

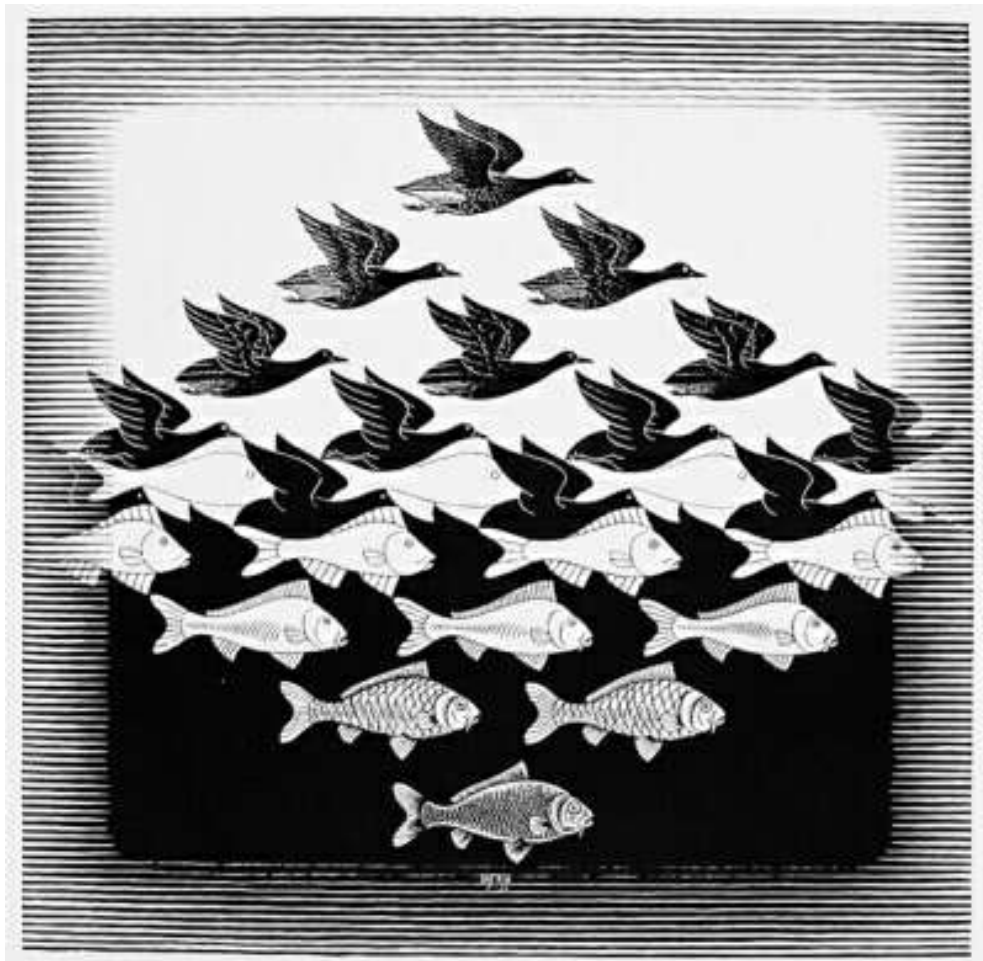
Praktikumsaufgaben

Wasserreinigung II

- Verfahren zur Wasseraufbereitung -

Technische Universität Berlin
Fachgebiet Wasserreinigung

Prof. Dr.-Ing. Martin Jekel



Stand: Januar 2015

VORBEMERKUNGEN UND ANALYTIK

1 Vorbemerkungen

Das Praktikum beginnt **pünktlich** um 8.30 Uhr bzw. 13.30 Uhr. Im Krankheitsfall bitten wir um telefonische Benachrichtigung im Sekretariat des Fachgebietes (Tel.: 314-25058). Unter bestimmten Voraussetzungen besteht die Möglichkeit, durch das Anfertigen einer schriftlichen Ausarbeitung (in Absprache mit dem/der BetreuerIn) **einen** Fehltermin auszugleichen.

Es wird vorausgesetzt, dass der Inhalt des Skriptes vor jedem Termin **gelesen** und **verstanden** wurde! Zu Beginn des Praktikumstermins findet eine kurze Vorbesprechung statt, in der die Vorbereitung der Teilnehmer überprüft und in der Gelegenheit zur Klärung offener Fragen gegeben wird. Es werden aus maximal 9 TeilnehmerInnen jeweils drei Kleingruppen gebildet, die alle Praktikumsversuche gemeinsam durchführen müssen. Das Tragen eines Laborkittels ist **Pflicht**.

Von jedem Praktikumstermin ist von den Kleingruppen je ein Protokoll anzufertigen und spätestens am Freitag der folgenden Woche nach dem Praktikumstermin bei den Betreuern abzugeben. Ein zu spät eingereichtes Protokoll muss leider mit 4,0 benotet werden, eine 5,0 wird wie ein Fehltermin gewertet.

Das Protokoll soll folgende Informationen enthalten:

- **Titel:** Bezeichnung des Versuchs, Namen und Matrikelnummer der Gruppenteilnehmer, Datum
- **Allgemeine theoretische Einleitung:** Zu jedem Thema sind in **kurzer** Form und mit **eigenen** Worten die theoretischen Grundlagen darzustellen.
- **Theorie der einzelnen Versuche:** Es sollen die Aufgabenstellung, das Versuchsprinzip sowie die Versuchsanordnung kurz beschrieben und theoretische Zusammenhänge - wichtige Formeln und Reaktionsmechanismen - in kurzer und präziser Form mit eigenen Worten erläutert.
- **Darstellung der Analytik:** Es sind nur die Bezeichnung der Methode und die verwendeten Geräte anzugeben.
- **Versuchsablauf, Messungen, Beobachtungen:** Vom Skript abweichende Versuchsdurchführungen sind kurz zu beschreiben, alle Messergebnisse und wichtigen Beobachtungen sind übersichtlich darzustellen. Messwerte werden in Tabellenform angegeben, ablaufende chemische Reaktionen durch Reaktionsgleichungen.
- **Darstellung der Ergebnisse:** Die Berechnungen der Ergebnisse aus Messwerten sind übersichtlich anzuordnen. Zwischenrechnungen müssen in das Protokoll aufgenommen werden. Graphische Darstellungen, die nicht am PC erstellt werden, sollten auf Millimeterpapier gezeichnet werden.
- **Diskussion der Ergebnisse (wichtigster Punkt!):** Die Versuchsergebnisse werden entsprechend der Aufgabenstellung mit der zugrundeliegenden Theorie verknüpft und kritisch bewertet. Die Ergebnisse werden mit Erwartungs- bzw. Literaturwerten verglichen.
- **Fehlerbetrachtung:** Es ist eine Liste aller möglichen Fehlerquellen zu erstellen und deren jeweilige Relevanz einzuschätzen.
- **Literaturverzeichnis:** Am Ende des Protokolls ist die verwendete Literatur anzugeben.

2 Analytik

Die Analyse von Wasserinhaltsstoffen steht nicht im Mittelpunkt dieses Praktikums. Da die Abscheidung gelöster und partikulärer Stoffe jedoch das Ziel der Verfahren zur Trinkwasseraufbereitung ist, kann im Verlauf des Praktikums auf den Nachweis der abzuscheidenden Stoffe nicht verzichtet werden. Hierzu werden einfache Analysemethoden bzw. Schnelltests eingesetzt, die ohne große Vorkenntnisse und Einarbeitungszeit zu akzeptablen Ergebnissen führen. Man muss dabei Einschränkungen hinsichtlich Reproduzierbarkeit und Genauigkeit der Messergebnisse in Kauf nehmen. Für eine exakte Bestimmung von Wasserinhaltsstoffen sind die in den Deutschen Einheitsverfahren beschriebenen Analysemethoden anzuwenden.

Da die meisten der im Praktikum zu bestimmenden Wasserinhaltsstoffe photometrisch nachgewiesen werden, sollten zunächst die Grundlagen dieses Messprinzips nachgelesen werden (UTP-Skript, Messtechnik der Wasserreinigung).

2.1 pH-Wert

Die elektrochemische Bestimmung des pH-Wertes beruht auf der Messung der Potentialdifferenz zwischen zwei in das zu untersuchende Wasser eintauchenden Elektroden, einer Bezugs- und einer Messelektrode (=Glaselektrode, die sich aus Ableitelektrode und Glasmembran zusammensetzt). In der Einstabmesskette sind beide Elektroden in einer Baugruppe vereint. Genauere Ausführungen zum Messprinzip sollten auch hier im UTP-Skript nachgelesen werden.

Die Kalibrierung der Messkette erfolgt mit Elektrolytlösungen (Puffer) genau festgelegter Zusammensetzung und damit konstantem pH-Wert. Die Kalibrierung sollte grundsätzlich bei jener Temperatur erfolgen, bei der anschließend die Probe gemessen wird.

Zunächst wird die Temperatur der Probe bzw. des Puffers bestimmt und dieser Wert am Gerät eingestellt bzw. die Korrektur automatisch über den Messfühler vorgenommen. Als nächster Schritt folgt nun der Asymmetrieabgleich. Dazu taucht man die gut mit v.e.-Wasser abgespülte pH-Glaselektrode in einen Puffer, dessen pH-Wert nahe an dem des Innenpuffers der Elektrode liegt ($\text{pH} = 7$). Die Elektrolyt-Nachfüllöffnung am Elektrodenschaft ist zu öffnen. Das pH-Meter wird mittels des entsprechenden Knopfes ("cal", "zero", "AP") auf den pH-Wert der Pufferlösung eingeregelt. Die Elektrode wird mit v.e.-Wasser abgespült, abgetrocknet und zur Ermittlung der Steilheit in eine zweite Pufferlösung getaucht. Je nach erwartetem pH-Wert der Probe verwendet man dazu einen Puffer mit einem pH-Wert von 4 oder 9. Dieser pH-Wert wird mit dem entsprechenden Knopf am Gerät ("mV/pH", "slope") eingestellt. Zur Kontrolle sind beide Kalibriervorgänge zu wiederholen, nötigenfalls auch mehrmals.

Die pH-Elektrode wird erneut gut mit v.e.-Wasser abgespült, mit Papiertüchern (Kimwipes) getrocknet und in die Probe getaucht. Sie darf nur so tief in die Probe eintauchen, dass der Elektrolytspiegel der Bezugs- und Messelektrode mindestens 3 cm über dem Flüssigkeitsniveau der Probe steht und infolge seines hydrostatischen Überdrucks Elektrolytlösung in die Probe diffundieren kann, nicht aber umgekehrt. Nach Stabilisierung der Anzeige, die man durch mehrmaliges leichtes Bewegen des Probengefäßes beschleunigt (nicht jedoch durch Rühren mit der Elektrode oder durch Rühren mit einem Magnetrührer!), wird der pH-Wert abgelesen. Eine genaue pH-Messung erfordert in Abhängigkeit des Diaphragma-Typs und der Zusammensetzung der Messlösung i.d.R. eine Einstellzeit von 2-5 min; in Extremfällen (v.e.-Wasser) ist das Gleichgewicht an der Glasmembran erst nach 30 min erreicht. Sofern eine exakte pH-Messung

im Praktikum nicht erforderlich ist, kann die Messzeit aus Zeitgründen auf 1 min beschränkt werden. Hier ist jeweils Rücksprache mit den BetreuerInnen zu halten. Die Glaselektrode wird in KCl-Lösung (3 mol/L) aufbewahrt (nur ca. 1 cm über das Diaphragma eintauchen).

2.2 ortho-Phosphat (HACH-Photometer)

- Methode 490 für Phosphat am Photometer eingeben. Wellenlänge 890 nm einstellen.
- 25 ml der filtrierten Wasserprobe in eine saubere Küvette füllen.
- den Inhalt eines PhosVer III Pulverkissens zugeben, umschütteln und 2 Minuten warten, währenddessen eine zweite Messküvette mit der Wasserprobe füllen und in den Küvettenschacht des Photometers einsetzen. Nullabgleich durchführen (Taste ZERO).
- Messküvette in das Photometer stellen und messen (Taste READ). Die Phosphatkonzentration in mg/L ablesen. Bei Konzentrationen über 2,5 mg/L muß die Probe mit vollentsalztem Wasser verdünnt werden.

Bei dieser Methode handelt es sich um eine vereinfachte Form der Molybdänblaumethode (vgl. DIN EN 1189). Im Wasser gelöstes Orthophosphat reagiert unter den vorliegenden sauren Analysebedingungen (pH=0,8) mit Ammoniumheptamolybdat $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24}$ zu einem gelben Phosphormolybdatkomplex $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$. Durch die Reduktion dieses Komplexes mit Ascorbinsäure erhält man eine tiefblau gefärbte kolloidale Lösung von Phosphatomolybdänblau, einem Mischoxid des vier- und sechswertigen Molybdäns.

2.3 Sulfat (HACH-Photometer)

- Methode 680 für Sulfat am Photometer eingeben. Wellenlänge 450 nm einstellen.
- 25 ml der Wasserprobe in eine Küvette füllen, den Inhalt eines SulfaVer IV Pulverkissens hinzufügen, umschütteln und 5 Minuten warten. Währenddessen eine zweite Messküvette mit der Wasserprobe füllen und in den Küvettenschacht des Photometers einsetzen. Nullabgleich durchführen (Taste ZERO).
- Die Messküvette in das Photometer stellen und den Messwert ablesen (Taste READ). Bei Konzentrationen über 65 mg/L muss die Probe mit vollentsalztem Wasser verdünnt werden.
- Die Messküvette nach Gebrauch gründlich spülen.

Das SulfaVer Pulverkissen enthält ein leicht lösliches Bariumsalz, welches mit Sulfat unlösliches BaSO_4 bildet. Um den entstehenden Niederschlag nach der Messung aus der Küvette zu entfernen, muss besonders gründlich gespült werden.

2.4 Trübung (LANGE-Trübungsphotometer)

- Mit diesem Gerät wird das von den Trübungsteilchen um 90° gestreute Licht gemessen
- Gerät einschalten und ca. 10 Minuten einbrennen lassen (Das Gerät wurde vor Beginn des Praktikums mit Formazinstandards kalibriert)
- Die zu messende Lösung in eine 50 mm Rundkuvette geben, in das Gerät einsetzen und mit der Abdeckplatte versehen
- die Trübung direkt in NTU ablesen
- zügig messen, um Sedimentation in der Kuvette zu vermeiden

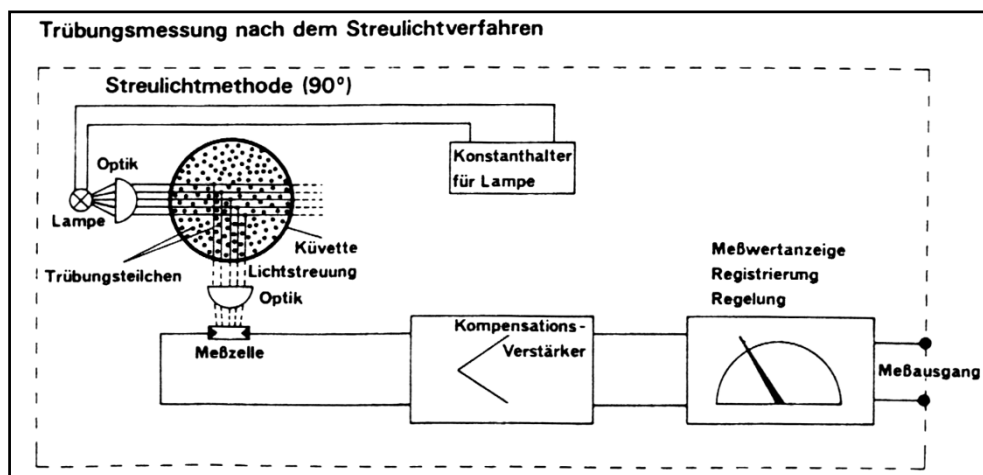


Abbildung 1 Das LANGE - Trübungsphotometer

2.5 Färbung (Photometer)

Die Intensität der Färbung eines Wassers wird durch die Messung der Lichtschwächung bei der am stärksten geschwächten Lichtwellenlänge charakterisiert. Diese Wellenlänge lässt sich durch die Aufnahme des Transmissionsspektrums mit einem Spektralphotometer bestimmen. Natürliche Wasser sind häufig durch Eisenverbindungen und Huminstoffe gelb-braun gefärbt. Für Messungen in diesem Farbtonbereich ist die Wellenlänge 436 nm besonders gut geeignet.

- Die Wellenlänge (436 nm) einstellen
- Den Nullabgleich mit vollentsalztem Wasser durchführen
- Die filtrierte Probe in eine Kuvette füllen und die Absorption auf der Anzeige ablesen.

Die Angabe der Ergebnisse erfolgt als spektraler Absorptionskoeffizient $a(\lambda) = A(\lambda)/x$ in $1/m$ unter Angabe der verwendeten Wellenlänge (x = Kuvettenlänge in m).

2.6 Leitfähigkeit

Die elektrische Leitfähigkeit ist ein Summenparameter, mit dessen Hilfe die Konzentration an dissoziierten Salzen in einer Lösung eingeschätzt werden kann. Der Leitfähigkeitsbestimmung liegt der Ladungstransport durch Ionen zugrunde. Gemessen wird der elektrische Widerstand beim Stromfluss durch eine wässrige Lösung, der zur Leitfähigkeit reziprok ist. Die im Praktikum verwendeten Geräte sind bereits kalibriert, d.h. die Zellkonstante der Messzelle wurde vorher am Messgerät eingestellt (Details im UTP-Skript und dem DEV C8).

- die Leitfähigkeitsmesszelle in die Probe tauchen (Mindesteintauchtiefe beachten !)
- gewünschten Messbereich mit der Taste "µS/cm mS/cm" einstellen
- Messwert (= Spezifische Leitfähigkeit) ablesen. Die Leitfähigkeit wird stets bei 25°C angegeben (χ_{25}).
- Leitfähigkeitsmesszelle mit v.e.-Wasser abspülen und trocken tupfen.

2.7 Chlorid

Die Chloridbestimmung erfolgt maßanalytisch:

- 10 ml der Wasserprobe plus 40 ml v.e.-Wasser in einen sauberen Erlenmeyerkolben pipettieren.
- Den Inhalt eines Diphenylcarbazon-Pulverkissens hinzufügen und umrühren, es löst sich nicht die gesamte Indikatormenge.
- Mit der $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ -Standardlösung titrieren, Farbumschlag von braungelb nach lila zeigt den Titrationsendpunkt an. Quecksilber-Abfälle getrennt entsorgen !
- Der Verbrauch an Maßlösung x [ml] multipliziert mit der Konzentration der Quecksilberlösung, dividiert durch das verwendete Volumen, ergibt die Chloridkonzentration in mmol/L (s. u.).
- 2 Chloridionen reagieren mit einem Quecksilber(II)-Ion zu unlöslichem HgCl_2

Die Berechnung der Chloridionen $c(\text{Cl}^-)$ erfolgt nach folgender Formel:

$$c(\text{Cl}^-) [\text{mmol/L}] = \frac{x [\text{ml}] * 2 * c(\text{Hg}^{2+}) [\text{mmol/L}]}{V [\text{ml}]}$$

mit:

$$\begin{array}{lcl} c(\text{Hg}^{2+}) & = & 7,05 \text{ mmol/L} \\ V & = & 10 \text{ ml} \end{array}$$

2.8 Härte

Die Härte eines Wassers ist der Gehalt an Calcium-Ionen (Ca^{2+}) und Magnesium-Ionen (Mg^{2+}). Die Bestimmung erfolgt maßanalytisch:

- 10 ml der Wasserprobe plus 40 ml v.e.-Wasser in einen 100 ml Erlenmeyerkolben pipettieren.
- 3 Tropfen der Härte I-Lösung hinzufügen und gut vermischen.
- Den Inhalt eines ManVerII-Pulverkissens hinzufügen und gut durchmischen.
- Mit der EDTA-Lösung [0,01 mol/L] bis zum Farbumschlag von rosa nach blau titrieren. Am Endpunkt langsam titrieren, damit genügend Zeit zum Ablauf der Reaktion gegeben ist und sich der Farbumschlag ausbilden kann. Dies gilt besonders für kaltes Wasser.

Nach DIN erfolgt die Angabe als Stoffmengenkonzentration in mmol/L.

$$\text{Härte [mmol/l]} = \frac{x [\text{ml}] * c (\text{EDTA}) [\text{mmol/L}]}{V [\text{ml}]}$$

mit:

c (EDTA)	=	10 mmol/L
V	=	10 ml
x	=	Volumen der verbrauchten EDTA-Lösung [ml]

FILTRATION

Versuch 1: Sandanalyse

Für Filtersande und -kiese, die zur Trinkwasseraufbereitung verwendet werden, gelten gemäß DIN EN 12904 (früher DIN 19623) einige besondere Anforderungen:

- Sie sollen der Kugelform möglichst nahe kommen. Zulässige Anteile an Unter- und Überkorn für Einschnittfilter nach DIN EN 12904 (10% des Massenanteils)
- Ungleichkörnigkeitsgrad U für Filtersande $< 1,5$
- Schüttdichte ρ_S : 1400 bis 1700 kg/m^3 (früher Korndichte ρ_K : 2500 bis 2800 kg/m^3)
- Massengehalt an Silicium(IV)-oxid: mindestens 96% SiO_2
- Säurelöslichkeit max. 2%

Im Praktikum sollen der Ungleichkörnigkeitsgrad und die Schütt- und Korndichte bestimmt werden. Als Prüfsand wird ein Quarzsand aus einem Schnellfilter des Wasserwerks Tegel verwendet. Der gleiche Sand wird bei den Versuchen 2 und 3 eingesetzt.

1.1 Ungleichkörnigkeitsgrad

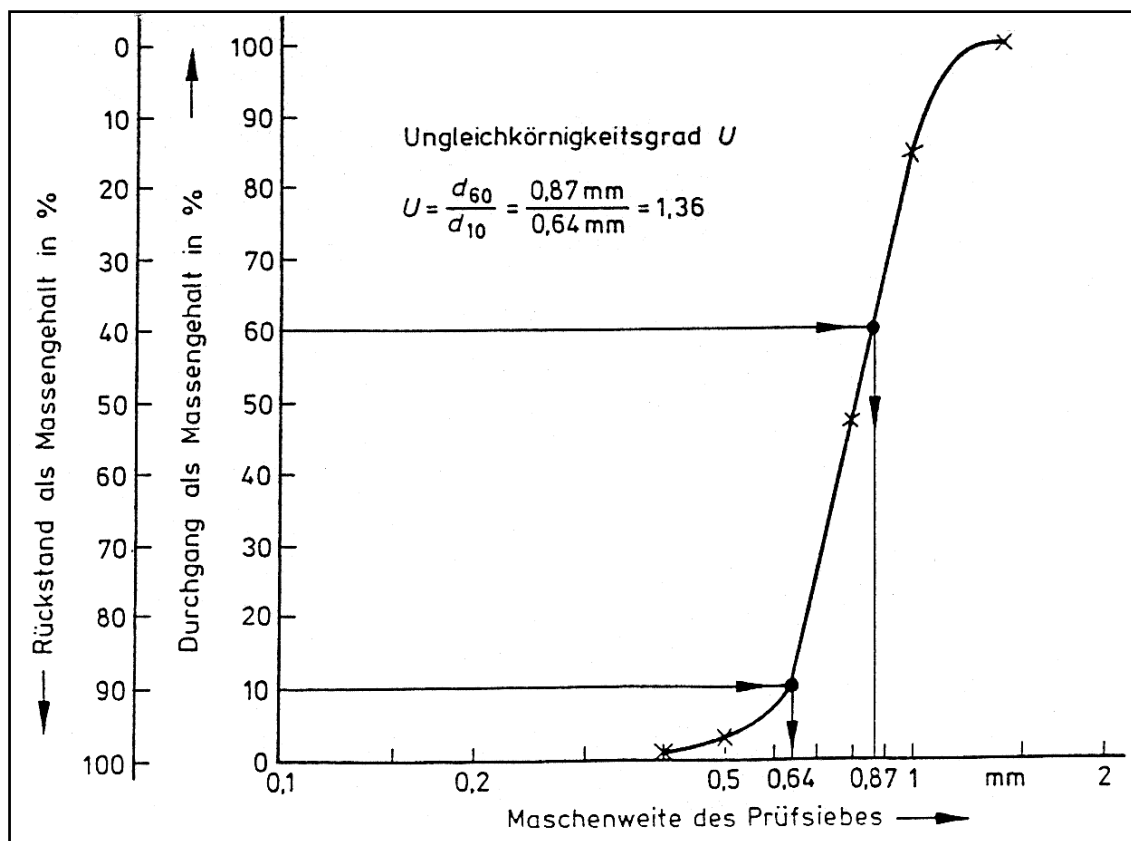


Abbildung 2 Beispiel für die Bestimmung des Ungleichkörnigkeitsgrades aus der Kornverteilungskurve

Der Ungleichkörnigkeitsgrad kann aus der Kornverteilungskurve bestimmt werden, in der die Ergebnisse der Prüfsiebung grafisch dargestellt sind. Dazu werden in einem Koordinatensystem auf der Abszisse die Maschenweiten in mm **logarithmisch** und auf der Ordinate die Summe der Rückstände bis zur Maschenweite des jeweiligen Prüfsiebes als Massengehalt in % **linear** aufgetragen (siehe Abb. 2).

Zur Bestimmung des Ungleichkörnigkeitsgrades werden aus dem Koordinatensystem die bei einem Durchgang von 10 % und bei einem Durchgang von 60% entsprechenden Maschenweiten entnommen. Den Quotienten aus den Maschenweiten, die einem Siebdurchgang von 60 % und 10 % entsprechen, bezeichnet man als Ungleichkörnigkeitsgrad U.

Durchführung:

Die gesamte Masse der Probe wird kegelförmig aufgeschüttet und symmetrisch gevierteilt. Zwei gegenüberliegende Viertel werden verworfen, die übrigen wieder zu einem Kegel aufgeschüttet und gemischt. Dieses Teilen wird so oft wiederholt, bis ein Restkegel von mind. 500 g entstanden ist.

Vor der Prüfsiebung ist das Siebgut bei 105 °C zu trocknen (entfällt im Praktikum wegen des hierfür erforderlichen Zeitaufwandes). Die Siebe werden in Abhängigkeit der zu prüfenden Korngruppe aus einem in der DIN vorgegebenen Gesamtsiebsatz ausgewählt. Im Praktikum werden Siebe mit den Maschenweiten 1,4; 1,25; 1,0; 0,8; 0,71 und 0,63 mm verwendet. Bei der Handsiebung kann der entsprechende Teilsiebsatz in der Regel nicht auf einmal gehalten werden. Daher ist die Siebung vorzugsweise auf jedem Sieb einzeln durchzuführen. Die Masse an Siebgut – im Praktikum 500 g – wird zunächst auf das Prüfsieb mit der größten Maschenweite gegeben. Das Prüfsieb wird mit Deckel und Auffangschale versehen. Das durch das Sieb mit der jeweils größeren Maschenweite gegangene Siebgut wird auf das Prüfsieb mit der nächstkleineren Maschenweite gegeben usw.

Korngruppen mit einer oberen Prüfkorngröße bis 5,6 mm werden in folgender Weise gesiebt: Das Prüfsieb wird zusammen mit Deckel und Auffangschale mit einer Hand unten gefasst und unter einer Neigung von 10 bis 20 Grad 120mal gegen die andere Hand geschlagen. Nach jeweils 30 Schlägen ist das Prüfsieb in die waagerechte Lage zu bringen und um 90° zu drehen (also insgesamt 4x). Bei den feineren Prüfsieben ist nach jeder dritten und fünften Wiederholung dieser Prozedur und alle fünf weiteren Wiederholungen die untere Fläche des Siebes mit einer weichen Stielbürste vorsichtig abzubürsten. Der dabei anfallende Staub ist dem Siebdurchgang zuzufügen. Die Siebung gilt als beendet, wenn je Minute Siebdauer weniger als 1 % (nach DIN 0,1 %) der aufgegebenen Masse an Siebgut durch das Prüfsieb fallen.

Berechnung:

$$G_x = 100 * \frac{b}{a}$$

mit:

G_x **Siebrückstand** in % auf dem jeweiligen Prüfsieb mit der Maschenweite x

x Maschenweite in mm

a Ausgangsmasse des Siebgutes

b Masse des **Siebrückstandes** auf dem jeweiligen Prüfsieb mit der Maschenweite x

Die Summe der auf den Prüfsieben und in der Auffangschale zurückbleibenden Massen an Siebgut (a) darf von der ursprünglichen Einwaage um nicht mehr als 1 % abweichen. Der Verlust ist getrennt anzugeben. Für die weitere Berechnung ist es sinnvoll, auch den Siebdurchgang und den aufsummierten Siebdurchgang zu berechnen.

1.2 Wirksame Korngröße

Aus den gewonnenen Daten soll die wirksame Korngröße (d_w) rechnerisch und grafisch ermittelt werden. Unter der wirksamen Korngröße versteht man diejenige Korngröße, die – als Einkomponentenschüttung unter gleichen Bedingungen eingesetzt – dem Korngrößengemisch hinsichtlich der hydraulischen Eigenschaften (z.B. Filterwiderstand) gleichwertig ist. Setzt man als Bedingung, dass die Schüttung aus Partikeln der Größe d_w die gleiche spezifische Gesamtkornoberfläche aufweist wie die ursprüngliche Mehrkomponentenschüttung, gilt folgende Beziehung:

$$\frac{100}{d_w} = \sum \left(\frac{p_i}{d_i} \right)$$

mit:

- | | |
|-------|--|
| d_i | jeweiligen Korngröße (entspricht der Maschenweite des Siebes, durch welches die Teilchen durchgehen , also dem Siebdurchgang) |
| p_i | zugehöriger Gewichtsanteil ($\sum p_i = 100$) |
| d_w | wirksame Korngröße |

Die grafische Ermittlung der wirksamen Korngröße erfolgt anhand der Sieblinie. Dabei wird folgendermaßen vorgegangen (siehe auch Abbildung 3):

- Die Sieblinie wird in einem Diagramm mit **unverzerrter** Skaleneinteilung aufgetragen.
- Die zu einzelnen Abszissenwerten d gehörenden Sieblinienpunkte werden seitwärts zu den Reziprokwerten $1/d$ übertragen, für die eine zweite (gegenläufige) Abszissenachse eingeführt wird.
- Der neue Kurvenzug wird durch eine senkrechte Linie in der Weise geteilt, dass zu beiden Seiten flächengleiche Abschnitte entstehen. An dieser senkrechten Linie oder durch Rückübertragung auf die Sieblinie kann $1/d_w$ bzw. direkt d_w abgelesen werden.

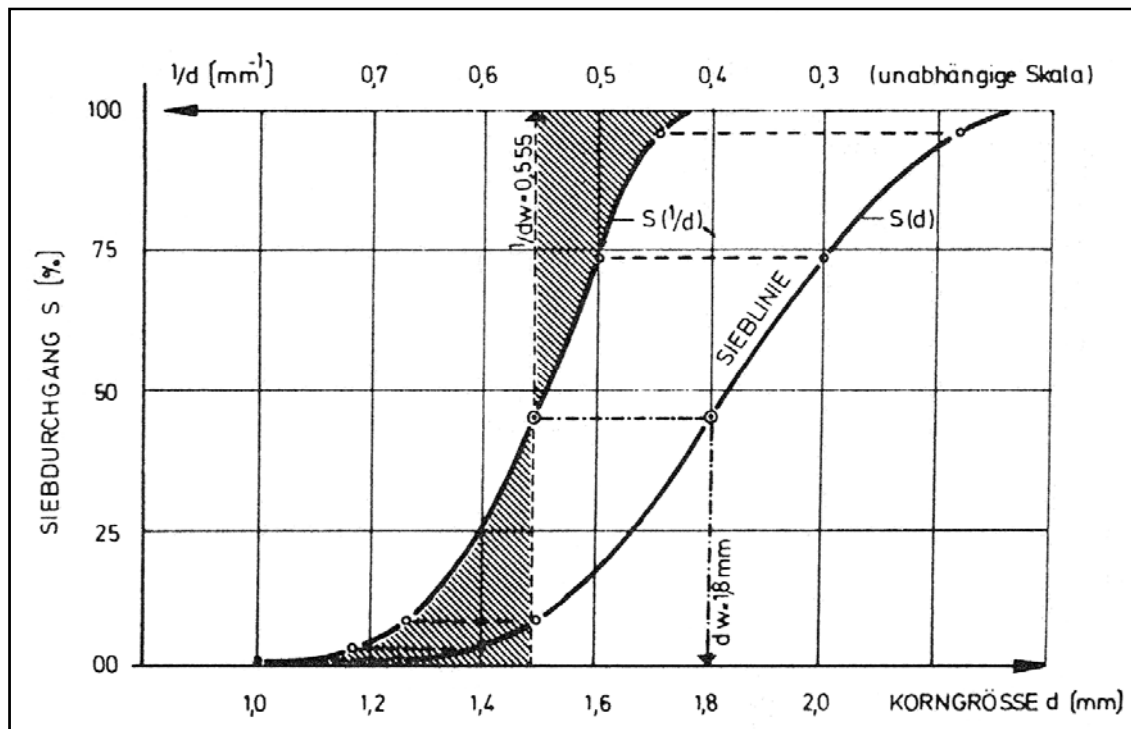


Abbildung 3: Beispiel zur grafischen Bestimmung der wirksamen Korngröße aus der Sieblinie

1.3. Korndichte ρ_K , Schüttdichte ρ_S und Lückengrad ε

Die Bestimmung der Dichten und des Lückengrades erfolgt mit Messzylinder, Waage und Leitungswasser. Mehrere Vorgehensweisen sind möglich. Bitte stellt schon vor Beginn des Praktikums einen Arbeitsplan zur Bestimmung dieser Größen auf!

$$\text{Lückengrad } \varepsilon = (V_S - V_K)/V_S$$

mit:

V_S Gesamtvolumen der Schüttung

V_K Kornvolumen

Die im Praktikum bestimmten Werte U , d_w (grafisch und berechnet), ε , ρ_K und ρ_S sind in bezug auf die in der DIN genannten Anforderungen einzuordnen und zu diskutieren. Die ermittelten Werte für Lückengrad und Ungleichkörnigkeitsgrad sind ferner mit Abb. 4 zu vergleichen. Fehlerdiskussion nicht vergessen!

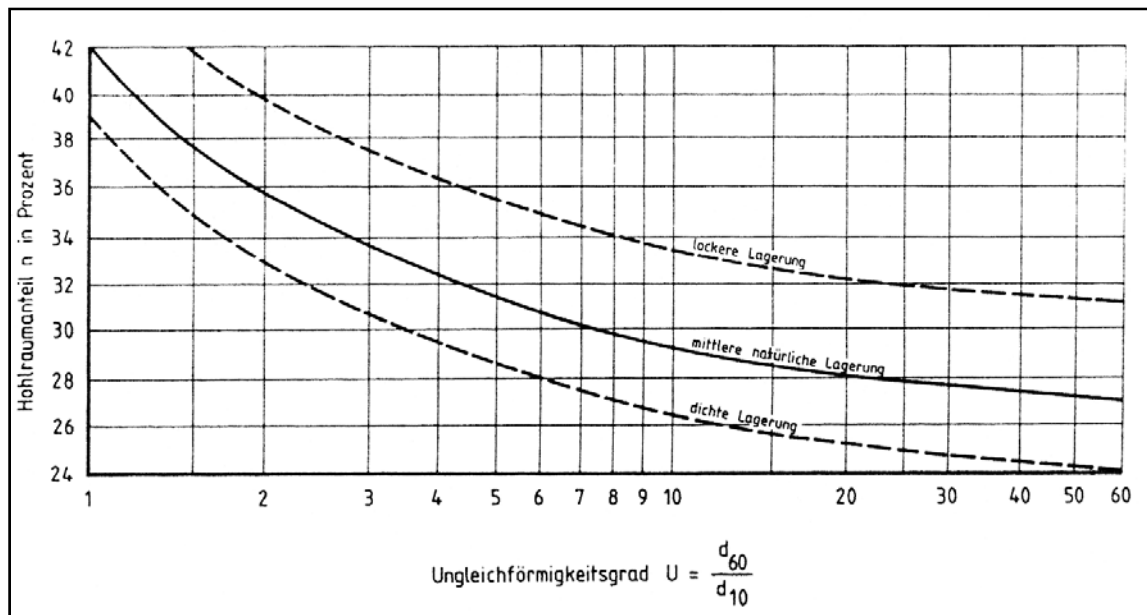


Abbildung 4 Zusammenhang zwischen Lückengrad und Ungleichkörnigkeitsgrad bei unterschiedlichen Lagerungen

Versuch 2: Filtration

Bei diesem Versuch wird ein Testfilter verwendet, der mit dem in Versuch 1 verwendeten Filtersand gefüllt ist. Er wird als Schnellfilter mit einer Filtergeschwindigkeit w_f von 10 m/h (50 L/h entsprechend 14 Skt. am Rotameter) betrieben und kontinuierlich mit einer Suspension aus Kaolin und Eisenchlorid beschickt. Die suspendierten Teilchen werden im Sandbett abgeschieden. Als Folge steigt der Druckverlust.

Im Abstand von je 12,5 cm enthält der Filter 9 Anschlüsse, an denen Schläuche bzw. Plexiglasrohre angebracht sind (Druckmessharfe). Über den Wasserstand in den Plexiglasrohren kann der Druckverlust im Sandfilter ermittelt werden.

An 8 weiteren Anschlüssen können die Proben für die Trübungsmessungen entnommen werden. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 5 grafisch dargestellt.

Der Versuch läuft über die gesamte Dauer des jeweiligen Praktikumtermins. Die Kleingruppen messen die Untersuchungsparameter demzufolge bei unterschiedlichem Beladungszustand des Filters. Für die Auswertung des Versuchs sind die Ergebnisse der Kleingruppen untereinander auszutauschen.

Die erste Druckmessung erfolgt vor der Beladung, die nächsten Druckmessungen erfolgen jeweils unmittelbar vor der Probenahme für die Trübungsmessungen. Vor der Ablesung ist der Volumenstrom exakt auf den Sollwert einzustellen.

Die erste Probenahme für die Trübungsmessung wird 15 min nach Beginn der Suspensionsdosierung durchgeführt. Von oben nach unten werden dem Filter je 50 ml Probeflüssigkeit entnommen. Die Messungen werden in halbstündigen Abständen wiederholt.

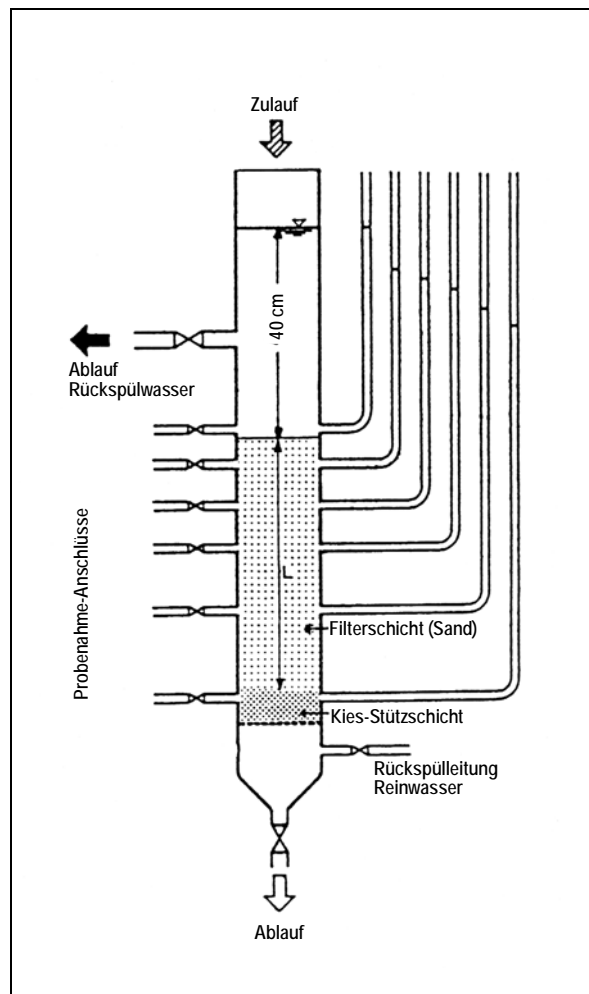


Abbildung 5 Versuchsaufbau zu Versuch 2

2.1 Filterwirksamkeit

Die Filterwirksamkeit wird durch die Messung der Trübung des Wassers bestimmt. An den 8 Entnahmestellen der Filtersäule werden die Proben entnommen (vorher Totwasser verwerfen) und im Trübungs-Photometer gemessen. In einem Diagramm soll die Änderung der Trübstoffkonzentration über die Schichthöhe bei verschiedenen Filterlaufzeiten aufgetragen und diskutiert werden.

2.2 Druckverlust

Der Druckverlust wird an den Schläuchen mit einem cm-Maß abgelesen und aus den Ergebnissen ein Micheau-Diagramm (vgl. Abbildung 6) gezeichnet, das im Protokoll diskutiert werden soll.

Der Gesamtdruckverlust kann für ein **unbeladenes** Filterbett nach Ergun berechnet werden (vgl. WRH II-Ü und PR-Skript S. 16):

$$\Delta p = \frac{150 \cdot (1 - \varepsilon)^2 \cdot v \cdot \rho_F \cdot w_f \cdot h}{d_w^2 \cdot \varepsilon^3} + 1,75 \cdot \frac{1 - \varepsilon}{\varepsilon^3} \cdot \rho_F \cdot w_f^2 \cdot \frac{h}{d_w}$$

Mit den aus Versuch 1 ermittelten Werten (ε , d_w) kann nun Δp für die gesamte Schüttung (h ist die Höhe des Filterbetts) ausgerechnet und mit dem Messwert (0 min) verglichen und diskutiert werden.

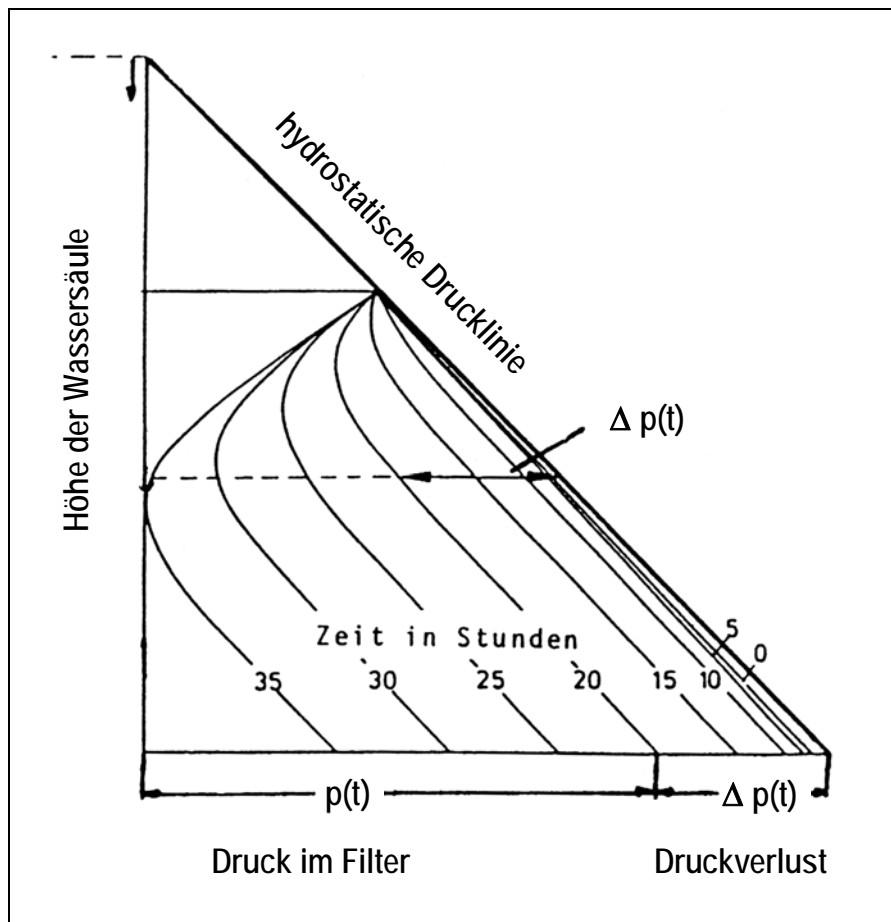


Abbildung 6 Micheau-Diagramm

2.3. Anfangsfilterparameter

Aus den Trübungsmesswerten im "unbeladenen" Zustand (1. Messreihe nach 15 min) soll der Anfangsfilterparameter (λ_0) zeichnerisch ermittelt werden. Hierzu kann mit folgender Beziehung gearbeitet werden: (siehe WR-II-Übung und -Vorlesung)

$$c = c_0 \cdot e^{-\lambda_0 \cdot z}$$

Die Auftragung $\ln c/c_0$ über der Höhe z ergibt (im Idealfall) eine Gerade. Die lineare Regression ist rechnerisch durchzuführen und der Korrelationskoeffizient R^2 anzugeben. Die Messwerte sind zu diskutieren.

Tabelle 1 Druckverlust [cm WS]

Höhe / Zeit	0min	15min	45min	1h 15min	1h 45min	2h 15min	2h 45min
0,0 cm							
12,5 cm							
25,0 cm							
37,5 cm							
50,0 cm							
62,5 cm							
75,0 cm							
87,5 cm							
100,0 cm							

Tabelle 2 Trübung [NTU]

Höhe / Zeit	15min	45min	1h 15min	1h 45min	2h 15min	2h 45min
0,0 cm						
12,5 cm						
25,0 cm						
37,5 cm						
50,0 cm						
62,5 cm						
75,0 cm						
87,5 cm						

Die Diskussion soll auch Vorschläge enthalten, wie die Filtration verbessert werden kann. Ist das Verfahren grundsätzlich geeignet um die vorliegenden Trübstoffe zu entfernen? Gibt es weitere Alternativen?

Versuch 3: Rückspülung

Die Rückspülung dient der Wiederherstellung der Filterwirksamkeit. Abbildung 7 zeigt den Versuchsaufbau für den Rückspülversuch.

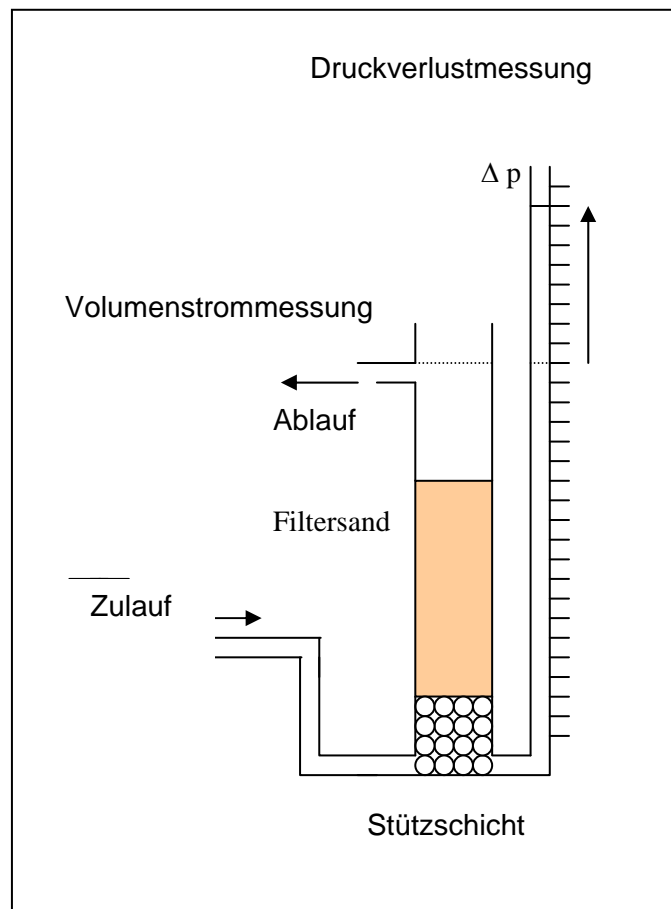


Abbildung 7 Versuchsaufbau für Versuch 3

Es soll die Abhängigkeit des Druckverlustes im Filterbett von der Rückspülgeschwindigkeit experimentell ermittelt werden. Hierzu sind steigende Volumenströme einzustellen und der Druckverlust sowie die Ausdehnung des Filterbetts zu messen. Die exakte Bestimmung des Volumenstroms und des Druckverlustes erfolgen mit Messzylinder und Stoppuhr bzw. Zentimetermaß.

Aus den gemessenen Volumenströmen können die zugehörigen mittleren Geschwindigkeiten (Leerrohrgeschwindigkeiten) berechnet werden. Der Säulendurchmesser beträgt 4 cm. Die erhaltenen Werte werden in einem Diagramm aufgetragen (siehe auch VL-Skript WRH II), aus dem die Lockerungsgeschwindigkeit w_r graphisch bestimmt werden soll. Die Bestimmung wird umso genauer sein, je mehr Werte um den Lockerungspunkt herum aufgenommen wurden.

FLOCKUNG

Landwehrkanalwasser soll zusammen mit Regenwasser als Betriebswasser in einem Dienstleistungsgebäude eingesetzt werden. Dafür ist beim Landwehrkanalwasser eine Entfernung der Trübstoffe (unter 2 NTU) und Phosphate (unter 40 µg/L) erforderlich, was durch eine kleine Flockungsanlage gewährleistet werden soll.

In diesem Praktikumsteil sollen Vorversuche angestellt werden, ob durch Flockungsverfahren eine hinreichende Ablaufqualität zu erreichen ist und welche Empfehlungen für die verfahrenstechnische Realisierung auszusprechen sind.

Die Flockungseigenschaften werden in Becherglasversuchen ermittelt. Als Flockungsmittel (FM) wird in den Versuchen 2 bis 4 Eisenchlorid ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) und in Versuch 5 Aluminiumchlorid ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) eingesetzt. Die Eisenchlorid-Stammlösung hat bei allen Versuchen eine Konzentration von 0,1 mol/L. In Versuch 5 werden unterschiedlich konzentrierte AlCl_3 -Standardlösungen eingesetzt. Als Flockungshilfsmittel (FHM) wird eine Polyacrylamid-Lösung verwendet, deren Konzentration 0,1 g/L beträgt.

Um bei den folgenden Versuchen Aussagen über die Reinigungswirkung zu erhalten, werden die Parameter pH-Wert, ortho-Phosphat, Trübung und Färbung nach den Analysenvorschriften des Praktikumsprotokoll untersucht. Für die Bestimmung des o-Phosphats und der Färbung werden die Proben über Faltenfilter filtriert. Die Probenahme für die Trübungsmessung erfolgt direkt, allerdings sollten die Flocken im Becherglas vorher 5 min sedimentieren.

Versuch 1: Probenahme und Untersuchung des Rohwassers

Im Versuch 1 wird die Qualität des Rohwassers bezüglich der erwähnten Parameter untersucht. Dafür wird Oberflächenwasser aus dem Landwehrkanal bereit gestellt.

Untersuchungsparameter	Ergebnis
pH-Wert	
o-Phosphat [mmol/L] [mg/L]	
Trübung [NTU]	
Färbung [1/m]	

Versuch 2: Wirkungsweise des Flockungsmittels

4 Bechergläser werden jeweils mit 0,5 Liter Landwehrkanalwasser gefüllt und auf Magnetrührer gestellt. Bei hoher Rührerleistung erfolgt die Zugabe der Eisenchloridlösung (siehe Tabelle zu diesem Versuch). Eine halbe Minute (mindestens) später erfolgt die Zugabe einer konstanten Menge des FHM's (siehe Tabelle zu diesem Versuch). Anschließend wird bei schwacher Rührerleistung 10 Minuten weitergerührt. Nach dem Abschalten der Rührer wird die Flockengröße abgeschätzt. Nach einer fünfminütigen Sedimentationszeit entnimmt man eine Probe für die Trübungsmessung und filtriert einen Teil des Inhalts der Bechergläser anschließend durch einen Faltenfilter. Mit dem Filtrat werden pH-Wert, o-Phosphat und Färbung gemessen.

Flockungschemikalien und Untersuchungsparameter	Ansatz A	Ansatz B	Ansatz C	Ansatz D
FM [mmol/L]	0,1	0,3	0,6	2,5
FM [ml]				
FHM [mg/L]	1,0	1,0	1,0	1,0
FHM [ml]				
Flockengröße [mm]				
pH-Wert				
o-Phosphat [mg/L]				
Färbung [1/m]				
Trübung [NTU]				

- Wie sind die einzelnen Varianten einzuschätzen?
- Welche Dosierungsvariante verspricht die optimale Flockung? Was ist dennoch zu beachten?

Versuch 3: Wirkungsweise des Flockungshilfsmittels

5 Bechergläser werden mit jeweils 0,5 L Landwehrkanalwasser gefüllt und auf Magnetrührer gestellt. Bei hoher Rührerleistung erfolgt die Zugabe der nun konstanten Eisenchloridlösung (siehe Tabelle zu diesem Versuch). Eine halbe Minute (mindestens) später erfolgt die Zugabe des FHM's (siehe Tabelle zu diesem Versuch). Anschließend wird bei schwacher Rührerleistung 10 Minuten weitergerührt. Nach dem Abschalten der Rührer wird die Flockengröße abgeschätzt. Nach einer fünfminütigen Sedimentationszeit entnimmt man eine Probe für die Trübungsmessung und filtriert einen Teil des Inhalts der Bechergläser anschließend durch einen Faltenfilter. Mit dem Filtrat werden pH-Wert, o-Phosphat (nur beim Ansatz E) und Färbung (nur bei den Ansätzen A und E) gemessen.

Flockungschemikalien und Untersuchungsparameter	Ansatz A	Ansatz B	Ansatz C	Ansatz D	Ansatz E
FM [mmol/L]	0,2	0,2	0,2	0,2	_____
FM [ml]					_____
FHM [mg/L]	_____	0,2	1,0	5,0	1,0
FHM [ml]	_____				
Flockengröße [mm]					
pH-Wert					
o-Phosphat [mmol/L]					
[mg/L]		_____	_____	_____	
Färbung [1/m]		_____	_____	_____	
Trübung [NTU]					

Wie sind die einzelnen Varianten einzuschätzen?

Versuch 4: Einflüsse auf den Flockungsprozeß

Für diesen Versuch wird das Landwehrkanalwasser unverdünnt und 1:10 sowie 1:5 mit vollentsalztem Wasser (v.e.-Wasser) verdünnt verwendet. Je 0,5 L dieser drei Verdünnungen werden dann jeweils in ein Becherglas gefüllt, die auf Magnetrührer gestellt werden. Bei starker Rührerleistung erfolgt dann (wie bei den Versuchen 2 und 3) die Zugabe der Flockungschemikalien:

FeCl ₃ *6H ₂ O	0,4 mmol/L
Polyacrylamid	1,0 mg/L

Nach der Chemikalienzugabe wird die Rührerleistung gedrosselt. **Vor** Durchführung des Versuches sollten die folgenden Fragen und die nachfolgende Tabelle beachtet werden.

- Was sollte vor und nach der Dosierung gemessen werden?
- Welche Gegenmaßnahme kann jetzt getroffen werden?
- Wie ist die Qualität der Flockung nun einzuschätzen? Kann sie evt. verbessert werden?
- Welche Empfehlungen sind hinsichtlich der Verwendung von Regenwasser für das Dienstleistungsgebäude auszusprechen?

Parameter	Verdünnung 1:10	Verdünnung 1:5	unverdünnt
FM [mmol/L]	0,4	0,4	0,4
FM [ml]			
FHM [mg/L]	1,0	1,0	1,0
FHM [ml]			
Parameter (vor der Flockung)			
Parameter (nach der Flockung)			
Bemerkung			
Bemerkung (nach Gegenmaßnahmen)			

Versuch 5: Flockungstestanlage

Mit Hilfe dieser Anlage können für unterschiedliche Testwässer die jeweils optimalen Flockungs- und Flockungshilfsmittelmengen relativ praxisnah ermittelt werden. Die Anlage arbeitet nach dem Prinzip der Rohrflockung, d. h. die Bildung der Makroflocken erfolgt nicht in einem Becken, sondern innerhalb eines Rohres. Im Fall der Testanlage handelt es sich dabei um einen langen Schlauch.

Als Testwasser dient Leitungswasser, dem Huminstoffe zugegeben werden, so dass sich eine Konzentration von ca. 50 mg/L einstellt. Der Leitungswasservolumenstrom soll 20 L/h betragen. Durch die Zugabe von 6 verschiedenen Konzentrationen $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (siehe Tabelle zu diesem Versuch) und die Zudosierung einer gleichbleibenden FHM-Menge von 75 mg/h soll das Testwasser entfärbt und von kolloidalen Stoffen gereinigt werden. Die Dosierung der Chemikalien Na-Huminat und FM bzw. FHM erfolgt über eine Schlauchpumpe, die 425 bzw. 750 ml/h fördert. Die Dosierstellen und die Probeentnahmestelle sind in der Versuchsskizze gekennzeichnet. Der Flockungserfolg soll durch die Messung der Färbung und der Trübung überprüft werden. Bei der Probenahme ist zu beachten, dass die Laufzeit der Chemikalien von den Dosierstellen bis zur Probenahme einige Minuten beträgt. Das Totwasser im Auslauf ist zu verwerfen. Vor der Trübungsmessung sollen die Makroflocken in einem Becherglas 5 Minuten sedimentieren. Jede Kleingruppe führt den Versuch mit 2 FM-Konzentrationen durch. Die Ergebnisse der Gruppen sind auszutauschen.

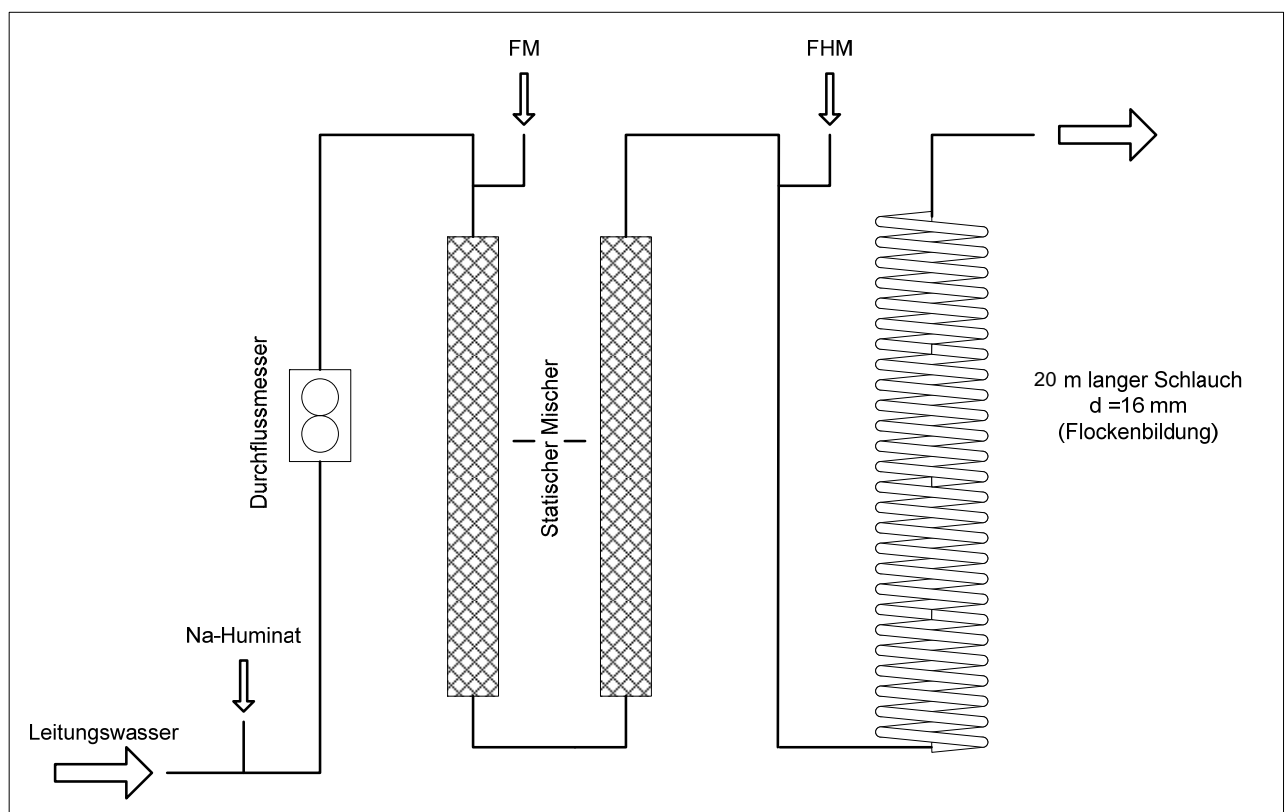


Abbildung 8: Flockungstestanlage

FM-Konzentrationen im Standard [mg/L]	FM-Konzentrationen im Schlauch		Färbung [1/m]	Trübung [NTU]	pH nach FM- Zugabe	Bemerkungen
	[mg/L]	[mmol/L]				
Rohwasser	Rohwasser					
50						
100						
200						
300						
500						
800						
1200						

An welcher Stelle wird die Probe für das Rohwasser genommen?

Wie rechnet man die FM-Konzentrationen im Schlauch aus? Wie erfolgt die Umrechnung von mg/L in mmol/L?

Wie lange sollte nach der Dosierung des nächsten Standards bis zur nächsten Probenahme gewartet werden?

Wäre eine Rohrflockungsanlage eine denkbare Alternative für die geplante Flockungsanlage?

Welche Abtrennverfahren würdet Ihr empfehlen?

ADSORPTION/BELÜFTUNG/FLOTATION

1. Versuch: Adsorptionsisothermen

Isothermen von *Methylorange* (MO) an Aktivkohle (AK) sollen als Einzelstoffisothermen (a) und in Konkurrenz zu Dodecylbenzolsulfonsäure (DBS) (b) aufgenommen werden.

1.1 Einstoffisotherme

Aufgenommen werden soll eine Adsorptionsisotherme von MO an AK in wässriger Lösung. Hierzu wird bei konstantem Lösungsvolumen und konstanter Ausgangskonzentration c_0 die AK-Menge variiert.

Es steht eine Stammlösung von MO von 1 g/L zur Verfügung. Hieraus wird zunächst durch Verdünnung 1 L einer Lösung von 320 mg/L hergestellt. Die Ausgangskonzentration soll in allen Ansätzen 16 mg/L betragen. Hierfür werden _____ mL MO-Stammlösung (320 mg/L) in 200 mL Messkolben pipettiert. Die Messkolben werden etwa bis zur Hälfte mit vollentsalztem (v.e.) Wasser aufgefüllt. Anschließend wird die AK zugegeben und die Messkolben werden *möglichst schnell* (warum?) mit v.e.-Wasser auf 200 mL aufgefüllt.

Folgende AK-Mengen werden verwendet (siehe Tabelle 9):

Tabelle 4: AK-Dosierung

AK-Menge [mg]	entspricht mL einer 1g/L AK-Suspension	entspricht AK-Konzentration [mg/L]
10	10	
20	20	
30	30	
40	40	
50	50	

Die AK wird zur einfacheren und genaueren Dosierung als Suspension mittels Vollpipetten zugegeben (statt Direkteinwaage). Die Suspension (1 g/L) wird mit dem Ultraturax homogenisiert und anschließend mittels Magnetrührer kontinuierlich durchmischt, um eine möglichst homogene Entnahme zu ermöglichen.

Nach Auffüllen werden die Messkolben geschüttelt und die Suspension in Glasflaschen überführt und ca. 1 h (Zeit notieren!) auf einem Schüttler durchmischt. (Wichtig: Schüttelfrequenz muss so hoch sein, dass sich die AK nicht absetzt!). Es wird angenommen, dass sich nach ca. 1 h das Gleichgewicht eingestellt hat. Dies wird durch einen parallel durchgeführten Langzeitversuch überprüft (siehe 1.3).

Nach ca. 1 h erfolgt die **Messung der Restkonzentration**. Hierzu wird die AK mittels Spritzen mit Filtervorsätzen über 0,45 μm abfiltriert (je ca. 10 mL). Die Absorption der Lösung wird im Photometer bei 450 nm bestimmt und mittels der Kalibriergerade (bzw. Faktor) (siehe 1.4) die Konzentration berechnet.

Tabelle 5: Messwerte Adsorption an AK

Menge AK [mg]	10	20	30	40	50
SAK bei 450nm [1/cm]					
c MO [mg/L]					

1.2 Konkurrierende Adsorption

Zur Abschätzung des Einflusses der Konkurrenz auf die Kapazität der AK für MO werden 4 Messpunkte mit einem Gemisch aus MO und DBS bestimmt. Hierzu wird eine DBS Konzentration von 20 mg/L eingestellt (Stammlösung: 0,2 g/L). Es werden _____ mL pro 200 mL Messkolben benötigt. Es werden 10, 20, 40 und 80 mg AK dosiert. Die Vorgehensweise erfolgt wie unter Punkt 1.1) beschrieben.

Tabelle 6: Messwerte Konkurrierende Adsorption an AK

Menge AK [mg]	10	20	40	80
SAK bei 450nm [1/cm]				
c MO [mg/L]				

1.3 Langzeit

Vor der Aufnahme von Isothermen muss man zunächst überprüfen, nach welchem Zeitraum sich ein Gleichgewicht einstellt. Im Praktikum erfolgt dies parallel während der Versuchswoche. Aus einem 20 mg und einem 15 mg AK Ansatz der Einstoffisotherme werden nach verschiedenen Zeiten Proben entnommen und die MO-Konzentration bestimmt. Zeiten (circa): 15 min., 30 min., 1 h, 2 h, 24 h, 48 h, 72 h, 96 h. (Ggf. über Nacht rühren (Magnetrührer) statt Schütteln). Es ist darauf zu achten, dass die Startzeit sowie die Zeiten der Probenahme aufgeschrieben werden!

Tabelle 7: Messwerte Langzeitversuch

Zeit	15 min	30 min	1 h	2 h	24 h	48 h	72 h	96 h
SAK bei 450nm [1/cm]								
c MO [mg/L]								

1.4 Kalibriergerade

Ausgehend von der Stammlösung mit 1 g/L werden 200 mL einer Standardlösung mit einer Konzentration von 20 mg/L angesetzt. Folgende Kalibrierlösungen sollen bestimmt werden:

Tabelle 8: Messwerte Kalibrierung

c [mg/L]	0,1	0,5	1	5	10	15
Standardlösung [mL]						
SAK bei 450 nm [1/cm]						

Die Absorption (A) wird bei 450 nm im Photometer gemessen und die Kalibriergerade gezeichnet bzw. durch lineare Regression (z.B. mit EXCEL) bestimmt. Aus der Kalibriergerade kann ein Faktor ermittelt werden, mit dem A direkt in c umgerechnet werden kann.

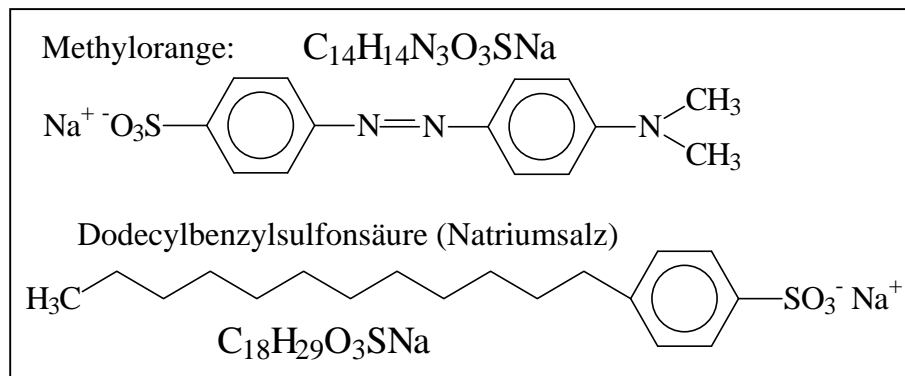


Abbildung 9: Struktur von DBS und MO

1.5 Auswertung:

1. Es sind die Beladungen zu berechnen und die Daten als Isothermen aufzuzeichnen (q [mg/g oder g/g] über c [mg/L]). Beschreibung der Isothermen.
2. Daten der eigenen Einstoffisotherme nach Langmuir und Freundlich (linearisiert) auftragen und Linearität (=Modellgültigkeit) überprüfen. Langmuir- und Freundlich-Parameter bestimmen. Berechnete Langmuir- und Freundlich-Isotherme mit experimentell ermittelten Daten vergleichen (Darstellung in einem Diagramm). Gültigkeit des Langmuir bzw. Freundlich-Modells diskutieren. Unterschiede der Modelle? Welches Modell ist besser geeignet? Warum?
3. Einstoff- und Konkurrenzisotherme vergleichen. Wie wirkt sich die Konkurrenz aus? Welcher Stoff sorbiert besser? Woran sieht man das bzw. wie kann das abgeschätzt werden? Was hätte man erwartet? Warum? Woran könnte die unterschiedliche Sorption liegen? Ggf. auch molare Konzentrationen der beiden Stoffe berechnen.
4. Beladungen der anderen beiden Gruppen berechnen. Daten der 3 Gruppen (Einstoffisothermen) vergleichen. Wurden die Versuche exakt gleich durchgeführt? Ergeben alle 3 Versuche dieselben Ergebnisse? Können die Daten (z.B. bei exakt gleichen Versuchsbedingungen) gemeinsam ausgewertet werden? Unterschiede? Ggf. Gründe für unterschiedliche Ergebnisse? Schlussfolgerungen bezüglich der Genauigkeit der Ergebnisse?
5. Für Langzeitversuch c und/oder q über die Zeit auftragen. Wann wird das Gleichgewicht erreicht? Was bedeutet das für die Praktikumsversuche? Wodurch wird die Dauer der Gleichgewichtseinstellung beeinflusst?
6. Fehlerdiskussion: Fehlerquellen vollständig aufzählen, diskutieren und deren Relevanz einschätzen.
7. Gemessene und errechnete Werte (z.B. SAK, c , q , $1/c$, $1/q$, $\log c$, $\log q$...) sollen für eine gute Nachvollziehbarkeit im Protokoll in Tabellenform angegeben werden.

2. Versuch: Kinetik des Gasaustausches

In diesem Versuch soll der zeitliche Verlauf des Belüftungsvorganges untersucht werden. In einem mit 900 ml Leitungswasser gefüllten Becherglas wird zunächst der vorhandene Sauerstoff mit Stickstoff ausgetrieben. Anschließend wird mit Luft begast und der Sauerstoffgehalt mittels O₂-Elektrode gemessen. Der zeitliche Verlauf der O₂-Konzentration am Sauerstoffmessgerät abgelesen und in Tabelle 9 (Seite 28) eingetragen. Während der ersten Minute wird alle zehn Sekunden ein Messwert notiert, danach alle 20 Sekunden.

Der Versuch wird mit zwei verschiedenen O₂-Volumenströmen durchgeführt: ca. 50 L/h und 90 L/h. Die Begasung wird aufrecht erhalten, bis sich die Sauerstoffkonzentration nicht mehr ändert. Die Rührerdrehzahl ist konstant zu halten (ca. 500 U/min).

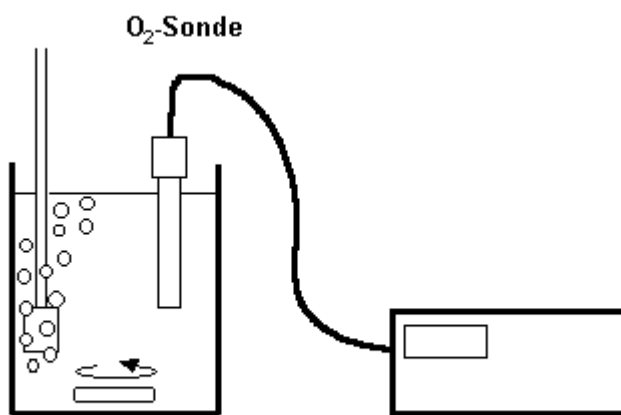


Abbildung 10: Versuchsaufbau Gasaustausch

Auswertung:

Anhand der notierten Messwerte ist es möglich, ein Diagramm für den Verlauf der O₂-Konzentration über der Zeit zu erstellen. Aus dem zeitlichen Verlauf der Konzentration kann der volumetrische Stoffübergangskoeffizient $\beta \cdot a$ bestimmt werden:

$$\frac{dc(t)}{dt} = \beta \cdot a \cdot (c^* - c(t))$$

(in der Lösung gespeicherter Sauerstoff = durch die Grenzschicht transportierter Sauerstoff)

mit:

c	Sauerstoffkonzentration	[mg/L]
c*	Sauerstoffkonzentration im Gleichgewicht	[mg/L]
β	Stoffübergangskoeffizient	[m/s]
a	spezifische Austauschfläche	[m ² /m ³]

nach Integration ergibt sich:

$$\frac{c(t) - c^*}{c_0 - c^*} = e^{-\beta \cdot a \cdot t}$$

bzw.

$$-\ln\left(\frac{c^* - c(t)}{c^* - c_0}\right) = \beta \cdot a \cdot t$$

mit c_0 als Ausgangskonzentration. Die temperaturabhängige Sättigungs- oder Gleichgewichtskonzentration c^* muss für die jeweils in der Lösung gemessene Temperatur aus einem Tabellenwerk ermittelt werden.

$\beta \cdot a$ kann als Steigung aus der logarithmischen Auftragung des Konzentrationsausdrucks

$$-\ln\left(\frac{c^* - c(t)}{c^* - c_0}\right)$$

über der Zeit ermittelt werden.

Die Darstellung der Ergebnisse soll eine Tabelle der notierten Messwerte und ein Diagramm mit den daraus ermittelten Verläufen der O_2 -Konzentrationen bei den durchgeführten Versuchen umfassen.

3. Versuch: Vergleich von Flotation und Sedimentation

Für geflocktes Landwehrkanalwasser sowie ein mit Pulverkohle behandeltes Grundwasser soll das Abscheideverfahren der Wahl ermittelt werden. Dazu steht eine Flotationsanlage zur Verfügung, die mit der Sedimentation verglichen werden soll.

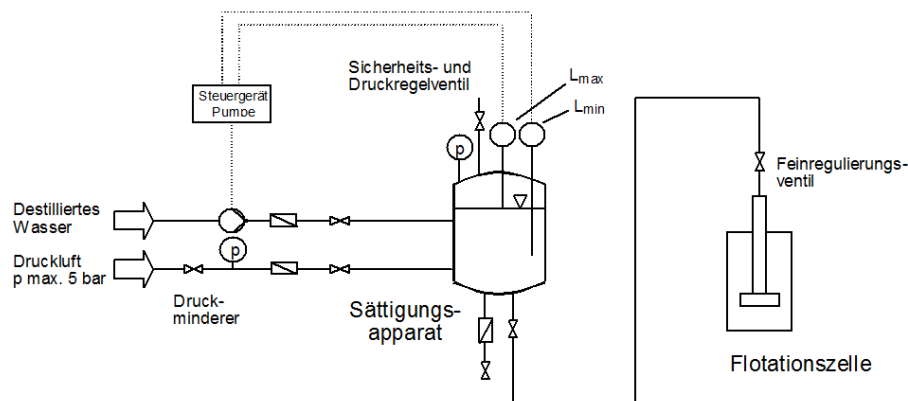


Abbildung 11: Schema der Flotationsanlage

3.1 Landwehrkanalwasser:

1. Zunächst wird die Trübung des Landwehrkanalwassers bestimmt.
2. In zwei 1-L-Bechergläser werden jeweils 1,0 L Landwehrkanalwasser gefüllt und mit Flockungsmittel versetzt (FeCl_3 , Stammlösung 0,1 mol/L), so dass sich jeweils eine Konzentration von 0,5 mmol/L einstellt. Anschließend wird ca. 2 min auf einem Magnetrührer schnell gerührt.
3. Nach Zugabe des Flockungshilfsmittels (Sedipur, Stammlösung 0,1 g/L) für eine Zielkonzentration von 1 mg/L wird ca. 5 min langsam weitergerührt.
4. Zur Abschätzung der Sedimentation mit geflocktem Landwehrkanalwasser wird nach einer Sedimentationszeit von ca. 5 min die Trübung von Ansatz A gemessen. Dazu wird in einen 50 ml-Messkolben 6 mL v.e.-Wasser vorgelegt. Mit Hilfe einer Pipette wird aus dem geflockten Landwehrkanalwasser eine Probe entnommen und der 50 mL-Messkolben damit aufgefüllt.
5. Ein Liter geflocktes Landwehrkanalwasser (Ansatz B) wird in den Flotationsreaktor gefüllt und mit 140 ml Druckwasser (v.e.-Wasser) flотиert.
6. Nach 7 Minuten wird das flотиerte Wasser über den Probenahmehahn in die Messküvette überführt und 2-3 Minuten lang zur Entgasung stehen gelassen.

Auswertung:

Warum wird bei der Trübungsmessung für die Sedimentation v.e.-Wasser vorgelegt?

Warum wird bei der Flotation die Probe in der Messküvette 2-3 Minuten lang stehen gelassen?
Warum ist dies bei der Sedimentationsprobe nicht notwendig?

Welche Fehler können bei der Durchführung der Flotation auftreten?

Vergleiche die Abscheideverfahren für geflocktes Landwehrkanalwasser mit Hilfe der Trübungswerte und Beobachtungen. Welches Verfahren scheint geeigneter zur Aufbereitung des Landwehrkanalwassers? Deckt sich dies mit den Erwartungen?

Wie müssten Änderungen im Verfahrensablauf der Flotation bei einer kontinuierlich betriebenen Anlage aussehen?

Vergleiche die beiden Verfahren Sedimentation und Flotation. Welche Vor- bzw. Nachteile haben sie?

Tabelle 10: Messwerte Versuch Flotation/Sedimentation

	Landwehrkanalwasser	Sedimentation	Flotation
NTU			
Beobachtungen			

3.2 Grundwasser:

Die Abscheidung von Pulverkohle aus einem Grundwasser (hier: Leitungswasser) durch Sedimentation oder Flotation soll qualitativ abgeschätzt werden. Dazu wird ein halber Liter eines mit feiner Pulverkohle versetzten Grundwassers (0,1 g/L) in den Flotationsreaktor überführt. In einem parallelen Ansatz wird die Abscheidung durch Sedimentation beobachtet. Die Auswertung erfolgt qualitativ durch Beobachtung.

Auswertung:

Wie könnte die Flotation von Pulverkohle in Wasser weiter verbessert werden?

IONENAUSTAUSCH

Versuch 1: Zonenwanderung von Anionen in einem starkbasischen Anionenaustauscher (OH-Form)

Aufgrund der Selektivitätsreihe für stark basische Anionenaustauscher ergeben sich beim Betrieb Zonen, in denen bestimmte Anionen bevorzugt gebunden werden. Diese Zonen wandern in der Reihenfolge der Selektivität durch die Austauschersäule. Dieses soll durch den folgenden Versuch deutlich gemacht werden.

Eine Anionenaustauschersäule, gefüllt mit 8 ml Harz, wird mit Wasser beschickt, welches je 1 mmol/L SO_4^{2-} , Cl^- und PO_4^{3-} -Ionen enthält.

Wie wird die Reihenfolge der Zonen von oben nach unten aussehen?

Die einzelnen Zonen in der Austauschersäule können nicht sichtbar gemacht werden, aber im Ablauf können die Ionenkonzentrationen photometrisch bzw. titrimetrisch bestimmt werden. Mit zunehmender Laufzeit wird als erstes Ion das PO_4^{3-} -Ion im Auslauf auftreten. Durch kontinuierliche Messung aller Anionen im Ablauf kann also die Zonenwanderung deutlich gemacht werden.

Durchführung

Der Volumenstrom wird auf 1,5 L/h eingestellt. Der pH-Wert und die Leitfähigkeit sowie die Konzentrationen von SO_4^{2-} , Cl^- und PO_4^{3-} im Ablauf sind in regelmäßigen Abständen zu ermitteln. Dazu werden alle 15 min. 100 ml Probenwasser abgezogen und ggf. verdünnt (PO_4^{3-}). Der Versuch läuft bis zum Durchbruch aller Anionen bzw. bis zum Ende des Praktikumtermins. Der Verlauf der einzelnen Konzentrationen im Ablauf ist im Protokoll graphisch darzustellen.

Tabelle 11 Messwerte zum Versuch 1

	pH-Wert	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	o-Phosphat [mmol/L]	Sulfat [mmol/L]	Chlorid [mmol/L]
Rohwasser					
min					
min					
min					
min					
min					
min					
min					
min					
min					
min					
min					
min					
min					
min					

Versuch 2: Bestimmung der totalen Kapazität eines schwachsauren Kationenaustauschers (frei nach DIN 54 403)

Die Austauschermasse befindet sich in einer Vorratssäule und ist durch HCl (10 %) in die H-Form gebracht worden. Nach Spülen mit v.e.-Wasser werden 25 ml dieser Austauschermasse luftblasenfrei (unter v.e.-Wasser) in das vorbereitete Filterrohr (siehe Bild) gefüllt und auf konstantes Volumen gerüttelt.

Durchführung

300 ml NaOH (1 mol/L) werden über den Austauscher gegeben. Die Durchlaufgeschwindigkeit soll dabei etwa 5 ml pro Minute betragen. Der Abfluss sowie die 150 ml v.e.-Wasser, mit denen anschließend gespült wird, werden in einem 500 ml Messkolben gesammelt. Der Messkolben wird mit v.e.-Wasser bis zur Marke aufgefüllt und gut durchmischt. 100 ml dieser Lösung werden in einem 300 ml Erlenmeyerkolben mit HCl (1 mol/L) gegen Methylorange titriert.

Auswertung

Die schwachsaure Kapazität K_{WS} in mol/L Austauscher lässt sich wie folgt berechnen:

$$K_{WS} = \frac{b \cdot c_1 \cdot 0,2 - a \cdot c_2}{V \cdot 0,2}$$

mit

- a Volumen der bei der Titration verbrauchten Salzsäure in ml
- b Volumen der aufgegebenen Natriumhydroxidlösung in ml
- c_1 Konzentration der Natriumhydroxidlösung in mol/L
- c_2 Konzentration der Salzsäurelösung in mol/L
- V Harzvolumen in ml
- 0,2 aliquoter Teil der zu titrierenden Lösung (1/5 des Messkolbenvolumens)

Warum wird die Kapazität auf das Volumen der H-Form angegeben?
Worin unterscheiden sich nutzbare und totale Kapazität?

- 1 - Filterrohr
- 2 - im Filterrohr
eingeschmolzene
Glasfritte, Poren-
weite 150 - 200 μm
- 3 - Schliffhülse
- 4 - Ansatzstutzen
- 5 - Gummischlauch
- 6 - Glasrohr,
allseitig offen
- 7 - Tropftrichter
- 8 - Hahn

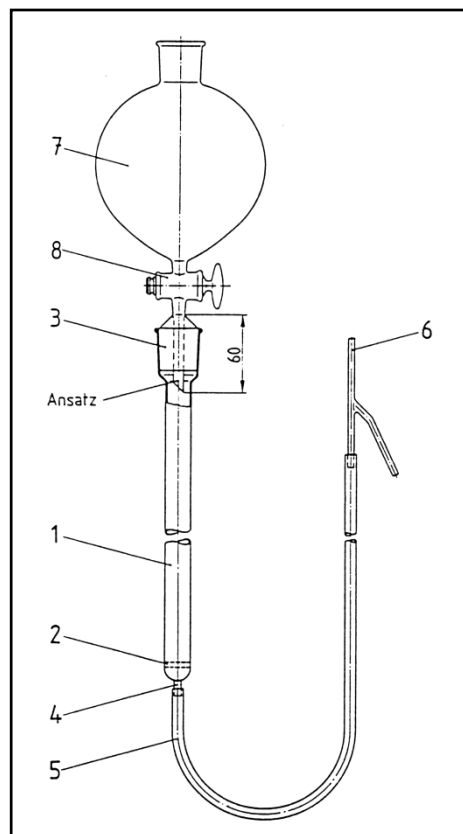


Abbildung 12 Filterrohr

Versuch 3: Ionenaustausch an der Laboranlage und pH-Wert-Verschiebung

Bei der Anlage, die unser Labor mit vollentsalztem Wasser versorgt, sollen nach dem Kationenaustauscher und nach dem Anionenaustauscher pH-Wert, Leitfähigkeit, Härte und Chloridkonzentration gemessen werden.

Tabelle 12 Messwerte Versuch 3

Probennahme	pH-Wert	Leitfähigkeit [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	Chlorid [mmol/L]	Härte [mmol/L]
Leitungswasser				
nach Kat.aust.				
nach Anion. aust.				

Versuch 4: pH-Wert Kontrolle und Enthärtung

Berliner Leitungswasser wird über einen schwach sauren Kationenaustauscher und anschließend über einen stark sauren Kationenaustauscher geleitet. Beide liegen in der H-Form vor. Beide Austauscher sind regeneriert und könnten deshalb alle Kationen entfernen.

Durchführung

Im Ablauf werden jeweils pH-Wert und Härte bestimmt. Der einzustellende Volumenstrom beträgt 2 L/h (das entspricht 8 Skt.).

Tabelle 13 Messwerte Versuch 4

Probenahme	pH-Wert	Härte [mmol/L]
Leitungswasser		
Ablauf schwach saurer KA		
Ablauf stark saurer KA		

Auswertung

Vergleiche die pH-Werte mit dem theoretisch berechneten pH-Wert beim stark sauren Kationenaustausch. Rechne in Äquivalenten. Benutze für die theoretische pH-Berechnung die folgenden Werte des Berliner Leitungswassers, sofern eure eigenen Ergebnisse nicht stark davon abweichen:

$$c(\text{Ca}^{2+}) = 3 \text{ mmol/L} \qquad c(\text{HCO}_3^-) = 4,0 \text{ mmol/L}$$

$$c(\text{Mg}^{2+}) = 0,4 \text{ mmol/L}$$

$$c(\text{Na}^+) = 2,1 \text{ mmol/L}$$

$c(\text{K}^+) = 0,2 \text{ mmol/L}$

LITERATUR

Allgemeine Literatur

DVGW-Fortbildungskurse Wasserversorgungstechnik für Ingenieure und Naturwissenschaftler, Kurs 6: Wasseraufbereitungstechnik für Ingenieure, 3. Auflage, Frankfurt/Main, 1987, DVGW-Schriftenreihe ; 206

Grombach, P., Haberer, K., Merkl, G., Trüb, E.U.: Handbuch der Wasserversorgungstechnik. 3.Auflage, Oldenbourg Industrieverlag, München, 2000

Spezielle Literatur zur Filtration:

DVGW: Merk- und Arbeitsblatt W210, Filtration in der Wasseraufbereitung

DVGW: Merk- und Arbeitsblatt W211, Planung und Betrieb von Filteranlagen

DIN 19623, Filtersande und Filterkiese für WasserreinigungsfILTER, Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 1978

DIN 12904, Sand und Kies, Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 1999

DIN 12902, Anorganische Filterhilfs- und Filtermaterialien, Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 1999

Spezielle Literatur zur Adsorption:

Kümmel, R., Worch, E.: Adsorption aus wässrigen Lösungen. VEB Verlag. Leipzig, 1990

Sontheimer H., Frick B. R., Fettig J., Hörner G., Hubele C., Zimmer G.: Adsorptionsverfahren zur Wasserreinigung. DVGW Forschungsstelle, Universität Karlsruhe, 1985

Atkins, Physikalische Chemie, (für speziell Interessierte ...)