

An die

Forschungsabteilung Verfahrensentwicklung

- im Hause | Abteilung V17/05 -

Betreff: Phosphatrückgewinnung mit dem LEACHPHOS-Verfahren

Liebe Kolleginnen und Kollegen,

P-Science hat den Auftrag erhalten, technische Verfahren zu entwickeln, um Phosphate zurückzugewinnen. Grundlage aller Verfahren ist sind drei Schritte:

1. Leaching: Der pH-Wert wird gesenkt, um Phosphat aus dem Feststoff zu lösen.
2. Filtration: Durch Abtrennen des Feststoffs wird das Filtrat gewonnen.
3. Kristallisation: Durch Fällmittel und pH-Wert-Erhöhung fällt als ein Phosphatsalz aus.

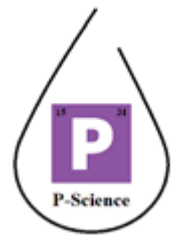
Unsere Forschungsabteilung hat bereits Ideen gesammelt und gibt Ihnen eine vielversprechende Anleitung, die Sie der E-Mail entnehmen können. Sie sollen den LEACHPHOS-Prozess nachempfinden und aus einer Klärschlammasche Phosphat zurückgewinnen.

Kontrollieren Sie während des Verfahrens den pH-Wert und geben Sie an, wie viel Phosphat Sie zurückgewinnen können. Ordnen Sie die drei Schritte den Abläufen zu, die Sie erledigen. Vergleichen Sie Ihre Ergebnisse mit denen aus anderen Verfahren!

Wir wünschen gutes Gelingen.

gez. T. Phos

PS: Sammeln Sie bitte die Abfälle in dem bereitgestellten Behälter.



An: analytik@zukunft.de

Betreff: Abt. V17/05 P-Rückgewinnung mit dem LEACHPHOS Verfahren

Liebe Kolleginnen und Kollegen,

tragen Sie für diesen Versuch bitte **Schutzbrille, Schutzhandschuhen** und **Laborkittel**.

Hier die Materialien- und Chemikalienliste:

Becherglas (2x200 ml)	Messzylinder (100 ml)
Heizplatte mit Rührfisch	großer Löffel, Glasstab
Plastikpipetten (1 ml, 3 ml)	Feinwaage, pH-Meter, Wasserstrahlpumpe
Trichter, Faltenfilter (10 cm, schnell)	Büchnertrichter mit Aufsatz, Filter, Pinzette
Modell-Klärschlammasche (10 g, $c(\text{PO}_4^{3-}) = 40 \text{ g/kg}$)	H_2SO_4 (0,5 M)
NaOH (1M)	Ca(OH) ₂ -Lösung (gesättigt)

Lesen Sie sich die Anleitung genau durch:

a) Rücklösung des Phosphats mittels Schwefelsäure

- Geben Sie 10 g der Klärschlammasche ($c(\text{PO}_4^{3-}) = 40\text{g/kg}$) in ein Becherglas. Geben Sie 120ml Wasser hinzu. Stellen Sie das Becherglas auf eine Heizplatte und rühren Sie mit Hilfe des Rührfischs.
- Geben Sie so lange Schwefelsäure (0,5 M) in kleinen Mengen hinzu, bis sich ein pH-Wert von 3,5 eingestellt hat. Rührfisch und pH-Sonde dürfen sich nicht berühren!

b) Filtration: Abtrennung von Restasche und gelösten Salzen

- Rühren Sie das Filtrat weiter auf dem Magnetrührer Geben Sie die Klärschlammasche-Lösung in einen Faltenfilter und fangen Sie das Filtrat in einem Becherglas auf.
- Der Faltenfilter mit der Klärschlammasche kann im Restmüll entsorgt werden.
- Stellen Sie mit NaOH (1M) ein pH von 7 ein. Da dabei Natriumsulfat ausfällt, das die Ergebnisse verfälschen würde, muss die Lösung erneut in einen Faltenfilter gegeben und abfiltriert werden. Der Filter kann ebenfalls im Restmüll entsorgt werden.

c) Fällung des Phosphats

- Um die Fällung einzuleiten, geben Sie 100ml des feststoff-freien Filtrats in ein großes Becherglas und messen den pH-Wert nun ständig. Rühren Sie dabei mit Hilfe der Heizplatte und einem Rührfisch. Achten Sie darauf, dass sich pH-Sonde und Rührfisch nicht berühren.
- Stellen Sie durch Zugabe von ca. 0,5ml Natronlauge (0,1 M) einen pH-Wert von 7 ein. Erhöhen Sie anschließend den pH-Wert durch Zugabe von Kalkwasser auf einen pH-Wert von über 9.
- Wenn die Lösung sich milchig trüb färbt, stellen Sie die Heizplatte aus und warten, bis sich der feinkristalline weiße Feststoff abgesetzt hat.

- Den größten Teil der überstehenden Flüssigkeit (ca. 90 ml) können Sie in ein sauberes Becherglas gießen. Versetzen Sie diese Flüssigkeit erneut mit 5 ml Kalkwasser und warten Sie erneut, bis sich der feinkristalline weiße Feststoff abgesetzt hat.
- Wiegen Sie zunächst ein leeres Filterpapier und notieren Sie das Gewicht. Nutzen Sie einen Büchner Trichter, um den feuchten kristallinen Feststoff weiter zu trocknen. Dabei nehmen Sie bitte das zuvor gewogene Filterpapier. Trocknen und wiegen Sie abschließend das Filterpapier mit dem kristallinen Feststoff. Es handelt sich um Calciumphosphat ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$).

d) Quantifizierung des Phosphats

- Die Ausbeute an Calciumphosphat wird bestimmt, indem das Gewicht des leeren Filterpapiers abgezogen wird.
- Vereinfacht wird die Ausbeute an Phosphat bestimmt, indem die Ausbeute von Calciumphosphat mit dem Faktor 0,62 multipliziert wird (Molarer Massenanteil von Phosphat an Calciumphosphat).
- Berechnen Sie die prozentuale Ausbeute.

Protokollieren Sie die pH-Wert-Entwicklung über den gesamten Prozess. Notieren Sie auch Ihre Beobachtungen.

Erläutern Sie die Begriffe: Ansäuern, Fällung, Filtrat, Ausbeute.

Viel Erfolg.



gez. T. Phos

Versuch: Phosphatrückgewinnung mit dem LEACHPHOS-Verfahren

I. Materialien

- Becherglas (2x200 ml)
- Heizplatte mit Rührfisch
- Plastikpipetten (1 ml, 3 ml)
- Trichter, Faltenfilter (10 cm, schnell)
- Messzylinder (100 ml)
- großer Löffel, Glasstab
- Feinwaage, pH-Meter
- Wasserstrahlpumpe
- Büchner Trichter mit Aufsatz, Filter, Pinzette

II. Chemikalien und Sicherheit

Chemikalien	Sicherheit
	Schutzbrille, Schutzhandschuhe, Laborkittel
Modell-Klärschlammasche (10 g, $c(\text{PO}_4^{3-}) = 40 \text{ g/kg}$ Trockenmasse)	-
H_2SO_4 (0,5 M)	H 290 P 234, 390, 406
$\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung (gesättigt)	H 315, 318 P 280, 302+352, 305+351+338
NaOH (1M)	H 290, 314 P 280, 303+361+353, 305+351+338, 310

III. Durchführung

a) Rücklösung des Phosphats mittels Schwefelsäure

1. Einwiegen von 10 g Modell Klärschlammasche ($c(\text{PO}_4^{3-}) = 40\text{g/kg}$) in Becherglas.
2. Aufschlännen der Asche mit 100 ml Wasser.
3. Becherglas auf Rührplatte stellen und Rührfisch ergänzen.
4. Unter langsamem Rühren mit Schwefelsäure (0,5 M) einen pH von 3,5 einstellen.

b) Abtrennung der Restasche und anderer gelöster Salze

1. Die Klärschlammasche-Lösung wird in einen Faltenfilter gegeben und das Filtrat in einem Becherglas aufgefangen.
2. Der Faltenfilter mit der Klärschlammasche wird entsorgt.
3. mit NaOH (1M) ein pH von 7 eingestellt. Da dabei Natriumsulfat ausfällt, das die Ergebnisse verfälschen würde, wird die Lösung erneut in Faltenfilter gegeben und abfiltriert.

c) Fällung des Phosphats

1. Auf dem Magnetrührer werden in einem großen Becherglas 100 ml des feststofffreien Filtrats gerührt.
2. Mit Natronlauge wird erneut ein pH-Wert von 7 eingestellt.
3. Es wird Kalkwasser zugegeben, bis ein pH-Wert von >9 erreicht ist.
4. Bei Trübung der Lösung den Rührer abschalten und warten, bis sich der kristalline weiße Feststoff abgesetzt hat.

5. Den größten Teil des Überstands in ein sauberes Becherglas gießen und erneut mit 5 ml Kalkwasser versetzen. Abwarten, bis sich der kristalline Feststoff abgesetzt hat.
6. Den Büchner Trichter aufbauen und leeres Filterpapier einwiegen und Wert notieren.
7. Die beiden Niederschläge durch den Büchner Trichter auf das Filterpapier ziehen.
8. Das beladene Filterpapier trocknen und erneut wiegen.
9. Das Produkt ist $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

d) Quantifizierung des Phosphats

1. Die Ausbeute an Calciumphosphat wird bestimmt, indem das Gewicht des leeren Filterpapiers abgezogen wird.
2. Vereinfacht (ohne Berücksichtigung von Hydraten) wird die Ausbeute an Phosphat bestimmt, indem die Ausbeute von Calciumphosphat mit dem Faktor 0,62 multipliziert wird (Molarer Massenanteil von Phosphat an Calciumphosphat).

IV. Entsorgung:

Säuren und Basen können im Abguss entsorgt werden.
Die Filtrate als Restmüll entsorgen.

Anmerkungen:

- Um die Filtration mit dem Büchner Trichter zu beschleunigen, wird die Filtration mit Vakuum durch Wasserstrahlpumpe empfohlen.
- Für den Versuch wurde eine Phosphatkonzentration von 4% in der Modellaschen-Trockenmasse gewählt. Die Konzentration ist für „industrielle Klärschlammasche“ realistisch.
- Realistische Ausbeuten dieses Versuchs belaufen sich auf 60-80%
- Anstelle eines trockenen Endprodukts kann auch ein nasses Endprodukt (sowie ein nasser Filter) eingewogen, und pauschal 20% des Gewichts abgezogen werden. Im Kontext der Vergleichbarkeit mit den Ausbeuten der anderen Verfahren ist dies jedoch nicht zu empfehlen, da z.B. Struvit weit mehr Wasser bindet. Es wird daher empfohlen, diese Maßnahme nur bei Zeitmangel zu ergreifen. Alternativ kann das Produkt über Nacht im Abzug stehen gelassen, und das Gewicht in der darauffolgenden Stunde bestimmt werden.