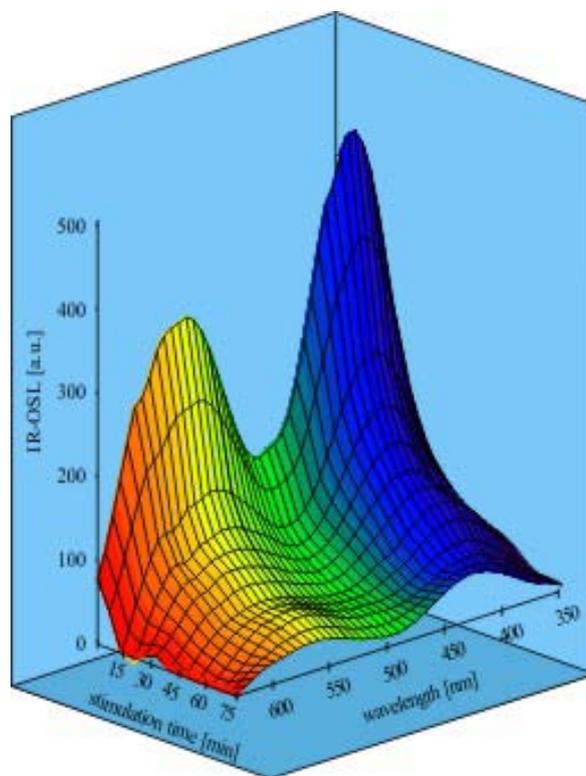


Arbeitsanweisungen für das Lumineszenzlabor

Aufbereitung von Sedimentproben

LS Geomorphologie
Uni Bayreuth

Januar 2010



IRSL Spektrum eines Feldspates

1. Feinkornaufbereitung

Die komplette Probenaufbereitung findet im Dunkellabor unter Verwendung von rotem, bzw. grünem Diodenlicht statt. Dabei ist darauf zu achten, dass die Proben wenn möglich nicht dem direkten, sondern nur dem indirekten Diodenlicht ausgesetzt werden.

Siebung:

Benötigte Labormaterialien:

- Probenmaterial
 - (63 μm), 90 μm , 200 μm Siebe
 - PVC-Ring für Siebe
 - 3 l PE-Bechergläser (2-3 Stück)
 - 250 ml Bechergläser (4 Stück)
 - Handbrause oder Spritzflasche mit VE-H₂O
-
- Bechergläser mit Probennummer und Korngrößenfraktion (<63 μm , 63-90 μm , 90-200 μm , >200 μm) beschriften.
 - Einen Siebsatz bestehend aus 63 μm (unten), 90 μm (Mitte) und 200 μm Sieb (oben) mittels PVC-Ring auf das 2 l Becherglas setzen.
 - Probe auspacken und im Falle von Stechzylindern beidseitig ca. 1 cm der Probe mit dem Spatel abkratzen und verwerfen (belichtete Stellen bei der Probennahme).
 - Teil des Probenmaterials auf das Sieb geben und nass sieben. Solange sieben, bis das gesamte Probenmaterial gesiebt ist. Bei der Siebung darauf achten, dass das Sieb nicht verstopft und somit Siebrückstände überlaufen.
 - Die Rückstände im Sieb (Kornfraktion 63-90 μm , 90-200 μm , >200 μm) in ein Becherglas überführen, dekantieren und bei max. 50°C im Trockenschrank trocknen. Nach dem Trocknungsvorgang Siebrückstände in schwarzen Plastikbeuteln verpacken und beschriften (mit Probennummer und Korngrößenfraktion).
 - Die Fraktion <63 μm in ein Becherglas überführen, dekantieren und mit dem nächsten Aufbereitungsschritt fortfahren.

Zerstörung der organischen Substanz:

Benötigte Labormaterialien:

- H_2O_2 (10% und 30%)
 - VE - H_2O Spritzflasche
 - evtl. Rütteltisch
 - evtl. PE-Erlenmeierkolben
-
- Probe mit 10%iger H_2O_2 versetzen (gerade soviel, dass die Probe bedeckt ist) und schwenken (evtl. Probe in beschriftete PE-Kolben überführen, auf den Rütteltisch einspannen und Rütteltisch anschalten). VORSICHT: Probe kann evtl. bei viel organischer Substanz überschäumen und überhitzen, dann mit VE-Wasser verdünnen und kühlen.
 - Diesen Vorgang mit 10%iger H_2O_2 solange wiederholen, bis keine Reaktion mehr wahrzunehmen ist. Zwischen der Zugabe von erneutem Reagenz, Probe hin und wieder mit VE-Wasser waschen und dekantieren.
 - Tritt keine weitere Reaktion der Probe mit dem Reagenz auf, Probe mit 10 ml 30%iger H_2O_2 versetzen und so lange wiederholt mit 30%iger H_2O_2 behandeln bis keine Reaktion mehr auftritt. (Nach dem Gebrauch von ca. 100 ml 30%iger H_2O_2 ist davon auszugehen, dass alle organische Substanz zerstört wurde).

Kalkzerstörung:

Benötigte Labormaterialien:

- HCl (10% und 30%)
 - VE - H₂O Spritzflasche
 - pH-Meter
-
- pH-Wert der Probe mit pH-Meter messen. Bei niedrigem pH-Wert (< 5) ein bisschen Probenmaterial auf ein Uhrengläschen geben und im Hellen mit 30%iger HCl testen, ob Probe überhaupt Kalk enthält.
 - Wenn Probe Kalk enthält, Probe mit 10%iger Salzsäure versetzen, schwenken und pH-Wert kontrollieren. ACHTUNG: pH-Wert darf nicht unter 3 sinken! Diesen Vorgang solange wiederholen, bis keine Reaktion mehr wahrzunehmen ist.
 - Zwischen der Zugabe von erneutem Reagenz, Probe hin und wieder mit VE-Wasser waschen und dekantieren. Ist keine weitere Reaktion der Probe mit dem Reagenz zu vernehmen, so wird die Probe mit einem Spritzer 30%iger Salzsäure versetzt, um zu testen, ob der Kalk aus der Probe entfernt ist. Bei negativem Test die Probe sofort mit VE-Wasser versetzen und anschließend mehrmals waschen. Fällt der Test positiv aus, die Probe ebenfalls waschen und erneut mit 10%iger Salzsäure behandeln.
 - Bei Proben mit niedrigem pH-Wert (<3) durch Zugabe von 0,01 n Ammoniak-Lösung den pH-Wert bis zum neutralen Bereich erhöhen.

Korngrößenfraktionierung mit Atterberg-Zylindern

Benötigte Labormaterialien:

- Atterberg-Zylinder mit Stopfen und Klemmen für Ablassschlauch
 - 0,01 n NH₃-Lösung
 - 2 l Bechergläser
 - Uhr
-
- Atterberg-Zylinder mit Probennummer und Bechergläser mit Probennummer und Korngrößenfraktion (<11 µm) beschriften.
 - Abflussschläuche mittels Klemmen schließen, Proben in die Atterberg-Zylinder überführen und mit 10 ml 0,01 n NH₃-Lösung versetzen. (Probe einmal kräftig aufschütteln. Sollte die Probe danach ausfallen oder nicht gleichmäßig suspendiert sein, erneut 10 – 20 ml 0,01 n NH₃-Lösung zugeben.)
 - Mit VE-Wasser Atterberg-Zylinder bis zur 19 cm Marke auffüllen und kräftig schütteln. Danach Probe 30 min. sedimentieren lassen.
 - Nach den 30 min. Stopfen von den Zylindern nehmen (WICHTIG: vor dem Ablassen) und Flüssigkeit (mit Korngrößenfraktion <11 µm) in die Bechergläser ablassen und diese gegebenenfalls dekantieren.
 - Vorgang so oft wiederholen (ohne Zugabe von 0,01 n NH₃-Lösung) bis der Überstand klar ist, d.h. die Finger müssen durch den Zylinder gut sichtbar sein.
 - Probenmaterial aus Atterberg spülen und in einem Becherglas trocknen lassen (Beschriftung nicht vergessen: >11 µm).
 - Material aus den Bechergläsern (Korngröße <11 µm) in Atterberg-Zylinder geben. Bis zur 15 cm Marke auffüllen, gut schütteln und anschließend 3 Stunden absitzen lassen.
 - Nach den 3 Stunden Stopfen von den Zylindern nehmen (WICHTIG: vor dem Ablassen) und Überstand verwerfen (Korngröße < 4 µm).
 - Vorgang so oft wiederholen (ohne Zugabe von 0,01 n NH₃-Lösung) bis der Überstand klar ist, d.h. die Finger müssen durch den Zylinder gut sichtbar sein.
 - Material aus Atterberg spülen und in einem Becherglas trocknen lassen. Vor dem endgültigen Eintrocknen der 4-11 µm Fraktion ca. 10 ml Na-Oxalat hinzugeben.

Feinkorn-Quarzaufbereitung:

H₂SiF₆ Behandlung zur Isolierung von Feinkornquarz nach G.W. Berger et al., 1980 und M.L. Jackson et al., 1976

Benötigte Labormaterialien:

- 100 ml PE-Bechergläser
- PE-Rührstab
- Konditionierte H₂SiF₆ 30%ig (Hexafluorkieselsäure)
- HCl 10%
- PE-Flasche für die kontaminierte Hexafluorkieselsäure
- VE-H₂O Spritzflasche
- Schürze, Schutzbrille, säurefeste Handschuhe

Konditionierung:

- kommerzieller Quarz in ein PE-Becherglas geben
- H₂SiF₆ (30%) im Gewichtsverhältnis Probe:Säure = 1:10 zugeben
- 3 Tage bei 4°C lagern und gelegentlich rühren
- Quarz durch Zentrifugieren und anschließendes Filtrieren entfernen

Achtung! Vor dem Arbeiten mit Hexafluorkieselsäure säurefeste Handschuhe, Schürze und Schutzbrille tragen. Bei Kontakt der Haut mit der Hexafluorkieselsäure sofort unter fließendem Wasser abspülen.

- Die Proben in die beschrifteten PE-Bechergläser überführen konditionierte Hexafluorkieselsäure im Gewichtsverhältnis Säure:Probe = 40:1 zugeben und 3 Tage stehen lassen. 2 mal am Tag umrühren
- Danach die Hexafluorkieselsäure in die vorgesehene PE-Flasche dekantieren und die Proben 2 mal mit VE-Wasser und anschließend mit 10%iger HCl waschen, wobei das Wasser der ersten zwei Waschvorgänge ebenfalls in die PE-Flasche für die gebrauchte Hexafluorkieselsäure überführt wird. Die Proben nochmals gründlich waschen (min. 6-8 mal).
- Den Ätzvorgang noch einmal unter den gleichen Bedingungen wiederholen und erneut mit HCl und VE-Wasser waschen und die Proben bei 50°C im Trockenschrank trocknen.
- Fraktion < 4 µm nach dem Stokes-Gesetz entfernen (z.B. Atterberg-Zylinder)

2. Pipettiertechnik für die Feinkormmessung

Benötigte Labormaterialien:

- Scheibchen zum pipettieren
- Scheibchenhalter
- Transferpipette, eingestellt auf 200 µl
- Pinzette
- Becherglas
- Analysewaage

Suspension herstellen aus:

- 200 µl VE-Wasser/Scheibchen
- ca. 1,5 mg Probe/ Scheibchen

Je nach Anzahl der zu pipettierenden Scheibchen wird das benötigte Probenmaterial mit Hilfe der Analysewaage eingewogen und anschließend in VE-Wasser gelöst

- Scheibchenhalter mit Scheibchen bestücken. Scheibchen mittig in der Vertiefung plazieren (liegen die Scheibchen zu nah am Rand läuft der Wassertropfen aus).
- 200 µl der Suspension mit der Pipette aufziehen.
- Scheibchen nur mit einem Tropfen Suspension komplett bedecken. Dazu Pipette nur bis zum ersten Anschlag durchdrücken (beim zweiten Anschlag werden Luftblasen in den Wassertropfen gedrückt). (Im Gegenlicht der Lampe sieht man die Kuppel des Wassertropfens)
- ACHTUNG: Das Pipettieren geht am besten, wenn man sich nicht aus der Ruhe bringen lässt und den Arm möglichst ruhig auf der Arbeitsfläche aufstützt
- Anschließend Scheibchenhalter vorsichtig in Trockenapparatur legen. Trockenapparatur und Vakuumpumpe anschalten (40°C). Einige Stunden trocknen lassen.

3. Grobkornaufbereitung

Die komplette Probenaufbereitung findet im Dunkellabor unter Verwendung von rotem Diodenlicht statt. Dabei ist darauf zu achten, dass die Proben nicht dem direkten, sondern nur dem indirekten Diodenlicht ausgesetzt werden.

Siebung (manuell, mit der Hand):

Für kleine Probenmengen

Benötigte Labormaterialien:

- Probenmaterial
 - 90 μm und 200 μm Siebe (je nach Korngrößenspektrum auch 1 mm und 125 μm Siebe)
 - PVC-Ring für Siebe
 - 3 l PE-Bechergläser
 - Bechergläser
 - Handbrause oder Spritzflasche mit VE-H₂O
-
- Bechergläser mit Probennummer und Korngrößenfraktion (90 – 200 μm , > 200 μm , < 90 μm) beschriften.
 - Einen Siebsatz bestehend aus 90 μm (unten) und 200 μm Sieb (oben) mittels PVC-Ring auf das 2 l Becherglas setzen.
 - Probe auspacken und im Falle von Stechzylindern beidseitig ca. 1 cm der Probe mit dem Spatel abkratzen und verwerfen (belichtete Stellen bei der Probennahme).
 - Teil des Probenmaterials auf das Sieb geben und nass sieben. Solange sieben, bis das gesamte Probenmaterial durchsiebt ist. Bei der Siebung darauf achten, dass das 90 μm Sieb nicht verstopft und damit Siebrückstände überlaufen.

Die Kornfraktionen > 200 μm und < 90 μm in ein Becherglas überführen und bei max. 50°C im Trockenschrank trocknen. Nach dem Trocknungsvorgang Siebrückstände in schwarzen Plastikbeuteln verpacken und beschriften. Die Fraktion 90 – 200 μm in ein Becherglas überführen, dekantieren und mit dem nächsten Aufbereitungsschritt fortfahren.

Siebung (maschinell, mit der Siebmaschine):

Für große Probenmengen

Benötigte Labormaterialien:

- Siebmaschine mit Sprühdeckel und Auffangboden mit Ablaufstutzen.
 - Probenmaterial
 - 90 μm und 200 μm Siebe (je nach Korngrößenspektrum auch 1 mm und 125 μm Siebe)
 - 10 l Kunststoffeimer für Material $< 90\mu\text{m}$
 - 250 – 400 ml Bechergläser
-
- Bechergläser und Eimer mit Probennummer und Korngrößenfraktion (90 – 200 μm , $> 200 \mu\text{m}$, $< 90 \mu\text{m}$) beschriften.
 - Einen Siebsatz bestehend aus 90 μm (unten) und 200 μm Sieb (oben) auf den Auffangboden setzen. Zwischen den Sieben und dem Boden Dichtringe einsetzen.
 - Den Schlauch vom Ablaufstutzen des Auffangbodens in den Eimer mit der Beschriftung $< 90 \mu\text{m}$ hängen.
 - Probe auspacken und vor dem sieben je nach Tongehalt einige Tage in Wasser aufschlämmen.
 - Einen Teil des Probenmaterials auf das Sieb geben, Sprühdeckel aufsetzen und nass sieben. Solange sieben, bis das gesamte Probenmaterial durchsiebt ist, und das Wasser welches aus dem Ablaufstutzen kommt nicht mehr eingetrübt ist. Bei der Siebung darauf achten, dass das 90 μm Sieb nicht verstopft und damit Siebrückstände überlaufen.

Die Kornfraktionen $> 200 \mu\text{m}$ in ein Becherglas überführen und bei max. 50°C im Trockenschrank trocknen. Den Eimer mit dem Material $< 90 \mu\text{m}$ mit einem Deckel versehen und die Suspension einen Tag lang absetzen lassen. Anschließend überstehendes Wasser abdekantieren, das Material in ein PE-Gefäß überführen und im Trockenschrank bei 50°C trocknen. Nach dem Trocknungsvorgang Siebrückstände in schwarzen Plastikbeuteln verpacken und beschriften. Die Fraktion 90 – 200 μm in ein Becherglas überführen, dekantieren und mit dem nächsten Aufbereitungsschritt fortfahren.

Kalkzerstörung:

Benötigte Labormaterialien:

- HCl (10% und 30%)
 - VE - H₂O Spritzflasche
- Probe mit 10%iger Salzsäure versetzen und schwenken. Diesen Vorgang solange wiederholen, bis keine Reaktion mehr wahrzunehmen ist. Zwischen der Zugabe von erneutem Reagenz, Probe mit VE-Wasser waschen. Ist keine weitere Reaktion der Probe mit dem Reagenz zu vernehmen, wird die Probe mit einem Spritzer 30%iger Salzsäure versetzt, um zu testen, ob der Kalk aus der Probe entfernt ist. Bei negativem Test die Probe sofort mit VE-Wasser versetzen und anschließend mehrmals waschen. Fällt der Test positiv aus, die Probe ebenfalls waschen und erneut mit Salzsäure (10%) behandeln. Alternativ zu Salzsäure ist auch die Verwendung von 20%iger Essigsäure möglich, was die Reaktion jedoch verlangsamt.

Zerstörung der organischen Substanz:

Benötigte Labormaterialien:

- H₂O₂ (10% und 30%)
 - VE - H₂O Spritzflasche
- Probe mit 10%igem Wasserstoffperoxid versetzen und schwenken. Zwischen der Zugabe von erneutem Reagenz Probe mit VE-Wasser waschen. Ist keine weitere Reaktion der Probe mit dem Reagenz zu vernehmen, so wird die Probe mit 30%igem Wasserstoffperoxid versetzt und geschwenkt. Probe mit VE-Wasser waschen und erneut mit 30%igem Wasserstoffperoxid versetzen. Wenn keine weitere Reaktion mehr wahrzunehmen ist, Probe gut waschen. Anschließend im Trockenschrank bei max. 50°C trocknen. Bei der Zugabe von Wasserstoffperoxid darauf achten, dass die Probe durch die Reaktion mit dem Reagenz nicht über 50 °C erhitzt wird. Gegebenenfalls durch Zugabe von VE-Wasser kühlen.

Schwereretrennung: (zur Abtrennung der Quarze)

Dichte von:

Quarz	2,65 g/cm ³	
Feldspat (Orthoklas)	2,5 -2,6 g/cm ³	(Kalifeldspäte)
Feldspat (Plagioklas)	2,6 -2,8 g/cm ³	(Kalknatronfeldspäte)

Benötigte Labormaterialien:

- Schwereflüssigkeit (LST oder NST) mit einer Dichte von $\rho = 2,75 \text{ g/cm}^3$ und $\rho = 2,62 \text{ g/cm}^3$
- Aerometer
- Falkonröhrchen mit Ständer
- 250 – 400 ml Bechergläser
- VE – H₂O Spritzflasche
- Je nach Probenmenge ein Becherglas für unverdünnte LST oder NST
- Je nach Probenmenge 2 l Bechergläser für die mit Wasser vermischte Schwereflüssigkeit

Hinweis: Die Dichte der Schwereflüssigkeit, sollte vor ihrer Verwendung immer mittels eines Aerometers überprüft werden.

Abtrennung der Schwerminerale mit einer Dichte von $\rho > 2,75 \text{ g/cm}^3$:

- Getrocknete Proben auf die beschrifteten Falkonröhrchen verteilen. Dabei ist zu beachten, dass der Konus des Falkonröhrchens nur bis zum Rand gefüllt wird. Mit Schwereflüssigkeit, ($2,75 \text{ g/cm}^3$), versetzen und solange schütteln, bis sich das Material mit der Flüssigkeit vermischt hat. Die Falkonröhrchen anschließend in den Ständer stellen und über Nacht stehen lassen.
- Je nach Anzahl der unterschiedlichen Proben Bechergläser mit der Probennummer und $\rho < 2,75$ beschriften und bereitstellen. Die Proben aus den Falkonröhrchen in ein Becherglas überführen. Dies erfolgt durch leichte Drehbewegung während des Abgießens. Sobald das Probenmaterial in Form eines Pfropfens in das Becherglas überführt wurde, kann das Abgießen eingestellt und das Röhrchen abgestellt werden. Das Probenmaterial gut waschen und anschließend im Trockenschrank bei max. 50°C trocknen.
- Das am Boden des Falkonröhrchens befindliche Material und die restliche Schwereflüssigkeit in ein extra Becherglas überführen Die

verunreinigte Schwereflüssigkeit wird anschließend gefiltert und kann sofort wieder verwendet werden.

- Das Reinigen der Röhren, Gefäße und Trichter erfolgt mit der PE-Spritzflasche in ein 2 l Becherglas mit Filteraufsatz. Die hier enthaltene Flüssigkeit wird bei max. 100°C eingedampft, bis die gewünschte Dichte erreicht ist.
- Stark tonhaltige Proben beim Dekantieren nicht zu lange absetzen lassen, um die Partikel < 90 µm herausfiltern zu können!

Abtrennung der Minerale mit einer Dichte von $\rho < 2,62 \text{ g/cm}^3$:

- Die Probe mit der Dichte $\rho < 2,75 \text{ g/cm}^3$ in die Falconröhren, beschriftet mit der Probennummer und $\rho = 2,62 \text{ g/cm}^3$, überführen und mit der Schwereflüssigkeit ($2,62 \text{ g/cm}^3$) versetzen. Solange schütteln, bis sich das Material mit der Flüssigkeit durchmischt hat. Die Probe über Nacht stehen lassen.
- Je nach Anzahl der unterschiedlichen Proben Bechergläser, die mit den Probennummern und $\rho < 2,62 \text{ g/cm}^3$ beschriftet sind, bereitstellen. Das Probenmaterial $\rho < 2,62 \text{ g/cm}^3$ welches oben aufschwimmt (Felspäte) in die Bechergläser überführen. Dies erfolgt durch eine Drehbewegung des Falconröhrens, bis der Materialpfropfen im Becherglas landet. Die restliche Schwereflüssigkeit in ein extra Becherglas überführen (Die verunreinigte Schwereflüssigkeit wird anschließend gefiltert und kann sofort wieder verwendet werden), bis nur noch das Material mit der Dichte $\rho > 2,62 \text{ g/cm}^3$ (Quarz) im Gefäß bleibt. Das Röhren mit einem fusselfreien Zellstofftuch auswischen, damit kein Material $\rho < 2,62 \text{ g/cm}^3$ eingebracht wird. Das im Falconröhren verbliebene Probenmaterial anschließend mit VE – H₂O in ein beschriftetes Becherglas überführen und die Probe gut waschen. Anschließend im Trockenschrank bei max. 50°C trocknen.
- Das Reinigen der Röhren, Gefäße und Trichter erfolgt mit der PE-Spritzflasche in ein 2 l Becherglas mit Filteraufsatz. Die hier enthaltene Flüssigkeit wird bei max. 100°C eingedampft, bis die gewünschte Dichte erreicht ist.

Schwereretrennung: (zur Abtrennung von Feldspäten)

Benötigte Labormaterialien:

- Schwereflüssigkeit (LST oder NST) mit einer Dichte von $\rho = 2,58 \text{ g/cm}^3$ und $\rho = 2,53 \text{ g/cm}^3$
- Aerometer
- Falkonröhrchen mit Ständer
- 250 - 400 ml Bechergläser
- VE – H₂O Spritzflasche
- Je nach Probenmenge ein Becherglas für unverdünnte LST
- Je nach Probenmenge 2 l Bechergläser für die mit Wasser vermischte Schwereflüssigkeit

Hinweis: Die Dichte der Schwereflüssigkeit, sollte vor ihrer Verwendung immer mittels eines Aerometers überprüft werden.

Abtrennung der Feldspäte mit einer Dichte von $\rho < 2,58 \text{ g/cm}^3$:

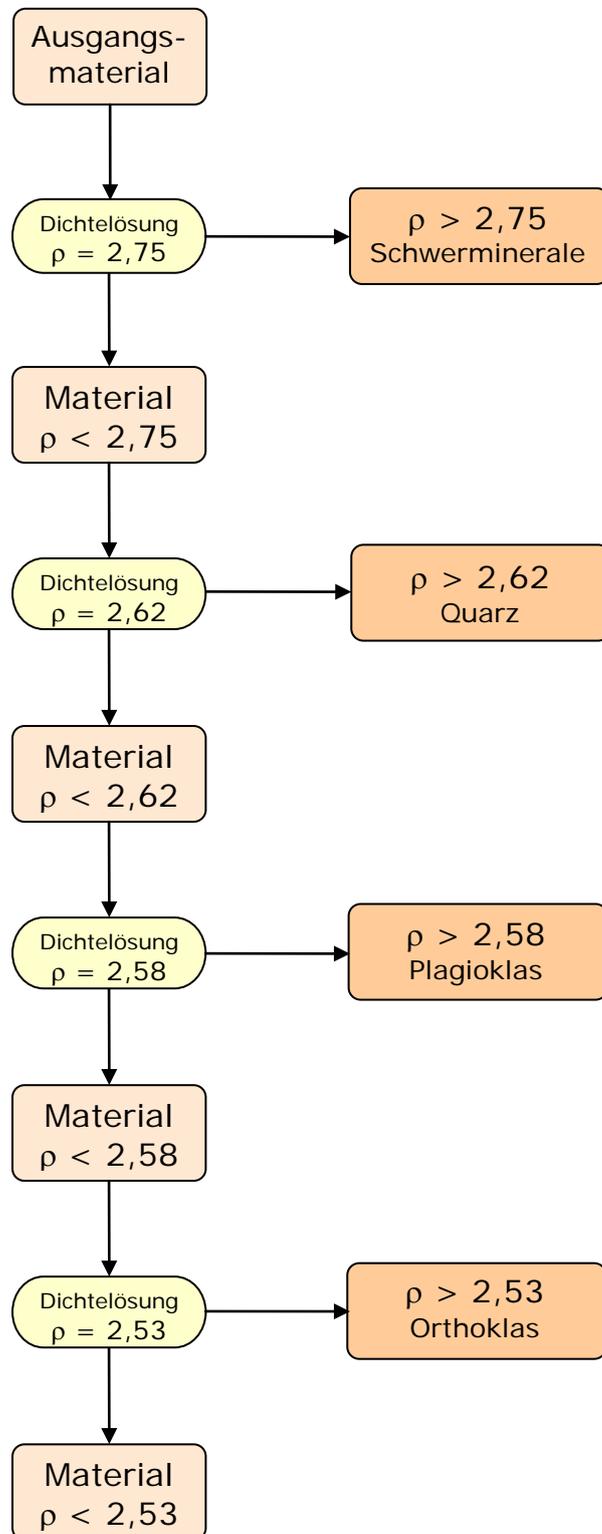
- Getrocknete Proben auf die beschrifteten Falkonröhrchen verteilen. Dabei ist zu beachten, dass der Konus des Falkonröhrchens nur bis zum Rand gefüllt wird. Mit Schwereflüssigkeit, Dichte $\rho = 2,58 \text{ g/cm}^3$, versetzen und solange schütteln, bis sich das Material mit der Flüssigkeit vermischt hat. Die Falkonröhrchen anschließend in den Ständer stellen und über Nacht stehen lassen.
- Je nach Anzahl der unterschiedlichen Proben Bechergläser mit der Probennummer und $\rho < 2,58$ sowie Bechergläser mit der Probennummer und $\rho > 2,58$, beschriften und bereitstellen. Das Probenmaterial $\rho < 2,58 \text{ g/cm}^3$ welches oben aufschwimmt in die Bechergläser überführen. Dies erfolgt durch eine Drehbewegung des Falkonröhrchens, bis der Materialpfropfen im Becherglas landet. Die restliche Schwereflüssigkeit in ein extra Becherglas überführen (Die verunreinigte Schwereflüssigkeit wird anschließend durch ein Siebstoff gefiltert und kann sofort wieder verwendet werden), bis nur noch das Material mit der Dichte $\rho > 2,58 \text{ g/cm}^3$ im Gefäß bleibt. Das Röhrchen mit einem fusselfreien Zellstofftuch auswischen, damit kein Material $\rho < 2,58 \text{ g/cm}^3$ eingebracht wird. Das im Falkonröhrchen verbliebene Probenmaterial anschließend mit VE – H₂O in ein beschriftetes Becherglas überführen und die Probe gut waschen. Anschließend im Trockenschrank bei max. 50°C trocknen.

- Das Reinigen der Röhren, Gefäße und Trichter erfolgt mit der PE-Spritzflasche in ein 2 l Becherglas mit Filteraufsatz. Die hier enthaltene Flüssigkeit wird bei max. 100°C eingedampft, bis die gewünschte Dichte erreicht ist.
- Stark tonhaltige Proben beim Dekantieren nicht zu lange absetzen lassen, um die Partikel < 90 µm herausfiltern zu können!

Abtrennung der Minerale mit einer Dichte $2,53 \text{ g/cm}^3 < \rho < 2,58 \text{ g/cm}^3$:

- Die getrockneten Proben auf die beschrifteten Falkonröhren verteilen. Dabei ist zu beachten, dass der Konus des Falkonröhrens nur bis zum Rand gefüllt wird. Mit Schwereflüssigkeit, Dichte $\rho = 2,53 \text{ g/cm}^3$, versetzen und solange schütteln, bis sich das Material mit der Flüssigkeit vermischt hat. Die Falkonröhren anschließend in den Ständer stellen und über Nacht stehen lassen.
- Je nach Anzahl der unterschiedlichen Proben Bechergläser, die mit den Probennummern und $\rho > 2,53 \text{ g/cm}^3$ beschriftet sind, bereitstellen. Das Probenmaterial $\rho < 2,53 \text{ g/cm}^3$ welches oben aufschwimmt in die Bechergläser überführen. Dies erfolgt durch eine Drehbewegung des Falkonröhrens, bis der Materialpfropfen im Becherglas landet. Die restliche Schwereflüssigkeit in ein extra Becherglas überführen (Die verunreinigte Schwereflüssigkeit wird anschließend durch ein Siebstoff gefiltert und kann sofort wieder verwendet werden), bis nur noch das Material mit der Dichte $\rho > 2,53 \text{ g/cm}^3$ im Gefäß bleibt. Das Röhren mit einem fusselreien Zellstofftuch auswischen, damit kein Material $\rho < 2,53 \text{ g/cm}^3$ eingebracht wird. Das im Falkonröhren verbliebene Probenmaterial anschließend mit VE – H₂O in ein beschriftetes Becherglas überführen und die Probe gut waschen. Anschließend im Trockenschrank bei max. 50°C trocknen.
- Das Reinigen der Röhren, Gefäße und Trichter erfolgt mit der PE-Spritzflasche in ein 2 l Becherglas mit Filteraufsatz. Die hier enthaltene Flüssigkeit wird bei max. 100°C eingedampft, bis die gewünschte Dichte erreicht ist.

Diagramm – Schwereretrennung



Ätzen:

Benötigte Labormaterialien:

- 100 ml PE-Bechergläser
- Rührfische
- Flusssäure (40%)
- Magnetrührer (bei mehreren Proben Magnetrührer mit 9 Rührstellen)
- HCl 10%
- Kanister für die kontaminierte Flusssäure
- VE-H₂O Spritzflasche
- Schürze, Gesichtsmaske, säurefeste Handschuhe

Achtung! Vor dem Arbeiten mit Flusssäure über dem Kittel säurefeste Handschuhe, Schürze, Schutzbrille und Gesichtsmaske tragen. Bei Kontakt der Haut mit der Flusssäure sofort unter fließendem Wasser abspülen – nicht reiben! – und unverzüglich mit Begleitperson das Krankenhaus aufsuchen. Dabei das Medikament Calcium-Sandoz, befindlich im Erste-Hilfe-Schrank links neben Raum 0.10, mitnehmen. Auf die betroffenen Hautpartien das Calcium Gel, ebenfalls im Erste-Hilfe-Schrank befindlich, auftragen.

- Die Probe wird von den Bechergläsern in die beschrifteten PE-Bechergläser mit Rührfisch überführt. Anschließend werden die Proben auf den unter dem Abzug platzierten Magnetrührer gestellt und mit 40 % iger Flusssäure aufgefüllt, so dass die Proben mit dem Reagenz gut bedeckt sind. Dabei sehr vorsichtig arbeiten, damit jegliche Berührung mit Flusssäure vermieden wird. Den Magnetrührer 45 Minuten lang unter Intervallrühren arbeiten lassen. Die Flasche mit der Flusssäure unter fließendem Wasser gründlich reinigen.
- Nach 45 Minuten die Flusssäure in die vorgesehene PE-Flasche dekantieren und die Proben mit 10% iger HCl versetzen und für 30 min bei gelegentlichem umrühren reagieren lassen. Die Probe anschließend gründlich waschen (min. achtmal), wobei das Wasser der ersten zwei Waschvorgänge ebenfalls in die PE-Flasche für die gebrauchte Flusssäure überführt wird. Die Proben bei max. 50°C trocknen lassen.

Sieben und Verpacken der Proben:

Benötigte Labormaterialien:

- Beschriftete Probendöschen
 - Lichtdichte (schwarze) Probentüten
 - DIN A4 Papier
 - Siebstoff (90 μm) oder 90 μm -Siebe mit Deckel und Boden
 - Spannvorrichtung für Siebstoff
- Siebstoff in die Spannvorrichtung einlegen (bei großen Probenmengen 90 μm -Sieb mit Boden und Deckel verwenden) und die getrocknete Probe auf ein Blatt Papier sieben. Der durch das Sieb gelangte Anteil kann verworfen werden. Den Siebrückstand auf das V-förmig gefaltete Papier schütten und in ein zuvor beschriftetes Probendöschen überführen. Das Probendöschen in eine lichtdichte schwarze PE-Tüte verpacken und beschriften. Mehrere Proben einer Probenserie in eine große lichtdichte Probentüte verpacken und beschriften.

4. Belegetechnik für die Grobkornmessung

Benötigte Labormaterialien:

- Aluteller zum belegen
- Tellerhalter "A" zum belegen
- Tellerhalter "B" für die fertig belegten Teller
- Lochmaske
- Konusmaske
- Siebmaske
- Deckmaske
- Siliconspray (damit die Mineralkörner auf den Alutellern haften bleiben)
- Portionierlöffel zum belegen der Aluteller
- Pinzette
- Probenmaterial, abgefüllt in Konusröhrchen

Vorbereitung der Aluteller:

- Tellerhalter "A" mit Aluteller bestücken.
- Lochmaske auf Tellerhalter "A" legen und miteinander verschrauben
- Das Ganze mit Siliconspray besprühen, sodass die Aluteller durch die Lochmaske mit Silicon benetzt werden. ACHTUNG: Nicht zuviel Silicon aufbringen.
- Ein paar Minuten (5–6 min) warten, bis das Silicon angetrocknet ist und anschließend die Lochmaske entfernen.
- Auf den Tellerhalter "A" wird zuerst die Konusmaske, anschließend die Siebmaske und zum Schluss die Deckmaske gelegt und alles miteinander verschraubt – dies ergibt die Belegeeinheit.

Belegen der Aluteller:

- Die Vertiefung des Portionierlöffels füllen, indem der Löffel in die Probe eingetaucht wird damit er gut gefüllt ist. Den Löffel noch nicht

aus dem Probendöschen nehmen, sondern durch leichtes Anstoßen an den Rand des Probendöschens das überschüssige Material entfernen.

- In einer kreisförmigen Handbewegung wird der gefüllte Löffel um 180° gedreht und das Probenmaterial durch die Öffnung der Deckmaske auf den Aluteller aufgebracht.
- Sind alle Teller belegt, wird die Belegeeinheit auf den Kopf gedreht und leicht geschüttelt, damit überschüssiges Material entfernt wird.
- Konus-, Sieb- und Deckmaske von Tellerhalter "A" entfernen und die belegten Aluteller auf Tellerhalter "B" mittels einer Pinzette umsetzen.
- Der Tellerhalter "B" kommt anschließend in eine lichtundurchlässige Tüte (schwarze Fototüten) und wird zum Transport in den Messraum in einer Schachtel (spezielle Holzkiste) verpackt.