
4.2 Gegenüberstellung der Messsysteme.....	16
4.2.1 In-situ-Sonden (Messgerät im Medium)	16
4.2.1.1 Allgemeines	16
4.2.1.2 Sondensysteme.....	17
4.2.2 Extraktive Messsysteme	18
4.2.2.1 Allgemeines	18
4.2.2.2 Außen aufstellbare Analysatoren	18
4.2.2.3 Analysator im Schutzschrank bzw. in Gebäuden/Containern.....	19
4.2.2.4 Sonden in Schutzschranken und Gebäuden/Containern	20
4.3 Vergleichende Betrachtung	20
5 Anforderungen an die Grundkonfigurationen	21
5.1 Allgemeines	21
5.2 Anforderungen von In-situ-Systemen und außen aufgestellte Analysatoren an den Aufstellort	21
5.3 Anforderungen für die Installation von Messgeräten an Gebäuden und Containern	21
5.4 Kriterien für die Detailplanung.....	22
5.5 Messstelle.....	24
6 Probenzuführung und Probenvorbereitung	25
6.1 Vorbemerkung	25
6.2 Probenzuführung.....	25
6.3 Probenvorbereitung.....	26
6.3.1 Allgemeines	26
6.3.2 Membranfiltration.....	26
6.3.2.1 Plattenmembranfilter.....	26
6.3.2.2 Ultrafiltration	27
6.3.2.3 Kerzenfilter	27
6.3.3 Bandfilter	27
6.3.4 Siebfilter.....	27

6.3.5	Trägheitsabscheidung	28
6.3.6	Sedimentationsverfahren	28
6.3.7	Dialyse.....	29
6.3.8	Überwachung mehrerer Messstellen mit einem Analysator.....	29
6.3.9	Homogenisierung	29
6.3.10	Vergleichende Bewertung der Probenvorbereitungssysteme.....	30
6.3.11	Probenzuführung nach der Aufbereitung	31
7	Analyseverfahren.....	32
7.1	Eingesetzte Verfahren	32
7.1.1	Überblick.....	32
7.1.2	Messung der Lichtabsorption.....	34
7.1.2.1	Fotometrie und Spektrometrie ohne Reagenzien.....	34
7.1.2.2	Fotometrie mit Reagenzien	35
7.1.3	Potentiometrie	36
7.1.4	Ionenchromatografie	36
7.1.5	Aufschlussverfahren für Summenparameter.....	36
7.1.5.1	Allgemeines	36
7.1.5.2	Thermische Aufschlüsse	37
7.1.5.3	Nass-chemische Aufschlüsse	38
7.2	Stickstoffverbindungen.....	39
7.2.1	Allgemeines	39
7.2.2	Ammonium	40
7.2.2.1	Ionenselektive Messung mittels Potentiometrie	40
7.2.2.2	Gasselektive Messung mittels Potentiometrie	40
7.2.2.3	Fotometrische Farbstoffmessung.....	40
7.2.2.4	Ionenchromatografie	40
7.2.3	Nitrat.....	40
7.2.3.1	Ionenselektive Messung mittels Potentiometrie	40
7.2.3.2	Fotometrische Farbstoffmessung.....	41
7.2.3.3	Fotometrische Direktmessung und spektrometrische Verfahren	41
7.2.3.4	Ionenchromatografie	41
7.2.4	Nitrit.....	42
7.2.4.1	Fotometrische Farbstoffmessung.....	42
7.2.4.2	Spektrometrische Messung	42
7.2.4.3	Ionenchromatografie	42
7.2.5	Gesamtstickstoff TN_b	42
7.3	Phosphorverbindungen	43
7.3.1	Allgemeines	43
7.3.2	Ortho-Phosphat	43
7.3.2.1	Allgemeines	43
7.3.2.2	Fotometrische Messung: Molybdänblau-Verfahren	43
7.3.2.3	Fotometrische Messung: Vanadat-Molybdat-Verfahren.....	44
7.3.2.4	Ionenchromatografie	44
7.3.3	Gesamtphosphor	44

7.4	Organischer Kohlenstoff.....	44
7.4.1	Allgemeines	44
7.4.2	Direktparameter	45
7.4.2.1	TOC.....	45
7.4.2.2	DOC	46
7.4.2.3	POC/VOC	46
7.4.2.4	Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB), gesamter Sauerstoffbedarf (TSB)	46
7.4.2.5	Biochemischer Sauerstoffbedarf (BSB)	47
7.4.3	Weitere Messgrößen zur Bestimmung der organischen Belastung	48
7.4.3.1	SAK und SSK.....	48
7.4.3.2	Korrelationsgrößen	48
7.5	Multiparametermesssysteme	49
8	Leistungsmerkmale.....	50
8.1	Eigenschaften und Ausstattung.....	50
8.1.1	Geräteaufbau	50
8.1.2	Probenvolumen.....	50
8.1.3	Kalibrierung und Justierung	50
8.1.4	Informationsübertragung	51
8.1.5	Gerätesicherheit (elektrische Sicherheit, Elektromagnetische Verträglichkeit (EMV), CE-Kennzeichnung).....	52
8.1.6	Betriebsmeldungen und Verhalten bei Störungen	53
8.1.7	Bedienerführung.....	53
8.1.8	Gerätedokumentation.....	54
8.2	Spezifikationen.....	54
8.2.1	Ansprechzeit	54
8.2.2	Partikelgängigkeit	54
8.2.3	Selektivität	55
8.2.4	Umgebungsbedingungen und Proben temperatur	55
8.2.5	Betriebsmittelverbrauch	55
8.2.6	Messbereich und Arbeitsbereich.....	55
8.2.7	Nachweisgrenze	56
8.2.8	Bestimmungsgrenze	56
8.2.9	Qualität von Messwerten	57
9	Messgeräte bei besonderen Abwasserverhältnissen.....	61
9.1	Allgemeines	61
9.2	Messgeräte bei der kommunalen, dezentralen Abwasserbehandlung	61
9.3	Messtechnik bei der Prozesswasserbehandlung.....	62
10	Erfassung der Messwerte	62
11	Qualitätssicherung.....	63
11.1	Allgemeines	63
11.2	Kontrollmaßnahmen, Wartung und Instandsetzung.....	63
11.2.1	Vorbemerkung	63
11.2.2	Inbetriebnahme	63

11.2.3	Inspektion durch Hersteller	63
11.2.4	Wartung durch Betrieb	63
11.3	Kontrollmaßnahmen zur Überprüfung der Messwerte	63
11.3.1	Vorbemerkung	63
11.3.2	Vergleichsmessungen	64
11.3.3	Parallelmessung zum Referenzverfahren	64
11.3.4	Ringversuche	64
11.3.5	Plausibilitätsprüfungen	64
11.3.6	Möglichkeiten der Überprüfung durch externe Standards.....	64
11.4	Dokumentation der Qualitätssicherung	65
11.4.1	Vorbemerkung	65
11.4.2	Beschreibung der Messstelle.....	65
11.4.3	Festlegungen von Häufigkeiten, Wartungsumfang und Qualitätszielen	65
11.4.4	Dokumentation, Schulung des Bedienpersonals	65
11.4.5	Dokumentation der Abweichungen und Maßnahmen bei Nichteinhaltung der Qualitätsziele.....	66
11.5	Elektronisch gestützte Geräteunterhaltung	66
11.6	Datenqualität und weitergehende Validierung.....	66
12	Chemische Betriebsmittel.....	67
12.1	Einsatz.....	67
12.2	Umweltverträglichkeit der Reagenzien.....	67
12.3	Arbeitssicherheit beim Umgang und bei der Lagerung.....	68
12.4	Entsorgung	68
13	Anforderungen an Instandhaltung und Produktpflege.....	69
13.1	Wartung, Inspektion und Instandsetzung.....	69
13.2	Produktpflege	70
14	Dienstleistung	70
14.1	Vorbemerkung	70
14.2	Schulung des Personals	70
14.3	Teleservice und Fernwartung.....	70
15	Planung und Ausschreibung.....	72
16	Kosten.....	73
16.1	Allgemeines	73
16.2	Investitionen.....	73
16.3	Betriebskosten.....	74
	Quellen und Literaturhinweise	75

Bilderverzeichnis

Bild 1:	Schematische Darstellung der Prozessanalytik mit Schnittstellen zum Betrieb	14
Bild 2:	Gegenüberstellung von Prozessmesssystemen	16
Bild 3:	Anordnung eines In-situ-Sondensystems	17
Bild 4:	Anordnung eines außen aufgestellten Analysators	18
Bild 5:	Anordnung eines im Schutzschrank aufgestellten Analysators	19
Bild 6:	Anordnung in Gebäuden/Containern aufgestellter Analysatoren	19
Bild 7:	Schematische Darstellung zur Erläuterung der Zusammensetzung des TOC	45
Bild 8:	Bildhafte Darstellung und Unterscheidung „genauer“ und „ungenauer“ Messungen durch die Präzision und Richtigkeit	58
Bild 9:	Vereinfachte Darstellung der zufälligen und systematischen Messwertabweichung und ihr Zusammenhang mit der Messunsicherheit	59

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Probenvorbereitungen für gelöste Abwasserinhaltsstoffe	30
Tabelle 2:	Probenvorbereitungen für feststoffgebundene Parameter	31
Tabelle 3:	Verfahren zur Abwasseruntersuchung für Einzelparameter	32
Tabelle 4:	Verfahren zur Abwasseruntersuchung für Summenparameter	33
Tabelle 5:	Anwendung der Methoden	39

Hinweis für die Benutzung

Dieses Merkblatt ist das Ergebnis ehrenamtlicher, technisch-wissenschaftlicher/wirtschaftlicher Gemeinschaftsarbeit, das nach den hierfür geltenden Grundsätzen (Satzung, Geschäftsordnung der DWA und dem Arbeitsblatt DWA-A 400) zustande gekommen ist. Für ein Merkblatt besteht eine tatsächliche Vermutung, dass es inhaltlich und fachlich richtig ist.

Jeder Person steht die Anwendung des Merkblatts frei. Eine Pflicht zur Anwendung kann sich aber aus Rechts- oder Verwaltungsvorschriften, Vertrag oder sonstigem Rechtsgrund ergeben.

Dieses Merkblatt ist eine wichtige, jedoch nicht die einzige Erkenntnisquelle für fachgerechte Lösungen. Durch seine Anwendung entzieht sich niemand der Verantwortung für eigenes Handeln oder für die richtige Anwendung im konkreten Fall; dies gilt insbesondere für den sachgerechten Umgang mit den im Merkblatt aufgezeigten Spielräumen.

Normen und sonstige Bestimmungen anderer Mitgliedstaaten der Europäischen Union oder anderer Vertragsstaaten des Abkommens über den Europäischen Wirtschaftsraum stehen Regeln der DWA gleich, wenn mit ihnen dauerhaft das gleiche Schutzniveau erreicht wird.

1 Anwendungsbereich

Dieses Merkblatt befasst sich mit Prozessanalysengeräten zur Erfassung von Stickstoff- und Phosphorverbindungen sowie der organischen Kohlenstoffbelastung in Abwasserbehandlungsanlagen. Für die Analytik der Kohlenstoffverbindungen wurden dabei die Summenparameter BSB, CSB, TOC, DOC und SAK berücksichtigt.

Als Grundlage für die Entscheidungsfindung werden im Merkblatt den Herstellern, Planern, Betreibern und Behörden Hinweise für den zuverlässigen Betrieb der Analysatoren und der dazugehörigen Peripherie gegeben. Alle Aussagen sind grundsätzlich sowohl für kommunale wie industrielle Abwasserbehandlungsanlagen gültig, im Einzelfall wird jedoch auf diesbezügliche Einschränkungen hingewiesen.

2 Symbole und Abkürzungen

Kurzzeichen	Erläuterung
AbwV	Abwasserverordnung
AQS	Analytische Qualitätssicherung
ATEX	franz. <i>ATmosphères Explosibles</i> ; Synonym für die ATEX-Richtlinien der Europäischen Union (ATEX-Produktrichtlinie: Richtlinie 2014/34/EU; ATEX-Betriebsrichtlinie: Richtlinie 1999/92/EG)
ATH	Allylthioharnstoff
BG	Bestimmungsgrenze (siehe DIN 32645:2008)
BSB	Gesamter Biochemischer Sauerstoffbedarf (hier: online, ohne ATH)
BSB ₅	Biochemischer Sauerstoffbedarf in fünf Tagen