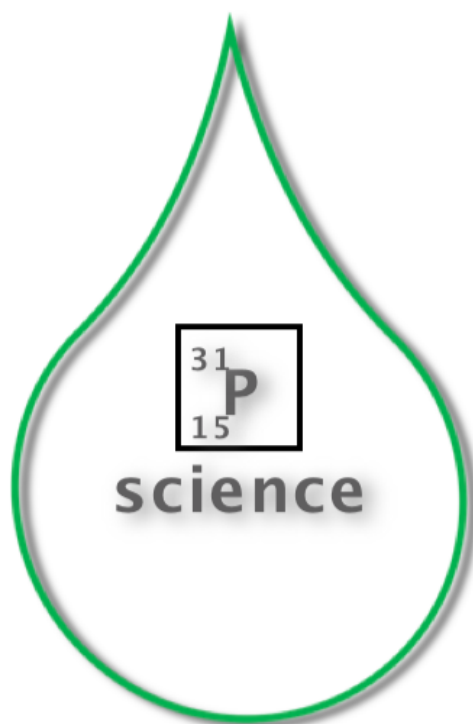


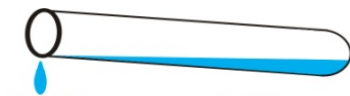
Phosphor Rückgewinnung-
Angewandte Umwelttechnik
im Schülerlabor



Versuche Kurzform



FreiEx



NanoBioLab

gefördert durch



Deutsche
Bundesstiftung Umwelt

www.dbu.de

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	1
S 17-01 Phosphatteststäbchen	2
S 1702 Nachweis von Phosphat-Ionen mit dem Colortest	3
S 17-03 Titration von Phosphorsäure	4
S 17-04 Photometrie	Fehler! Textmarke nicht definiert.
S 18-01 Chemisch-physikalische Abwasserbehandlung (Flockung)	5
S 18-02 Phosphatnachweis im Boden	6
S 18-03 Phosphatnachweis aus Pflanzenasche	7
S 19-01 Pflanzenwachstumstest Kresse	8
S 19-02 Pflanzenwachstumstest Bohne	9
S 19-03 Klärschlamm reinigen	10
S 20-01 Rückgewinnungsverfahren mittels Kohlensäure	11
S 20-02 Rückgewinnungsverfahren mittels Stuttgarter Verfahren	13
S 20-03 Rückgewinnungsverfahren im PEARL-Prozess	15
S 20-04 Rückgewinnungsverfahren im LEACHPHOS-Prozess	17

Einleitung

In diesem Dokument finden Sie alle Versuche in einer übersichtlichen Form, bestehend aus einigen Sicherheitshinweisen, Materialübersicht, Anleitung, Entsorgung sowie einigen Hinweisen. Diese Anleitungen sind nicht als Schüler_Innen Anleitung gedacht und dienen der schnellen Übersicht.

Die Versuche sind über die bekannten Nummern zuzuordnen.

S 17-01 Phosphatteststäbchen

Sicherheit

-

Material

Geräte	Chemikalien
Water Quality Test Strips für Phosphate	Mais (getrocknet + gemahlen)
4 kleine Löffelspatel	Linsen (getrocknet + gemahlen)
4 Reagenzgläser im Reagenzglasständer	Bohnen (getrocknet + gemahlen)
Edding oder Stift	Erbsen (getrocknet + gemahlen)
Messzylinder	Destilliertes Wasser
Entsorgungsgefäß	
ggf. Trichter	

Durchführung

- 3 Proben auswählen
- Jede Probe (1 Löffelspatel) wird mit 15 mL destilliertem Wasser in ein vorher beschriftetes Reagenzglas gegeben
- Stopfen aufsetzen, schütteln und kurz absitzen lassen
- Teststäbchen in die Lösung halten und den Wert mit der Skala auf der Verpackung vergleichen

Entsorgung: Sammlung in Becherglas, danach kann alles in den Abguss gegeben werden (Verstopfungsgefahr), da es unproblematisch ist.

Hinweise: Weitere Gemüsesorten sind denkbar; getrocknete Gemüsesorten eignen sich aufgrund der Haltbarkeit gut.

S 1702 Nachweis von Phosphat-Ionen mit dem Colortest

Sicherheit

saure Ammonium-Molybdat-Reagenzlösung , **GEFAHR**

H315 H318 H335 - P280 P301+P310 P302+P352 P305 P351 P310 P261 P304+P340;

Material

Geräte	Chemikalien
MColortest	PO ₄ – 1 Lösung (schwefelsaure Ammonium-Molybdat-Lösung)
4 Pipetten (2 mL)	PO ₄ – 2 Pulver (Ascorbinsäure)
	Phosphatlösung 1-4 (1; 2,5; 5; 7,5 mg PO ₄ ³⁻ /l)
	Destilliertes Wasser

Hier werden die Lösungen 1,2,3,4 aus der SOP 03 verwendet.

Durchführung




- Testlösung wählen
- 6 mL der Testlösung in ein Schraubgefäß geben
- 5 Tropfen des Reagenzlösung PO₄-1 hinzugeben, verschließen und kurz schütteln
- Einen Mikrolöffel (siehe Deckel des Gefäßes) der Reagenz PO₄-2 in die Probe geben, verschließen und ca. eine Minute bis zum vollständigen Auflösen schütteln
- Bei Anwesenheit von Phosphat bildet sich ein blauer Farbkomplex
- Phosphorgehalt mit Hilfe der Drehscheibe ermitteln
- Phosphor-Gehalt in Phosphatgehalt umrechnen


Entsorgung: Aufgrund des Molybdat sind die Lösungen im Schwermetall Abfall zu entsorgen (anorganisch).

Hinweise: Je intensiver die Blaufärbung, desto höher ist der Phosphatgehalt in Ihrer Probe. Der Colortest kann durch Nutzen entsprechend vorbereiteter Reagenzien ersetzt werden. Eine Farbskala kann zur Verfügung gestellt werden (siehe 4 Arbeitsmaterial). Diese erreicht nicht Genauigkeit des Colortests. Der Colortest funktioniert nicht über einen unbegrenzten Konzentrationsbereich. Verdünnung ist eventuell nötig.

S 17-03 Titration von Phosphorsäure

Sicherheit:

Thymolphthalein Indikatorlösung 0,1-1 %  Indikator	Ersatz für Phenolphthalein; 0,1- 0364 -S 4. Klasse	  eigener Datensatz	Chemie Schülerlabor, Box	ACHTUNG
--	---	--	-----------------------------	---------

Natronlauge, 0,3 mol/L  **ACHTUNG** H315 H319 H290 - P280 P301+P330+P331
P305+P351+P338 P308+P310

Material

Geräte	Chemikalien
2 Bechergläser (400 mL, 250 mL) Rührfisch	Indikator 1: Bromkresolgrün
2 Trichter	Indikator 2: Thymolphthalein
Bürette (25 mL)	Natronlauge (0,3 mol/L)
Magnetrührer	Phosphorsäure (0,1 mol/L)
pH-Meter oder pH-Elektrode	
Stoppuhr	
Messzylinder (50 mL)	
pH-Papier oder pH-Sticks	
2 Pipetten (je Indikator)	
Stativ und Stativmaterial	

Durchführung

- 10 mL der Phosphorsäure mithilfe eines Messzylinders in ein Becherglas füllen
- Bürette mithilfe eines Messzylinders mit Natronlauge füllen
- Trichter auf die Bürette setzen und diese bis leicht über den Eichstrich füllen
- Etwas Natronlauge in ein leeres Becherglas ablassen und so auf genau 25 mL füllen – ggf. nachfüllen
- Einige Tropfen des Indikator 1 und einen Rührfisch in das Becherglas mit der Phosphorsäure geben und leicht rühren
- pH-Elektrode einspannen und in das Becherglas der Phosphorsäure hängen, sodass der Rührfisch nicht die Elektrode berührt
- Hahn der Bürette öffnen und solange tropfenweise Natronlauge hinzugeben, bis der Indikator einen deutlichen Farbumschlag zeigt
- Einige Tropfen von Indikator 2 hinzugeben
- Weiter Natronlauge hinzugeben, bis ein pH-Wert von 14 eingestellt ist.


Entsorgung: Aufgrund der Indikatoren ist die Lösung im Abfall für organische Lösemittel zu entsorgen.


Hinweise: Bromkresolgrün schlägt bei pH 3,8-5,4 von gelb über grün nach tiefblau um. Thymolphthalein ist bei einem pH-Wert unter 9,3 farblos und schlägt dann ins Blaue um.

S 18-01 Chemisch-physikalische Abwasserbehandlung (Flockung)

Sicherheit:

Eisen-III-chlorid .  , **GEFAHR** H302 H315 H318 - P280 P302+P352 P305+P351+P338

Eisen-III-sulfat  **GEFAHR** H302 H315 H318 - P280 P302+P352 P305+P351+P338

Aluminium-III-chlorid .  , **GEFAHR** H314 - P280 P301+P330+P331 P305+P351+P338 P309+P310

Material

Geräte	Chemikalien
3 Reagenzgläser im Reagenzglasständer	Lösung mit hoher Phosphatkonzentration (c=5 g/L)
3 Stopfen	Destilliertes Wasser
3 Spatel	Eisen-III-chlorid (FeCl_3)
Messzylinder (10mL)	Eisen-III-sulfat (FeSO_4)
Becherglas mit Probe und Aufschrift Probengefäß	Aluminiumchlorid (AlCl_3)
ggf. Trichter	
Edding oder Stift	
Müllbehälter	

Durchführung


- In ein Reagenzglas werden 10 mL der Phosphatlösung gefüllt (Messzylinder).
- Dann wird eine Spatelspitze eines Flockungsmittels hinzugegeben.
- Reagenzglas verschließen (Stopfen) und kurz schütteln
- Versuch mit den anderen Flockungsmitteln wiederholen
- Vergleich zu der Ausgangsprobe möglich

Entsorgung: Sammlung in einem Becherglas; Entsorgung für Schwermetalle (anorganisch).

Hinweise: Der Versuch sollte vorher ausprobiert werden, um eine Flockung wirklich auszulösen. Eventuell muss die Phosphatkonzentration erhöht werden.

S 18-02 Phosphatnachweis im Boden

Sicherheit:

Salpetersäure, 2 M  **GEFAHR** H314 H290 -P260 P280 P303+P361+P353 P305+P351+P338

Saure Molybdat-Vanadat-Reagenzlösung   , **GEFAHR** H314 H400 H301 H332 H319 H335

Material:

Geräte	Chemikalien
Becherglas (150ml)	Bodenprobe
Messzylinder (50 mL)	Kaliumchlorid-Lösung (4g auf 500 mL)
Erlenmeyerkolben mit Stopfen (300ml)	Molybdat-Vanadat-Reagenz
Hitzebeständiges Reagenzglas mit Rg. Klammer	ggf. Salpetersäure (2 mol/l)
Löffelspatel	Ggf. Phosphatlsg. (positiver Nachweis)
Trichter mit Filterpapier	
Waage	
Pipette	
Müllgefäß	
ggf. Bunsenbrenner mit Feuerzeug	

Durchführung

- 10 g der getrockneten Bodenprobe in den Erlenmeyerkolben einwiegen
- 50 mL Kaliumchlorid-Lösung hinzugeben
- Erlenmeyerkolben mit einem Stopfen verschließen und schütteln
- Flüssigkeit ca. 1 min absitzen lassen und einen Teil in ein Becherglas filtrieren
- Ungefähr 5-15 mL des Filtrats in ein Reagenzglas füllen
- 5 Tropfen Molybdat-Vanadat-Reagenz hinzugeben

Entsorgung: Sammlung in einem Becherglas; Entsorgung für Schwermetalle (anorganisch).


Hinweise: Der Boden sollte zuvor getestet werden. Gewünscht ist ein positiver Nachweis (deutliche Gelbfärbung der Lösung), sodass der Boden ggf. mit Phosphatlösung versetzt werden muss. Falls keine Gelbfärbung auftritt, kann mit 5 Tropfen Salpetersäure versetzt und vorsichtig über dem Bunsenbrenner erhitzt werden. Beim Abkühlen verfärbt sich die Lösung hellgelb.

S 18-03 Phosphatnachweis aus Pflanzenasche

Sicherheit:

Schwefelsäure, 0,5 mol/L  **GEFAHR** H290P280 - P301+P330+P331 P305+P351+P338

Silbernitrat-Lösung, 0,1 mol/L , **ACHTUNG** H315 H319 H410 - P273 P302+P352 P305+P351+P338

Salpetersäure, 2 M  **GEFAHR** H314 H290 -P260 P280 P303+P361+P353 P305+P351+P338

Material:

Geräte	Chemikalien
Aschebehälter (Plastikgefäß)	Kartoffelasche ggf. mit Phosphatlösung
Trichter mit Faltenfilter	
2 Bechergläser (50 mL)	Schwefelsäure (0,5 mol/L)
Reagenzglas	Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/L)
2 Pipetten	Salpetersäure (1 mol/L)
Messzylinder (20 mL)	
Teelöffel	
Glasstab	

Durchführung

Aufbereiten des Klärschlammes

- Einen Teelöffel der Asche in ein Becherglas geben und 20 mL Schwefelsäure (0,5 mol/L) hinzugeben und mit dem Glasstab rühren.
- Flüssigkeit in ein Becherglas filtrieren
- 5-15 mL des Filtrats in ein Reagenzglas geben
- 5 Tropfen der Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/L) hinzugeben
- Bei Vorhandensein von Phosphat bildet sich ein milchig-gelber Niederschlag.
- Dieser verschwindet bei Zugabe von 3-5 Tropfen Salpetersäure (1 mol/L).

Entsorgung: Sammlung in einem Becherglas; Entsorgung für Schwermetalle (anorganisch).

Hinweise: Beim Verwenden muss auf dest. Wasser geachtet werden. Der Nachweis ist empfindlich für Halogene (spez. Chlorid). Gleiches gilt für die Asche. Die Volumina (Silbernitrat und Salpetersäure) müssen ggf. variiert werden. Die Kartoffel sollte zuvor verascht werden, da dies sehr lange dauern kann. Hierfür eine Kartoffel sehr fein schneiden und in einer Porzellanschale über einer Bunsenbrennerflamme veraschen.

S 19-01 Pflanzenwachstumstest Kresse

Sicherheit: -

Material:

Geräte	Chemikalien
2 Petrischalen	Leitungswasser
Papiertücher	Phosphatdüngerlösung (c=18% P_2O_5)
Messzylinder	Kresse Samen
Waage	
Spatel	
Messlöffel	

Durchführung

- Papiertuch so falten, dass es in eine Petrischale passt (ca. 2 g Papier)
- Einen Messlöffel (ca. 1 g) Kresse-Samen gleichmäßig auf dem Papiertuch verteilen; darauf achten, dass die Samenkörner nicht zu dicht oder über einander liegen
- Papiertuch mit 30 mL Düngerlösung anfeuchten; Kressesamen nicht wegspülen
- Schale beschriften
- Diese Prozedur wiederholen; diesmal aber 30 mL Leitungswasser nutzen

Entsorgung: Die Entsorgung ist problemlos

Hinweise: Mit diesem Wachstumsversuch soll gezeigt werden, dass Phosphat einen Einfluss auf die Entwicklung von Kresse hat. Setzen Sie dazu eine Petrischale **ohne** Phosphatdüngung und eine Petrischale **mit** einer bereits vorbereiteten Düngerlösung an. Sie verwenden einen Superphosphatdünger, der 18% P_2O_5 wasserlösliches Phosphat enthält. Beide Ansätze müssen täglich mit 30 mL Leitungswasser gegossen werden; das Papier darf nicht austrocknen.

Der Ansatz sollte ca. eine Woche vor dem Versuch der Lernenden angesetzt werden, damit sichtbare Ergebnisse vorhanden sind.

S 19-02 Pflanzenwachstumstest Bohne

Sicherheit: -

Material

Geräte	Chemikalien
2 kleine Töpfe / Gefäße für Bohnen	Wasser
Messzylinder	Boden (Nullerde)
Waage	Phosphatdüngerlösung ($c=18\% \text{ P}_2\text{O}_5$)
Spatel	Bohnen

Durchführung

- Trockenem Boden in einen Topf geben
- 2 Bohnen locker hineindrücken und mit etwas Boden bedecken
- Trockenem Boden mit 30 mL Phosphatdüngerlösung anfeuchten
- Zweiter Topf analog nur diesmal 30 mL Leitungswasser nutzen
- Regelmäßig gießen (mit Düngerlösung bzw. Leitungswasser), aber Staunässe vermeiden

Entsorgung: Die Entsorgung ist problemlos

Hinweise: Mit diesem Wachstumsversuch soll gezeigt werden, das Phosphat einen Einfluss auf die Entwicklung von Bohnen hat.

Der Ansatz sollte ca. eine Woche vor dem Versuch der Lernenden angesetzt werden, damit sichtbare Ergebnisse vorhanden sind.

S 19-03 Klärschlamm reinigen

Sicherheit -

Material:

Geräte	Chemikalien
Diverse Bechergläser & Geräte	Klärschlammlösung (3% Papier pro 1L
Zum Beispiel:	Wasser) verteilt in
Trichter und Filterpapiere; Kaffeeaufbereiter	Probengefäße/Bechergläser á 200ml
Edding	
Heizplatte mit Rührfisch	
Nudelpresse	
Saugflasche, Büchnertrichter &	
Wasserstrahlpumpe	
Sieb	
Stoppuhr	

Durchführung

- Variable Lösung; Ziel ist eine klare Lösung

Entsorgung: Die Entsorgung ist problemlos

Hinweise:

Idee dieses Versuches ist ein Egg-Race. Die Lernenden haben 10 Minuten nach dem Lesen der Anleitung Zeit, um die Probe so gut wie möglich zu reinigen



Die Bechergläser mit den gereinigten Lösungen können stehen gelassen und so verglichen werden.


Die wahrscheinlich beste Lösung ist die Nutzung der Nudelpresse mit anschließendem Nutschen.

Weitere/andere Materialien sind denkbar; ebenso kann die Lösung variiert (weiter verdreht) werden.

S 20-01 Rückgewinnungsverfahren mittels Kohlensäure

Sicherheit:

Kalkwasser, ges.  , **GEFAHR** H315 H318 H335 - P280 P301+P310 P302+P352 P305 P351 P310 P261 P304+P340;

Natronlauge, 1 M , **ACHTUNG** H315 H319 H290 - P280 P301+P330+P331 P305+P351+P338 P308+P310

Kohlenstoffdioxid, CO₂ , **ACHTUNG** H280 P403

Saure Ammonium-Molybdat-Reagenzlösung  , **GEFAHR** H315 H318 H335 - P280 P301+P310 P302+P352 P305 P351 P310 P261 P304+P340;

Material:

Geräte	Chemikalien
Becherglas (1x100ml, 3x250ml, 1x600ml)	50 ml Kalkwasser (gesättigt)
pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-Sonde	KlärschlammLösung (1 Liter, c = 1000mg PO ₄ /L)
Nutsche, Saugflasche, Wasserstrahlpumpe	
Magnetrührer mit Rührfisch + Angel	Natronlauge (1M)
SodaMaxx mit Flasche	Kohlenstoffdioxid in SodaMaxx Flasche
Trichter mit Filterpapier/Faltenfilter	Chemikalien des MColortests
Pinzette	
Spatel	
Glasstab	
Trichter mit Filterpapier	
div. Plastikpipetten (2 mL) für Chemikalien	
MColortest von VWR	
Entsorgungsgefäß möglich	
Messkolben (100 mL)	

Durchführung

LEACHING

- 700 mL KlärschlammLösung sollten sich vor ab in einer SODAMAXX Schraubflasche befinden (~~~Markierung). Es ist darauf zu achten, dass das Schraubgewinde trocken und sauber ist und Flasche in den SodaMaxx einschrauben.
- Mittels Druckes auf den oberen Knopf wird CO₂ in die Flasche gepresst (1 Hub alle 10 Sekunden); der pH-Wert soll auf einen Wert um 4,5 gesenkt werden!
- Zur Kontrolle des pH-Werts muss die Flasche immer abgeschraubt werden. **ACHTUNG:** Nach jeweils ca. 3-4 Hüben muss die Flasche entlüftet werden. Dazu wird der kleine Hebel betätigt, der sich oben rechts am SodaMaxx befindet. Danach kann fortgesetzt werden.
- Ist der pH-Wert von 4,5 erreicht, wird die Flasche abgeschraubt.
- **Ca. 150 ml der KlärschlammLösung werden entnommen.**

Filtration

- Diese ca. 150 mL werden gereinigt. Wie dies geschieht, ist den Lernenden überlassen; zur Auswahl stehen eine Nudelpresse, Trichter mit Faltenfilter oder Saugflasche, Büchner-Trichter mit passendem Flachfilter
- **Es werden 100 mL klares Filtrat benötigt.**

Kristallisation

- Auf dem Magnetrührer werden in einem großen Becherglas **100 ml des feststoff-freien Filtrats** gerührt.
- Dabei wird der pH-Wert ständig gemessen.
- ACHTUNG: Der Rührfisch darf die pH-Sonde nicht berühren!
- Etwa 0,5-1 ml Natronlauge (1 mol/L) hinzugeben, bis pH-Wert von mindestens 7 erreicht ist.
- Kalkwasser (ca. 9-12 ml) zugegeben, bis ein pH-Wert von > 9 erreicht ist
- Wenn die Lösung sich milchig trüb färbt, den Rührer ausstellen und warten, bis sich der feinkristalline weiße Feststoff abgesetzt hat.
- Das Produkt ist $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.
- Das Produkt kann mit einem Faltenfilter abfiltriert werden.

Quantifizierung

- Mittels **MColortest** wird der Phosphatgehalt des Filtrats ermittelt. ACHTUNG: die Lösung muss vor der Messung verdünnt werden – 1:100. Hierfür wird 1 mL Rest-Filtrat entnommen und in einen Messkolben gegeben, der anschließend mit Wasser auf 100 mL aufgefüllt wird.
- Vereinfacht wird angenommen, dass es sich bei der Differenz aus der ersten Messung und der zweiten Messung um ausgefallenes Phosphat handelt, das erfolgreich zurückgewonnen wurde.
- Die Differenz ist dann die Produkt-Ausbeute $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

Entsorgung: Die Entsorgung ist problemlos. Einzig die Molybdat-Lösung aus dem MColortest muss im Sammelbehälter für Schwermetalle (anorganisch) entsorgt werden.


Hinweise: Alle Messungen und zu notierenden Werte sind in dieser Anleitung nicht enthalten.

Alle angegebenen pH-Werte sind ungefähre Angaben. Die pH-Werte können im sauren Bereich unterschritten und im alkalischen Bereich überschritten werden. Unserer Erfahrung nach sind Rückgewinnungsraten von 40-85% zu erwarten. Beachten Sie, dass sich lediglich 1g in einem Liter Klärschlammlösung befindet.


S 20-02 Rückgewinnungsverfahren mittels Stuttgarter Verfahren


Sicherheit:

Schwefelsäure, 0,5 mol/L  **GEFAHR** H290P280 - P301+P330+P331 P305+P351+P338

Natronlauge, 1 M  **ACHTUNG** H315 H319 H290 - P280 P301+P330+P331 P305+P351+P338 P308+P310

Zitronensäure  **ACHTUNG** H319 - P305+P351+P338

Ammoniumchlorid  **GEFAHR** H314 - P280 P301+P330+P331 P305+P351+P338 P309+P310

Struvit, MAP  **ACHTUNG** H335 - P264 P280 P261 P271 P302+P352 P332+P313 P305+P351+P338 P337+P313 P304+

saure Ammonium-Molybdat-Reagenzlösung   , **GEFAHR** H315 H318 H335 - P280 P301+P310 P302+P352 P305 P351 P310 P261 P304+P340;

Geräte	Chemikalien
Becherglas (2x600ml, niedrig, 1x100ml)	KlärschlammLösung (1 Liter, c =1000 mg PO ₄ /L)
div. Plastikpipetten (3 mL)	Schwefelsäure (0,5 mol/L)
Magnetrührer mit Rührfisch + Angel	Zitronensäure (0,1 mol/L)
Messkolben (100bmL)	Natronlauge (1 mol/L)
Trichter mit Filterpapier/Faltenfilter	Fällmittel 1: Magnesiumchlorid (2,6g/100 ml)
Pinzette	Fällmittel 2: Ammoniumchlorid (2,5g/100 ml)
Spatel	+ (NH ₄)H ₂ PO ₄ (0,66 mg/100 ml)
Glasstab	
MColorTest von VWR	Chemikalien des MColorTests
pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-Sonde	
Entsorgungsgefäß möglich	

Durchführung

LEACHING

- In der Schraubflasche befindet sich eine KlärschlammLösung mit einer Phosphat-Konzentration von c = 1000 mg/L und 0,5 % Feststoff.
- KlärschlammLösung gründlich schütteln & **ca. 150 ml des Gemisches entnehmen**
- Die KlärschlammLösung wird mit Schwefelsäure (0,5 mol/L, ca. 2-3ml) versetzt, bis ein pH-Wert von 2,5 erreicht ist. Dabei sollte mit dem Glasstab gerührt werden (ca. 2 min).

Filtration

- Diese ca. 150 mL werden gereinigt. Wie dies geschieht ist den Lernenden überlassen.
- Zur Auswahl stehen eine Nudelpresse, Trichter mit Faltenfilter oder Saugflasche, Büchner-Trichter mit passendem Flachfilter.
- **Es werden 100 mL klares Filtrat benötigt.**

Kristallisation

- Das Becherglas mit **100 ml des schwebstoff-freien Filtrats** wird auf dem Magnetrührer gerührt. Der pH-Wert kann ständig gemessen werden, wobei sich der Rührfisch und die pH-Sonde nicht berühren dürfen!
- Um Schwermetalle zu binden, wird 1 ml Zitronensäure (0,1 mol/L) hinzugegeben.
- Zur Vorbereitung der Fällung werden je 2,5-5 ml der Fällmittel 1 und 2 in die Lösung gegeben.
- Durch Zugabe von Natronlauge (1 mol/L, 0,5-1 ml) wird ein pH-Wert von > 10 eingestellt und somit die Fällung ausgelöst.
- Die Lösung färbt sich milchig-trüb, das Produkt **Struvit** oder Magnesium-Ammonium-Phosphat (**MAP**, MgNH_4PO_4) ist entstanden.
- Nun kann mit einem Faltenfilter filtriert werden.

Quantifizierung

- Mittels **MColortest** wird der Phosphatgehalt des Filtrats ermittelt. ACHTUNG: die Lösung muss vor der Messung verdünnt werden – 1:100. Hierfür wird 1 mL entnommen und in einen Messkolben gegeben und dieser auf 100 mL aufgefüllt.
- Vereinfacht wird angenommen, dass es sich bei der Differenz aus der ersten Messung und der zweiten Messung um ausgefallenes Phosphat handelt, das erfolgreich zurückgewonnen wurde.
- Die Differenz ist dann die Produkt-Ausbeute $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.


Entsorgung: Die Entsorgung ist problemlos. Einzig die Molybdat-Lösung aus dem MColortest muss im Behälter für Schwermetalle (anorganisch) entsorgt werden.


Hinweise: Alle Messungen und zu notierenden Werte sind in dieser Anleitung nicht enthalten. Alle angegebenen pH-Werte sind ungefähre Angaben. Die pH-Werte können im sauren Bereich unterschritten und im alkalischen Bereich überschritten werden. Unserer Erfahrung nach sind Rückgewinnungsraten von 40-85% zu erwarten. Beachten Sie, dass sich lediglich 1g in einem Liter KlärschlammLösung befindet.


S 20-03 Rückgewinnungsverfahren im PEARL-Prozess

Sicherheit:

Schwefelsäure, 0,5 mol/L  **GEFAHR** H290P280 - P301+P330+P331 P305+P351+P338

Natronlauge, 1 M  **ACHTUNG** H315 H319 H290 - P280 P301+P330+P331 P305+P351+P338 P308+P310

Ammoniumchlorid  **GEFAHR** H314 - P280 P301+P330+P331 P305+P351+P338 P309+P310

Struvit, MAP  **ACHTUNG** H335 - P264 P280 P261 P271 P302+P352 P332+P313 P305+P351+P338 P337+P313 P304+

saure Ammonium-Molybdat-Reagenzlösung   **GEFAHR** H315 H318 H335 - P280 P301+P310 P302+P352 P305 P351 P310 P261 P304+P340;

Geräte	Chemikalien
Becherglas (2x600ml, niedrig, 1x100ml)	Klärschlammlösung (1 Liter, c =1000 mg PO ₄ /L)
div. Plastikpipetten (3 mL)	Schwefelsäure (0,5 mol/L)
Kunststoffreaktor mit Dosiereinheit	Fällmittel 1: Magnesiumchlorid (660 mg/100 mL)
Messkolben (100bmL)	Fällmittel 2: Ammoniumchlorid (2,5 g/100 mL)
Trichter mit Filterpapier/Faltenfilter	+ (NH ₄)H ₂ PO ₄ (2,6 g/100 mL)
Pinzette	
Spatel	Natronlauge (1 mol/L)
Glasstab	
MColortest von VWR	
pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-Sonde	
Entsorgungsgefäß möglich	

Durchführung

LEACHING

- In der Schraubflasche befindet sich eine Klärschlammlösung mit einer Phosphat-Konzentration von c = 1000 mg/L und 0,5 % Feststoff.
- Klärschlammlösung gründlich schütteln & **ca. 300 ml des Gemisches entnehmen**
- Die Klärschlammlösung wird mit Schwefelsäure (0,5 mol/L, ca. 3-4 ml) versetzt, bis ein pH-Wert zwischen 3 und 4 erreicht ist. Dabei sollte mit dem Glasstab gerührt werden (ca. 2 min).

Filtration

- Diese ca. 300 mL werden gereinigt. Wie dies geschieht ist den Lernenden überlassen. Zur Auswahl stehen eine Nudelpresse, Trichter mit Faltenfilter oder Saugflasche, Büchner-Trichter mit passendem Flachfilter.
- **Es werden 250 mL klares Filtrat benötigt.**

Fällung des Phosphats

- Den pH-Wert im feststofffreien Filtrat durch die Zugabe von Natronlauge auf ca. 10,5 erhöhen (1mol/L, ca. 2-3 mL)
- Das feststoff-freie Filtrat in den Kunststoffreaktor füllen; Der Reaktor besitzt unten eine Dosiereinheit mit einem 2-Wege-Hahn und einem Auslass.
- Je eine Spritze mit je 5 ml des Fällmittel 1 und 2 füllen. Die erste Spritze auf die Dosiereinheit von unten aufsetzen, den Hahn öffnen und von unten in den Reaktor spritzen. Den Hahn schließen und die Spritze mit Fällmittel 2 aufsetzen und den Vorgang wiederholen. Zum Freiwerden der Leitungen sollte dies ebenfalls einmal mit einer mit Luft befüllten Spritze wiederholt werden.
- Die Lösung färbt sich milchig-trüb, das Produkt **Struvit** oder Magnesium-Ammonium-Phosphat (**MAP**, MgNH_4PO_4) ist entstanden.
- Einen Trichter mit Filterpapier in ein Becherglas stellen und das Produkt über den Auslass unten an der Dosiereinheit ablassen.

Quantifizierung

- Mittels **MColortest** wird der Phosphatgehalt des Filtrats ermittelt. ACHTUNG: die Lösung muss vor der Messung verdünnt werden – 1:100. Hierfür wird 1 mL entnommen und in einen Messkolben gegeben und dieser auf 100 mL aufgefüllt.
- Vereinfacht wird angenommen, dass es sich bei der Differenz aus der ersten Messung und der zweiten Messung um ausgefallenes Phosphat handelt, das erfolgreich zurückgewonnen wurde.
- Die Differenz ist dann die Produkt-Ausbeute **Struvit**.

Entsorgung: Die Entsorgung ist problemlos. Einzig die Molybdat-Lösung aus dem MColortest muss im Behälter für Schwermetalle (anorganisch) entsorgt werden.



Hinweise: Alle Messungen und zu notierenden Werte sind in dieser Anleitung nicht enthalten.


Alle angegebenen pH-Werte sind ungefähre Angaben. Die pH-Werte können im sauren Bereich unterschritten und im alkalischen Bereich überschritten werden. Unserer Erfahrung nach sind Rückgewinnungsraten von 40-85% zu erwarten. Beachten Sie, dass sich lediglich 1g in einem Liter Klärschlammlösung befindet.

S 20-04 Rückgewinnungsverfahren im LEACHPHOS-Prozess

Sicherheit:

Schwefelsäure, 0,5 mol/L  **GEFAHR** H290P280 - P301+P330+P331 P305+P351+P338

Kalkwasser, ges.  , **GEFAHR** H315 H318 H335 - P280 P301+P310 P302+P352 P305 P351 P310 P261 P304+P340;

Natronlauge, 1 M  **ACHTUNG** H315 H319 H290 - P280 P301+P330+P331 P305+P351+P338 P308+P310

saure Ammonium-Molybdat-Reagenzlösung  , **GEFAHR** H315 H318 H335 - P280 P301+P310 P302+P352 P305 P351 P310 P261 P304+P340;

Material

Geräte	Chemikalien
Becherglas (3x400 mL)	Modell-Klärschlammasche (10 g) mit 200 mL Phosphatlösung mit $c = 1 \text{ g PO}_4/\text{L}$ aufgeschlemmt
Rührplatte mit Rührfisch	Schwefelsäure (2 mol/L)
div. Plastikpipetten (1 mL, 3 mL)	50 ml Kalkwasser (gesättigt)
Trichter mit Filterpapier/Faltenfilter	Natronlauge (1 mol/L)
ggf. Nudelpresse	Chemikalien des MColorotests
ggf. Nutsche und Wasserstrahlpumpe	
Pinzette	
großer Löffel	
Glasstab	
Messzylinder (100ml)	
Messkolben mit Stopfen (100ml)	
Waage	
pH-Meter oder HANNA pH-Sonde	
MColorotest von VWR	

Durchführung

LEACHING

- In ein Becherglas befinden sich 10 g Modell-Klärschlammasche, die mit 200 ml Phosphatlösung aufgeschlämmt wurden.
- Diese Suspension enthält eine Phosphat- Konzentration von $c = 1000 \text{ mg/L}$.
- Das Becherglas wird auf den Magnetrührer gestellt und der Rührfisch ergänzt.
- Unter langsamen Rühren wird mit Schwefelsäure (2 mol/L, ca. 3-5 ml) ein pH-Wert von 2,5 oder geringer eingestellt.

Filtration

- Das Gemisch wird über einen Faltenfilter gegeben und das Filtrat in einem sauberen Becherglas aufgefangen. Das Filtrat muss klar und frei von Schwebstoffen sein.
- **100 ml** werden weiterbearbeitet! Optional kann eine Nutsche eingesetzt werden.

- Mittels **MColortest** wird der Phosphatgehalt des Filtrats ermittelt. ACHTUNG: die Lösung muss vor der Messung verdünnt werden – 1:100. Hierfür wird 1 mL entnommen und in einen Messkolben gegeben und dieser mit dest. Wasser auf 100 mL aufgefüllt.

Kristallisation

- Auf dem Magnetrührer werden in einem großen Becherglas **100 ml des feststoff-freien Filtrats** gerührt.
- Dabei wird der pH-Wert ständig gemessen.
- ACHTUNG: Der Rührfisch darf die pH-Sonde nicht berühren!
- Etwa 0,5-1 ml Natronlauge (1 mol/L) hinzugeben, bis pH-Wert von mindestens 7 erreicht ist
- Kalkwasser (ca. 9-12 ml) zugegeben, bis ein pH-Wert von > 9 erreicht ist
- Wenn die Lösung sich milchig trüb färbt, den Rührer ausstellen und warten, bis sich der feinkristalline weiße Feststoff abgesetzt hat.
- Das Produkt ist $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.
- Das Produkt kann mit einem Faltenfilter abfiltriert werden.

Quantifizierung

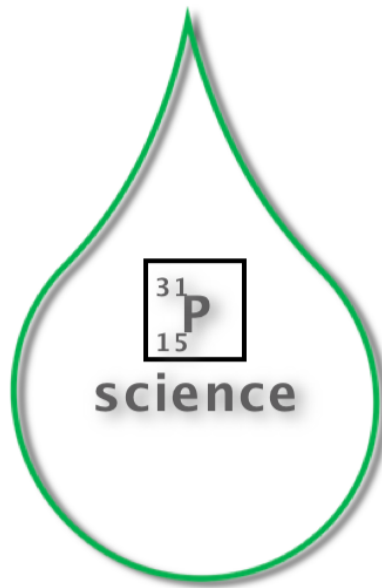
- Mittels **MColortest** wird der Phosphatgehalt des Filtrats ermittelt. Die Lösung muss eventuell verdünnt werden – in der Regel aber nicht.
- Vereinfacht wird angenommen, dass es sich bei der Differenz aus der ersten Messung und der zweiten Messung um ausgefallenes Phosphat handelt, das erfolgreich zurückgewonnen wurde.
- Die Differenz ist dann die Produkt-Ausbeute $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

Entsorgung: Die Entsorgung ist problemlos. Einzig die Molybdat-Lösung aus dem MColortest muss im Behälter für Schwermetalle (anorganisch) entsorgt werden.

Hinweise: Alle Messungen und zu notierenden Werte sind in dieser Anleitung nicht enthalten.

Alle angegebenen pH-Werte sind ungefähr Angaben. Die pH-Werte können im sauren Bereich unterschritten und im alkalischen Bereich überschritten werden. Unserer Erfahrung nach sind Rückgewinnungsraten von 40-85% zu erwarten. Beachten Sie, dass sich lediglich 1g/L Phosphat in der Lösung I befindet.

Die saure Rücklösung aus der „Klärschlammasche“ ist nicht optimal; Die Fällung des gelösten Phosphats im Filtrat gelingt jedoch fast vollständig.



FreiEx  NanoBioLab

gefördert durch



Deutsche
Bundesstiftung Umwelt

www.dbu.de