

Automatisierte Filtration bei der Bestimmung der Ionenumtauschfähigkeit (IUF) von Ton mittels einer Ammoniumchloridmethode

Dietmar Janke und Silke Ubben

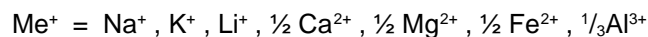
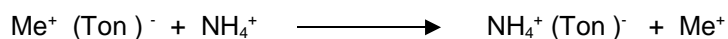
Gilson International BV



1. Einleitung

Ziel der hier beschriebenen Analyse ist die Bestimmung von austauschfähigen Kationen eines Tones (z.B. Betonit) durch vollständiges Ersetzen dieser Kationen durch NH_4^+ -Ionen.

Zu diesem Zweck wird die Tonprobe mit einem großen Überschuss an wässriger NH_4Cl – Lösung behandelt, ausgewaschen und die auf dem Ton verbliebene NH_4^+ - Menge als Stickstoff an einem Elementaranalysengerät bestimmt.



Ein extrem aufwendiger Schritt im Ablauf des gesamten Analyseprozesses ist die Filtration und das Auswaschen des entstehenden Filterkuchens. Bei einer manuellen Filtration einer Ton-suspension über Nutschenfilter wird eine Arbeitskraft pro Tonprobe für 3-4 Stunden gebunden.

Durch die Automatisierung der Filtration mit dem GX-271 Liquid Handler von Gilson soll diese Zeit reduziert werden. Der Anwender wäre nur durch die Bestückung (Suspension, Filter) und das Abräumen des Systems gebunden. Die hier dargestellten Optimierungen und die Verbesserungen der Filtrationsmethode kommen aus den Laboren der Süd-Chemie AG (Moosburg).

2. Material und Methode

Tonprobe 3g
 NH₄Cl – Lösung
 Salzsäure 1:2
 GX-271
 Orbital Shaker
 Filterhalter 47 mm
 Filter 0.45µm, Ø 47 mm



Abbildung 1: 47 mm Filterhalter

3g vorgetrockneter Ton wird vermahlen und quantitativ durch ein 63µm Sieb aufbereitet. Anschließend wird die vermahlene Probe bei 110°C im Trockenschrank getrocknet. Nachfolgend wird die Probe in Spitzkolben als Doppelbestimmung eingewogen. Die Einwaage sollte zwischen 110 mg und 130 mg liegen. Es wird NH₄Cl – Lösung zugegeben und im Rückfluss gekocht. Nach einer Standzeit von mindestens 24 Stunden werden die Kolben aufgeschüttelt und in das Rack des Orbital Shakers auf der Arbeitsoberfläche des GX-271 platziert. Das Filtrationsrack wird mit 100 ml Auffanggefäßen, sowie den vorbereiteten Filterhaltern bestückt.

Der GX-271 Liquid Handler (Dilutors 406) transferiert die im Orbital Shaker suspensierte Tonprobe in den Filterhalter. Das Positive-Pressure-Prinzip wird durch gekürzte 1 ml Kartuschen und den entsprechenden DEC-Caps realisiert. Dieses Tandem passt zu den Lueranschlüssen der Filterhalter. Danach wird der Spitzkolben portionsweise vom Liquid Handler mit dest. Wasser ausgespült und das Waschwasser über den gleichen Filter gebracht, um den Filterkuchen weitgehend ionenfrei zu waschen.

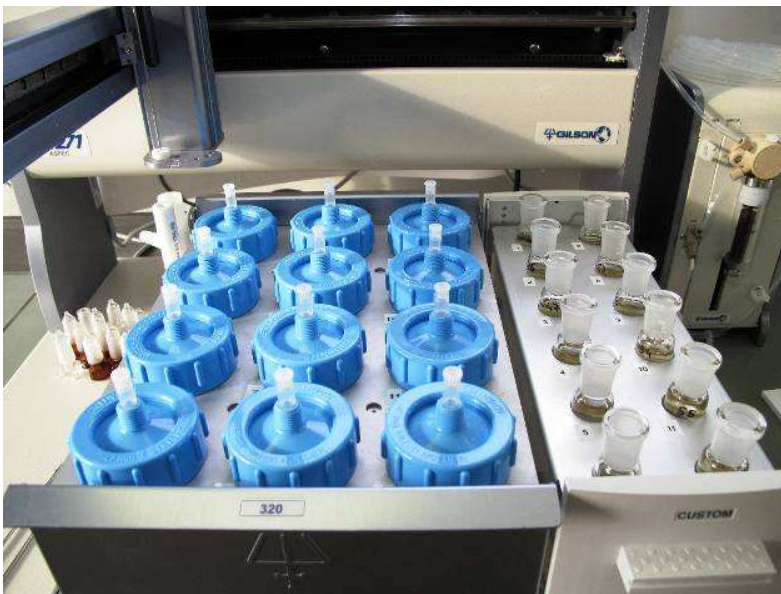


Abbildung 2: GX-271 mit Filtrerrack und Orbital Shaker

Die Bearbeitungszeit beträgt ca. 1.5 Stunden pro Tonsuspension. Das aufgefangene Filtrat wird nach Zusatz von HCL mittels ICP-OES auf die ausgetauschten Ionen hin analysiert. Der Filterkuchen kann leicht durch das Aufschrauben der Filterhalter gewonnen werden und wird nach thermischer Trocknung der N-Gehalt-Analyse mit einem Elementaranalysator zugeführt.

Aus den so gewonnenen Daten ist die Gesamtionenumschiffähigkeit, sowie die Konzentration der freigesetzten Kationen leicht zu errechnen.

3. Zusammenfassung

Die hier beschriebene Automatisierung mit einem GX-271-System ist leicht zu bedienen und ermöglicht die Filtration von 12 Tonproben in einem Lauf. Die Zeitersparnis von ca. 1.5 Stunden pro Probe im Vergleich zur manuellen Filtration ist umso effektiver, da die Applikation mit dem GX-271 vormittags gestartet werden kann und die Filtrate und Filterkuchen am nächsten Morgen zur Analyse bereitstehen. Die so erzielte Versechsfachung der Kapazität kann durch die mit der Filtrationsautomatisierung gewonnene Arbeitskraft aufgefangen werden. In dem hier beschriebenen Fall führt die höhere Bereitstellung von Proben zur völligen Auslastung der nach der Filtration durchgeführten Analysen.

System:

- GX-271 406/25 ml
- Tray Code 200
- Rinse 175 mm
- Drain 175 mm
- Orbital Shaker
- Code 200 Probenrack
- Filtrerrack (ST-Special)