

Reagenzienfreie Messung von CSB und Nitrat durch optische Verfahren

EIN LANGZEITTEST AUF DER KOMMUNALEN KLÄRANLAGE IN PEISSENBERG

Die Kläranlage in Peißenberg ermöglichte Xylem die Durchführung eines Langzeittests über einen Zeitraum von ca. sechs Wochen, der reagenzienfreien Messung von CSB und Nitrat. Zusätzlich unterstützte das Kläranlagenpersonal sowohl die Probenahme als auch die Messungen im Labor.

Zwei unterschiedliche reagenzienfreie Messverfahren von Xylem wurden getestet: Zum einen ein IQ SENSOR NET-Spektralsensor, zum anderen die neue optische reagenzienfreie Photometrie (OptRF) mit dem photoLab® 7600 UV-VIS.

Diese beiden Verfahren wurden mit Laborergebnissen aus photometrischen Küvettentests verglichen. Ziel war es, zu beurteilen, wie gut die Ergebnisse der optischen reagenzienfreien Methoden unter dynamischen Bedingungen mit denen der Küvettentests übereinstimmen.

Die Kläranlage in Peißenberg ist eine kommunale Kläranlage mit einem Bemessungswert von 27.000 EW und geringem industriellen Einfluss. Im Jahr 1974 ging die Kläranlage in Betrieb, in den 80er Jahren erfolgte eine Erweiterung um eine dritte Reinigungsstufe und im Jahr 2007 wurde eine Anlagenerweiterung mit umfangreichen Sanierungsmaßnahmen abgeschlossen.



Testausstattung

Für die Online-Messung wurde der UV-VIS-Spektralsensor NiCaVis® 705 IQ mit integrierter Ultraschallreinigung und einer zusätzlichen Druckluftreinigung eingesetzt. Der Sensor konnte aufgrund von baulichen Gegebenheiten nicht direkt im Auslauf montiert werden. Die Installation erfolgte deshalb im Nachklärbecken (Abbildung 1, 2). Dies vereinfachte die häufigen Probennahmen für die Labormessungen. Die beiden Laborverfahren – die optische reagenzienfreie Messung (OptRF) und Küvettentestsätze – wurden mit dem Spektralphotometer photoLab® 7600 UV-VIS durchgeführt (Abbildung 3). Für die Konzentrationsbestimmung mit Küvettentests kamen der CSB-Testsatz 14560 (4,0–40,0 mg/l CSB) sowie der Nitrat-Testsatz N2/25 (0,5–25,0 mg/l NO₃-N) der Marke WTW zum Einsatz. Zur analytischen Qualitätssicherung erfolgten zusätzlich Messungen mit einem CSB-Standard von 20 mg/l (Combi-Check 50, 14695).

Durchführung und Messergebnisse

Die Testphase startete Anfang November 2015 zu einer Zeit, in der jahreszeitlich bedingt mit Dynamik von Nitrat und CSB am Auslauf der Kläranlage zu rechnen war. Die kontinuierlichen Messdaten des Spektralsensors wurden intern auf dem IQ SENSOR NET-Controller 2020 gespeichert. Die Datenübertragung auf einen Computer für die weitere Auswertung erfolgte mittels USB-Stick. Für die Labormessungen wurde mit einem Wasserschöpfer an fast jedem (Werk-)Tag direkt am Sensor eine Stichprobe genommen, um sicherzustellen, dass die Messergebnisse der Laborverfahren und des Online-Sensors direkt vergleichbar waren. Die photometrische Messung der CSB- und Nitratkonzentrationen über die reagenzienfreien OptRF-Labormethoden erfolgte unmittelbar nach der Probennahme. Die Proben für die photometrische Referenz mit Küvettentests wurden zur Konservierung zunächst im Kühlschrank gelagert und ein bis zwei Mal pro Woche gemäß Analysenvorschrift mit photoLab® 7600 UV-VIS bestimmt. Es erfolgte je eine Doppelbestimmung sowie eine Bestimmung mit Kontrollstandard, um mögliche Messwertausreißer erkennen und gegebenenfalls eliminieren zu können. Tabelle 1 zeigt einen Auszug der Excel-Tabelle mit Messergebnissen aus den drei Messverfahren: Neben dem Datum wurde auch die Uhrzeit der Stichprobenahme notiert, um die Labordaten mit den Online-Daten in einer Graphik darstellen zu können.

Küvettentestsätze sind als Eigenkontrollverfahren zugelassen und stellen somit die zentrale Referenzmessung für die reagenzienfreien Messmethoden dar. Die Übereinstimmung (Korrelation) der Nitrat- und CSB-Messungen mit Sensor und OptRF-Methoden im Vergleich zu den Küvettentestsätzen waren sehr gut (Abbildungen 4 und 5).

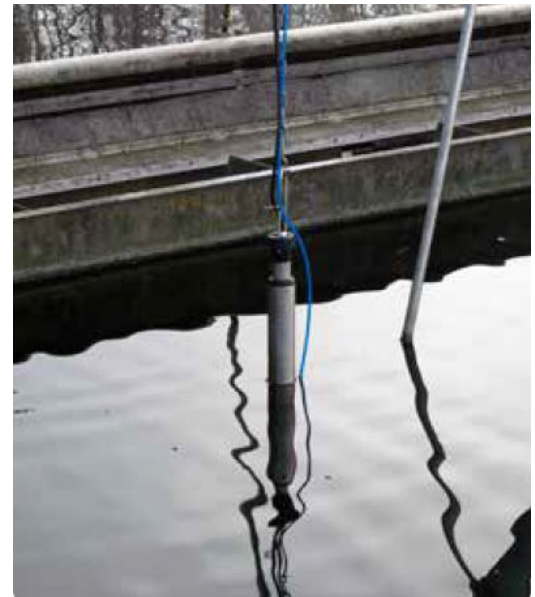
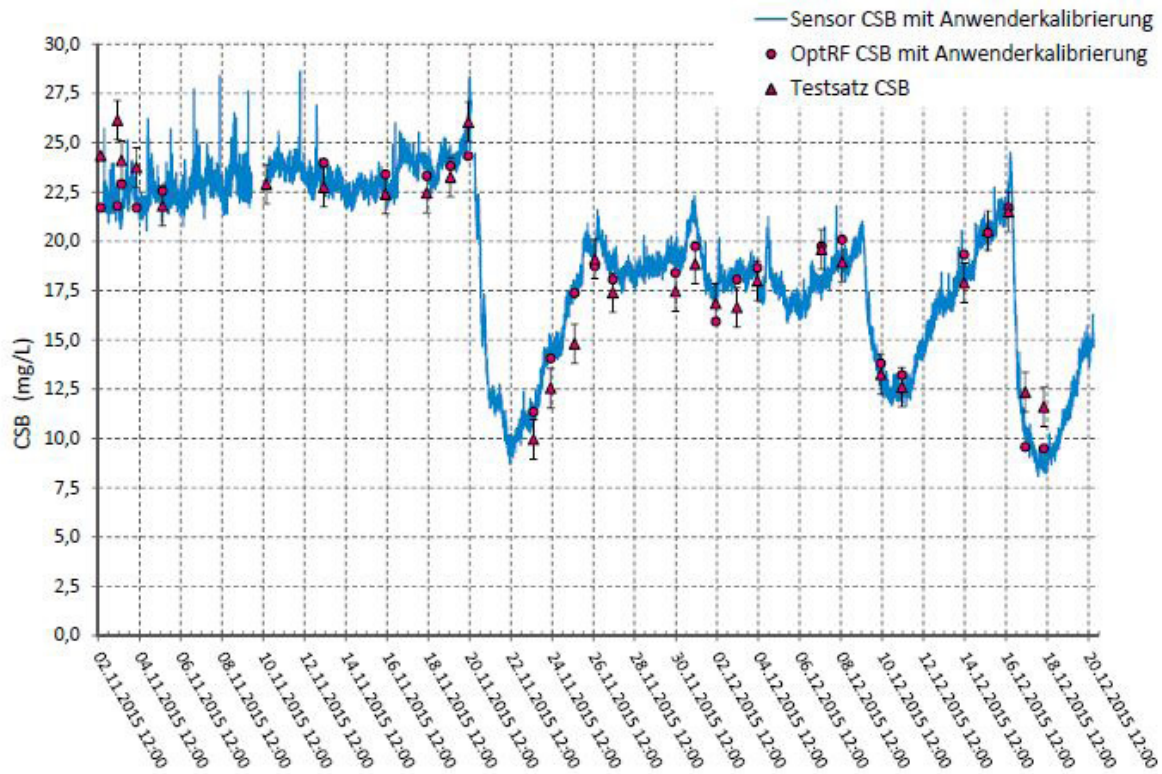


Abb. 1-2: Installation des Sensors NiCaVis® 705 IQ im Nachklärbecken der Kläranlage in Peißenberg

Tabelle 1: Auszug der Ergebnisse mit dem photometrischen OptRF-Verfahren, der Bestimmung mit Küvettentests und dem Spektralsensor NiCaVis® 705 IQ

Datum, Zeit	OptRF-Werte (mg/L)		Laborreferenzwerte (mg/L)		Sensor-Werte (mg/L)	
	CSB	NO ₃ -N	CSB-Mittelwerte	NO ₃ -N-Mittelwerte	CSB	NO ₃ -N
02.11.2015 14:53	27,0	3,03	24,4	2,50	22,4	3,20
03.11.2015 10:20	27,1	2,55	26,2	2,50	24,4	2,79
03.11.2015 15:07	28,4	2,78	24,1	2,40	22,9	2,90
04.11.2015 08:32	27,0	3,12	23,8	3,30	23,7	3,60
05.11.2015 14:40	28,0	2,83	21,8	2,70	23,0	3,10

Kläranlage Peißenberg: CSB-Vergleichsmessung



Kläranlage Peißenberg: NO₃-Vergleichsmessung

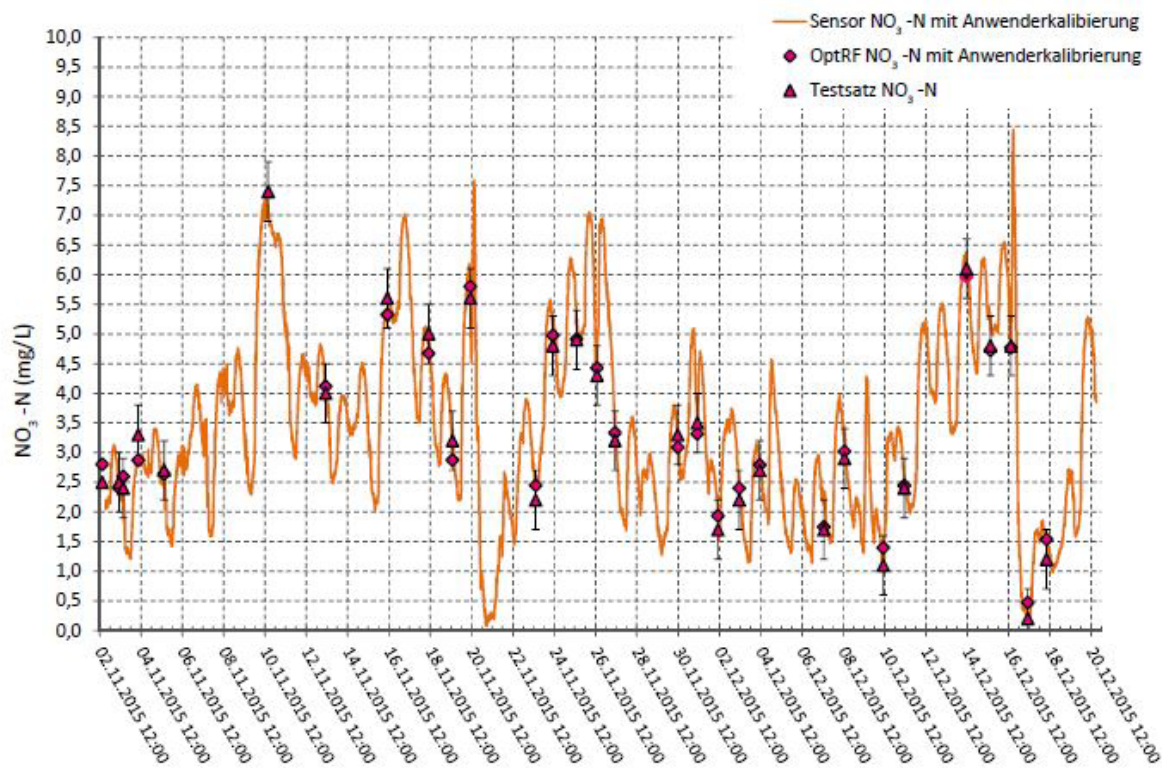


Abb. 4: CSB-Vergleichsmessung der drei Messverfahren nach einer Zweipunkt-Anwenderkalibrierung der reagenzienfreien Methoden
 Abb. 5: Nitrat-Vergleichsmessung der drei Messverfahren nach einer Zweipunkt-Anwenderkalibrierung der reagenzienfreien Methoden mit Küvettestests und dem Spektroskop NiCaVis® 705 IQ

Zweipunkt-Anwenderkalibrierung für beste Messgenauigkeit

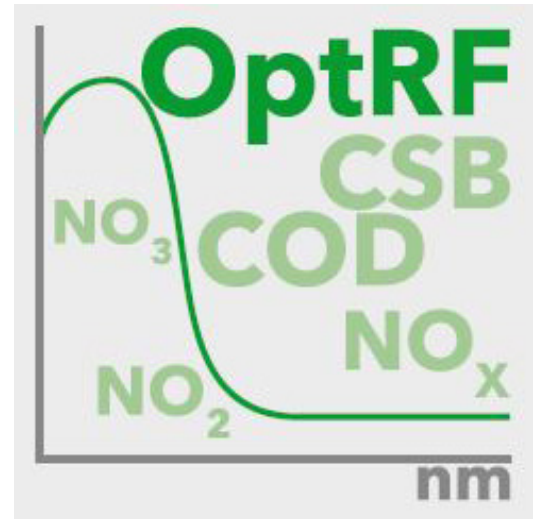
Zur Optimierung der Messwertgenauigkeit für die Kläranlage in Peißenberg erfolgte eine Zweipunkt-Anwenderkalibrierung des Online-Sensors sowie der photometrischen OptRF-Methoden. Dazu wurden aus dem unteren und dem oberen Messbereich jeweils ein Messwert der optischen reagenzienfreien Methoden sowie der dazugehörige Messwert der Küvettestsätze ausgesucht. Diese Werte wurden als sogenannte Wertepaare in den Sensor bzw. das Photometer eingegeben. So können die optischen reagenzienfreien Methoden optimal an die jeweilige Kläranlagenumgebung angepasst und damit bestmögliche Ergebnisse erzielt werden.

Fazit: Optische Verfahren bieten hohe Messwertsicherheit

Die ermittelten Messergebnisse zeigen eine sehr gute Übereinstimmung der unterschiedlichen Messverfahren für Online und Labor: Sowohl die CSB- (Abb. 4) als auch die Nitratkonzentrationen (Abb. 5) wurden zuverlässig und zufriedenstellend sowohl mit dem Sensor als auch mit den innovativen OptRF-Methoden von photoLab® 7600 UV-VIS gemessen. Gerade bei der CSB-Bestimmung mit Küvettestätzen und den dabei auftretenden Toleranzen zeigen die reagenzienfrei bestimmten CSB-Werte im Vergleich ähnliche Schwankungen und sind deshalb vergleichbar gut. Durch eine Anwenderkalibrierung gegenüber der Werkseinstellung konnte bei den beiden reagenzienfreien Verfahren die Messwertgenauigkeit nochmals optimiert werden. Auch die hohe Dynamik, teilweise verursacht durch starke Regenereignisse, wurde von den beiden reagenzienfreien Methoden gut abgebildet.



Abb. 3: Photometer photoLab® 7600 UV-VIS zur Messung der optischen reagenzienfreien (OptRF) Methoden im Labor der Kläranlage Peißenberg



Unter diesem Symbol wird die optische reagenzienfreie Messung auf dem Bildschirm des photo-Lab® 7600 UV-VIS angewählt.

Haben Sie weitere Fragen?
Bitte wenden Sie sich an unser
Customer Care Center:

Xylem Analytics Germany Sales
GmbH & Co. KG, WTW
Am Achalaich 11
82362 Weilheim, Deutschland
Tel +49 881 1830
Fax +49 881 183-420
Info.WTW@xylem.com