Abteilung Hydrogeochemie
Prof. Dr. Tobias Licha

Labore:
IB 02/63 IB 02/67
IB 02/167 IB 02/171
IB 02/173 IB 02/175
IB 02/179
IA 02/155 IA 02/165

Stand: Februar 2021

Arbeitsanweisung für die Labore der Abteilung Hydrogeochemie an der Ruhr-Universität Bochum

Teil A: Herstellen, Aufbewahren von Stammlösungen als Standards, Herstellen von Kalibrierlösungen

1. Herstellen von Stammlösungen

1.1. Stammlösungen sind ausschließlich durch Einwiegen getrockneter Ausgangsverbindungen jeweils für den Einzelstoff herzustellen; Stammlösungen dürfen nur im Ausnahmefall aus Verbindungen mit Kristallwasser hergestellt werden (z.B. auf Grund kommerzieller Verfügbarkeit)

1.2. Ausgangsverbindungen für anorganische Stammlösungen sind im Einzelfall zunächst bei 40 °C im Trockenschrank bis zur Wägekonstanz zu trocknen und anschließend mindestens 5 Tage unter Vakuum in Exsikkator über Trockenmittel weiter zu trocknen

1.3. Die Herstellung von Stammlösungen für organische Verbindungen kann direkt über Einwaage ohne Trocknung erstellt werden.

1.4. Bei der Einwaage ist die Reinheit zu berücksichtigen

1.5. Bei der Einwaage von Flüssigkeiten ist über die Dichte das Volumen abzuschätzen, dabei sollten ca. 95% des Gewichts über ein Volumen in ein geeignetes Gefäß auf einer Waage pipettiert werden und anschließend mit einer geeigneten Mikroliterpippette von Eppendorf portionsweise hinzu pipettiert werden, bis das exakte Gewicht erreicht ist

1.6. Bei der Herstellung von Stammlösung ist auf die Verträglichkeit des Lösungsmittels mit der Ausgangssubstanz zu achten (z.B. freie organische Säuren dürfen nicht in Methanol angesetzt werden, da hier die Gefahr der Veresterung besteht)

1.7. Bei der Herstellung der Stammlösungen sind die H&P Sätze zu beachten, in IB 02/175 befindet sich zur Einhaltung des Arbeitsschutzes eine Feinwaage unter einem Abzug

1.8. Die zur Herstellung verwendeten Gefäße müssen blindwertfrei und mit der Methode kompatible sein (z.B. keine Glasgefäße für Kationen benutzen)

1.9. Bei der Herstellung besteht Dokumentationspflicht

1.10. In der Regel sind 1000 mg/L für anorganische Stammlösungen anzusetzen, 10 000 mg/L für organische Verbindungen, bei Letzterem können auch geringer konzentrierte Stammlösungen hergestellt werden, wenn diese durch die begrenzte Löslichkeit nicht erreicht werden kann

2. Aufbewahren von Stammlösungen

2.1. Wässrige Stammlösungen sind bei 4 Grad zu lagern, die Lagergefäße müssen blindwertfrei und mit der Methode kompatibel sein (z.B. keine Glasgefäße für Kationen benutzen)

2.2. Stammlösungen mit organischem Lösungsmittel müssen entweder in einem explosionsgeschützten Kühlschrank oder in einem explosionsgeschützten Gefrierschrank gelagert werden (beide befinden sich im Vorraum zur Kühlzelle auf IB02), dies hängt von der Stabilität der Verbindung ab und ist mit dem Laborleiter im Vorfeld zu klären, die Lagergefäße müssen blindwertfrei und mit der Methode kompatibel sein (in der Regel Glasgefäße), beim Befüllen der Glasgefäße ist darauf zu achten, dass diese beim Einfrieren nicht platzen (Luftkissen zwischen Deckel und Lösung)

2.3. Die Haltbarkeit der Stammlösungen ist regelmäßig zu überprüfen, dies ist zu dokumentieren

3. Herstellen von Kalibrierlösungen

3.1. Kalibrierlösungen werden volumetrisch über Verdünnung aus Stammlösungen hergestellt

3.2. Kalibrierlösungen können je nach Fragestellung aus einer Stammlösung oder aus mehreren Stammlösungen verschiedener Analyten als Mischkalibrierlösung hergestellt werden

3.3. Die Stammlösungen können direkt kalt verwendet werden, vorausgesetzt sie sind flüssig, das Lösungsmittel richtet sich nach der Methode

3.4. Werden wässrige Kalibrierlösungen aus organischen Stammlösungen erzeugt, ist die Mischbarkeit des organischen Lösungsmittels mit Wasser zu beachten

3.5. Kalibrierlösungen müssen homogen und klar sein, es dürfen sich keine Niederschläge oder Schlieren bilden

3.6. Bei der Erstellung der Kalibrierlösungen ist auf eine ressourcenschonende Verwendung zu achten, es ist nur die benötigte Menge herzustellen

3.7. Die Kalibrierlösungen sind direkt aus den Stammlösungen ohne Zwischengefäße herzustellen (siehe Arbeitsanweisung Teil B: sauberes Arbeiten)

3.8. Zwischen Herstellung und Verwenden der Kalibrierlösungen sollten weniger als 24 liegen, die Lösungen sind bei 4 Grad zu lagern

3.9. Die zur Herstellung verwendeten Gefäße müssen blindwertfrei und mit der Methode kompatibel sein (z.B. keine Glasgefäße für Kationen benutzen)

3.10. Kalibrierlevel sind sinnvoll über den Arbeitsbereich zu verteilen, für die Kalibration von 1 Größenordnung sind 4 Standards, von 2 Größenordnungen 7 Standards und für 3 Größenordnungen 10 Standards herzustellen

3.11. Bei der Herstellung besteht Dokumentationspflicht

Bochum, 24.02.21

T. Lil

Unterschrift des Verantwortlichen