

Extraktion von Filterhilfsmitteln (Kieselgur, Kieselgel, sonstige) in Anlehnung an MEBAK Band IV, Kapitel 1.1.2.6.1

Prinzip

Elemente aus Filterhilfsmitteln werden zur weiterführenden Bestimmung mittels AAS, ICP-OES oder ICP-MS bei pH 4,0 extrahiert.

Geräte und Hilfsmittel

Maßkolben

pH-Meter (Genauigkeit: min. 0,01)

Schraubverschlussröhrchen aus PP, 50 ml

Schraubverschlussröhrchen aus PP, 15 ml

Waage (Genauigkeit: min. 0,01 g)

Vollpipette, 40 ml

Horizontalschüttler (Hublänge: 5 bis 6 cm)

Spritzenvorsatzfilter, 0,45 µm (Celluloseacetat)

Einwegspritze aus PP, 10 ml

Reagenzien

Kaliumhydrogenphthalat, p. a.

Wasser, p. a.

Bemerkung: Verwendete Materialien und Reagenzien müssen zur weiterführenden Spurenelementanalyse geeignet sein.

Durchführung

- Herstellung der benötigten Menge 1%iger Kaliumhydrogenphthalat-Lösung. Den pH-Wert mittels pH-Meter kontrollieren. Sollwert: 4,00, zulässige Abweichung $\pm 0,03$. Vom Einsatz käuflicher, fertiger Pufferlösung wird abgeraten
- das zu untersuchende Filterhilfsmittel wird durch mehrmaliges Umschäufeln im Rahmen eines Probenteilungsprozesses

homogenisiert. Die Gesamtprobenmenge wird hierbei mindestens fünfmal mittels „alternierendem Schaufeln“ geteilt und anschließend wieder zu einem Kegel zusammengeführt

- 1,0 g ($\pm 0,01$ g) der homogenisierten Probe in ein 50-ml-Schraubverschlussröhrchen einwiegen
- mit 40 ml 1%iger Kaliumhydrogenphthalat-Lösung versetzen und die verschlossenen Behältnisse so auf einer Schüttelmaschine einspannen, dass der Inhalt gut durchmischt wird (horizontal, Richtung entlang der Längsachse der Behältnisse)
- schütteln für 120 min bei Raumtemperatur ($20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$) mit einer Frequenz von 90 Upm (90 Vor- und Rückwärtsbewegungen des Schüttlers)
- anschließend zehn Minuten sedimentieren lassen und 10 ml des Überstands durch einen 0,45- μm -Spritzenvorsatzfilter in ein 15-ml-Schraubverschlussröhrchen geben. Sollten sich keine 10 ml filtrieren lassen, eine für die nachgehende Analytik ausreichende Menge filtrieren

Vorbereitung zur Ermittlung des Blindwertes

Der Blindwert der Extraktion und Filtration ist mit zu ermitteln; hierfür sind sämtliche Ausführungsschritte ohne das eingewogene Filterhilfsmittel durchzuführen.

Messung

Die weitere Verarbeitung (z. B. eine Verdünnung) des Extraktes ist abhängig von den spezifischen Eigenschaften des verwendeten Analysengerätes und muss bei der Berechnung der Messergebnisse entsprechende Berücksichtigung finden.

Die ermittelten Blindwerte sind von den Messergebnissen abzuziehen.

Angabe der Ergebnisse

in mg/kg Filterhilfsmittel (bei Werten > 10 mg/kg ohne Dezimale, < 10 mg/kg mit einer Dezimale, < 1 mg/kg mit zwei Dezimalen und $< 0,1$ mg/kg mit drei Dezimalen)