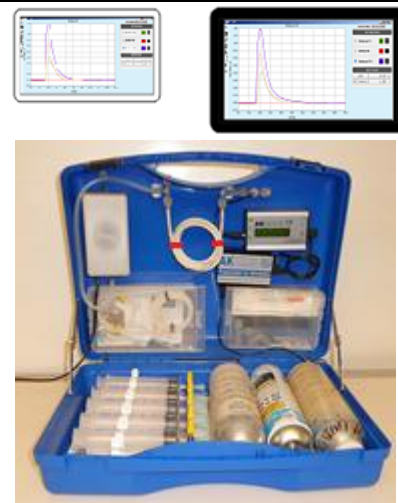
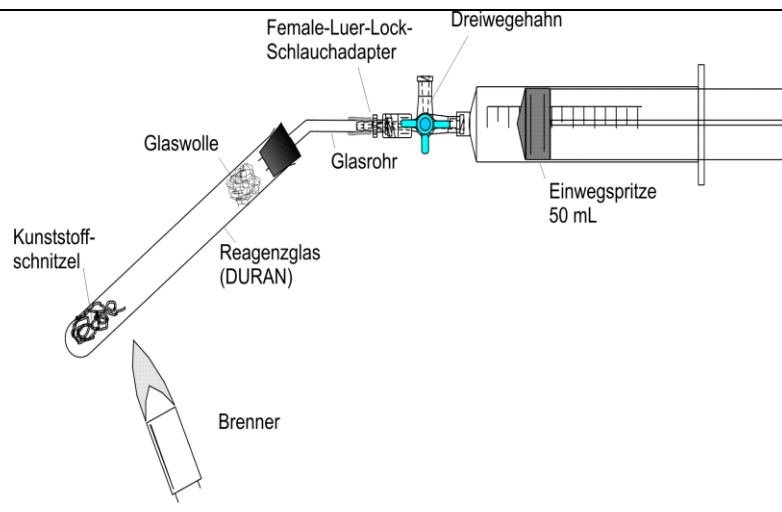




Prinzip

In einem einfachen Versuch lässt sich durch Erhitzen im Reagenzglas eine Thermolyse von PE- Folie durchführen.

**Aufbau
und
Vorbereitung**



Benötigte Geräte

- "Pyrolyseapparatur" (Platte)
- Reagenzglas, DURAN
- Siliconstopfen (durchbohrt)
- Einwegspritze, 50 ml (MT)
- Siliconschlauchstückchen
- Dreiwegehahn MT
- Glasrohrstückchen
- Bunsenbrenner
- Gasanzünder
- AK LowCost-GC Classic Modul mit Birnchen-WLD
- Säule 3: Silicagel 60 / 0,5 m roter Kabelbinder
- Teacher's Helper/Netzteil
- USB-Kabel
- Tablet, Laptop o. Smartphone
- Einwegspritze, 2,0 ml
- Evtl. Glasspritze MT, 20 ml
- Evtl. Becherglas, 50 ml

Verwendete Chemikalien

- weiße PE- Folie (Einkaufstüte)
- Glaswolle
- evtl. Vergleichsgase
- evtl. Bromwasser

Vorbereitung des Versuchs

- ▶ Die Apparatur befindet sich komplett auf einer speziellen Platte mit Federklammern. Der Versuch kann aber auch mit herkömmlichen Mitteln (Stativmaterial) entsprechend der Zeichnung aufgebaut werden.
- ▶ Ca. 9-16 cm² PE-Folie ausschneiden, knüllen und in das Reagenzglas und darüber ein en Pfropfen Glaswolle geben.
- ▶ Die Spritze über den Dreiwegehahn an das Reagenzglas anschließen.

Vorbereitung an den Tablets/ Laptops (Clients)

- ▶ Am Laptop / Tablet /Smartphone Einstellungen mit **WLAN** eine Verbindung herstellen: **ak.net** auswählen und warten bis die Verbindung eingebucht ist.
- ▶ Browser z.B. **FireFox/Safari** aufrufen, in die Adresszeile (URL-Zeile) - nicht in der (Google-Suchzeile!!) **http://labor.ak** eingeben. - Es erscheinen 4 Bildschirme
- ▶ **AK MiniAnalytik** wählen. Im Display können die Menüicons oben neben- oder (bei kleinen Bildschirmen) links untereinander angeordnet sein.
- ▶ GC Elektronik15 per USB mit Teacher's Helper verbinden.
- ▶ ** Icon 'Messen' (2. von links) und **Mit Messgerät verbinden** auswählen.
- ▶ **Messgrößenauswahl:** **GC Int (WLD)** und **OK**
- ▶ **Konfiguration GC-Messung . y-Achse GC (WLD) Min** **-10** - und **Max** **100** - **Nachkomma** **1** und **Linie** **ja** und **OK**
- ▶ Es erscheinen Anweisungen auf dem Bildschirm. Diese abhaken:
 - ▶ GC Sensor mit Teacher's Helper verbinden.
 - ▶ Pumpe: Schlauch bei "OUT" und mit Strom versorgen.
- ▶ **Zur Messung**

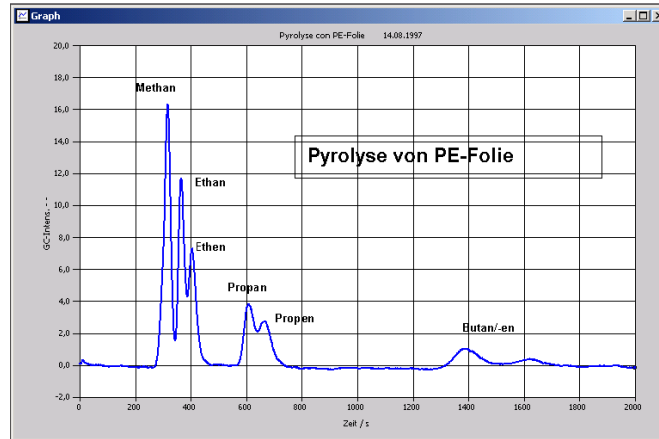
Der Messbildschirm wird aufgebaut und Werte angezeigt.



Durchführung

- ▶ Kräftig erhitzen, bis je nach Dicke der Folie weiße Dämpfe entstehen (ca. 20 - 50 mL Gas).
- ▶ Über den Dreiweghahn (auch schon während des Erhitzens) eine Probe (ca. 1 mL) zur weiteren Identifizierung abziehen.
- ▶ **Gas in die Spritze füllen, diese bis 0,5 mL entleeren und dann bis 1 mL Luft dazu aufziehen.**
- ▶ Warten bis Messwert stabil ist. Evtl. **Auf Null setzen**
- ▶ Mit **Aufzeichnung Starten** die Messwertspeicherung starten.
- ▶ Beim Countdown genau bei 0 s das Gas zügig in den Chromatografen injizieren und die Spritze entfernen.
- ▶ Nach ca. 200 s zum Beenden **Stoppen** drücken

Auswertung

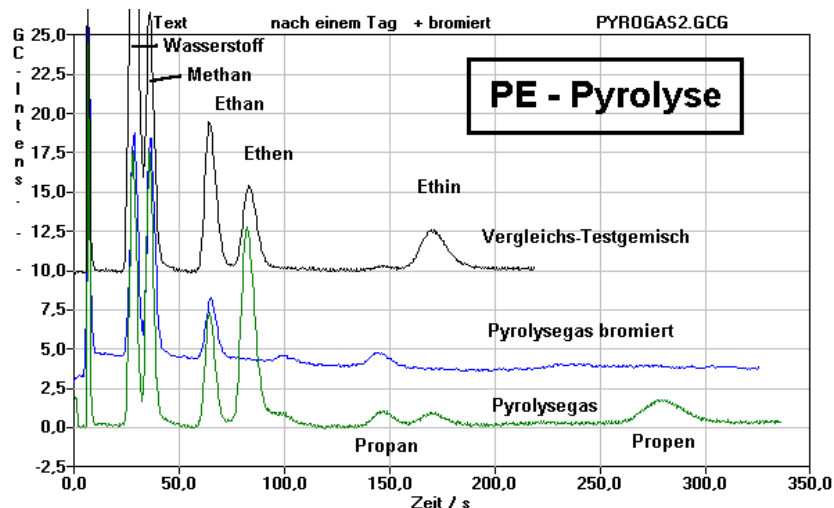


Wie das Chromatogramm zeigt, entstehen eine Reihe (mindestens 7!) von Produkten

Zusatzversuch: Schütteln mit Bromwasser Trennung auf einer anderen Säule

Ca. 10 mL des Pyrolysegases werden über den Dreiweghahn in eine Glasspritze (MT) mit aufgesetztem Dreiweghahn überführt. Dann wird eine Kanüle aufgesetzt und etwa 2 mL (ziemlich intensiv gefärbtes) Bromwasser eingezogen und geschüttelt. Dabei tritt Volumenverminderung ein. Sollte sich das Bromwasser entfärben, kann weiteres Gas eingezogen werden. Schließend kippt man die Spritze und entnimmt über den Dreiweghahn ca. 1mL Gas für eine erneute gaschromatografische Untersuchung.

Achtung: Das nachfolgende Chromatogramm ist schon vor geraumer Zeit mit einer anderen Säule (Pentadecan) aufgenommen worden.



Man erkennt, dass die ungesättigten Komponenten in dem neuen Chromatogramm fehlen. Durch das Bromieren entstehen Produkte so niedrigen Dampfdrücken, dass sie im Chromatogramm nicht mehr auftauchen.

Beachten:



Entsorgung

entfällt

Literatur

- R. Engler u. E. Wiederholt, Gas-Flüssig-Chromatographie in Versuchen Blatt 6.4.2, Wuppertal 1979
- E. Wiederholt, Pyrolyse von Polyethen und gaschromatografische Analyse der Pyrolyseprodukte als Beispiel eines abfallfreien Chemieunterrichts, CLB 44 (1993) 4, s. 174ff