

# 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

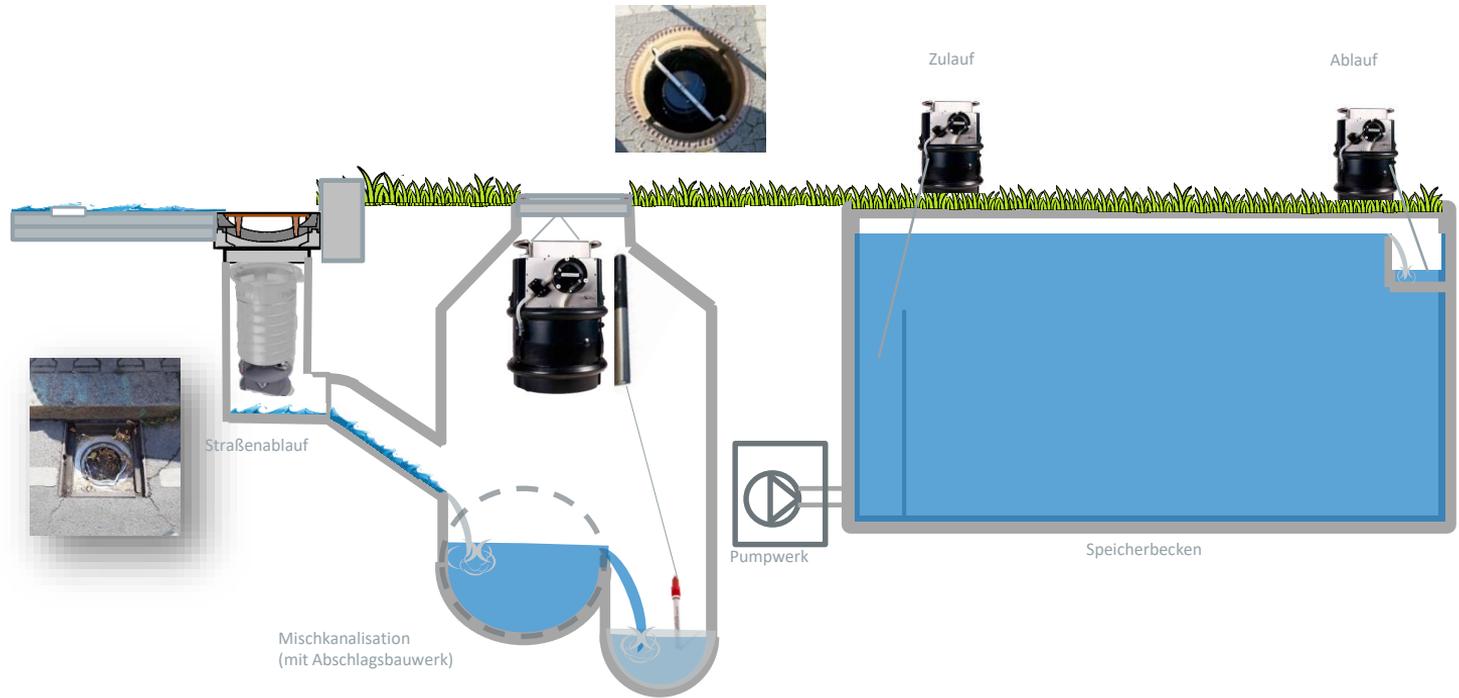
Probenaufbereitung im Labor

Analyseprobe

Detektion

Auswertung

# Möglichkeiten der automatisierten Probenahme im Misch- und Trennsystem



Probenahme

(Feld-)Probenaufbereitung

Laborprobe

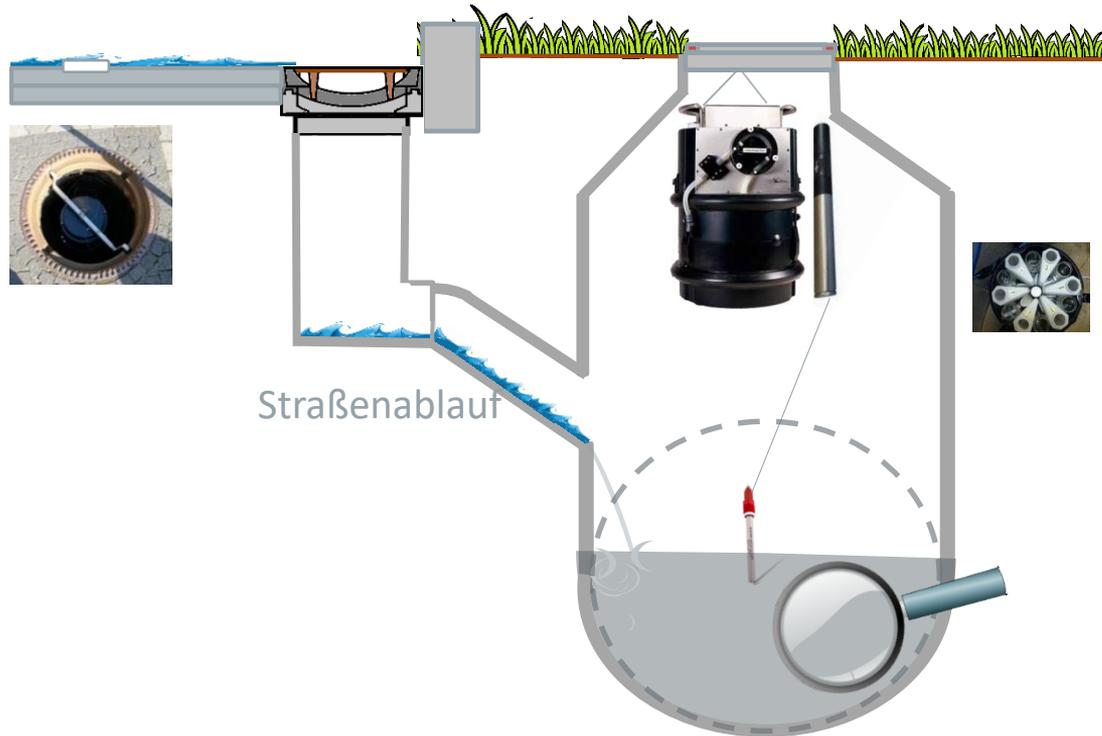
Probenaufbereitung im Labor

Analyseprobe

Detektion

Auswertung

# Automatische Probenahme



Straßenablauf

Regen- Mischwasserkanal

Webinar „Plastik in der Umwelt“

## › Stand der Technik

- › DIN EN 16479:2014; DIN EN 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)

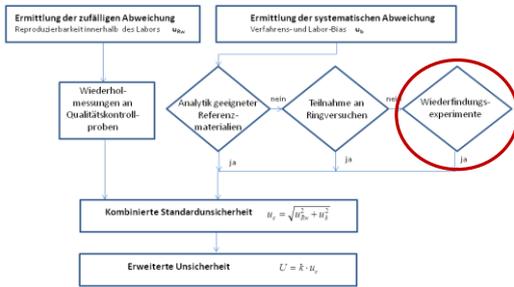
- allg. Anforderungen
- Leistungsanforderungen
- Konformitätsprüfungen

## ➤ 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)



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



» Systematische Abweichung:

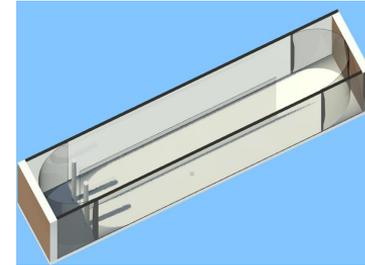
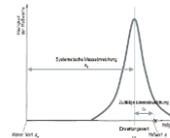
Richtigkeit -> Wiederfindungsrate

+ Unsicherheit in der Konzentration des zugegebenen Analyten

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

» Zufällige Abweichung:

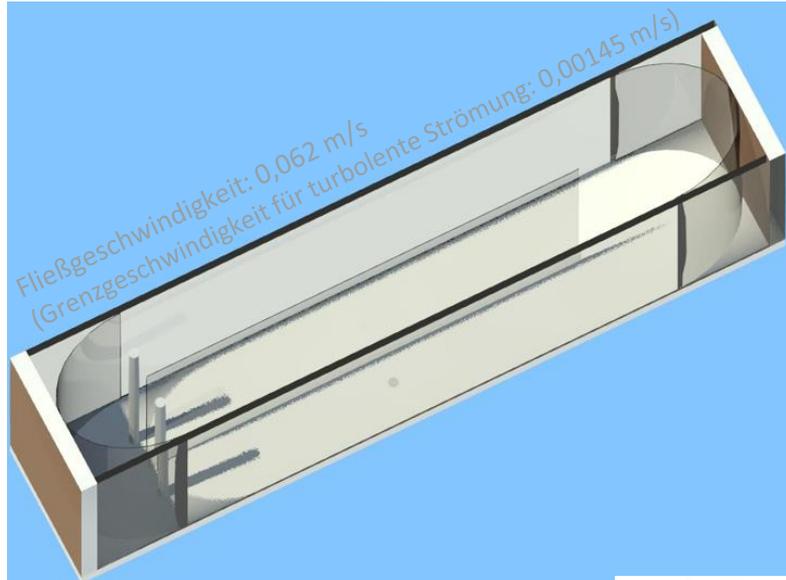
Präzision -> Standardabweichung



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

# 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

