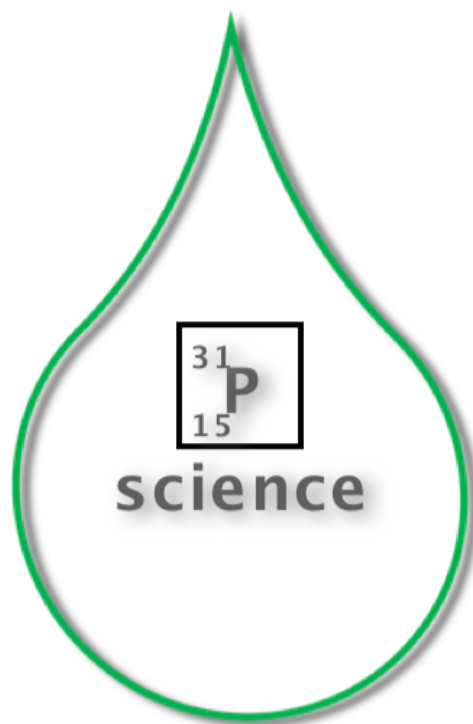




Phosphor Rückgewinnung-  
Angewandte Umwelttechnik  
im Schülerlabor



# Chemikalien und Material



gefördert durch



Deutsche  
Bundesstiftung Umwelt

[www.dbu.de](http://www.dbu.de)

# Inhaltsverzeichnis

Einleitung .....	1
Modellklärschlamm .....	2
Modellklärschlammasche .....	3
Stammlösungen und Testlösungen .....	4
PEARL Reactor .....	5
Übersicht Geräte und Chemikalien für Versuche .....	7
Abteilung 1: Quantitative Analyse .....	7
Abteilung 2: Qualitative Analyse .....	8
Abteilung 3: Pflanzenwachstum .....	9
Abteilung 4: Verfahren .....	10
Phosphatanalyse Tool .....	15

## **Einleitung**

Auf den folgenden Seiten finden Sie Anleitungen zu der Herstellung von Lösungen, Modellklärschlamm und Modellklärschlammasche sowie eine Anleitung für den Bau eines Pearl-Reaktors. Ebenso finden Sie eine tabellarische Übersicht aller Versuche und die benötigten Chemikalien und Geräte. Natürlich können Sie die Geräte individuell ersetzen und die Materialien Ihrer Sammlung nutzen.

Die Nummerierung der Versuche entspricht der bekannten Einordnung.

## Modellklärschlamm

Um die Arbeit mit echtem Klärschlamm oder dem ursprünglichen Abwasser aus hygienischen und sicherheitstechnischen Gründen zu vermeiden, empfehlen wir einen Modellklärschlamm bzw. ein Modellabwasser zu verwenden. Die Modellsubstanzen sollten eine ähnliche Textur und die gleichen Eigenschaften aufweisen.

### Material / Chemikalien

- 1 Rolle Klopapier
- 4-5 Seiten Zeitungspapier
- 1 L heißes Wasser
- Wasserfreies  
Kaliumdihydrogenphosphat (CAS  
7778-77-0)

### Geräte

- Eimer (ca. 2 L)
- Stabmixer (Küchengerät)
- Wasserkocher
- Küchensieb
- Ofen

### Anleitung

Das Papier in einem Eimer zerkleinern, 1 l heißes Wasser hinzufügen und einweichen lassen. Nehmen Sie einen Stabmixer aus der Küche und mischen sie gründlich. Drücken Sie den Modellklärschlamm durch ein Sieb und trocknen Sie es im Ofen (Trockenschrank) bei ca. 105 °C. Hierfür sollte die Masse flächig verteilt werden. Die Lagerung ist unbegrenzt möglich. Zur Herstellung von Modellschlamm, der in den Experimenten zur Phosphatrückgewinnung verwendet wird, werden 1 l Wasser, 1,43 g Kaliumdihydrogenphosphat (siehe Lösung 5 Seite 4) und 5 g getrockneter Modellklärschlamm gemischt. Schütteln oder mischen Sie gut, bis die festen Partikel verteilt sind. Hierfür eignet sich der Stabmixer erneut!

## Modellklärschlammasche

Die Arbeit mit der ursprünglichen Klärschlammasche ist aus Sicherheitsgründen zu vermeiden. Diese sogenannten Flugaschen enthalten eine hohe Konzentration an schädlichem Blei, Barium, Antimon und Arsen. Der Gesamtgehalt an Phosphor beträgt im Durchschnitt 73 mg / kg Trockengewicht in der Schlammasche. Dies entspricht 220 mg / kg  $\text{PO}_4^{3-}$ . Die Modellschubstanz sollte ein ähnliches Aussehen und ähnliche Eigenschaften aufweisen, die für die Experimente zur Phosphatgewinnung relevant sind.

### Materials/Chemikalien

### Geräte

- |   |                               |
|---|-------------------------------|
| • Nullerde (Phosphatfrei)                               | • Becherglas, 500 mL          |
| • Destilliertes Wasser                                  | • Sieb (Maschengröße < 10 mm) |
| • Wasserfreies Kaliumdihydrogenphosphat (CAS 7778-77-0) | • Glasstab bzw. Rührgerät     |
| • Optional: Zinksulfat, Eisensulfat, Kupfersulfat       |                               |

### Anleitung

Eine Nullerde ohne Phosphat wird genutzt. Zunächst muss die Nullerde durch Sieben homogenisiert werden, um größere Pflanzenteile oder andere Teilchen abzutrennen. Das Produkt sollte dunkel und trocken gelagert werden. (Optional: Es kann eine Schwermetallkontamination simuliert werden, indem  $\text{ZnSO}_4$  (300 g / kg DW),  $\text{FeSO}_4$  (0.1 g / kg DW) und  $\text{CuSO}_4$  (0.05 g / kg DW) hinzugegeben werden.)

10 g der gesiebten Nullerde werden eingewogen und in Becherglas gegeben. Hierzu werden 200 mL Kaliumdihydrogenphosphatlösung (1,43 g/L) hinzugegeben (siehe Lösung 5 Seite 4). Die Suspension wird gut gerührt und kann nun als Klärschlammaschesuspension für das LEACHPHOS Verfahren genutzt werden.

### Verwendungsempfehlungen

Die Rücklösung des Phosphats aus der Modell KS-Asche soll mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (0,5 mol/L) simuliert werden. Wie viel zurückgelöst wird, ist zum einen von der Homogenisierung (Schütteln) und der Probenentnahme aus dem Behälter, zum anderen von der Säuremenge und dem pH-Wert abhängig. Daher muss auf alle Fälle durch den MColortest oder Pocket Colorimeter II die Güte der Rücklösung bestimmt werden. Das Ergebnis muss am Ende durch den **Faktor 2 geteilt** werden, da 200 ml Lösung zu Beginn eingesetzt wurde!

## Stammlösungen und Testlösungen

Um eine möglichst hohe Löslichkeit zu gewährleisten, empfehlen wir Kaliumhydrogenphosphat zu nutzen.

### Material/Chemikalien

- Destilliertes Wasser
- Wasserfreies Kaliumdihydrogenphosphat (CAS 7778-77-0)

### Geräte

- Becherglas
- Rührstab
- Aufbewahrungbehälter

### Anleitung:

Einen Liter destilliertes Wasser in ein Becherglas geben. Die entsprechende Menge Salz abwiegen (siehe Tabelle) und in das Becherglas geben. Rühren, bis eine klare Lösung entsteht.

Lösung	Genutzt für	Einwaage	Konzentration (Phosphat)
1	MColortest™	0,00143 g	1 mg/L
2	MColortest™	0,00286 g	2 mg/L
3	MColortest™	0,00715 g	5 mg/L
4	MColortest™	0,01073 g	7,5 mg/L
5	Verfahren	1,43 g	1000 mg/L
6	Verdünnung	0,143 g	100 mg/L

Bei einer nicht ausreichend genauen Waage kann Lösung 6 verdünnt werden.

Lösung	Genutzt für	Menge von Lsg. 6	Konzentration (Phosphat)
1	MColortest™	100 µl	1 mg/L
2	MColortest™	250 µl	2 mg/L
3	MColortest™	500 µl	5 mg/L
4	MColortest™	750 µl	7,5 mg/L

### Aufbewahrung:

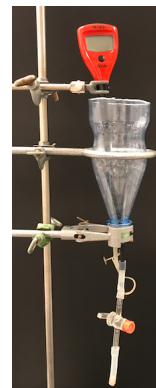
Die Lösungen können an dunklen Plätzen problemlos gelagert werden. Eine Lagerung im Kühlschrank ist möglich, aber nicht nötig.

## PEARL Reactor

Im Folgenden soll gezeigt werden, wie ein PEARL Reaktor gebaut werden kann. Folgendes Material wird benötigt:

- Gestängematerial
- Eine leere Wasserfalsche mit Drehverschluss (Plastik (PET), relativ fest)
- Messer und Nadel sowie Bunsenbrenner oder Feuerzeug
- Parafilm
- Heißklebepistole
- Modelliermasse oder Knete
- 2-Wege-Hahn
- Eine Kanüle
- Verschiedene flexiblere Schläuche und Röhrchen
- Temporärer Verschluss des Schlauches (bspw. eine Schlauchklemme)

Ein vollständiger Reaktor:



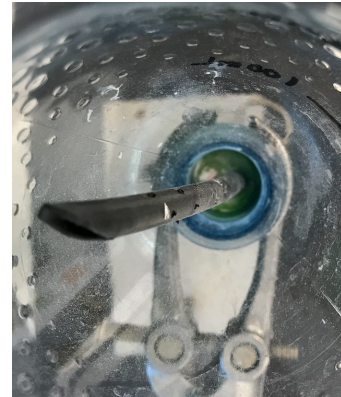
Zunächst muss die Wasserflasche ungefähr halbiert werden. Hierfür kann ein Messer erhitzt werden (Bunsenbrenner oder Feuerzeug) und damit die Flasche durchgeschnitten werden. Wir nutzen eine 1L Flasche gängiger Marken.



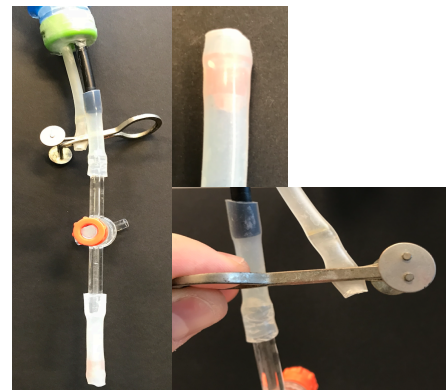
Nun müssen zwei Löcher in den Drehverschluss gebohrt werden, hierfür kann wieder ein erhitztes Messer dienen. Wichtig ist, dass die Löcher nicht zu groß werden und bestenfalls den Schlauch gerade eben so durchlassen.



Nun muss ein Schlauch (möglichst steif und fest) mit einer heißen Nadel perforiert werden – hierdurch strömen später die Fällmittel. Der Schlauch wird nun durch ein Loch geschoben, sodass er ungefähr halb in den Reaktor ragt. Durch das zweite Loch wird ein flexiblerer Schlauch geführt – der spätere Ablass. Nun müssen beide Schläuche mit Hilfe der Heißklebepistole fixiert werden. Das Ziel ist eine Wasserdichtigkeit zu erreichen. Knete kann optional verwendet werden. Es empfiehlt sich das geschlossene System beim Zusammenschrauben mit Parafilm zusätzlich abzudichten.



Auf den perforierten, festen Schlauch wird ein flexiblerer gesteckt, an dem der 2-Wege-Hahn befestigt wird. Am Ende des 2-Wege-Hahns wird wieder ein flexibler Schlauch befestigt. In diesen wird eine Kanüle mit abgebrochener Nadel geführt. So können die Spritzen später optimal aufgesteckt werden. Um den Auslass zu verschließen, nutzen wir eine Schlauchklemme.



Wichtig ist, dass die Wasserdichtigkeit auch nach einigen Tagen noch einmal geprüft wird.



## Übersicht Geräte und Chemikalien für Versuche

### Abteilung 1: Quantitative Analyse

Nummer	Menge	Chemikalien	Konz.	Entsorgung	Menge	Geräte
<b>17-01</b>	je 100 g	Erbsen, Linsen, Bohnen, Mais in verschiedenen Sorten, getrocknet und fein gemahlen  dest. Wasser		Hausmüll	1 4 1 1 4 1 1 2 1 1	Water Quality Test Strips Phosphate, Hach Reagenzgläser im Reagenzglasständer Edding oder Stift Kleine Löffelspatel Trichter mit passendem Filterpapier Messzylinder 10 ml Pipetten (Einweg, 2 ml) Entsorgungsgefäß Ggf. Trichter
<b>17-02</b>	je 100 ml 20 ml 25 g	Phosphatlösung 1-4 <b>PO<sub>4</sub> – 1 Lösung</b> (schwefelsaure Ammonium-Molybdat- Lösung) <b>PO<sub>4</sub> – 2 Pulver</b> (Ascorbinsäure) dest. Wasser	1; 2,5; 5; 7,5 mg PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> /L	Sammelgefäß für org. Flüssigkeiten	4 1 1 1 4 1	Pipetten (Einweg) MColorTest von Merck/VWR <b>oder ersatzweise</b> Farbskala Löffelspatel (sehr klein) / Mikrolöffel Schraubgläser Pipette (Einweg)
<b>17-03</b>	50 ml 50 ml 25 ml 25 ml	Je Durchgang: Natronlauge (0,3 mol/L) Phosphorsäure (0,1 mol/L) Indikator 1: Bromkresolgrün Indikator 2: Thymolphthalein		Ausguss	div. 1+1 1 1+1 2 1	Stativ und Stativmaterial Magnetrührer + Rührfisch Bürette (25ml) Becherglas (1x 400 ml, 1x 250 ml) Trichter Messzylinder (50mL)

					2	Pipetten (je 1 für die Indikatoren)
					1	pH-Meter von HANNA oder pH-Elektrode
						pH-Papier oder pH-Sticks
					1	Stoppuhr
					1	Edding oder Stift

## Abteilung 2: Qualitative Analyse

Nummer	Menge	Chemikalien	Konz.	Entsorgung	Menge	Geräte
<b>S 18-01</b>	100 ml	KlärschlammLösung (c=1g PO <sub>4</sub> /l, 0,5% Feststoff oder entsprechende Phosphatlösung		Sammelgefäß für Schwer-	3	Reagenzgläser mit Stopfen
					1	Reagenzglasständer
	Spatelbsp.	Eisen-III-sulfat (Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> )		metalle	1	Ggf. Trichter
	Spatelbsp.	Eisen-III-chlorid (FeCl <sub>3</sub> )			1	Messzylinder (für 10ml)
	Spatelbsp.	Aluminiumchlorid (AlCl <sub>3</sub> )			3	Spatel
		Dest. Wasser			1	Edding
<b>S 18-02</b>					1	Müllbehälter
	10 g	Bodenprobe (Pflanzerde oder Gartenerde) angereichert mit Phosphat!!!	1 g /kg	Abfall	1	Messzylinder (50ml)
					1	Becherglas (150ml)
	50 ml	Kaliumchloridlösung [4 g auf 0,5 L dest. Wasser]	0,125 M		1	Erlenmeyerkolben mit Stopfen (300ml)
					1	Reagenzglasständer
					1	hitzebeständiges Reagenzglas
	5 Tropfen	Molybdat-Vanadat-Reagenz		Sammelgefäß für org. Flüssigkeiten	1	RG Klammer
					1	Pipette
					1	Löffelspatel
					1	Trichter mit Filterpapier
	1 ml	Salpetersäure	2 M		1	Waage

		Destilliertes Wasser			1	Müllgefäß
					1	Optional Bunsenbrenner mit Feuerzeug
<b>S 18-03</b>	1 Teel.	Kartoffelasche, vorbereitet		Evtl. mit Phosphat anreichern!!	1	Reagenzgläser
	20 ml	Schwefelsäure (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	0,5 M		1	Reagenzglasständer
	10 Tropfen	Silbernitrat	0,1 M	Sammelgefäß für org. Flüssigkeiten	2	Bechergläser (50ml)
					1	Messzylinder (20ml)
	10 Tropfen	Salpetersäure	2 M		1	Teelöffel,
					1	Trichter mit Faltenfilter,
					1	Glasstab
					2	Pipetten

### Abteilung 3: Pflanzenwachstum

Nummer	Menge	Chemikalien	Konz.	Entsorgung	Menge	Geräte
<b>19-01</b>	3 g (1 Tüte) 100 ml 100 ml	Kresse Samen (auf Keimfähigkeit achten!) (SUPER)-Phosphatdünger evtl. Recyclat Struvit oder Ca <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> als Düngerlsg. Leitungswasser	18% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>		2 (3) 1 2 (3) 1 1 1	Petrischalen 10 cm Edding Papiertücher/Tempotaschentücher/ZEWA o.ä. Messzylinder 50 ml Waage 0,1 g Spatel,
<b>19-02</b>	Je 2 pro Topf	Bohnen Samen (auf Keimfähigkeit achten!) (SUPER)-Phosphatdünger evtl. Recyclat Struvit oder Ca <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> als Düngerlsg. Leitungswasser	18% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>		1 div. 1 1 div.	Waage 0,1 g Pflanztöpfchen, Jogurtbecher Messzylinder 50ml Großer Löffel Pipetten

<b>S 19-03</b>  <b>EGG-RACE</b>	Pro Gruppe 200 ml	Klärschlammlösung (3% Modell-KS pro 1 L Wasser)	1000 ml + 30 g		Offenen, diversere Materialien denkbar	Heizplatte, Nudelpresse, Nutsche, Saugflasche + Büchnertrichter, Wasserstrahlpumpe; Sieb2 Trichter und Filterpapiere; Kaffeeaufbereiter, Becherglas (300ml) für Probe; 2 Bechergläser (400ml und 150ml) Stoppuhr & Edding, Rührfisch
---------------------------------------	----------------------	--	-------------------	--	---	--

#### Abteilung 4: Verfahren

##### *Budenheimer CO<sub>2</sub>-Verfahren*

Nummer	Menge	Chemikalien	Konz.	Entsorgung	Menge	Geräte
<b>20-01</b>  <b>SCHWER</b>	1 Liter  50 ml	Klärschlammlösung mit 0,5 % Modell- Klärschlamm Kalkwasser Natronlauge	(c = 1 g PO <sub>4</sub> /L) + 5 g KS gesättigt 1 M		1 1 1 1 1 div. 1 1 div. 1 1 1 1 1 Opt.	<b>SodaMaxx</b> mit Flasche MColortest von VWR Feinwaage Magnetrührer mit Rührfisch + Angel pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-Sonde Becherglas (1x100ml, 2x250ml, 1x600ml) Messkolben mit Stopfen (100 ml) Messzylinder 50 ml Pipetten Pinzette Spatel Trichter mit Filterpapier (Faltenfilter) Nudelpresse mit Filterpapier Nutsche, Saugflasche, Wasserstrahlpumpe
<b>20-01</b>  <b>LEICHT</b>	1 Liter  50 ml	Phosphatlösung  Kalkwasser Natronlauge	(c = 1 g PO <sub>4</sub> /L) gesättigt 1 M		1 1 1 1	<b>SodaMaxx</b> mit Flasche MColortest von VWR Magnetrührer mit Rührfisch + Angel pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-Sonde

				div.	Becherglas (1x100ml, 2x250ml)
				1	Messkolben mit Stopfen
				1	Messzylinder 50 ml
				div.	Pipetten
				1	Spatel
				1	Trichter mit Filterpapier (Faltenfilter)

### Stuttgarter Verfahren

Nummer	Menge	Chemikalien	Konz.	Entsorgung	Menge	Geräte
<b>20-02</b>	1 Liter	KlärschlammLösung mit 0,5 % Modell- Klärschlamm	(c = 1 g PO <sub>4</sub> /L) + 5 g KS		1	MColortest von VWR
<b>SCHWER</b>		Natronlauge	1 M		1	Feinwaage
		Schwefelsäure	0,5 M		1	pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-Sonde
		Zitronensäure	0,1 M		1	Magnetrührer mit Rührfisch + Angel
		<b>Fällmittel 1:</b> Magnesiumchlorid	2,6g/100 ml		1	Messkolben mit Stopfen (100 ml)
		<b>Fällmittel 2:</b> Ammoniumchlorid + (NH <sub>4</sub> )H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	2,5g/100 ml 0,66 mg/100 ml		1	Messzylinder 50 ml
					div.	Becherglas (1x100ml, 2x600ml)
					1	Trichter mit Filterpapier (Faltenfilter)
					1	Nudelpresse mit Filterpapier
					1	Pinzette
					1	Spatel
					div.	Pipetten
					optional	Wasserstrahlpumpe, Nutsche, Aufsatz +Filter
<b>20-02</b>	1 Liter	Phosphatlösung	(c = 1 g PO <sub>4</sub> /L)		1	MColortest von VWR

<b>LEICHT</b>		Natronlauge	1 M		1	pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-
		Schwefelsäure	0,5 M		1	Sonde Magnetrührer mit Rührfisch + Angel
		<b>Fällmittel 1:</b>			1	Messkolben mit Stopfen
		Magnesiumchlorid	2,6g/100 ml		1	Messzylinder 50 ml
		<b>Fällmittel 2:</b>			div.	Becherglas (1x100ml, 2x600ml)
		Ammoniumchlorid	2,5g/100 ml		1	Trichter mit Filterpapier (Faltenfilter)
		+ (NH <sub>4</sub> )H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	0,66 mg/100 ml		1	Pinzette
					1	Spatel
					div.	Pipetten

### PEARL-Prozess

Nummer	Menge	Chemikalien	Konz.	Entsorgung	Menge	Geräte
<b>20-03</b>  <b>SCHWER</b>	1 Liter	Klärschlammlösung	(c = 1 g PO <sub>4</sub> /L)		1	MColortest von VWR
		mit 0,5 % Modell-	+ 5 g KS		1	Feinwaage
		Klärschlamm			1	pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-
					1	Sonde
		Natronlauge	1 M		1	Magnetrührer mit Rührfisch + Angel
		Schwefelsäure	0,5 M		1	Nudelpresse mit Filterpapier
					1	Stativ mit Klemmen & Muffen
					1	Reaktionsreaktor aus Plastik 500 ml mit Ventil
						und Schläuchen
					1	Messkolben mit Stopfen
					div.	Becherglas (1x100ml, 2x600ml)

		<b>Fällmittel 1:</b> Magnesiumchlorid 2,6g/100 ml  <b>Fällmittel 2:</b> Ammoniumchlorid + (NH <sub>4</sub> )H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> 2,5g/100 ml 0,66 mg/100 ml			1 Trichter mit Filterpapier (Faltenfilter) 2 Spritzen 5 oder 10 ml  1 Spatel, Pinzette, Glasstab div. Pipetten  optional Wasserstrahlpumpe, Nutsche, Aufsatz +Filter
<b>20-03</b>  <b>LEICHT</b>	1 Liter	Phosphatlösung  Natronlauge Schwefelsäure  <b>Fällmittel 1:</b> Magnesiumchlorid 2,6g/100 ml  <b>Fällmittel 2:</b> Ammoniumchlorid + (NH <sub>4</sub> )H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> 2,5g/100 ml 0,66 mg/100 ml	(c = 1 g PO <sub>4</sub> /L)  1 M 0,5 M		1 MColortest von VWR 1 pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-Sonde 1 Stativ mit Klemmen & Muffen 1 Reaktionsreaktor aus Plastik 500 ml mit Ventil und Schläuchen 1 Messkolben mit Stopfen div. Becherglas (1x100ml, 2x600ml) Je 1 Spatel, Pinzette, Glasstab div. Pipetten  1 Trichter mit Filterpapier (Faltenfilter) 2 Spritzen 5 oder 10 ml

### LEACHPHOS-Verfahren

Nummer	Menge	Chemikalien	Konz.	Entsorgung	Menge	Geräte
20-04	10 g	Modell-Klärschlamm-Asche		Abfall	1	MColortest von VWR
					1	Feinwaage


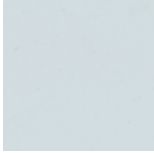
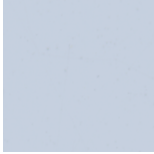
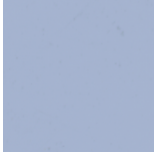
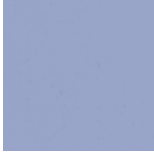





	200 ml	Lösung 1	(c = 1 g PO <sub>4</sub> /L)	Ausguss	1	pH-Meter mit Elektrode oder HANNA pH-Sonde
	Ca. 10 ml	Natronlauge Schwefelsäure	1 M 0,5 M		1	Magnetrührer mit Rührfisch + Angel
	10-15 ml	Kalkwasser	gesättigt		1	Messkolben mit Stopfen
					1	Messzylinder 100 ml
					div.	Becherglas (1x100ml, 2x600ml)
					1	Trichter mit Filterpapier (Faltenfilter)
					Je 1	Großer Löffel, Glasstab
					div.	Pipetten
					optional	Wasserstrahlpumpe, Nutsche, Aufsatz +Filter

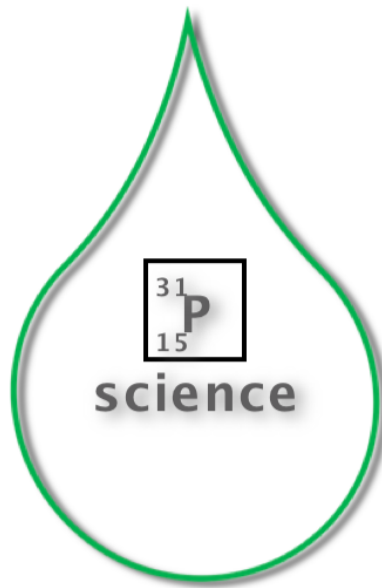


## Phosphatanalyse Tool

Wir haben versucht, einen eigenen Colortest zu entwickeln. Dieser erreicht nicht die Präzision des MColortests™ ist jedoch deutlich billiger. Die folgende Tabelle kann auf eine Folie gedruckt (farbig!) werden und fungiert mit Einschränkung als Kolorimeter in Verbindung mit den bekannten Chemikalien.

### Phosphatgehalt in mg/l

	<b>0</b>
	<b>0,2</b>
	<b>0,4</b>
	<b>0,6</b>
	<b>0,8</b>
	<b>1</b>
	<b>1,5</b>
	<b>2</b>
	<b>2,5</b>
	<b>3,0</b>



FreiEx  NanoBioLab

gefördert durch



Deutsche  
Bundesstiftung Umwelt

[www.dbu.de](http://www.dbu.de)