

Analytik

Feststoffe in Schwerelösung

Unlösliche Kunststoff- oder Mineralienpartikel lassen sich über ihr Sedimentationsverhalten trennen. Dabei hilft eine Lösung mit einstellbarer Dichte.

Natriumpolywolframat (sodiumpolytungstate, SPT) ist ein anorganisches Salz, das sich gut in Wasser löst (650 g Feststoff lösen sich in 100 mL Wasser). Daher lassen sich damit niederviskose wässrige Lösungen mit Dichten von $1,1 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ bis $3,1 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ herstellen, die sich für Sink-Schwimmanalysen eignen, zum Beispiel um Aluminium und Kupfer zu trennen (Foto). Im Gegensatz zu den früher viel verwendeten organischen und meist toxischen Alternativen wie Bromoform, Tetrabrommethan (TBE) oder Diiodmethan birgt SPT, sachgerecht eingesetzt, keine Gefahren für Mensch, Tier und Umwelt.

Anwendungsgebiete von Sink-Schwimmanalysen reichen von Geologie und Mineralogie über Polymerchemie bis zu Virologie und Biochemie. In Geologie und Mineralogie geht es um die Trennung von Gesteinsproben, im Bergbau dienen Sink-Schwimmanalysen zur



Trennung von Aluminium- und Kupferpartikeln durch Sink-Schwimmanalyse. Foto: Tungsten Compounds

Qualitätskontrolle von Erzen und Kohle. In der Polymerchemie werden Kunststoffe getrennt, in der Virologie DNA und Zellen, und die Partikel werden auf ihr Sedimentationsverhalten untersucht. Die Biochemie setzt SPT als Material für die binäre und ternäre Dichtegradienten-Zentrifugation ein, die Industrie bei der Qualitätssicherung von Gläsern sowie für Recyclingprozesse.

In vielen Anwendungen ist SPT wiederverwendbar.

Partikel aus verschiedenen Kunststoffen: Mikroplastik

Gewässer- und Sedimentproben enthalten organische und mineralische Bestandteile sowie Mikroplastik. Um das Mikroplastik zu untersuchen, müssen die Proben aufbereitet und gereinigt werden. Hier bietet sich die Trennung über die Dichte an. Dazu werden die Sedimentproben zunächst getrocknet. Dann wird die Probe in eine nahezu farblose und transparente SPT-Lösung mit einer Dichte von $1,9 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ gegeben. Die

schweren, mineralischen Partikel sinken und lassen sich so von den schwimmenden Bestandteilen trennen, zu denen Mikroplastik gehört.

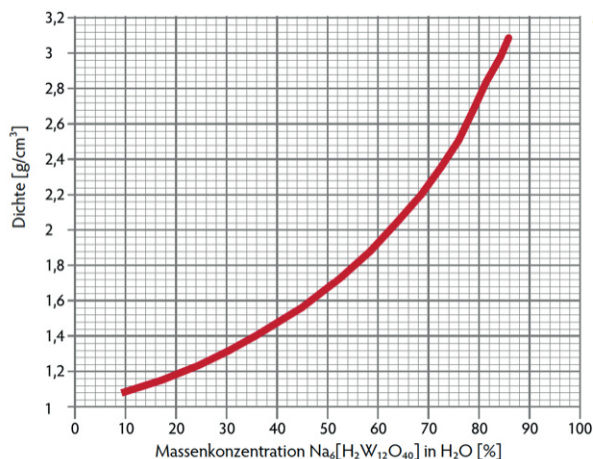
In weiteren Schritten werden durch SPT-Lösungen mit unterschiedlicher Dichte die schwimmenden Bestandteile fraktioniert.

Die Dichte von SPT-Lösungen steigt durch die Zugabe von SPT-Festschubstanz oder Eindampfen im Rotationsverdampfer (Abbildung), durch Verdünnen mit entionisiertem Wasser sinkt sie wieder. Durch Variation der Dichte der SPT-Lösung lassen sich unterschiedliche Kunststoffe wie PE, PC, PMMA, PVC oder Fluorpolymere wie PTFE oder PFA trennen und bestimmen. Mittlerweile sind Separatoren wie der Mikroplastik-Sediment-Separator (von Hydrobios Apparatebau, Kiel) erhältlich, die größere Sedimentproben aufbereiten können.

Die isolierten Kunststoffteile werden dann oft noch vor der Charakterisierung mit Raman- oder FTIR-Spektroskopie mit H_2O_2 oder Enzymen behandelt, um anhaftende Biofilme oder organische Reste zu

QUERGELESEN

- » Mit Natriumpolywolframat (sodiumpolytungstate, SPT) lassen sich wässrige Lösungen mit Dichten von $1,1 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ bis $3,1 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ herstellen, die sich für Sink-Schwimmanalysen eignen.
- » Mit solchen Analysen lassen sich Sedimentproben in Fraktionen trennen und Partikel, etwa aus Kunststoff, anhand ihrer Dichte bestimmen.
- » Um schwerere Partikel zu unterscheiden, eignen sich Suspensionen aus SPT-Lösung und Wolframcarbid, die Dichten bis zu $4,6 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ erreichen.



Dichte wässriger Natriumpolywolframatlösungen.



Trennung einer Sedimentprobe in Natriumpolywolframatlösung.

Foto: Carola Luthardt, Sarah Schlaf, Johannes Bätz

zersetzen. Bei sehr kleinen Partikeln oder geringen Dichteunterschieden ist es ratsam, Biofilme vor der Trennung enzymatisch zu entfernen.

Je nach Anwendung und Verschmutzungsgrad können die verwendeten SPT-Lösungen zusammengegeben, filtriert und wieder aufbereitet werden, etwa durch Eindampfen oder Einengen zum Beispiel im Trockenschrank und Einstellen des pH-Werts.

Organisches und mineralisches Material in Bodenproben

Die Zusammensetzung von Bodenproben gibt Aufschluss über biochemische Prozesse, die Ökokreisläufe, Pflanzenaktivität und Wasserqualität beeinflussen. Vor den spektroskopischen Untersuchungen sind die Bodenproben aufzubereiten. SPT-Lösungen eignen sich dazu, eine Bodenprobe in mehrere Fraktionen zu trennen:

- in freies, partikuläres, organisches Material (fPOM),
- in ein okkupiertes, partikuläres, organisches Material (oPOM) und
- in den mineralischen Rest.

Dazu wird eine nicht gemahlene Bodenprobe zunächst manuell von Moos und ähnlichem getrennt. Anschließend wird zu der Probe vor-

sichtig eine entsprechende Menge SPT-Lösung mit der Dichte $1,8 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ gegeben und mehrere Stunden ruhen gelassen (Foto oben). Die nun aufschwimmenden Partikel (fPOM) werden abgesaugt und gesammelt. Dieser Vorgang wird, falls erforderlich, mehrmals wiederholt. Im nächsten Schritt wird die Probe mit der SPT-Lösung geschüttelt und Ultraschall ausgesetzt, um Agglomerate aufzulösen. Anschließend wird zentrifugiert, um erneut eine Trennung über den Sink-Schwimmprozess zu erreichen. Nun schwimmt oPOM, das abgetrennt wird. Übrig bleibt der mineralische Rest als Bodensatz, der ebenfalls fraktioniert wird.

Alle Fraktionen werden mit Wasser gewaschen und lassen sich nach dem Trocknen analysieren.

Auch hier können die SPT-Lösungen zum Teil wiederverwendet werden. Stark verunreinigte Lösungen und größere Volumina nimmt der Hersteller zurück und reinigt sie. Sollte eine Aufbereitung der Lösung nicht möglich sein, kommt die Lösung wieder in den Rohstoffkreislauf.

Partikel mit höheren Dichten

Obwohl die Dichte einer homogenen, newtonschen SPT-Lösung maximal $3,1 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ beträgt, gibt

es eine Möglichkeit, die Dichte und somit das Anwendungsgebiet zu erhöhen: Durch Zugabe feiner Wolframcarbidpartikel (Partikelgröße $1 \mu\text{m}$) in eine SPT-Lösung mit Dichte $3,0 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ entsteht eine Suspension mit einer Dichte von $4,6 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Die Sedimentation dieser Suspension ist so langsam, dass über zwei bis drei Stunden damit gearbeitet werden kann, ohne dass sie den Trennprozess signifikant beeinflusst.

Mineralogen und Gemmologen können mit der Suspension aus Wolframcarbidpartikeln in SPT-Lösung Edelsteine wie Diamanten mit einer Dichte von $3,5 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ von Zirkonia mit der Dichte $5,8 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ trennen und unterscheiden. <<

Sebastian Kamps, Jahrgang 1979, ist Geschäftsführer von TC-Tungsten Compounds in Grub am Forst. Nach Chemiestudium an der Universität Marburg, Promotion bei Siemens in Erlangen und fünf Jahren in einem mittelständischen Unternehmen in Belgien übernahm er die Geschäftsleitung des elterlichen Betriebs. service@heavy-liquid.com

