

Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser nach DIN 38 414 - S4

Stand April 2017

Die Herstellung von Eluaten ist notwendig, um die löslichen Anteile eines Elements in einem Material (z.B. Boden) zu bestimmen. Mit diesem Verfahren sollen die Stoffe bestimmt werden, die unter den Bedingungen des Verfahrens in Wasser gelöst werden. Zur Bestimmung der Reproduzierbarkeit sollten Mehrfachbestimmungen jeder Probe durchgeführt werden.

Arbeitsmittel:

- luftgetrocknete Substratproben (Feinboden <2mm)
- Waage (Genauigkeit mind. 0,01 g)
- HDPE-Flaschen 1 l
- Reinstwasser (ThermoScientific „GenPure UV-TOC“)
- Zentrifuge („Multifuge 3L, Fa. Heraeus) samt 50ml-Zentrifugenröhrchen (Fa. Greiner, Material PP)
- Überkopfschüttler (Rotoshake RS12, Fa. Gerhardt)
- konz. HNO₃ (65%) (subboiled oder suprapur)
- Einweg-Spritzen (z.B. 20 ml)
- Membranfilter (Spritzenvorsatzfilter) 0,45 µm (Fa. Sartorius, Minisart, Celluloseacetat, Nr. 16555Q)
- pH-/el. Leitfähigkeit-Messgeräte (pH-Gel-Elektrode statt Elektrode mit KCl-Füllung zur Vermeidung von KCl-Kontamination) samt Kalibrationslösungen (Fa. WTW)
- 15 ml-Röhchen (Fa. Greiner, Material PP)

Vorgehen:

(Alternativ zur angegebenen Menge von 90 g Wasser und 900 g Substrat kann auch mit entsprechend weniger Einwaage bei gleichem Feststoff-zu-Flüssigkeitsverhältnis gearbeitet werden, um bei gleichzeitiger Bearbeitung von mehreren Proben den Zeitaufwand durch mehrere Durchgänge infolge der Belastbarkeitsgrenze des Schüttlers gering zu halten)

1. Von den luftgetrockneten Substratproben werden jeweils zweimal 90 g auf 0,01 g genau eingewogen und in eine 1l-HDPE-Flasche gefüllt.
2. In die HDPE-Flasche werden 900 ml Reinstwasser gefüllt. Für eine Vergleichsprobe (Blindprobe) wird eine Flasche mit ausschließlich 900 ml Reinstwasser gefüllt (ohne Substrat).
3. In allen Flaschen erfolgt die Messung von pH-Wert und elektrischer Leitfähigkeit.
4. Die Flaschen werden über 24 h im Überkopfschüttler bei 10 bis 20 U/min geschüttelt. Die Probe soll in Bewegung bleiben, eine weitere Zerkleinerung und ein Abrieb sollen vermieden werden.
5. Am nächsten Tag werden die Flaschen aus dem Schüttler genommen und für 15 min. Sedimentieren der Suspension ermöglicht.
6. Alle Flaschen werden erneut physikochemisch charakterisiert: Messung von pH, elektrischer Leitfähigkeit.

7. Nun werden 50 ml des Überstandes jeder Flasche vorsichtig in ein 50 ml-Zentrifugenröhrchen überführt.
8. Die Röhrchen werden in der Zentrifuge für 10 min. bei 4000 U/min. zentrifugiert.
9. Der Überstand wird jeweils in ein Becherglas überführt und wie folgt auf zwei 15ml-Röhrchen verteilt:
 - Kationen-Analytik: Probe in Spritze aufziehen und durch 0,45 µm Filtereinheit filtrieren (die ersten Tropfen verwerfen!) sowie 3 Tropfen konz. HNO₃ dazu geben
 - Anionen-Analytik: Probe in Spritze aufziehen und durch 0,45 µm Filtereinheit filtrieren (die ersten Tropfen verwerfen!) (OHNE Zugabe von Säure!)