

Standardarbeitsanweisung zur passiven Probenahme von Wasserstoff in Grundwasser

Anwendungsbereich:

Passive Probenahme für Wasserstoff in Grundwasser.

Anforderungen an geeignete Grundwassermessstellen:

- Ausbau der Entnahmestelle mit HDPE Rohr, Innendurchmesser mindestens 50 mm
- Entnahmetiefe: maximal 25 m
- Gute Durchströmung der Messstelle mit dem Grundwasser

Störungen:

Jede Metallverbindung, insbesondere Eisen (auch Edelstahl) in der Messstelle stört die Probenahme von Wasserstoff im Grundwasser erheblich. Es muss ausschließlich mit Kunststoffmaterialien gearbeitet werden.

Die ausgebaute Messstelle muss während der passiven Probenahme ausreichend mit Grundwasser gespült sein, um die Verhältnisse im Grundwasserleiter zu erfassen und nicht den Einfluss des mikrobiologischen Abbaus der organischen Schadstoffe im Pegelrohr.

Die Dichtigkeit der PE-Spritzen gegenüber dem Umgebungsdruck muss für mindestens 3 bar (entspricht 30 m Wassersäule) gegeben sein, um ein Eindringen des Wassers in den Spritzenkörper zu verhindern.

Die Anwendung kann nicht auf andere im Grundwasser gelöste Permanentgase (Ar, N₂, H₂S, CO, CO₂, CH₄) übertragen werden, weil die Permeabilität des Spritzenmaterials für größere Atome bzw. Moleküle nicht im gleichen Maße wie für H₂ gegeben ist.

1. Verfahren

Entsprechend dem Henryschen Gesetz stellt sich ein Gleichgewicht der im Wasser gelösten Gase (H₂) zwischen wässriger Phase und Gasphase ein. Die Fähigkeit von Wasserstoff, durch Kunststoffmaterial zu diffundieren, wird ausgenutzt, um die Gase in einem vorgelegten Gasvolumen im Innern der PE-Spritze anzureichern.

Die Einstellung des Verteilungsgleichgewichts nimmt 5 – 7 Tage in Anspruch.

Die Bestimmung des Wasserstoffs erfolgt entsprechend Standardarbeitsanweisung, *Anlage 3*.

2. Qualitätsanforderungen an das Personal

Fachpersonal für Probenahme

3. Verwendete Chemikalien und Geräte/ Hilfsmittel

- Polyethylen (1, PE) - oder Polypropylen (2, PP) -Spritze, 5 ml, gasdicht und mit Luer Lock Verbinder, an dem über einen entsprechenden Adapter die Entnahme aus dem Inneren der Spritze durch ein Septum möglich ist.

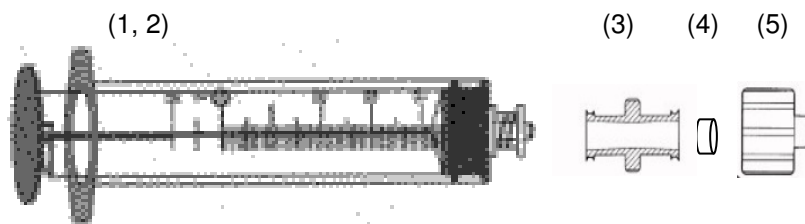


Abbildung 1: Spritze mit Luer Lock Verbinder, Adapter, Septum aus PTFE und Verschlusskappe mit Bohrung

Bezugsquellen (Beispiel):

(1) PE-Einmalspritzen Luer Lock, 5 ml, C541.1 Fa. Carl Roth GmbH

- (2) PP-Einmalspritze Braun Omnifix, Lock, 5 ml, B. Braun Melsungen AG, Art.Nr. 4617053V
- (3) Cheminert female luer adapter to 1/4" – 28, 1.5 mm bore, PEEK, Valco, Art.Nr. 724CLAPK
- (4) Silicon-Septa PTFE N6, weiß, Carl Roth GmbH, Art.Nr. 702633
- (5) Extrenal nuts for flanged tube ends 1/4" – 28, CTFE auf 1/8", Valco, Art.Nr. 724CEN2KF

- Helium 5.0
- Druckminderer und Anschlussschlauch zur Heliumentnahme
- Schnur aus Kunststoffmaterial (ohne Stahlseele) über die Länge der Einbautiefe
- Fixierstifte aus Kunststoffmaterial: 1-2 cm x 0,2-0,4mm Ø
- Bohrmaschine (Akkubohrer) und Holzbohrer mit Durchmesser der Fixierstifte
- PE-Netz als Schlauchmaterial, Länge ca. 30 cm
- Kabelbinder und Abkneifzange
- Glaskugeln als Gewichte
- Parafilm

4. Vorbereitende Tätigkeiten

Für jede Messstelle werden zwei Kunststoffspritzen benötigt.

Die Spritzen werden aufgezogen auf 5 ml und an dieser Stelle wird in den Spritzenkolben eine Bohrung vorgenommen, in die dann der Fixierstab aus Kunststoff eingebracht wird. Der Spritzenkolben wird fixiert, damit er in der Messstelle dem Umgebungsdruck nicht nachgeben kann.

Ein Ring aus Kunststoff (Breite < 5 mm) kann in das Spritzeninnere eingebracht werden, um dem Spritzenkörper zusätzliche Stabilität zu verleihen. Bei Einbautiefen unter 20 m Wasserpegel ist das in den meisten Fällen erforderlich, um ein Zusammendrücken der Spritze durch den hohen Umgebungsdruck zu verhindern.

Die Spritzen werden ausreichend mit Helium gespült und aufgezogen vollständig geschlossen mit dem Adapter, Septum und Verschlusskappe. Die Druckdichtigkeit ist zu prüfen, indem der Spritzenkolben leicht eingedrückt wird. Er muss beim Loslassen wieder in die Ausgangstellung zurück gehen. Die Kolbenfixierung wird angebracht.

Zur zusätzlichen Sicherstellung der Dichtigkeit der Adapter und der Kolbendichtung kann die Spritze an diesen Stellen mit Parafilm umschlossen werden. Der Spritzenkörper sollte aber frei bleiben, um die Gasdiffusion nicht zu erschweren.

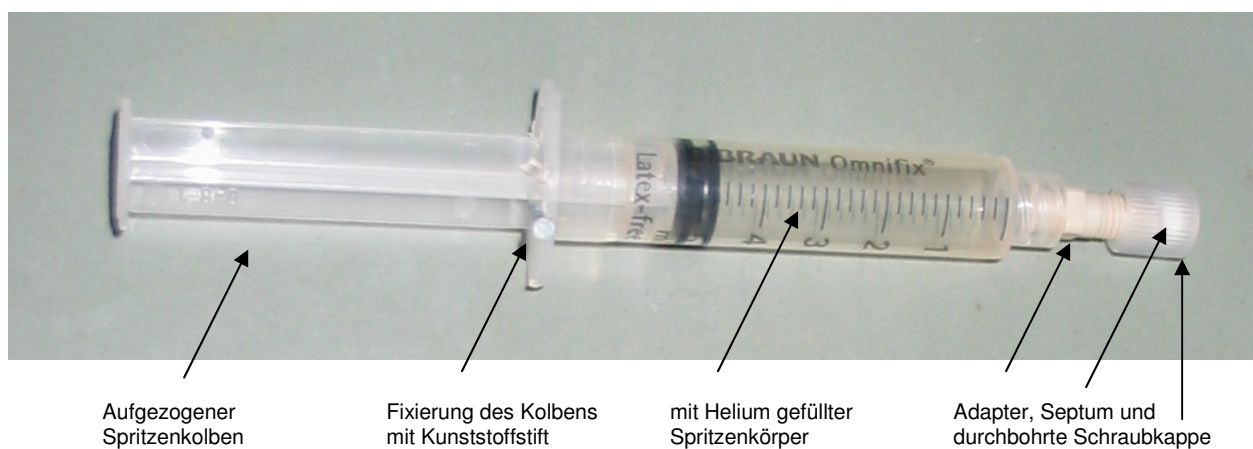


Abbildung 2: Für die passive Probenahme präparierte Spritze

Beide vorbereiteten Spritzen werden in einen PE-Netzschlauch eingeführt. Der Schlauch wird an beiden Enden mit Kabelbinder verschlossen.

In einen zweiten PE-Netzschlauch werden ausreichend Glaskugeln gefüllt, um den Auftrieb der heliumgefüllten PE-Spritzen im Grundwasser zu kompensieren. Der Schlauch wird an beiden Enden mit Kabelbindern verschlossen.

Beide Schläuche werden mit einem Kabelbinder miteinander verbunden und am Ende der Schnur befestigt.

Die vorbereitenden Tätigkeiten erfolgen erst relativ zeitnah vor der Einbringung in die Messstellen. Nach der Vorbereitung sollten die PE-Spritzen innerhalb von 6-12 Stunden in die Pegel eingebracht sein.

5. Durchführung der Prüfung

5.1 Einbringen in die Messstelle

Die Messstelle wird vor der passiven Probenahme nicht klar gepumpt.

Die vorbereiteten PE-Netzschläuche mit den PE-Spritzen und den Glaskugeln als Gewicht werden an einer ausreichend langen Kunststoffschnur befestigt. Wird ein weiterer PE-Schlauch zur passiven Probenahme von LHKW eingebracht, so kann er mit den beiden anderen PE-Netzschläuchen kombiniert werden. Haben die Gebinde zur passiven Probenahme die erforderliche Beprobungstiefe erreicht, so wird die Schnur oberirdisch fixiert und die Messstelle wieder verschlossen.

Die Verweildauer der passiven Probenahmebehälter im Grundwasserpegel sollte 5 Tage nicht unterschreiten.

5.2 Entnahme aus der Messstelle

Nach Ablauf der Verweildauer der PE-Spritzen in der Grundwassermessstelle werden alle Gebinde wieder nach oben gezogen.

Die Kolbenfixierung ist nicht zu lösen.

Anschließend kann die Beprobung der Messstelle durch eine Pumpprobe erfolgen.

Ist Wasser in den Spritzenkörper eingedrungen, so ist das im Protokoll zu vermerken. Die Proben sind dann in der Regel zu verwerfen.

Sind die Spritzen deutlich verfärbt oder mit einem Biofilm überzogen, so ist das im Protokoll zu vermerken.

5.3 Probenlagerung und Transport

Die PE-Spritzen werden aus dem PE-Netzschlauch entnommen, abgetrocknet und beschriftet.

Sie werden dunkel gelagert und innerhalb der nächsten Stunden ins Labor transportiert und der Wasserstoffbestimmung nach StAA QMH-7.057 zugeführt. Die Messung der Wasserstoffgehalte im Spritzenkörper muss noch am Tag der Probenahme erfolgen.

6. Qualitätssicherung

Es werden zwei PE-Spritzen zur passiven Probenahme in die Messstelle eingebracht, um die Probenahme über eine Doppelbestimmung abzusichern. Die Abweichung der Ergebnisse beider Proben sollte 20% nicht überschreiten.

Sind die PE-Spritzen deutlich mit einem Biofilm überzogen, so können die Ergebnisse für die Bestimmung von Wasserstoff systematischen Fehlern unterliegen, weil sie nicht die Verhältnisse im Grundwasserleiter widerspiegeln, sondern durch biologische Aktivität an der Oberfläche des Kunststoffmaterials verfälscht sind. Die Wasserstoffgehalte beider Spritzen weichen dann in der Regel stärker voneinander ab.