

Methodik und Fehlergrößen bei der Probenahme

Philipp Lau M. Sc.

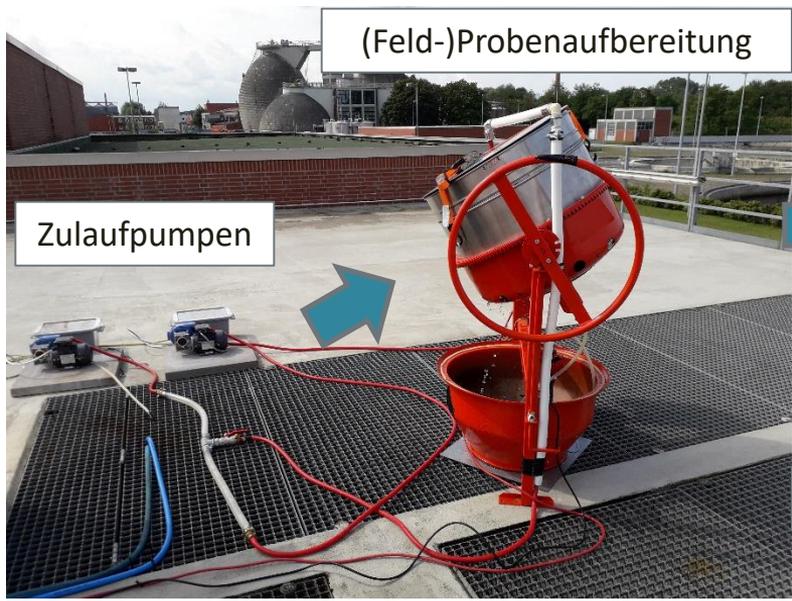
Luisa Reinhold M. Sc.

Prof. Dr.-Ing. Matthias Barjenbruch

TU Berlin, FG Siedlungswasserwirtschaft, Sekr. TIB1-B16, Gustav-Meyer-Allee 25, D- 13355 Berlin

Tel.: +49 / (0) 30 / 314 72359

Allgemeine Methodik MP-Massengehaltsbestimmung -REPLAWA-



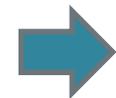
(Feld-)Probenaufbereitung

Zulaufpumpen

Laborprobe



Probenaufbereitung im Labor



Entnahme des Probevolumen mittels Pumpen

Feldprobenaufbereitung (Rotierender Siebfilter „RoSi“)

- » mit 2 Siebgrößen: 1 mm und anschließend 10 µm
- » automatisierte Fest-Flüssig-Trennung für Langzeitproben (>24 h) bzw. große Probevolumina

Probenaufbereitung der Laborprobe – Herstellen einer Analyseprobe

- » Gefriertrocknung
- » Mahlen

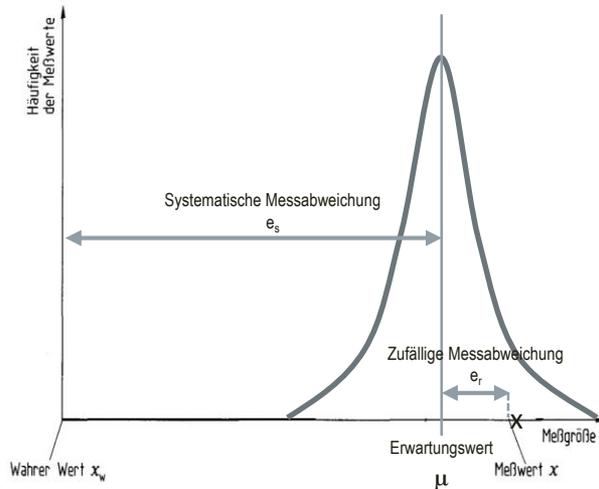
Detektion mittels TED-GCMS

Detektion



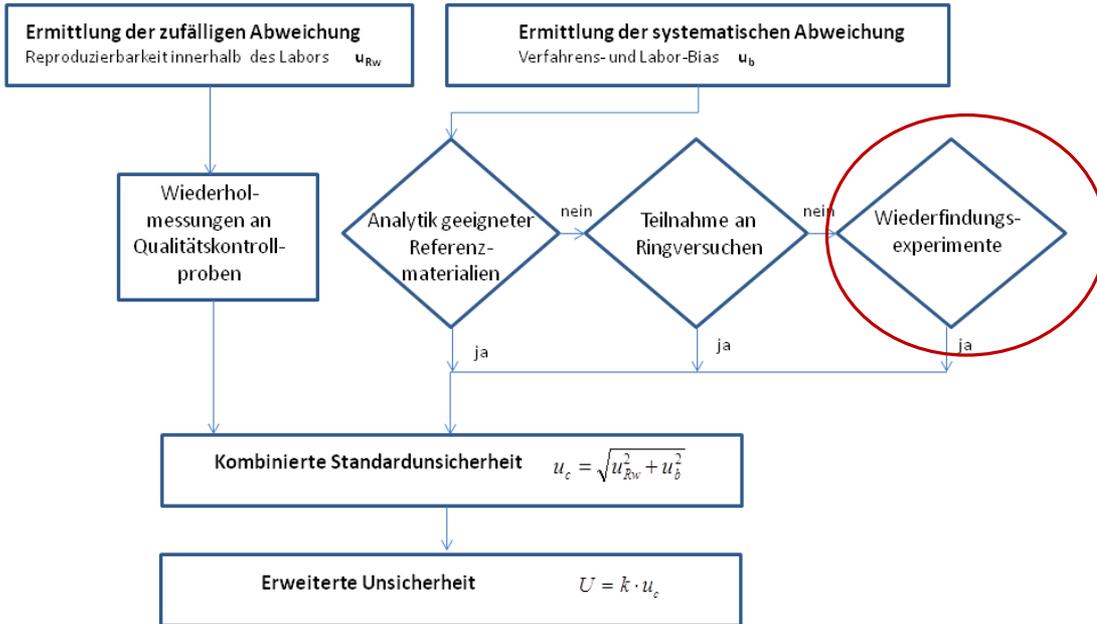
[<https://www.gerstel.de/de/TED-GCMS.htm>]

Suche nach dem wahren Wert



- Bei einer Messung wird der wahre Wert (x_w) gesucht
- Ein Messergebnis (x) ist immer mit Unsicherheiten aus dem gesamten Messprozess behaftet und ist nur ein *Schätzwert* für den *wahren Wert* einer Messgröße.
- Wichtig: die Grenzen zu kennen, in denen Messungenauigkeiten generiert werden

Abschätzung Messunsicherheit Probenahme - Angelehnt an DIN ISO 11352:2013-03



» Systematische Abweichung:

Richtigkeit -> Wiederfindungsrate

$$W = \frac{C_{\text{gemessen}}}{C_{\text{zugegeben}}} * 100\%$$

+ Unsicherheit in der Konzentration des zugegebenen Analyten

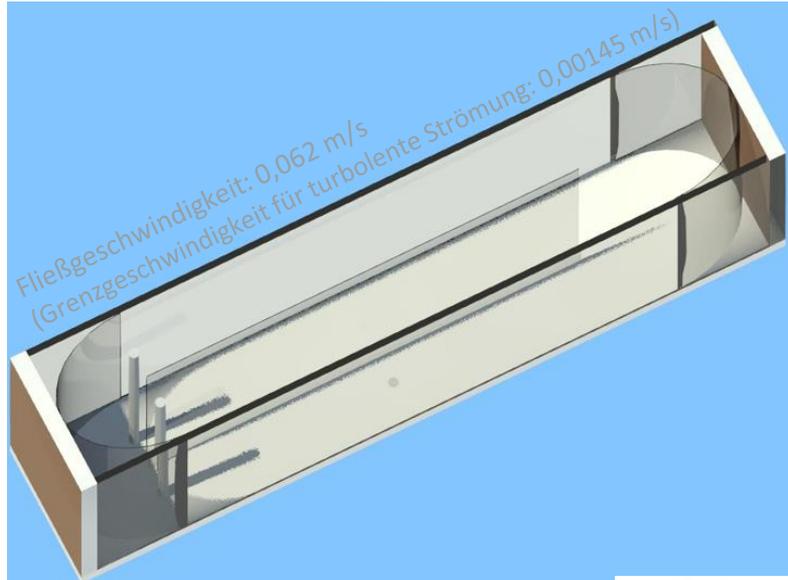
» Zufällige Abweichung:

Präzision -> Standardabweichung

$$V_k = \frac{s}{\bar{x}} * 100\%$$

Systematische Untersuchung am Teststand

- Versuchsaufbau

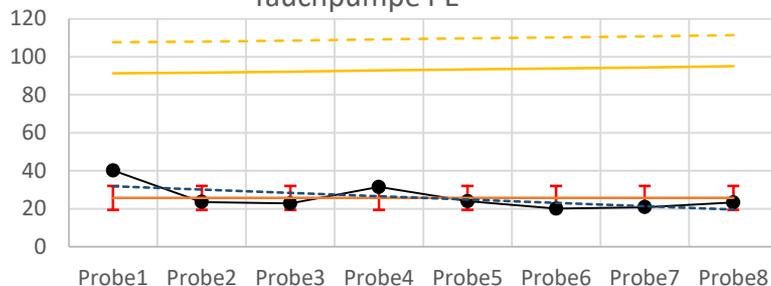


Webinar „Plastik in der Umwelt“

- » Systematische Untersuchung unterschiedlicher Einflussgrößen unter gleichbleibenden Bedingungen (z.B. (turbulente/laminare Strömung, Prüfstoffdichte/-größe/-form, Probenahme-Positionierung)
 - » 1 Probe setzt sich aus 3 Einzelentnahmen (à 1 l) zusammen -> 8 Wiederholungen
 - » Wasser+Kunststoff-Gemisch -> Gravimetrische Analyse
 - » Angepasste Soll-Konzentration (Verluste bestimmt)
 - » Abbildung Schwimm-, Schweb- und sedimentierbarer Stoffe für die Bestimmung einer gemeinsamen Fehlergröße (allgemeingültig)
 - » PS –Pulver:
 $d_{50} = 298 \mu\text{m}$
 $\rho_{\text{PS}} = 1,05 \text{ g/cm}^3$
 - » PE-Pulver:
 $d_{50} = 145 \mu\text{m}$
 $\rho_{\text{PE}} = 0,98 \text{ g/cm}^3$
 - » Gummifeinmehl K 002:
 $d_{50} = 125 \mu\text{m}$
 $\rho_{\text{RM}} = \text{ca. } 1,17 \text{ g/cm}^3$
- Prüfstoffe (50 g) werden in einer Prüfsuspension mit Tween 80 (Benetzungsmittel) angesetzt

Entnahme PE - 1/3 unterhalb Wasseroberfläche (nach DIN EN ISO 5667-10)

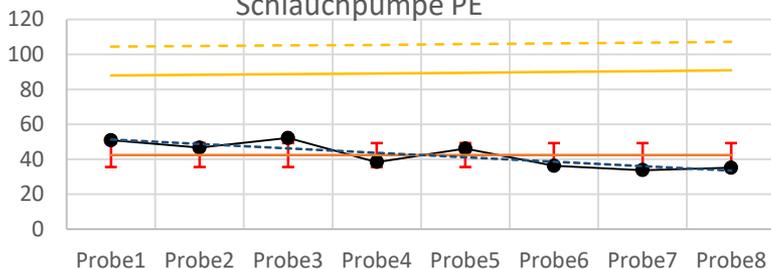
Tauchpumpe PE



» Tauchpumpe

- » Richtigkeit: 28 % (47 %)
- » Präzision: 25 % (19 %)

Schlauchpumpe PE

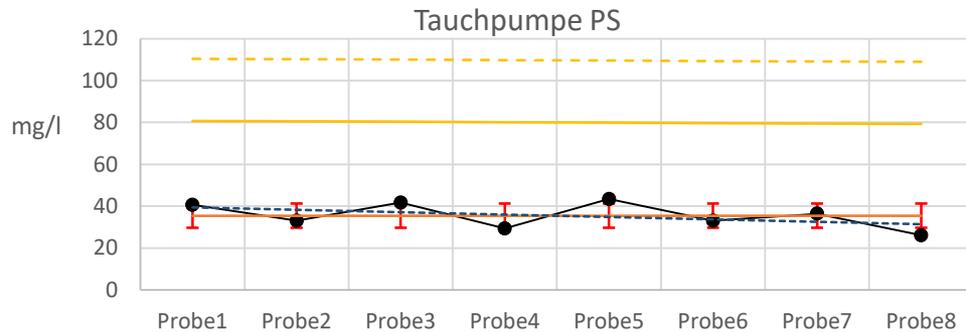


» Schlauchpumpe:

- » Richtigkeit: 48 % (44 %)
- » Präzision: 16 % (32 %)

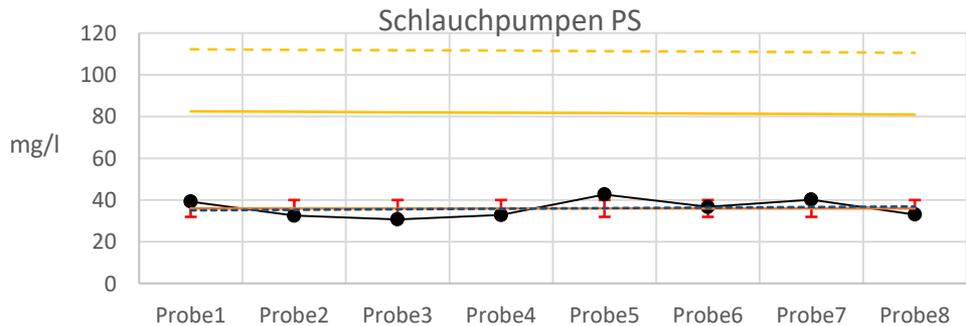
Probenahme
 Mittelwert
 Soll-Wert
 angepasster Soll-Wert

Entnahme PS - 1/3 unterhalb Wasseroberfläche (nach DIN EN ISO 5667-10)



» Tauchpumpe

- » Richtigkeit: 44 % (59%)
- » Präzision: 16 % (6%)



» Schlauchpumpe:

- » Richtigkeit: 44 % (71%)
- » Präzision: 11 % (13%)

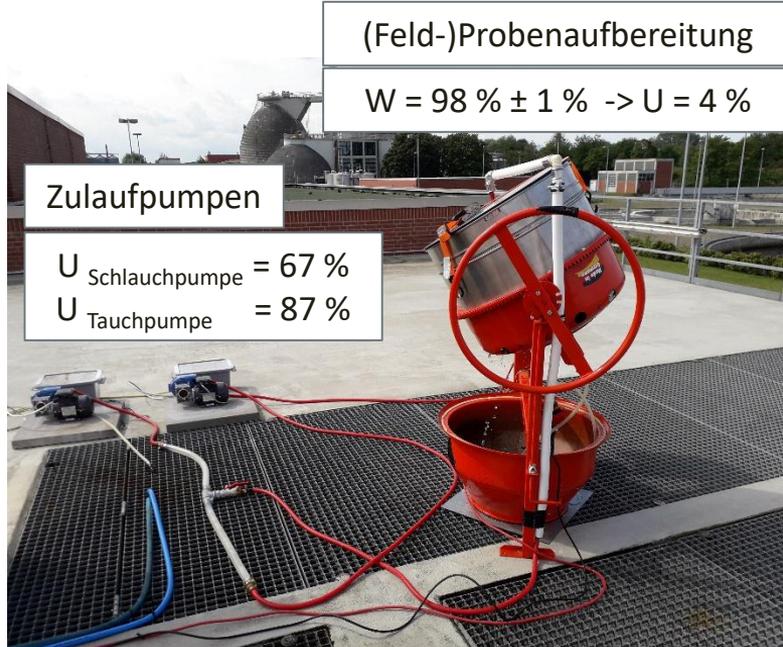
Entnahme Reifenmehl - 1/3 unterhalb Wasseroberfläche (nach DIN EN ISO 5667-10)

- » Die Fließgeschwindigkeit im Gerinne reicht nicht, um die Partikel in Schwebelage zu halten
 - » Tauchpumpe
 - (Richtigkeit: 25 %)
 - (Präzision: 28 %)
 - » Schlauchpumpe:
 - (Richtigkeit: 40 %)
 - (Präzision: 28 %)

- » Ergebnisse werden nicht in der Mesungengenauigkeit mit einbezogen



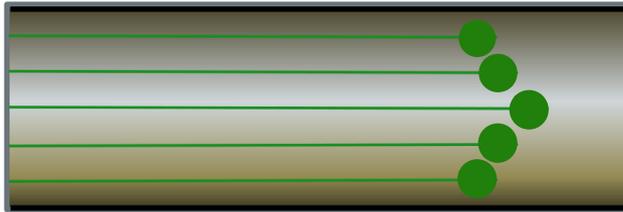
Fazit



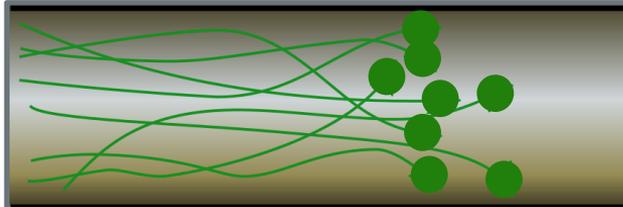
- » Repräsentativität besteht nur als „Worthülse“, bisher gibt es keine Bewertungsmethoden, um die Zuverlässigkeit der Probenahme festzustellen
 - » Obwohl sie sich anhand von Leistungsparameter beschreiben und quantifizieren lässt
 - » Muss bei der Interpretation von Messwerten einbezogen werden
- » Kombination aus modellhaften Ansätzen und Felduntersuchungen bei der Abschätzung der Messunsicherheit für empirischen Untersuchungen einsetzen
- » Unterteilung in („eigentliche“) Probenahme und Feldprobenaufbereitung
- » Beschreibung der vorherrschenden Bedingungen bei der Probenahme

Maßgebende Einflussgrößen

Stromlinien in laminarer Strömung



Stromlinien in laminarer Strömung



Beschreibung der vorherrschenden Bedingungen bei der Probenahme

- » Ergebnis einer Strömung ist Stofftransport
- » Beschreibung der Strömung:
Reynolds-Zahl $Re = \frac{vD}{\nu}$
- » Bei turbulenter Strömung Durchmischung infolge Querbewegungen
- » Transportwirksame Schubspannung τ (Geschiebe - Schwebstofftransport)