

Untersuchungen zu Biokunststoffen

Fragestellung: Wie kann der Biokunststoff Polymilchsäure (PLA) über das Ausbilden von Sollbruchstellen in den PLA-Ketten so modifiziert werden, dass ein stoffliches Recycling, d.h. eine elektrochemische Spaltung der PLA-Ketten, möglich wird?

Überblick über die Untersuchungen

Untersuchung 1	Lösen von Polymilchsäure (PLA)
Untersuchung 2	Einfügen der funktionellen Gruppen zur Ausbildung der Sollbruchstellen (Veresterung)
Untersuchung 3	Elektrochemische Spaltung der Sollbruchstellen (Elektrolyse)
Untersuchung 4	Prüfung auf Vorhandensein der Sollbruchstellen durch Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie (FTIR)
Untersuchung 5	Überprüfung der biologischen Abbaubarkeit (biochemischer Sauerstoffbedarf nach 5 Tagen (BSB ₅))

Sicherheitshinweise

Bei den Untersuchungen 1-3 wird mit persönlicher Schutzkleidung in Form von Laborkittel, Schutzbrille und Handschuhen gearbeitet. Viele Schritte der Untersuchungen 1-3 erfolgen unter einem Abzug bzw. in Zusammenarbeit mit dem Labor einer Hochschule.

Mit **[L]** gekennzeichnete Stoffe und Tätigkeiten sollen nur von der jeweiligen Lehrkraft verwendet bzw. durchgeführt werden.

Die Schüler*innen führen begleitend ein Labortagebuch, um Beobachtungen und Interpretationen zu dokumentieren.

Stoff- und Geräteübersicht der Untersuchungen 1-5 (pro Gruppe)

Untersuchung 1 Lösen von PLA	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Heizplatte ▪ Rührmagnet ▪ Kl. Trichter ▪ kleine verschließbare Glasflaschen (ca. 50mL) ▪ 10 mL Messpipette ▪ Ca. 0,5 g (18 cm) PLA-Strang ▪ 10 mL Aceton
Untersuchung 2 Veresterung von PLA	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Heizplatte ▪ PLA-Lösung aus Untersuchung 1 in Fläschchen ▪ Kl. Trichter ▪ Messpipette mit einstellbaren Volumen von 0,01 bis 0,1 mL ▪ 0,05 bis 0,1 mL 3-Mercaptopropionsäure [L] ▪ 0,05 mL konz. Schwefelsäure [L] ▪ Petrischale (80 × 15 mm) ▪ 500ml Becherglas ▪ Spatel und Pinzette
Untersuchung 3 Elektrolyse mod. PLA	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Netzgerät (Gleichspannung) ▪ Trockenschrank (oder vergleichbar) ▪ 2x Experimentierkabel ▪ 2x Krokodilklemmen ▪ 50 mL Becherglas ▪ 30 mL Leitungswasser ▪ Low-Cost-Elektrolyse-Spritze, ▪ Parafilm (Wachsfilm) ▪ 2x verzinkte Bleche (1x2 cm) ▪ Petrischale mit PLA-Folie aus Untersuchung 2
Untersuchung 4 FTIR	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Fourier-Transform-Infrarotspektrometer ▪ Produkte aus Untersuchung 2 und 3
Untersuchung 5 Bioabbau nach BSB ₅	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Waage ▪ Pinzette ▪ 50 mL Becherglas ▪ 1 L Glasflasche (dunkel) ▪ Gummikappe zum Abdichten der Glasflaschen ▪ OxiTop®-Respirationsmesskopf¹ ▪ 1 Natriumhydroxid (NaOH)-Plätzchen (ca. 0,1 g)

¹ Zur Respirationsmessungen zum anaeroben oder aeroben Abbau durch die Bestimmung des biochemischen Sauerstoffbedarfs nach fünf Tagen

- | | |
|--|---|
| | <ul style="list-style-type: none"> ▪ 300 mg modifiziertes PLA (Produkt aus Untersuchung 2) ▪ 164 mL Fluss-, Teich- oder Seewasser (Schutzstufe 1 nach DUGV) |
|--|---|

Untersuchung 1 – Lösen von Polymilchsäure (PLA)

Sicherheitshinweise:

Handschuhe, Schutzbrille, Laborkittel,
Arbeit unter Abzug



Geräte und Stoffe:

Heizplatte, Rührmagnet, kl. Trichter,
kleine, verschließbare Glasflasche (ca.
50 mL), Messpipette, ca. 0,5 g (18 cm)
PLA-Strang, 10 ml Aceton

Versuchsaufbau:



Abbildung 1:
Versuchsansätze
verschiedener
Gruppen wäh-
rend des Löse-
vorgangs

Durchführung:

Unter dem Abzug wird eine Heizplatte aufgebaut.

Die Glasflasche wird mit der jeweiligen Gruppennummer beschriftet. Anschließend wird in jede Flasche ein Rührmagnet sowie ein 18 cm langer PLA-Strang gegeben. Unter einem Abzug wird jede Glasflasche mithilfe einer Messpipette mit jeweils 10 mL Aceton versetzt. Danach werden sie mit einem Deckel verschlossen.

Die Glasflaschen werden bei 50°C und Rühren auf die Heizplatte gestellt. Das PLA im Lösungsmittel Aceton bleibt unter Rühren für ca. 45-60 Minuten auf der Heizplatte, bis das PLA vollständig gelöst ist.

Untersuchung 2 – Einfügen der funktionellen Gruppen zur Ausbildung der Sollbruchstellen (Veresterung)

Sicherheitshinweise:

Handschuhe, Schutzbrille, Laborkittel,
Arbeit unter Abzug



Geräte und Materialien:

Heizplatte, PLA-Lösung aus
Untersuchung 1 in Glasflasche, kl.
Trichter, 2x Messpipetten, 0,05 bis 0,1
mL 3-Mercaptopropionsäure [L], 0,05
mL konz. Schwefelsäure [L], 2x
Petrischale, 500 mL Becherglas, Spatel
und Pinzette

Durchführung:

Für diesen Versuch wird von der Lehrkraft in die Glasflasche aus Untersuchung 1 je nach Gruppe jeweils 0,01 bis 0,05 mL 3-Mercaptopropionsäure hinzugefügt (siehe Tabelle 1). Anschließend gibt die Lehrkraft 0,05 mL konzentrierte Schwefelsäure zu Glasflasche 1.

Tabelle 1: Zugaben von 3-Mercaptopropionsäure und konzentrierter Schwefelsäure.

Gruppe	3-Mercaptopropionsäure (mL)	Konz. Schwefelsäure (mL)
1	0,05	0,05
2	0,025	0,05
3	0,01	0,05
4	0,05	0,05
5	0,025	0,05
6	0,01	0,05

Danach wird die Glasflasche mit der Lösung bei 50-60°C unter Rühren für eine Stunde auf die Heizplatte unter einem Abzug gestellt.

Nach einer Stunde auf der Heizplatte werden ein 500 mL Becherglas und eine Petrischale mit der jeweiligen Gruppennummer beschriftet. In das Becherglas wird nun unter dem Abzug die Lösung aus Glasflasche 1 gefüllt. Danach wird es zum Abdampfen des Acetons vorsichtig einige Zeit geschwenkt.

Die entstandene Folie wird vorsichtig mit einem Spatel vom Becherglas gelöst und mit einer Pinzette in die Petrischale gelegt. Der Rührmagnet wird von der Lehrkraft eingesammelt.

Anschließend werden von den Schüler*innen das Aussehen und die erkennbaren Eigenschaften der Folie beschrieben.

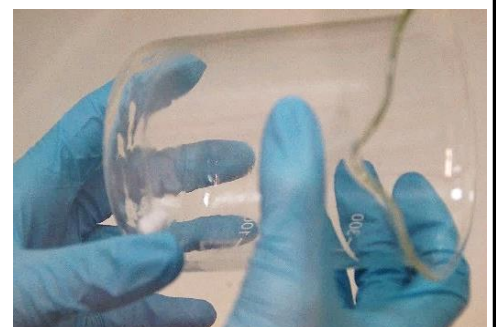


Abbildung 2: Schwenken eines Becherglases.

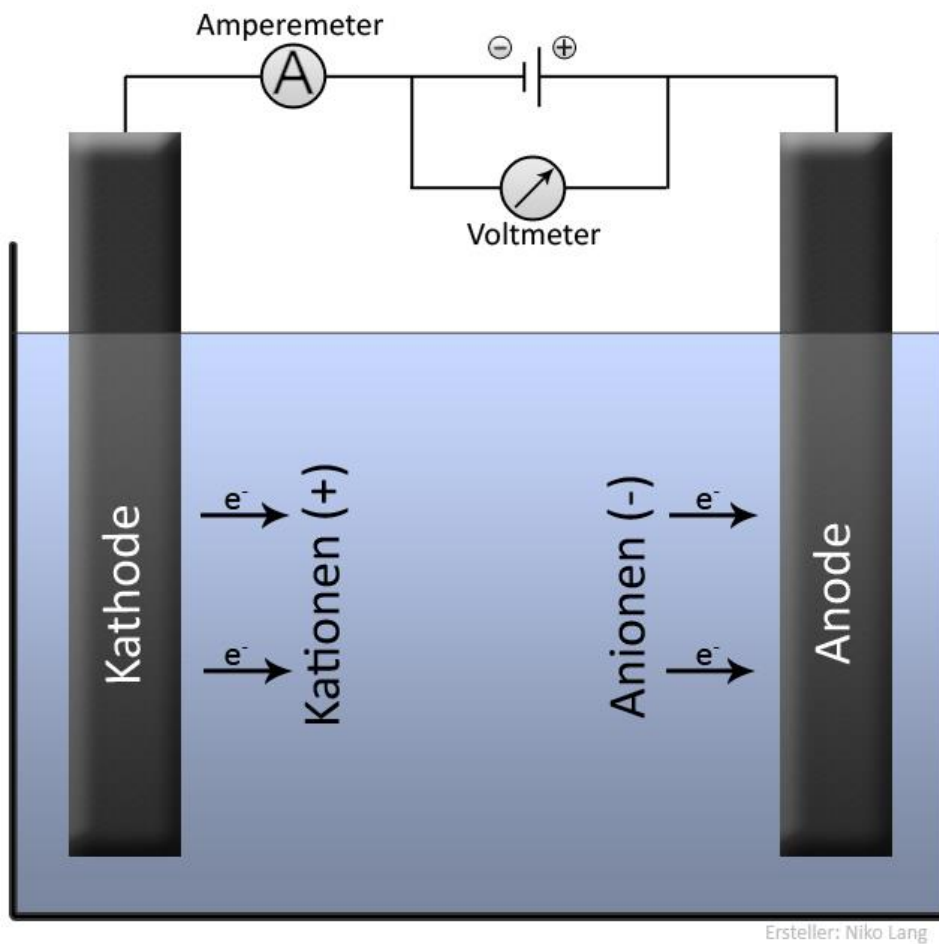


Abbildung 3: Folie als Produkt von Experiment 2.

Untersuchung 3 – Elektrochemische Spaltung der Sollbruchstellen (Elektrolyse)

Elektrochemische Reduktion der Disulfidbrückenbindung

Bei der Elektrolyse erzwingt elektrischer Strom eine Redoxreaktion (ein Reaktionspartner überträgt Elektronen auf einen anderen). Eine Spannungsquelle bewirkt einen Elektronenmangel an der Anode und einen Elektronenüberschuss an der Kathode. Positiv geladene Ionen (Kationen) oder elektroneutrale Stoffe nehmen an der Kathode Elektronen auf und werden reduziert.



Ersteller: Niko Lang

Abbildung 4: Darstellung einer Elektrolyse (Quelle https://commons.wikimedia.org/w/index.php?search=elektrolyse&title=Special%3ASearch&go=Go&ns0=1&ns6=1&ns12=1&ns14=1&ns100=1&ns106=1#/media/File:Elektrolyse_Allgemein.jpg (02.01.2010), Niko Lang, CC 2.5).

Untersuchung 3 – Elektrochemische Spaltung der Sollbruchstellen (Elektrolyse)

Sicherheitshinweise:

Handschuhe, Schutzbrille, Laborkittel

Geräte und Materialien:

Netzgerät (Gleichspannung), Trockenschrank (oder vergleichbar), 2x Experimentierkabel und Krokodilklemmen, Parafilm (Wachsfilm), 100 mL Becherglas, Elektrolyse-Spritze, 2x Bleche (1x2 cm), Petrischale mit Folie aus Untersuchung 2

Versuchsaufbau:

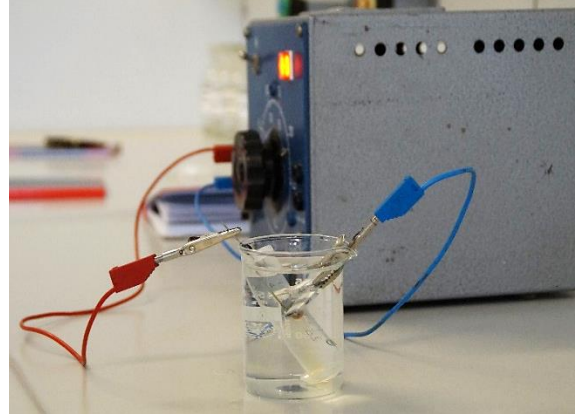


Abbildung 5: Low-Cost-Elektrolyse von modifiziertem PLA.

Durchführung:

Die Experimentierkabel werden mit den Krokodilklemmen versehen und an das Netzteil angeschlossen. Ein 50 mL Becherglas wird bis zum obersten Strich mit Wasser gefüllt. Anschließend wird eine Elektrolysespritze vorsichtig an das Kabel des Pluspols mithilfe der Krokodilklemme angebracht und so in das Becherglas gestellt, dass die Metalnadel in der Flüssigkeit ist.

Danach wird ein Stück des PLA aus der Petrischale abgebrochen und zwischen zwei Bleche gelegt. Die Bleche werden wie auf der Abbildung gezeigt mit Wachsfilm verbunden und nun am Minuspol mit der Krokodilklemme angebracht.



Abbildung 6: Aufbau für die Elektrolyse (Produkt).



Abbildung 7: Elektrolyse des modifizierten PLAs.

Die Elektrolyse wird nun für 45 Minuten bei 21,5 Volt durchgeführt. Anschließend wird die PLA-Folie beschrieben und in der Petrischale getrocknet.

Untersuchung 4 – Prüfung auf Vorhandensein der Sollbruchstellen durch Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie (FTIR)

FTIR (Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie)

Mit Hilfe eines Strahls (Wellenlänge 500-3500 μm) werden funktionelle Gruppen angeregt. Die Anregung resultiert in einer Bewegung der Atome. Unterschiedliche funktionelle Gruppen lassen sich durch unterschiedliche Wellenlängen anregen. Mit Hilfe eines Detektors kann ermittelt werden, welche Wellenlängen funktionelle Gruppen angeregt haben und somit kann man auf das Vorhandensein von funktionellen Gruppen schließen.

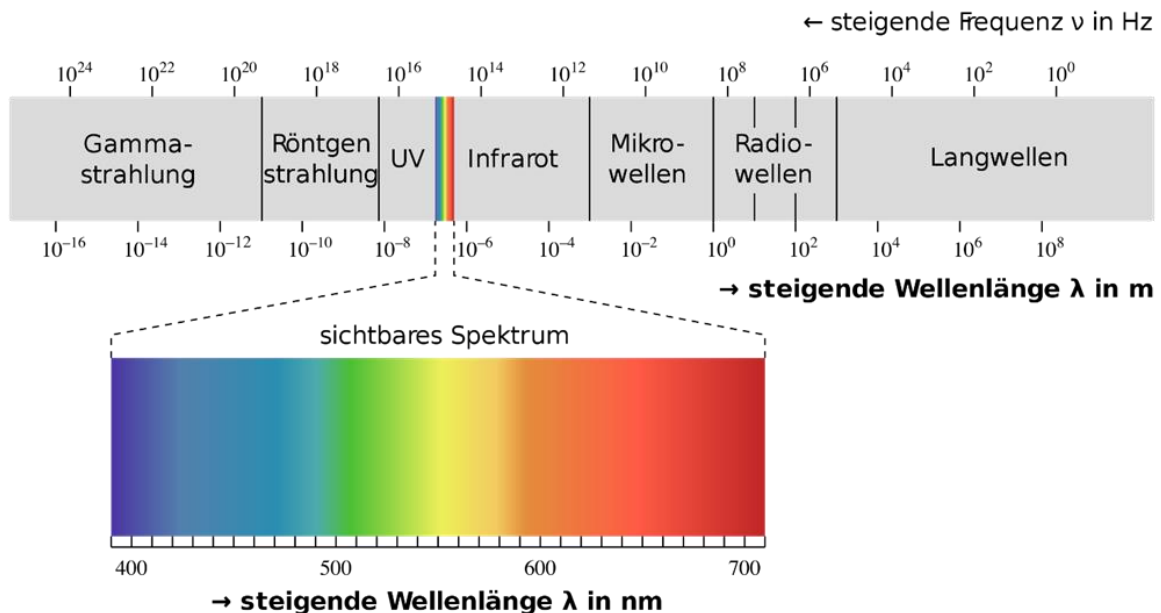


Abbildung 8: Elektromagnetisches Spektrum. (<https://de.wikipedia.org/wiki/Infrarotspektroskopie#/media/Datei:EM-Spektrum.svg> (04.01.2020), Matt und Zedh, CC 3.0)

Untersuchung 4 – Prüfung auf Vorhandensein der Sollbruchstellen durch Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie (FTIR)

Durchführung:

Die trockenen PLA-Folien von Untersuchung 2 und Untersuchung 3 werden mittels FTIR analysiert.

Ergebnisbeispiel der FTIR

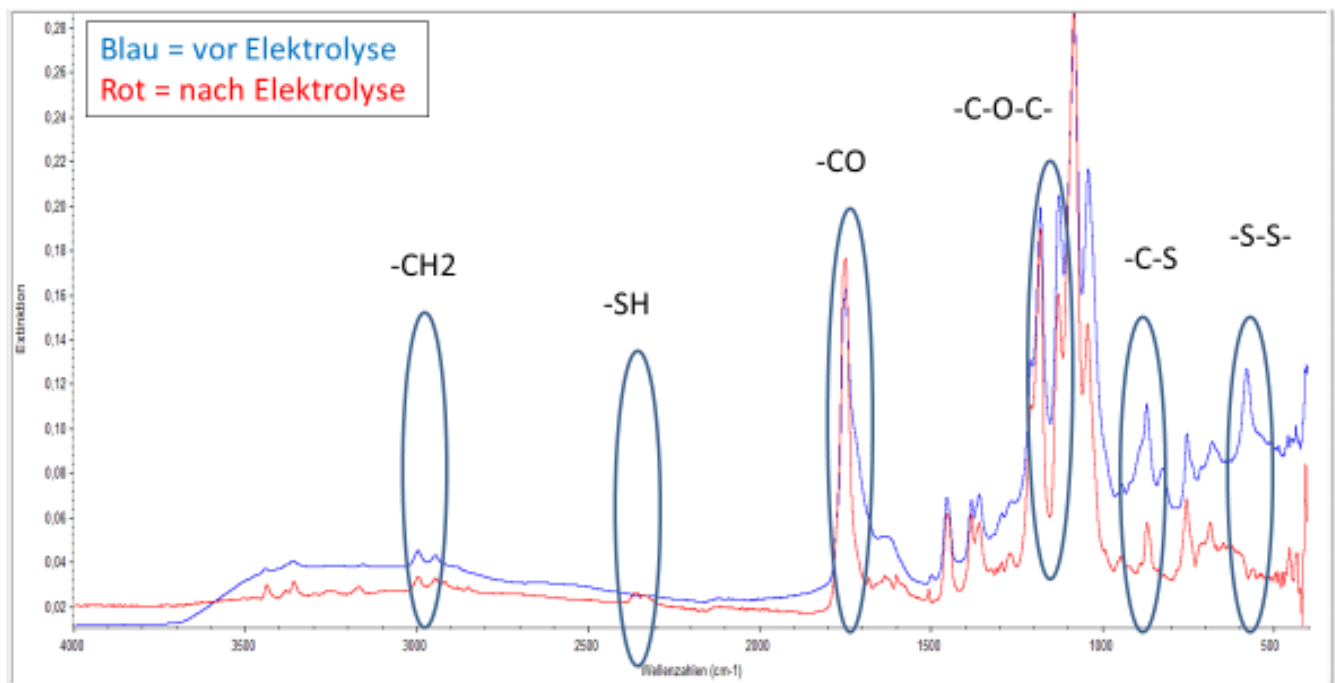


Abbildung 9: Mögliche Ergebnisse der PLA-Untersuchung mittels FTIR.

Untersuchung 5 – Überprüfung der biologischen Abbaubarkeit (biochemischer Sauerstoffbedarf nach 5 Tagen (BSB₅))

Sicherheitshinweise:

Handschuhe, Schutzbrille, Laborkittel



Geräte und Materialien:

Waage, Pinzette, 50 mL Becherglas, 1 L Glasflasche (dunkel), Gummikappe, OxiTop®-Respirationsmesskopf, 1 Natriumhydroxid (NaOH)-Plätzchen, 300 mg modifiziertes PLA (Produkt aus Untersuchung 2), 164 mL Fluss-, Teich- oder Seewasser

Versuchsaufbau:



Abbildung 10: Flaschen mit OxiTop.

Durchführung:

Mit einer Waage werden 300 mg des modifizierten PLAs aus Untersuchung 2 in einem 50 ml Becherglas abgewogen. Die 300 mg werden anschließend mit einer Pinzette in eine mit der Gruppennummer beschrifteten 1 L Glasflasche gegeben. Danach werden 164 mL von Fluss-, Teich- oder Seewasser dazugegeben. Anschließend wird die Glasflasche mit einer Gummikappe verschlossen. In die Gummikappe wird mit einem Spatel ein Natriumhydroxid-Plätzchen gegeben.

Anschließend wird ein OxiTop®-Respirationsmesskopf auf die Flasche geschraubt und die Messung gestartet. Die Messung wird nach 5 Tagen beendet und die Werte notiert.

Überprüfung der biologischen Abbaubarkeit (biochemischer Sauerstoffbedarf nach 5 Tagen (BSB₅))

Messung mit OxiTop®-Respirationsmesskopf

Mit einem OxiTop®-Respirationsmesskopf kann in einem geschlossenen System eine Druckmessung stattfinden, die den durch Mikroorganismen verbrauchten Sauerstoff in einer Flüssigkeit (hier Fluss-, Teich- oder Seewasser) anzeigt. Beim Sauerstoffverbrauch der Mikroorganismen entsteht Kohlenstoffdioxid. Dieser wird mittels Natriumhydroxid absorbiert, wodurch der gemessene Unterdruck entsteht.