

# 1 Technische Hilfsstoffe

## 1.1 Filtermittel / Filterhilfsmittel

### 1.1.1 Filterschichten

#### 1.1.1.1 Wasserdurchfluß (WD)

##### *Prinzip*

Die Wasserdurchlässigkeit (WD) ist ein Maß für die Filterleistung von Filterschichten.

##### *Geräte*

Permeameter der Fa. VEL (B-3030 Leuven)  
mit einem Sieb als Schichtenunterstützung

Drahtdicke: 0,45 mm

Maschenweite: 0,8 mm

Druckreduziereinheit mit Manometer

0 - 250 kPa, Kl. 0,6

Stoppuhr

##### *Kalibrierung*

Die Kalibrierung des Permeameters der Fa. VEL erfolgt mit entsprechenden Meßblenden:

$d = 80$  mm

Unterseite plan

Oberseite mit Nut für einen Dichtungsring

(Innendurchmesser  $d_i = 65$  mm, Stärke der Dichtung  $d = 3$  mm)

Bohrung: für den Prüfdruck  $\Delta p = 200$  kPa: 0,3 mm

für den Prüfdruck  $\Delta p = 50$  kPa: 0,6 mm

Material der Meßblende: z.B. Messing

Für die Kalibrierung wird das Siebblech im Meßgerät entfernt und die entsprechende Meßblende zentriert über die Abflußöffnung mit dem Dichtungsring nach oben gelegt.

Nach dem Zusammenbau des Prüfgerätes wird dieses mit 300 ml entmin. Wasser, vorfiltriert über eine  $0,45 \mu\text{m}$ -Membran, gefüllt. Bestimmt wird die Zeit für den Durchfluß von 100 ml (z.B. von 100 - 200 ml) als 5fach-Bestimmung.

### Ausführung

- Zusammenbau des Prüfgerätes entsprechend der Gebrauchsanleitung
  - Prüffläche 20 cm<sup>2</sup>
  - Medium: Leitungswasser von 20 ± 2 °C
  - Filterschichten vor dem Einlegen 3 min. wässern
  - Kammer auf Filtratseite mit Wasser füllen
  - Filterschicht einlegen, Gerät schließen
  - Gerät mit Wasser füllen (ca. 550 ml)
- 1) Prüfdruck:  $\Delta p = 100$  kPa
- 300 ml Vorlauf bei  $\Delta p = 100$  kPa
  - Bestimmung der Zeit für die 200 ml Meßvolumen (Messung von 300 - 500 ml)
- 2) Prüfdruck:  $\Delta p = 20$  kPa
- liegt die Durchlaufzeit für die oben beschriebenen Bedingungen unter 20 s, muß der Prüfdruck auf  $\Delta p = 20$  kPa reduziert werden
  - 400 ml Vorlauf bei  $\Delta p = 100$  kPa
  - Meßgerät erneut mit Wasser füllen
  - 300 ml Vorlauf bei  $\Delta p = 20$  kPa
  - Bestimmung der Zeit für die 200 ml Meßvolumen (Messung von 300 - 500 ml)

### Berechnung

Zur Berechnung wird der Mittelwert der Ergebnisse an drei Prüflingen (Einzelbestimmung) herangezogen.

$$\text{WD (l/m}^2 \text{ je min)} = \frac{600.000}{t \text{ (s)} \times \Delta p \text{ (kPa)}}$$

$$\begin{aligned} \text{WD (l/m}^2 \text{ je min)} &= \text{Wasserdurchfluß} \\ t \text{ (s)} &= \text{Zeit für 200 ml} \\ \Delta p \text{ (kPa)} &= \text{Druck} \end{aligned}$$

### Angabe der Ergebnisse

In l/m<sup>2</sup> je min ohne Dezimale

### Literatur

A-EBC, Method 10.9

## 1.1.1.2 Mechanische Festigkeit

### 1.1.1.2.1 Bruchwiderstand (naß)

Nur anzuwenden bei hydrophilen Filterschichten.

#### *Geräte*

Bruchlastmeßgerät

Schneidewerkzeug

#### *Versuchsparameter*

Meßlänge: 10 cm

Einspannbreite: 5,0 cm

Wässerungszeit: 3 min

Wassertemperatur: Raumtemperatur

Kraftzunahme: 5 N/s

#### *Ausführung*

- den Prüfling in Maschinenaufrichtung ausschneiden
- Durchführung entsprechend der Gebrauchsanweisung des Meßgerätes vornehmen

#### *Angabe der Ergebnisse*

In N ohne Dezimale

## 1.1.1.3 Extraktion der Filterschichten

#### *Geräte*

Laborfilter (z.B.  $d = 14$  cm)

Schlauchpumpe oder Zahnradpumpe

#### *Reagenzien*

5%ige Essigsäure p.a.

#### *Ausführung*

- den Filterhalter horizontal aufbauen, die Filtrationsrichtung ist wegen der besseren Entlüftung von unten nach oben
- Volumenstrom  $V = 500 \pm 50$  l/m<sup>2</sup> je h
- Ausgangsvolumen 25 l/m<sup>2</sup>
- das Ausgangsvolumen konst. im Kreislauf filtrieren, bis 100 l/m<sup>2</sup> durch die Filterschicht gepumpt worden sind

- die Filtrationszeit entspricht 12 min, unter Berücksichtigung des tatsächlichen Volumenstroms
- evtl. auftretende Tropfverluste auffangen und nach der Filtration dem Gesamtvolumen wieder zuführen
- nach Ablauf der Filtrationszeit die Elution beenden (ein Leerdrücken des Filters wird nicht durchgeführt)
- entsprechende Kationen im Filtrat bestimmen

#### *Anwendungsbeispiele*

$$d = 14 \text{ cm: } \begin{aligned} A_{\text{eff}} &= 128 \text{ cm}^2 \\ V &= 320 \text{ ml} \\ v &= 106 \pm 10,6 \text{ ml/min} \end{aligned}$$

$$d = 6 \text{ cm: } \begin{aligned} A_{\text{eff}} &= 20 \text{ cm}^2 \\ V &= 50 \text{ ml} \\ v &= 16,7 \pm 1,7 \text{ ml/min} \end{aligned}$$

### 1.1.1.4 Eisen (lösliches Eisen)

#### 1.1.1.4.1 Eisen photometrisch

##### *Geräte*

Photometer mit  $\lambda = 505 \text{ nm}$

Küvetten, 10 mm

Wasserbad, 60 °C

Erlenmeyerkolben aus PE, 50 ml

Pipette, 25 ml

Pipette, 2 ml

##### *Reagenzien*

1,10-Phenanthrolin-Monohydrat, 0,3%ig

Ascorbinsäure

##### *Ausführung*

- 25 ml der entsprechend Punkt 1.1.1.3 gewonnenen Probe in einen 50 ml Erlenmeyerkolben pipettieren
- 2 ml 1,10-Phenanthrolin-Monohydratlösung zusetzen
- eine Spatelspitze Ascorbinsäure (ca. 25 mg) zusetzen
- Blindwert mit 2 ml H<sub>2</sub>O anstelle der Phenanthrolinlösung ansetzen
- schütteln
- anschließend die Probe 15 min im Wasserbad auf 60 °C temperieren

- nach dem Abkühlen, Extinktionen in 10 mm-Küvetten bei  $\lambda = 505 \text{ nm}$  gegen demin.  $\text{H}_2\text{O}$  bestimmen
- liegen die Extinktionen außerhalb des Lambert-Beerschen-Gesetzes, Verdünnungen anlegen

#### *Berechnung*

Ermittlung der Meßwerte in mg/l aus einer zuvor angelegten Eichkurve

$$c \text{ (mg/kg)} = \frac{c \text{ (mg/l)} \times 10.000 \text{ cm}^2 \times V \text{ (l)}}{A_{\text{eff}} \text{ (cm}^2) \times \text{FG (kg)}}$$

$c \text{ (mg/kg)}$  = Konzentration des ausgespülten Kations in der Filterschicht

$c \text{ (mg/l)}$  = Meßwert bei der Kationbestimmung im Filtrat

$A_{\text{eff}} \text{ (cm}^2)$  = effektive Filterfläche während der Bestimmung

$\text{FG (kg)}$  = Gewicht des getrockneten Prüflings pro  $\text{m}^2$

$V \text{ (l)}$  = tatsächliches Spülvolumen während der Bestimmung

#### *Angabe der Ergebnisse*

In mg/kg ohne Dezimale

### 1.1.1.4.2 Eisen AAS

#### *Geräte*

AAS-Flammentechnik

100 ml-Meßkolben für Standardlösungen

Pipetten

#### *Reagenzien*

Fe-Stammlösung, 1000 mg/l

Kaliumhydrogenphthalatlösung, 1%ig

#### *Geräteparameter*

nach Herstellerangaben einstellen

Wellenlänge 248,3 nm

Brennergas Luft/Acetylen-Gemisch

#### *Ausführung*

- Fe-spezifische Daten am AAS entsprechend der Gebrauchsanweisung des Meßgerätes einstellen
- mindestens zwei Standardlösungen unterschiedlicher Konzentrationen innerhalb des Meßbereichs aus der Stammlösung mit der 1%igen Kaliumhydrogenphthalatlösung als Lösungsmittel ansetzen

- AAS in mg/l kalibrieren
- Fe-Konzentration in mg/l in der entsprechend Punkt 1.1.1.3 gewonnenen Probe bestimmen

#### *Berechnung*

$$c \text{ (mg/kg)} = \frac{c \text{ (mg/l)} \times 10.000 \text{ cm}^2 \times V \text{ (l)}}{A_{\text{eff}} \text{ (cm}^2) \times \text{FG (kg)}}$$

$c \text{ (mg/kg)}$  = Konzentration des ausgespülten Kations in der Filterschicht

$c \text{ (mg/l)}$  = Meßwert bei der Kationbestimmung im Filtrat

$A_{\text{eff}} \text{ (cm}^2)$  = effektive Filterfläche während der Bestimmung

$\text{FG (kg)}$  = Gewicht des getrockneten Prüflings pro  $\text{m}^2$

$V \text{ (l)}$  = tatsächliches Spülvolumen während der Bestimmung

#### *Angabe der Ergebnisse*

In mg/kg ohne Dezimale

### 1.1.1.5 Calcium (lösliches Calcium)

#### 1.1.1.5.1 Calcium photometrisch

##### *Geräte*

Bürette

Erlenmeyerkolben, 250 ml

##### *Reagenzien*

Calcon-Indikator-Lösung, 0,4 % in Methanol

Titriplex III-Lösung bzw. vergleichbare Produkte anderer Hersteller (Komplexon III, Idranal III), 0,01 M

Kaliumhydroxid-Lsg, 30%ig

alle oben angeführten Lösungen in Plastikgefäßen aufbewahren

Magnesiumsulfat p.a.

Triethanolamin

##### *Ausführung*

- 100 ml Filtrat gemäß 1.1.1.3 in 250 ml-Erlenmeyerkolben pipettieren
- in nachstehender Reihenfolge unter stetigem Rühren
  - 5 Tropfen Triethanolamin
  - 0,1 g Magnesiumsulfat
  - 5 ml Kaliumhydroxid-Lsg.
  - 0,5 ml Calcon-Indikator-Lsg.
 zusetzen
- mit Titriplex III-Lsg. bis zur reinen Blaufärbung titrieren

### Berechnung

1 ml 0,01 M Titriplex III-Lsg. = 0,4008 mg Ca<sup>2+</sup>

$$c \text{ (mg/kg)} = \frac{X \text{ ml} \times 10 \times 0,4008 \times 10.000 \text{ cm}^2 \times V \text{ (l)}}{A_{\text{eff}} \text{ (cm}^2) \times \text{FG (kg)}}$$

c (mg/kg) = Konzentration des ausgespülten Kations in der Filterschicht

X (ml) = Verbrauch Titriplex III

A<sub>eff</sub> (cm<sup>2</sup>) = effektive Filterfläche während der Bestimmung

FG (kg) = Gewicht des getrockneten Prüflings pro m<sup>2</sup>

V (l) = tatsächliches Spülvolumen während der Bestimmung

### Angabe der Ergebnisse

In mg/kg ohne Dezimale

## 1.1.1.5.2 Calcium AAS

### Geräte

AAS-Flammentechnik

100 ml-Meßkolben für Standardlösungen

Pipetten

### Reagenzien

Ca-Stammlösung, 1000 mg/l

Kaliumhydrogenphthalatlösung, 1%ig

### Geräteparameter

nach Herstellerangaben einstellen

Wellenlänge 422,7 nm

Brennergas Lachgas/Acetylen-Gemisch

### Ausführung

- Ca-spezifische Daten am AAS entsprechend der Gebrauchsanweisung des Meßgerätes einstellen
- mindestens zwei Standardlösungen unterschiedlicher Konzentrationen innerhalb des Meßbereichs aus der Stammlösung mit der 1%igen Kaliumhydrogenphthalatlösung als Lösungsmittel ansetzen
- AAS in mg/l kalibrieren
- Ca-Konzentration in mg/l in der entsprechend Punkt 1.1.1.3 gewonnenen Probe bestimmen