

**Deutsche  
Demokratische  
Republik**

**Wasserversorgung  
Aktivkohleanlagen zur Trinkwasser-  
aufbereitung  
Untersuchungsmethoden für Aktivkohle**

**TGL**  
**42138/03**  
Gruppe 188000

**Водоснабжение  
Установки активного угля  
для подготовки питьевой воды  
Методы исследования для активного угля**

**Water Supply  
Activated Carbon Plants  
for the Treatment of Drinking Water  
Examination Methods for Activated Carbon**

Deskriptoren: Trinkwasseraufbereitung; Filteranlage (Wasserw); Aktivkohle; Qualitätsprüfung

Verbindlich ab 1. 12. 1983

**Vorbemerkung**

Die in diesem Standard aufgeführten Untersuchungsmethoden dienen:

- zur Prüfung der Einhaltung der Lieferbedingungen und der technischen Forderungen der gelieferten Aktivkohle
- zur Auswahl der für den Einsatzzweck in die engere Wahl zu ziehenden Aktivkohlesorten und
- zur Betriebskontrolle der Aktivkohleanlagen.

Für Forschungsaufgaben können weitere Methoden<sup>1)</sup> angewandt werden.

**1. METHODEN ZUR BESTIMMUNG DER AKTIVKOHLEQUALITÄT**

Die Einhaltung der Lieferbedingungen der Aktivkohle (A-Kohle) zur Wasserreinigung ist zu prüfen. Lieferbedingungen und Methoden der Qualitätskontrolle für A-Kohle zur Wasserreinigung nach TGL 4464, TGL 9492, TGL 9493, TGL 36030/01 bis /05, /08 und /10.

**2. ZUSÄTZLICHE UNTERSUCHUNGSMETHODEN FÜR DIE AUSWAHL GEEIGNETER AKTIVKOHLESORTEN**

**2.1. UV-254-Wert, C-50-UV-Wert und Adsorptionsgeschwindigkeit**

Der UV-254-Wert gibt die Extinktion einer optisch klaren Wasserprobe bei der Wellenlänge 254 nm und einer Schichtdicke von 1 cm wieder. Trübstoffe sind durch Zentrifugieren oder Filtrieren über Glasfaserpapier zu beseitigen.

Zur Bestimmung der Adsorptionsleistung von A-Kohlen bei konkreten Rohwässern ist der C-50-UV-Wert geeignet. Er gibt an, mit welcher Konzentration an gepulverter Kohle im Rührtest nach 30 min die UV-Absorption bei 254 nm um 50 % erniedrigt wird.

Durch eine zwischenzeitliche Kontrolle der Extinktion läßt sich außerdem die Adsorptionsgeschwindigkeit bestimmen.

**2.1.1. Geräte**

Spektralfotometer zur Messung bei 254 nm Wellenlänge	
Prüfsieb	0,071, mm
Glasflaschen oder Erlenmeyerkolben, 2 l:	5 Stück
Rührwerk oder Schüttelmaschine	
Erlenmeyerkolben 300 ml:	5 Stück
Glastrichter:	5 Stück
Faltenfilter:	5 Stück

**2.1.2. Durchführung**

Kornkohle wird gemahlen, bis die Teilchen ohne Rückstand durch ein Sieb mit der Maschenweite 71 µm hindurchgehen. Bei Pulverkohle entfällt das Mahlen. Die Probe wird bei 110 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Danach werden 100, 200, 400, 600 und 800 mg zu jeweils 1 l Untersuchungswasser gegeben. Das Probewasser ist vorher klar zu filtrieren.

Nach Zugabe der A-Kohle wird 30 min intensiv gerührt und anschließend rasch filtriert, wobei die ersten Anteile des Filtrates zu verwerfen sind. Im Filtrat erfolgt die Messung des UV-254-Wertes. Zur Einschätzung der optimalen Kohledosis und Kontaktzeit werden nach 2, 5, 10, 15 und 20 min Teilproben entnommen und filtriert. Für die Filtration wird Glasfaserfilterpapier<sup>2)</sup> verwendet, welches als Filterscheibe in eine Fritte mit Wittschem Topf eingelegt wird. Zur Entnahme aus dem Rührgefäß dient eine 100-ml-Pipette, deren Spitze abgeschnitten wird, um eine schnelle Entnahme zu ermöglichen. Man beginnt etwa 30 s vor Ablauf der vorgesehenen Kontaktzeit mit der Probenahme mittels Pipette, verwirft die ersten Filtratanteile von etwa 20 bis 30 ml und fängt den Rest des Filtrates zur Messung des UV-254-Wertes auf.

<sup>1)</sup> siehe Abschnitt "Hinweise"

<sup>2)</sup> Zum Zeitpunkt der Bestätigung des Standards entsprach den Forderungen Typ NK I/100 des VEB Feinpapierfabriken Neu-Kaließ

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Verantwortlich/bestätigt: 31. 3. 1983, Ministerium für Umweltschutz und Wasserwirtschaft, Berlin

## 2.1.3. Auswertung

Die UV-254-Werte nach 30 min Rührzeit werden über der Kohlekonzentration aufgetragen. Die Kohlekonzentration für eine 50%ige Erniedrigung der UV-Absorption wird graphisch ermittelt, siehe Bild 1. Zur Erhöhung der Genauigkeit ist eine 2. Versuchsreihe mit Kohlekonzentrationen um den Zielpunkt zweckmäßig. Die Angabe erfolgt als C-50-UV-Wert in mg/l.

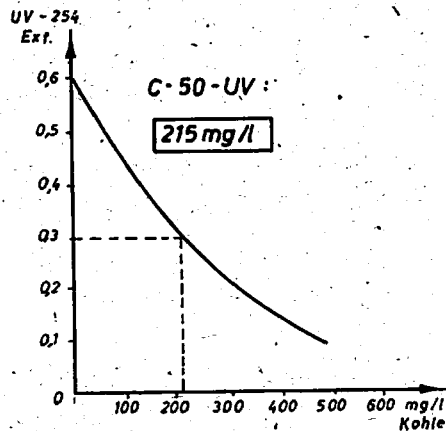


Bild 1 Ermittlung des C-50-UV-Wertes

Bei der Berücksichtigung der Adsorptionsgeschwindigkeit werden die UV-254-Werte für die jeweils konstante Kohlekonzentration gegen die Kontaktzeit aufgetragen. Auf den Kurven wird der Punkt eingetragen, der einer 90%igen Verminderung der Absorption, bezogen auf den Endwert nach 30 min, entspricht. Aus der Verbindung dieser Punkte resultiert eine Kurve, die die optimale Kontaktzeit in Abhängigkeit von der Kohledosis wiedergibt, siehe Bild 2. Die in den Laborversuchen ermittelten optimalen Kontaktzeiten dienen nur der relativen Bewertung der Aktivkohlesorten und sind nicht zur Bemessung von Aktivkohleanlagen geeignet.

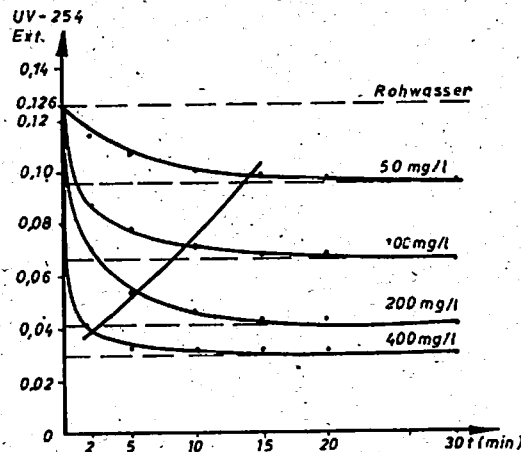


Bild 2 Adsorptionsgeschwindigkeit von Aktivkohle

## 2.2. Dimethylformamid-Extrakt

Mit Dimethylformamid (DMF) werden polare und unpolare Substanzen von der A-Kohle desorbiert. Der DMF-Extrakt ist ein Maß für die Gesamtbeladung der A-Kohle.

## 2.2.1. Geräte und Chemikalien

Soxhletapparatur  
 Vakuum-Rotationsverdampfer  
 Halbmikro-Vakuum-Destillationsapparatur  
 Glasfiltertiegel G. 4  
 Exsikkator  
 Dimethylformamid zur Analyse über Kolonne destilliert.

## 2.2.2. Durchführung

100 g trockene Kohle werden, eventuell in Portionen, mit insgesamt 250 ml DMF extrahiert. Die Extraktionszeit wird für unbeladene Kohlen durch 10maligen Abzug des Lösungsmittels im Soxhletapparat bestimmt. Bei beladenen Kohlen wird solange extrahiert, bis die abgezogene Lösung farblos ist. Der Extrakt wird anschließend durch einen Glasfiltertiegel G 4 filtriert, wobei mit 10 ml DMF nachgespült wird. Das Filtrat wird in einen 250 ml-Rundkolben überführt, mit 10 ml DMF nachgespült und im Vakuum-Rotationsverdampfer auf etwa 10 ml eingengt. Dieses Konzentrat wird unter Nachspülen mit 10 ml DMF in einen zuvor genau mit Schlifftopfen gewogenen 25 ml- oder 50 ml-Rundkolben gebracht und in einer Halbmikro-Apparatur unter leichtem Vakuum endgültig vom Lösungsmittel befreit. Der Kolben wird nach dem Abkühlen im Exsikkator mit dem Stopfen verschlossen und gewogen. Von dem zur Extraktion verwendeten DMF wird zusätzlich eine Blindwertbestimmung durchgeführt.

## 2.2.3. Auswertung

DMF-Extrakt = (a-b) · 10 in g/kg

- a Probenrückstand in g  
b DMF-Rückstand in g (Blindwert).

## 2.3. Quecksilberdichte der A-Kohle

Die Quecksilberdichte der A-Kohle gibt die Dichte der A-Kohleteilchen einschließlich ihrer mit Luft gefüllten Poren an. Die Bezeichnung "Rohdichte" oder "scheinbare Dichte" ist ebenfalls gebräuchlich.

## 2.3.1. Geräte und Chemikalien

Pyknometer V = 5 ml, geeicht  
Analysenwaage 0,1 mg Genauigkeit

Quecksilber zur Analyse

Schutzvorrichtungen für das Arbeiten mit Quecksilber und seinen Verbindungen nach ASAO 732/2.

## 2.3.2. Durchführung

Dichte des Quecksilbers

Das saubere und trockene Pyknometer wird gewogen und danach das Quecksilber so eingefüllt, daß sich beim Aufsetzen des Pyknometerstopfens die Bohrung im Stopfen vollständig mit Quecksilber füllt. Diese Masse wird ermittelt.

Quecksilberdichte der A-Kohle

In das leere Pyknometer wägt man 0,2 bis 0,3 g Kohle, die bei 120 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet wurde, auf 0,1 mg genau ein und füllt mit Quecksilber auf. Die dabei aufschwimmende Kohle muß mittels einer Nadel o. ä. wieder in das Quecksilber eingedrückt werden, damit die Kohleteilchen völlig von Quecksilber umgeben sind. Das Pyknometer muß wiederum so mit Quecksilber gefüllt werden, daß auch die Bohrung im Stopfen ausgefüllt ist. Aus dieser letzten Wägung erhält man die Masse Pyknometer plus Kohle plus Quecksilber.

## 2.3.3. Berechnung und Angabe der Ergebnisse

Dichte des Quecksilbers

$$\rho_{\text{Hg}} = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad \text{[g/cm}^3\text{]}$$

Die Angabe hat auf vier Stellen nach dem Komma zu erfolgen.

Quecksilberdichte der A-Kohle

$$\rho_{\text{Hg, Kohle}} = \frac{m_3 \cdot \rho_{\text{Hg}}}{\rho_{\text{Hg}} \cdot V - (m_4 - m_3 - m_1)} \quad \text{[g/cm}^3\text{]}$$

- $m_1$  Masse des leeren Pyknometers in g  
 $m_2$  Masse des Pyknometers mit Quecksilber in g  
 $m_3$  Masse der Kohle-Einwaage in g  
 $m_4$  Masse des Pyknometers mit Quecksilber und A-Kohle in g  
 $V$  Volumen des Pyknometers in  $\text{cm}^3$

## 2.4. Berechnung des relativen Lückenvolumens und der effektiven Kontaktzeit

Das Lückenvolumen  $V_L$  wird durch die Zwischenräume zwischen den Aktivkohlekörnern gebildet. Sein relativer Wert, bezogen auf das Gesamtvolumen, errechnet sich aus der Rüttel- und Quecksilberdichte der A-Kohle. Es dient als Grundlage für die Berechnung der effektiven Kontaktzeit  $t_{\text{eff}}$  in einem Kernkohlefilter

$$V_L = \left(1 - \frac{\rho_R}{\rho_{\text{Hg, Kohle}}}\right) \cdot 100 \quad \text{[Vol-\%]}$$

$$t_{\text{eff}} = t_f \left(1 - \frac{\rho_R}{\rho_{\text{Hg, Kohle}}}\right) \quad \text{[min]}$$

- $\rho_R$  Rütteldichte in  $\text{g/cm}^3$   
 $\rho_{\text{Hg, Kohle}}$  Quecksilberdichte der A-Kohle in  $\text{g/cm}^3$   
 $t_f$  fiktive Kontaktzeit  $\frac{L \cdot 60}{v}$  [min]  
 $L$  Schütthöhe der A-Kohleschicht in m  
 $v$  Filtergeschwindigkeit in m/h

## 3. ZUSÄTZLICHE UNTERSUCHUNGSMETHODEN ZUR BETRIEBSKONTROLLE

## 3.1. Lipophile Extraktstoffe

Lipophil sind solche organischen Wasserinhaltsstoffe, deren Löslichkeit in Tetrachlormethan (Tetra) und ähnlichen unpolaren Lösungsmitteln, z. B. Trichlormethan, größer als in Wasser ist.

## 3.1.1. Geräte und Chemikalien

- Glasfiltertiegel G 3, Durchmesser etwa 100 mm  
Glasfiltertiegel G 4, Durchmesser etwa 40 mm  
Saugfläche und Wasserstrahlpumpe  
Stutzenflasche 10 l mit Schlifffhahn  
3 Gaswaschflaschen mit Glasfritte, 100 ml, schmale Form  
Scheidetrichter, 500 ml  
Erlenmeyerkolben, 250 ml  
Destillationsapparat mit 250 ml-Rundkolben

- Halbmikro-Vakuumdestillations-Apparatur mit 25-ml-Rundkolben
- Infrarot-Laborstrahler oder Wasserbad
- Analysenwaage
- Tetrachlormethan zur Analyse über Kolonne bidestilliert
- Natriumsulfat, wasserfrei, zur Analyse.

### 3.1.2. Durchführung

10 l Rohwasser werden durch einen Filtertiegel G 3 mit Wasserstrahl-Vakuum filtriert und in eine 10 l-Stutzenflasche mit Schliffhahn gefüllt. Alle Schliffverbindungen müssen absolut fettfrei sein. Reinwasser kann direkt eingesetzt werden. An den Ablauf der Stutzenflasche werden 3 Gaswaschflaschen mit Glasritze, die mit je 50 ml bidestilliertem Tetra gefüllt sind, so hintereinandergeschaltet, daß das Wasser jeweils von unten die Flaschen durchströmt, siehe Bild 3. Dabei ist auf Glas-an-Glas-Verbindungen zu achten, um einen Angriff des Schlauches durch tetrahaltiges Wasser zu vermeiden. Die 10 l Probewasser werden nötigenfalls unter Verwendung eines geringen Wasserstrahl-Vakuums in 8 Stunden durch die Waschflaschen geleitet.

Der Inhalt der Waschflaschen wird in einem 500 ml-Scheidetrichter gesammelt und die Tetraschicht vom Wasser abgetrennt. In einem 250 ml-Erlenmeyerkolben wird die Tetralösung mit 20 g wasserfreiem Natriumsulfat gut vermischt und über Nacht stehen gelassen. Die wasserfreie Lösung wird durch einen Glasfiltertiegel G 4 filtriert. Der Rückstand ist mit 25 ml Tetra auszuspülen. Das Filtrat wird in einen 250-ml-Rundkolben überführt, wobei mit 15 ml Tetra nachzuspülen ist, und in einer Destillationsapparatur unter gelindem Sieden auf etwa 10 ml eingeengt. Dieses Konzentrat wird verlustlos in einen vorher mit Schliffstopfen genau gewogenen 25 ml-Rundkolben gebracht, wobei mit 10 ml Tetra nachzuspülen ist. Das Lösungsmittel wird in einer Halbmikro-Destillationsapparatur völlig entfernt, wozu am Schluß kurzzeitig Vakuum angelegt werden muß. Der Kolben wird nach dem Abkühlen mit dem Stopfen verschlossen und gewogen.

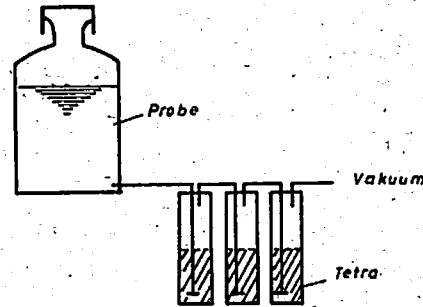


Bild 3 Aufbau der Extraktionsapparatur

Um eine eventuelle Verunreinigung des Tetrachlormethans und des Natriumsulfates zu berücksichtigen, sind 150 ml Tetra ebenfalls mit 20 g Natriumsulfat zu versetzen und wie der Extrakt zu behandeln (Blindwert). Für eine exakte Aussage sind mindestens Doppelbestimmungen erforderlich.

### 3.1.3. Auswertung

$$\text{Tetra-Extrakt} = \frac{a - b}{10} \quad / \text{mg/l}$$

- a Probenrückstand in mg
- b Tetra-Rückstand (Blindwert) in mg

### 3.2. Kupplungsfähige Substanzen

Als "Kupplungsfähige Substanzen" wird die Summe der organischen Wasserinhaltsstoffe verstanden, die durch Kupplungsreaktionen mit disoziiertem p-Nitranilin gefärbte Substanzen bilden, ausgedrückt in Phenol-Äquivalent. Ihre Bestimmung erfolgt nach TGL 28400/01 wie die der wasserdampflichen Phenole, aber ohne Destillation. Entsteht ein Niederschlag, so ist dieser durch Zentrifugieren abzutrennen.

### 3.3. Sonstige Gütekriterien

nach TGL 28400/01

- Chemischer Sauerstoffverbrauch (CSV)
  - mit Kaliumdichromat (CSV-Cr), Spezialmethode für niedrige Werte
  - mit Kaliumpermanganat (CSV-Mn)
- Geruch und Geschmack
- Farbgrad
- Sauerstoff
- Freie Kohlensäure
- Keimzahl

### Hinweise

Im vorliegenden Standard ist auf folgende Standards Bezug genommen: TGL 4464; TGL 9492; TGL 9493; TGL 28400/01; TGL 36030/01 bis /05, /08 und /10

Folgende Standards werden noch ausgearbeitet:

- Aktivkohle technisch gekörnt - Wasserreinigungskohle WRK 1
- Aktivkohle technisch gepulvert - Wasserreinigungskohle WRP 1

Untersuchungsmethoden für Wasserreinigungskohlen, VEB Projektierung Wasserwirtschaft Halle, BT Forschungszentrum Wassertechnik Dresden, Mai 1982

Für die Überwachung des Inhaltes dieses Standards auf die Übereinstimmung mit den volkswirtschaftlichen Erfordernissen gemäß § 7 (7) der Standardisierungsverordnung ist der VEB Kombinat Wassertechnik und Projektierung Wasserwirtschaft verantwortlich.