

Versuchs-
aufbau





Vereinfachte Abbildung mit Stativ statt Koffer

Benötigte Geräte

- AK Modular-Gaschromatograf
- Trennsäule 1 Chromosorb / Siliconöl OV101 weißer KB.
- Brenndüse im T-Stück mit Eisenwolle

- Reagenzglas
- Einmal-Spritze, 2-5 mL
- Feuerzeug
- Reduzierventil für Hydrostik
- Entnahmeventil für F-Gas

Verwendete Chemikalien

- Wasserstoff 
- aus Hydrostik
- Feuerzeuggas 

Vor-
bereitung

- ▶ Den Koffer des modularen Gaschromatografen aufstellen.
- ▶ Statt des eigentlichen Detektors ein T-Stück mit einem mit etwas Stahlwolle als Rückschlagsicherung gefüllten Glasrohr als Brenndüse aufsetzen und festschrauben.
- ▶ Das Reduzierventil per Schlauch mit dem Chromatografen verbinden und nur lose auf die Wasserstoffquelle (Hydrostik Pro) aufschrauben.

Durch-
führung

1. Farbe der Flamme von Wasserstoff bzw. Feuerzeuggas

- ▶ Das Reagenzglas über die Brenndüse stülpen, die Gaszufuhr freigeben (Reduzierventil festschrauben) und auf den positiven Ausgang der Knallgasprobe warten.
- ▶ Den Wasserstoff an der Brenndüse entzünden.
- ▶ Eine Spritze mit etwa 0,3 mL Feuerzeuggas füllen.
- ▶ Das Gas in das T-Stück mit der Brenndüse injizieren.

Beob-
achtung
und
Ergebnis

- ▶ Die Wasserstoffflamme ist nur schwach gefärbt. Die leicht gelbliche Farbe rührt vom glühenden Glasrand (Natrium) her.
- ▶ Im Gegensatz dazu leuchtet die Flamme des Feuerzeuggases kurzzeitig intensiv gelbweiß. Die Färbung entsteht durch glühenden, nicht vollständig verbrannten Kohlenstoff.
- ▶ Die Gase Wasserstoff und Feuerzeuggas lassen sich anhand der Flammenfarbe unterscheiden.

2. Einspritzen von Feuerzeug - Gas (Trennsäule 1)

Durchführung

- ▶ Ca. 2 mL Feuerzeug-Gas am Anfang der Trennsäule einspritzen.

Beobachtung und Ergebnis

- Nach einer gewissen Zeit (ca. 17 s) leuchtet die Wasserstoffflamme gelb auf. Das Aufleuchten wiederholt sich (meist) noch zweimal.(ca. 28 und ca. 33 s).
- Die Belegung der Säule sorgt für eine Verteilungschromatografie.
- Das Feuerzeug- Gas ist kein Reinstoff, sondern besteht (meist) aus mindestens 3 Komponenten.
Größe und Brenndauer der Flamme lassen schon Rückschlüsse auf die Zusammensetzung zu!

Achtung:



Heute käufliche Feuerzeuge und Nachfüllpackungen für Feuerzeuggas enthalten überwiegend nur noch ein Gas, meist Isobutan. Dann sieht man natürlich nur einen Peak.
Vorversuche sind unbedingt notwendig!

3. Identifizierung der Gase: Einspritzen von Reingasen

Durchführung

- ▶ Ca. 0,6 mL Reingas z.B. Propan, i-Butan oder n-Butan-Gas am Anfang der Trennsäule einspritzen.

Beobachtung und Ergebnis

Die nachfolgenden Zeiten sind stark abhängig vom Gasstrom:

- Nach einer gewissen Zeit (Propan ca. 17 s) leuchtet die Wasserstoffflamme gelb auf.
- Eine Wiederholung mit Methylpropan zeigt eine leuchtende Flamme nach 28 s.
- Mit n-Butan leuchtet die Flamme nach 33 s auf.

Achtung:



Die positive Zuordnung über die Retentionszeiten ist eigentlich unzulässig und nur dann anwendbar, wenn man die einzelnen Komponenten kennt.

Es können mehrere Gase dieselbe Retentionszeit haben.

Die Negative Zuordnung ist eindeutiger:

Tritt bei einer Retentionszeit keine Flamme auf, so ist das entsprechende Gas nicht in genügender Menge im Gemisch vorhanden

Ist eine Trennsäule mit reinem Chromosorb vorhanden, kann man noch zeigen, dass die Trennwirkung bei gleichem Trägermaterial hauptsächlich auf der Belegung mit Siliconöl (Prinzip der Verteilung zwischen Gas und Flüssigkeit) beruht.

4. Einspritzen von Feuerzeug- Gas (Trennsäule: reines Chromosorb)

Zusätzlich benötigte Geräte:

- Trennsäule, Füllung: Chromosorb unbelegt.

Durchführung

- ▶ Die mit Siliconöl belegte Säule gegen die Chromosorb-Säule(pur) austauschen.
- ▶ Ca. 2mL Feuerzeug- Gas werden am Anfang der Trennsäule in die vorgesehene Injektionsstelle eingespritzt.

Beobachtung und Ergebnis

- Man kann erkennen, wie die Wasserstoffflamme für eine gewisse Zeit durch das Feuerzeug- Gas eingefärbt wird.
- Der Zeitpunkt der Flammeneinfärbung ist jedoch nicht beim Aufgeben sondern später, da das Gas erst die Säule durchlaufen muss.

Beachten:



Entsorgung

entfällt

Literatur

K. Wedeking, S. Veltel und F. Kappenberg, Experimente für jugend forscht 1992