



**Bielefeld**

16. November 2017

# **Vorbereitung der Analyse**

**Stadt Bielefeld**  
Umweltamt

# Struktur des Vortrags

- Aufgabenstellung und Eckdaten
- Aufarbeitung der Proben
- Zielsetzung /  
    praktische Erfahrungen
- Neu und anders denken

## Bisherige Problematik:

- Die geringen Bewuchsmengen der Gewässer-Sielhäute vom Trägermaterial zu trennen, war oftmals sehr schwierig oder nicht möglich.

## Aufgabenstellung:

- Vereinfachung der Bestimmung der Sielhautmasse

## Zielsetzung:

- Aufschluss des gesamten Sielhaut-Materials durch indirekte Bestimmung der TS-Einwaage
- Dabei Masseverluste begrenzen bzw. ausschließen
- Anschließende DIN-Metallanalyse durch ein Auftragslabor

# Aufgabenstellung und Eckdaten

## Eckdaten:

- Projektzeitraum: 13.07.2017 - 10.11.2017
- Projektumfang: 23 Proben
- Phase 1: 13.07.2017 - 09.08.2017  
2 Proben im Labormaßstab
- Phase 2: 21.09.2017 - 11.10.2017  
9 Proben nach Exploration im Gewässer
- Phase 3: 28.09.2017 - 20.10.2017  
7 Proben nach Exploration im Gewässer
- Phase 4: 12.10.2017 - 10.11.2017  
5 Proben nach Exploration im Gewässer

## Materialwahl

- Kunststoffchips mit großer, weil poröser, Oberfläche
- 500ml Schraubdeckelbehälter aus Kunststoff

### Vorteil:

geringe Masse

### Nachteile:

thermische Materialermüdung,

"geringe" Hitzebeständigkeit

→ daher lange Trocknungszeiten

# Aufarbeitung der Proben im Labor

Sand und Pflanzenreste werden vor Ort oder später im Labor, jedoch vor der ersten Trocknung abgespült.



## Trocknung:

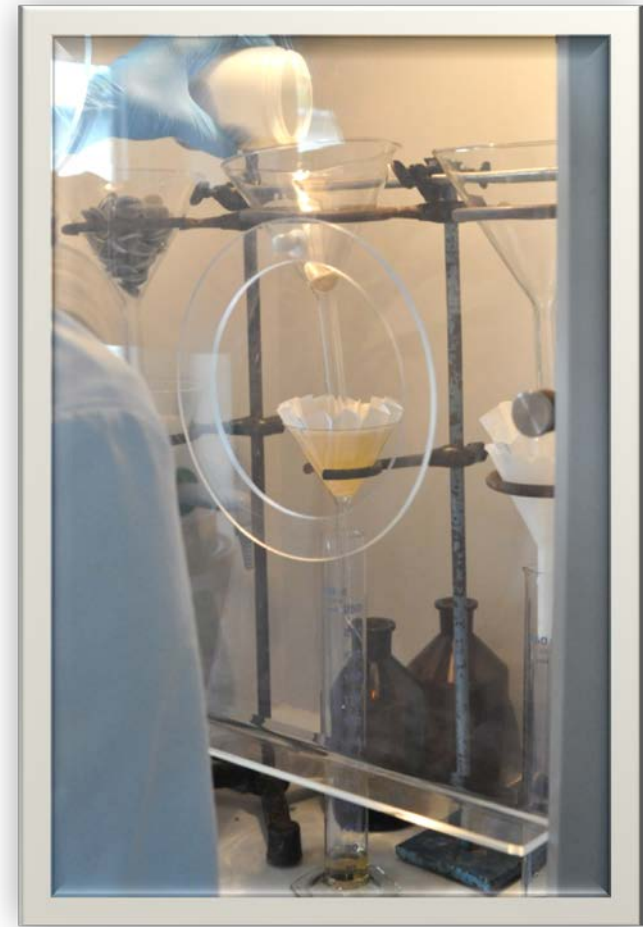
- Temperatur: 70 Grad Celsius, (später 80 Grad Celsius)
- Dauer: eine Woche, (später auch deutlich länger)
- Unter den Ausgangsbedingungen wurde ausreichende Massenkonstanz erzielt.





## „Aufschluss“:

- 21 Proben wurden im Probenbehälter mit je 200ml 20%iger Salpetersäure, 2 Proben mit 20%iger Salzsäure, versetzt und dann einige Tage bei gelegentlichem Umschwenken bei Raumtemperatur aufgeschlossen.
- Um das folgende Dekantieren zu erleichtern, wurde folgender Aufbau der Filtration und Volumenmessung gewählt.



## **Volumenverlust:**

- Nach der Filtration werden durchschnittlich 155 ml Säure gemessen
- Wahrscheinlich verbleibt die restliche Säure in den Poren der Chips

## **Nebenwirkungen:**

- Verdampfende Säure bei der Trocknung
- Verstopfte Filterpapiere
- Spröde und brüchige Behälter
- Hoher Platz-, Personal- und Zeitbedarf

## **Handhabung „Aufschluss“:**

- Noch nicht für die Routine geeignet

## Bestimmung der Einwaage TS:

- Bei den beiden im Labor gezüchteten Sielhäuten konnte eine TS-Einwaage von 2,38g und 2,0g bestimmt werden.
- Nach dem "Aufschluss" und der anschließenden mehrtägigen Trocknungsgänge der Proben aus den Phasen 2 bis 4 ergab sich folgendes Bild:

Bei 18 der 19 mit Salpetersäure behandelten Gewässerproben wurde eine größere Masse bestimmt als nach der ersten Trocknung.

Bei den 2 mit Salzsäure behandelten Gewässer-Sielhäuten ergab sich eine gering positive TS-Einwaage.

# Zielsetzung / praktische Erfahrungen

Probenr.	Probenmaterial	verwendete Säure	Einwaage TS (berechnet in g)
9001/17	„Labor-Sielhaut“	HNO <sub>3</sub>	<b>2,38</b>
9002/17	„Labor-Sielhaut“	HNO <sub>3</sub>	<b>2,00</b>
9003/14	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>0,16</b>
9004/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-1,55</b>
9005/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-1,35</b>
9006/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,25</b>
9007/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,68</b>
9008/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,25</b>
9009/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,61</b>
9010/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,48</b>
9011/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,05</b>
9012/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,48</b>
9013/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,79</b>
9014/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,75</b>
9015/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,79</b>
9016/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,87</b>
9017/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-3,39</b>
9018/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,95</b>
9019/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-1,32</b>
9020/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,27</b>
9021/17	Gewässer-Sielhaut	HNO <sub>3</sub>	<b>-2,20</b>
9022/17	Gewässer-Sielhaut	HCl	<b>0,32</b>
9023/17	Gewässer-Sielhaut	HCl	<b>0,20</b>

## Ursache der Massenzunahme:

- Nicht ursächlich sind:
  - Restfeuchte
  - Masseeintrag in den Aufschluss
  - Reaktion der Säure mit Kunststoff
  
- Wahrscheinlich ursächlich:
  - Reaktion der Salpetersäure mit Stoffen aus dem Gewässer oder direkt mit der Sielhautprobe

# Neu und anders denken

**Sielhautbewertung ist die Interpretation einer Konzentrationsveränderung an einem definierten Punkt im Wasser.**

- **Eindeutig definierte PN-Stelle**
- **Definierte angepasste Bakterien zum Vorbewuchs**
- **Definierte Oberflächengröße des Aufwuchsmaterials**
- **Aufschlussbeständiges Aufwuchsmaterial**
- **DIN-Aufschluss**
- **DIN-Metallanalytik**

**Könnte die zu interpretierende Einheit bei Gewässer-Sielhaut-Proben auch mg/l heißen?**

**Vielen Dank  
für Ihre Aufmerksamkeit !**

**Ich wünsche Ihnen eine  
gute Heimreise.**