

Ereignisgesteuerte Probenahme an Misch- und Niederschlagswasser - Methodik und Fehlergrößen -

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-



Probenahme

(Feld-)Probenaufbereitung

Laborprobe

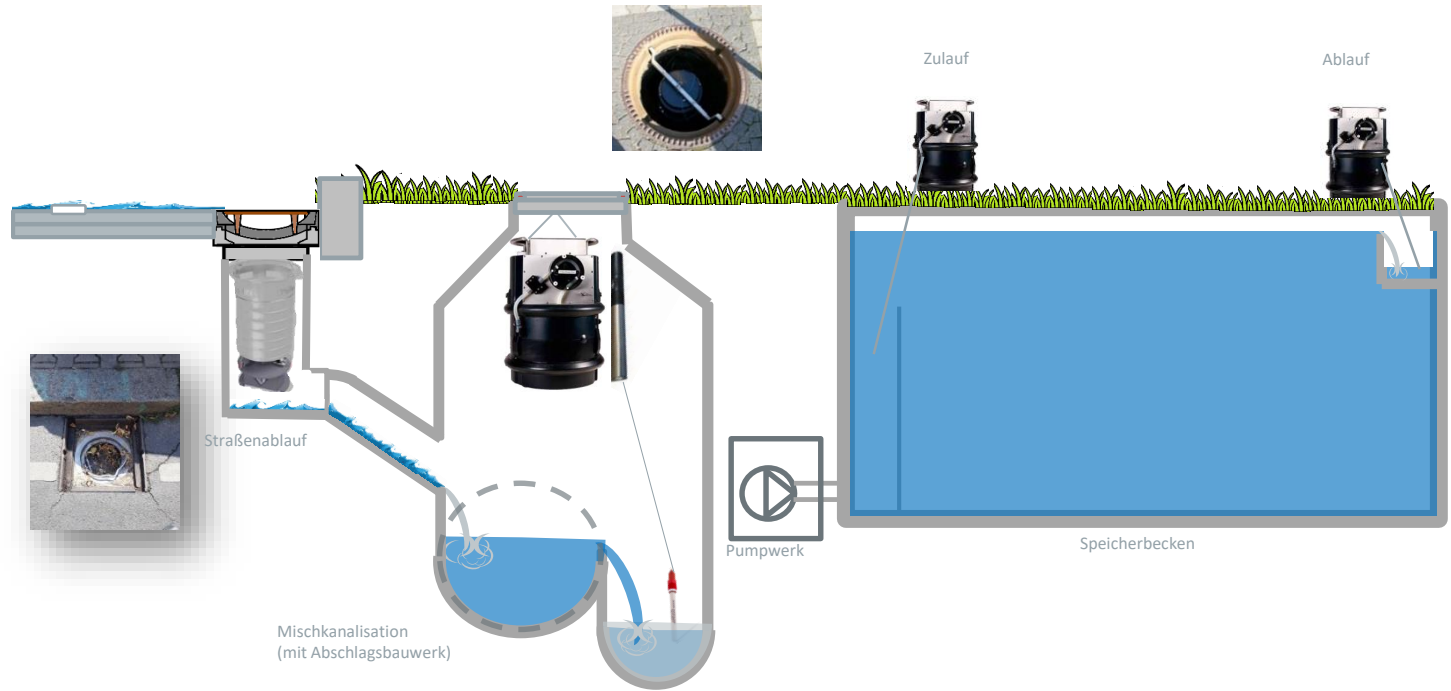
Probenaufbereitung im Labor

Analyseprobe

Detektion

Auswertung

Möglichkeiten der automatisierten Probenahme im Misch- und Trennsystem



Probenahme

(Feld-)Probenaufbereitung

Laborprobe

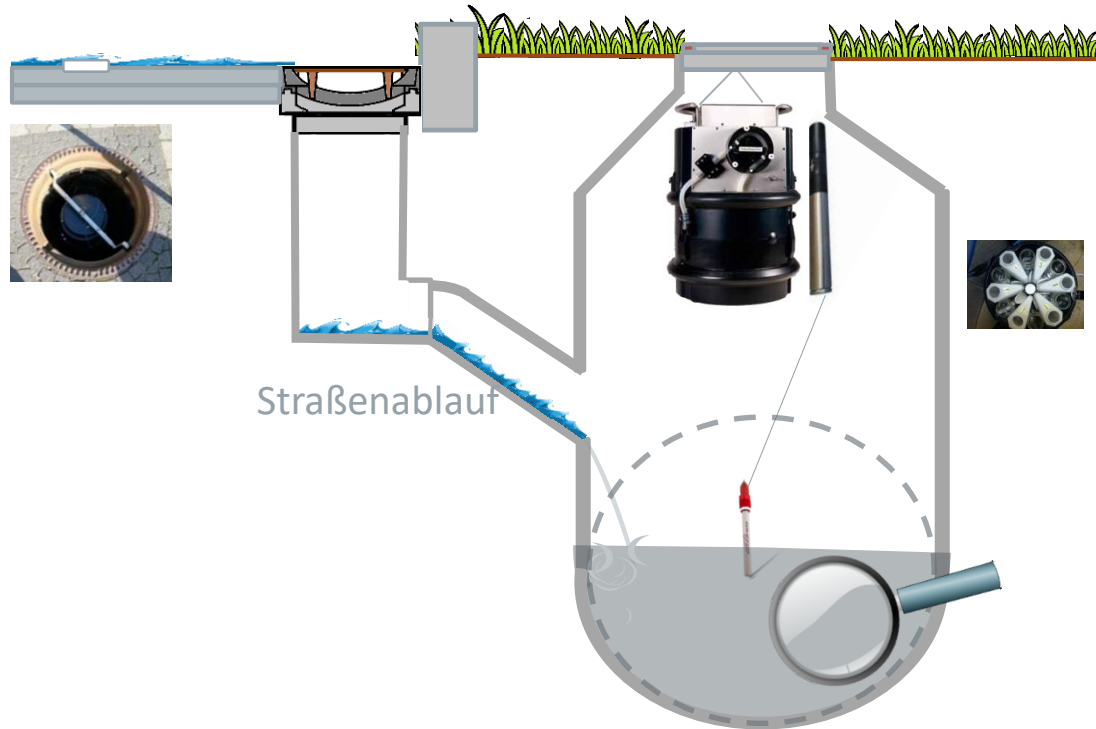
Probenaufbereitung im Labor

Analyseprobe

Detektion

Auswertung

Automatische Probenahme



Straßenablauf

Regen- Mischwasserkanal

Webinar „Plastik in der Umwelt“

› Stand der Technik

- › DIN EN 16479:2014; DIN ISO 5667-10
- › Ereignissteuerung via  geschützter Bluetooth Kopplung zwischen automatischen Probenehmer und Datenlogger

› Strategie

- › Umfang (zur Stoffstrombeschreibung flüssige + feste Phase beproben)
- › Teilproben (Zeitintervalle, Volumen)

› Begleitparameter & Metadaten

- › Strömungsbedingungen (Q, v)
- › Analysen (Temp., pH, AFS, AFS63, CSB, eLF, Schwermetalle)
- › Metadaten (Niederschlag, EZG, DTV – Kategorie I,II,III)

› Beschreibung Repräsentativität

- › U-Wert angelehnt an DIN ISO 11352:2013
- › Wichtig: die Grenzen zu kennen, in denen Messungenauigkeiten generiert werden

Rechtliche Grundlagen



➤ Stand der Technik festgelegt durch Normen

➤ Normung Probenahme:

- ISO TC 147 SC 6
- Übernahme internationaler Normen durch CEN (dann geltend in allen Mitgliedsstaaten)
- NA 119 (NAW) -01-03-01-01 AK Arbeitskreis Probenahme (Normungsorganisation auf nationaler Ebene)

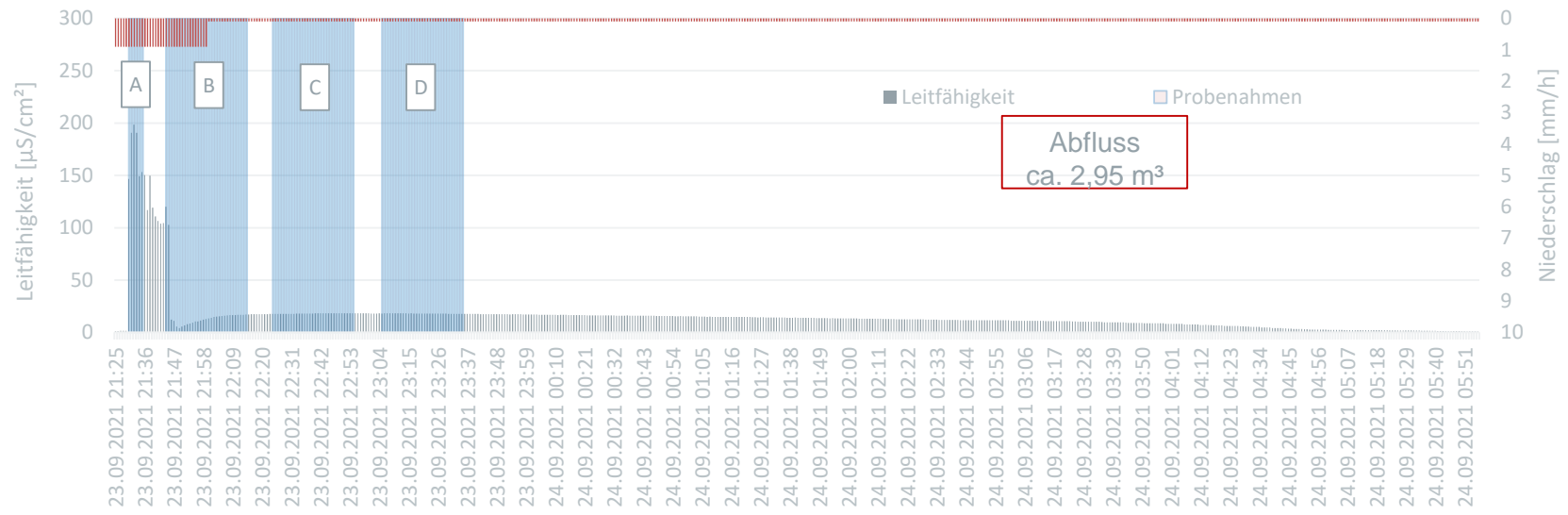
➤ Automatische Probenahme: Produktnorm DIN EN 16479:2014 (wird aktuell überarbeitet)

- allg. Anforderungen
- Leistungsanforderungen
- Konformitätsprüfungen

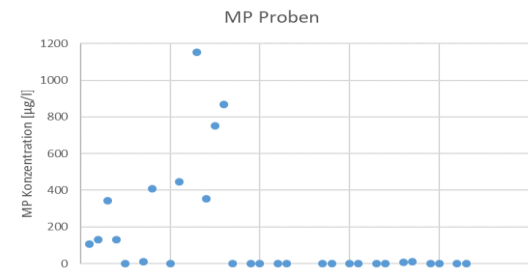
➤ Automatische Probenahmegeräte unterstützen u.a. die Anforderungen der folgenden EU-Richtlinien:

- Industrieemissionsrichtlinie (2010/75/EU),
- Kommunale Abwasserrichtlinie (91/271/EWG und 98/15/EG)
- Wasserrahmenrichtlinie (2000/60/EG)
- Meeresstrategie-Rahmenrichtlinie (2008/56/EG)

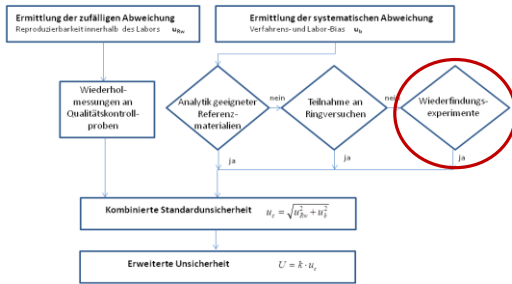
Auswertung ereignisgesteuerte Flüssig-Probenahme - Straßenablauf



- 4 Ereignisse - 14 Proben (à 1 l) – 50 % der Messungen > BG



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



» Systematische Abweichung:

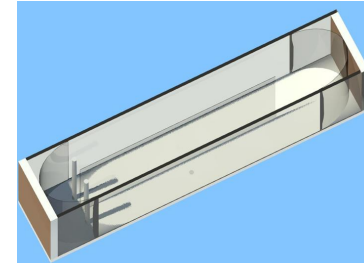
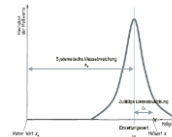
Richtigkeit -> Wiederfindungsrate

+ Unsicherheit in der Konzentration des zugegebenen Analyten

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

» Zufällige Abweichung:

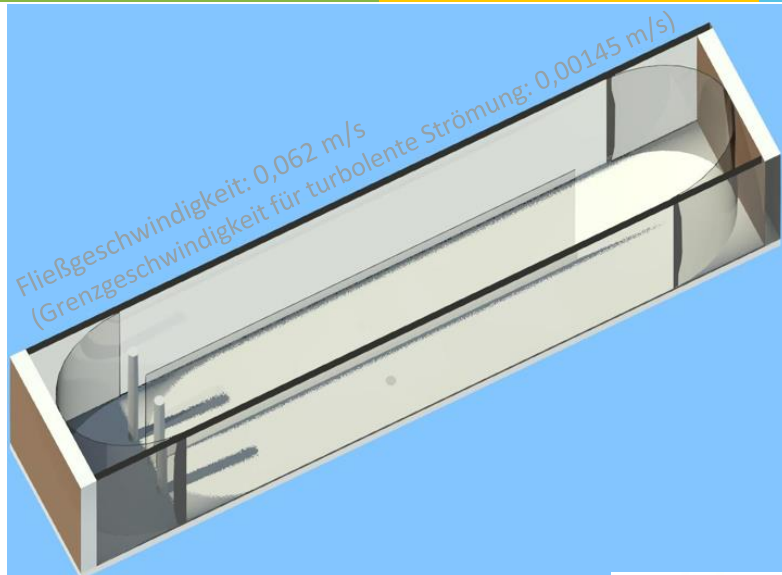
Präzision -> Standardabweichung



U Probenahme	= ± 67 - 87 %
U Feldprobenaufbereitung	= ± 4 %
U Probenaufbereitung	= ± 31 %
U Detektion	= ± 20 - 53 %
U Analyse, PE	= ± 85 %

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

Zusammenfassung und offene Fragestellungen

- Probenahme zur thermoanalytischen Massengehaltsbestimmung
 - Probenahmevervolumen? (generierter Feststoff aus 1 l Proben reicht nicht aus– bei Gefriertrocknung fallen gelöste Stoffe aus und verfälschen TM-Angaben)
 - Erfassung und Dokumentation der Begleitparameter sind für die Interpretation MP-Daten sehr wesentlich (Welche?)
 - Die Ergebnisse der Strömungsversuche ergeben einen einseitig gerichteten, negativen Messfehler durch stetige Unterbefunde, d.h. es wird die Belastung des untersuchten Stoffsystems unterschätzt
 - Aufgrund der vielfältigen Erscheinungsform vor allem in Bezug auf die Dichte, Größe und Form liegt (Mikro-) Plastik als partikulärer Schwimm-, Schweb- bzw. sedimentierbarer Stoff in der Umwelt vor - Nicht alle Stoffe lassen sich gut in der flüssigen Phase erfassen (z.B. Reifenabrieb)
 - Wir nehmen durch die Probenahme bereits Einfluss auf das zu untersuchende Stoffsystem (=Veränderung der Strömungsbedingungen)

Entnahme Reifenmehl (nach DIN EN ISO 5667-10)

- » Die Fließgeschwindigkeit im Gerinne reicht trotz turbulenter Verhältnisse nicht für einen Schwebstofftransport der Partikel
 - Zu Beginn der Untersuchungen bereits 47 % abgelagert, am Ende der Versuchsreihe (36 min) finden wir 94 % der zugegebenen Prüfstoffe an der Sohle wieder

