

Hinweis

Die folgenden Versuche kann man von den Schülern parallel zum Versuch K02a (Dünnschichtchromatographie von Filzstiftfarben) durchführen lassen. Die Entwicklungszeit des DC's dauerte etwa 60 Minuten.

1.1 Demonstrationsversuch zur Adsorption

Geräte:		Chemikalien:	
3	WH-Erlenmeyerkolben, 250 mL		Aktivkohle, gekörnt
1	WH-Stopfen		oder Kieselgel
1	Faltenfilter		Methylenblau ☒
1	Glastrichter		Wasser
			Aceton ☐

Durchführung: In dem Erlenmeyerkolben werden etwa 100 mL einer sehr verdünnten Methylenblaulösung in Wasser hergestellt. Dazu wird etwas Aktivkohle (oder entsprechend mehr Kieselgel) gegeben und dann kräftig geschüttelt. Nach kurzer Zeit (max.: 3 Minuten) wird die Lösung durch ein Faltenfilter in einen zweiten Erlenmeyerkolben filtriert. Es wird ein weiterer Erlenmeyerkolben unter den Trichter gestellt und die im Faltenfilter befindliche Aktivkohle mit etwas Aceton begossen.

Beobachtung: Die Intensität der Farbe nimmt ab bis die Lösung farblos erscheint. Das auf die Aktivkohle gegebene Aceton nimmt eine bläuliche Farbe an. Der Farbstoff wird adsorbiert und wieder desorbiert.

1.2 Demonstrationsversuch zu den Kapillarkräften

Geräte:		Chemikalien:	
1	Kreide	1	Glasrohr
1	Kristallisierschale	1	Kapillarrohr
		1	Schmelzpunktröhrchen
			Wasser
			(evtl. Methylenblau) ☒

Durchführung: Man stellt ein Stück Kreide oder die Glasröhrchen in eine Kristallisierschale die ca. 0,5 cm hoch mit wässriger Methylenblaulösung gefüllt ist. (Achtung : Röhrchen evtl. schräg halten, um Luftblasen zu vermeiden!)

Beobachtung: Die Flüssigkeit steigt in der Kreide und im Schmelzpunktröhrchen hoch. Benutzt man verschieden weite Röhrchen, stellt man fest, daß die Steighöhe mit kleiner werdender lichter Weite des Röhrchens zunimmt.

1.3 Demonstrationsversuch zur Verteilung

Geräte:		Chemikalien:	
1	Scheidetrichter, 100 mL	1	Stativ
1	EH-Stopfen	1	Muffe
5	Reagenzgläser	1	Greifklemme
1	Reagenzglasgestell		Iod/Iodkalium-Lösung
			Chloroform ☒-w

Durchführung: In einem Scheidetrichter wird zu etwa 15 mL wässriger Iod/Iodkalium (Lugol)-lösung in Wasser (braun) etwa die gleiche Menge Chloroform gegeben und kräftig geschüttelt. Nach dem Absetzen wird die untere Phase in ein Reagenzglas abgelassen und damit der Versuch drei- bis viermal wiederholt.

Beobachtung: Die Chloroform-Phase ist violett gefärbt, die Intensität der Farbe in den folgenden Reagenzgläsern nimmt ab. Die braune Farbe der im Scheidetrichter verbleibenden Flüssigkeit nimmt sehr stark ab.

TIP:

Die Verteilung läßt sich im einfachen Reagenzglasphotometer auch photometrisch verfolgen! Dazu kann man einen kleinen Teil der wässrigen Phase in ein Reagenzglas ablassen und anschließend photometrieren!

1.4 Trennung durch Adsorption - Ein märchenhaftes Prinzip:

Weit von hier regierte einst ein mächtiger König. Natürlich hatte er eine schöne Tochter. Und er wollte sie ausgerechnet dem stärksten und kräftigsten Mann seines Reiches zur Frau geben. Aber den mußte er erst einmal finden.

Da rief er alle Weisen seines Reiches zu sich und fragte sie um guten Rat. Der war teuer - die Herren litten an Kreativitätsmangel. Bis auf einen - Chromos genannt. Der hatte eine pfiffige Idee: "Majestät", sagte er, "im Westen Eures Reiches fließt ein reißender Fluß. Nutzt ihn für einen Super-Wettbewerb. Laßt Eure Ingenieure in regelmäßigen Abständen Pfähle über dem Fluß befestigen - gerade so hoch und so dick, daß ein schwimmender Mensch sie ergreifen kann. Wenn Ihr nun einen Mann in den Fluß werft, kann er einen Pfahl fassen und sich daran festhalten - bis die Strömung ihn wieder mit sich fortreißt. Sie wird ihn zur nächsten Pfahl tragen, und er wird sich auch daran festhalten. Je stärker der Mann ist, desto öfter und desto länger wird es ihm gelingen, sich festzuhalten. Wenn Ihr nur genug Pfähle zwischen Start und Ziel befestigt habt, wird unweigerlich der schwächste Mann zuerst und der stärkste zuletzt am Ziel eintreffen. Das wird ein spannendes Rennen für Eure Untertanen."

Der König, für neue sportliche Ideen stets aufgeschlossen, ließ die Rennstrecke bauen. Nicht der Schnellste sollte siegen, sondern der Langsamste. Und so geschah es. Einfach, schonend und ohne Blutvergießen wurde der Sieger ermittelt und mit der Königstochter vermählt.



Die Sportwissenschaftler aber nannten den Fluß mobile Phase, die Pfähle stationäre Phase und die Zeit, die ein Athlet für die Strecke benötigte, Retentionszeit. Denn Retention heißt soviel wie Festhalten oder Zurückhalten. Und zu Ehren des weisen Königsberaters nannten sie den neuen Sport "Chromatographie". Und weil diese Begriffe so schön wissenschaftlich klangen, wurden eines Tages auch die Naturwissenschaftler auf die märchenhaften Möglichkeiten des neuen Sports aufmerksam. Sie schickten nicht Bewerber um die Hände von Königstöchtern, sondern chemische Substanzen auf die Strecke. Statt eines reißenden Flusses wählten sie als mobile Phase ein Lösungsmittel. Die Pfähle wurden durch adsorbierende Stoffe wie Kieselgel oder Aluminium-oxid ersetzt. Und wie man sieht, chromatographieren sie noch heute.

1.5 Rechnerische Simulation zur Verteilung

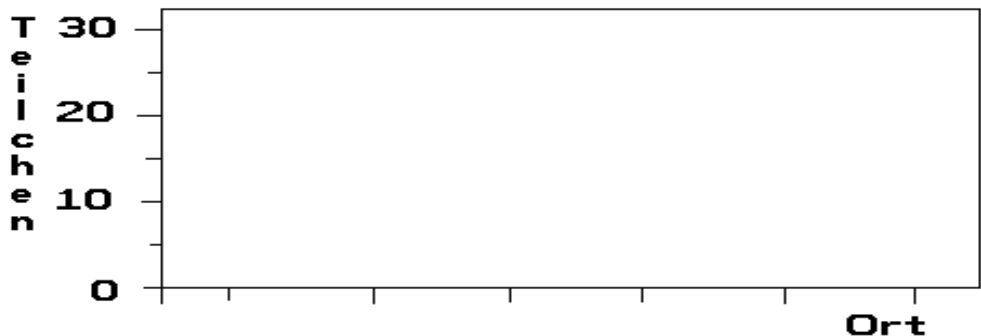
Die Trennung zweier Komponenten durch Verteilung in verschiedenen Zeitabschnitten soll hier verdeutlicht werden. Die oberen Kästchen sollen jeweils die mobile Phase (MP), die unteren die stationäre (SP) darstellen. Die Stoffe sollen sich nach einem festen Zahlenverhältnis auf die Phasen verteilen:

$$K_1 = \frac{c(\text{mobil})}{c(\text{stationär})} = \frac{2}{1} \quad \text{Farbe: (z.B.: rot)} \qquad K_2 = \frac{c(\text{mobil})}{c(\text{stationär})} = \frac{1}{2} \quad \text{Farbe: (z.B.:blau)}$$

Benutzen Sie bitte für die Bearbeitung zwei Stifte mit unterschiedlichen Farben! Schreiben Sie die Teilchenzahl von Stoff 1 mit der ersten Farbe immer links in das Kästchen, die Teilchenzahl von Stoff 2 mit der zweiten Farbe immer rechts in das Kästchen!

1. Zunächst sind jeweils 81 Teilchen von jeder Sorte in die obere Phase (Ort 1, oberstes Kästchen) "eingefüllt" (links 81 und rechts 81 hingeschrieben).
2. In Schritt 2 verteilt sich Stoff 1 am Ort 1 auf beide Phasen bis sich das Gleichgewicht 2:1 eingestellt hat (links oben: 54, unten: 27). Der zweite Stoff verteilt sich entsprechend (rechts oben 27, unten 54).
3. Die mobile Phase schiebt die oberen Teilchen von Ort 1 nach Ort 2 (links oben 54 und rechts oben 27) - unten bleibt noch frei. An Ort 1 verbleiben unten links 27 und rechts 54 (oben: frei).
4. Dann werden die Teilchen am Ort (oben und unten) aufsummiert und neu verteilt und so weiter....
Zeichnen Sie zum Schluß die Summe der Teilchen am jeweiligen Ort (übereinander stehende Kästchen) mit den jeweiligen Farben in das Koordinatensystem ein!

Ort			1	2	3	4	5
1. Einfüllen der Teilchen	MP						
	SP						
2. Verteilungsgleichgewicht	MP	↓					
	SP	↑					
3. Schieben der mobilen Phase	MP	->					
	SP						
4. Verteilungsgleichgewicht	MP	↓					
	SP	↑					
5. Schieben der mobilen Phase	MP	->					
	SP						
6. Verteilungsgleichgewicht	MP	↓					
	SP	↑					
7. Schieben der mobilen Phase	MP	->					
	SP						
8. Verteilungsgleichgewicht	MP	↓					
	SP	↑					
9. Schieben der mobilen Phase	MP	->					
	SP						



1.5 Rechnerische Simulation zur Verteilung - Lösungsblatt

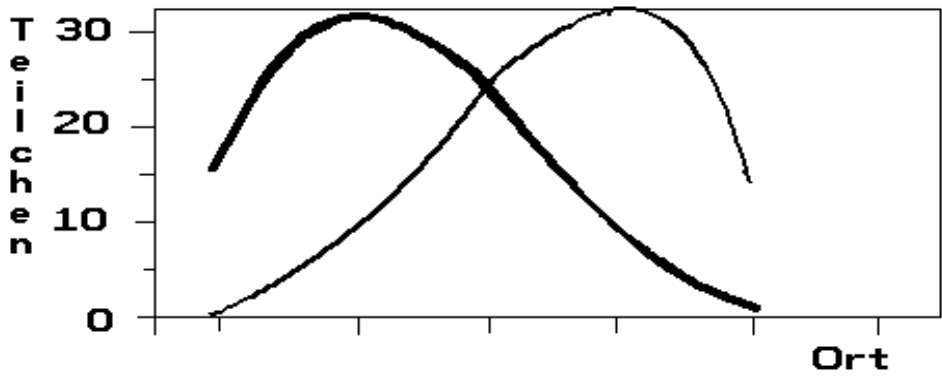
Die Trennung zweier Komponenten durch Verteilung in verschiedenen Zeitabschnitten soll hier verdeutlicht werden. Die oberen Kästchen sollen jeweils die mobile Phase (MP), die unteren die stationäre (SP) darstellen. Die Stoffe sollen sich nach einem festen Zahlenverhältnis auf die Phasen verteilen:

$$K_1 = \frac{c(\text{mobil})}{c(\text{stationär})} = \frac{2}{1} \quad \text{Farbe:} \qquad K_2 = \frac{c(\text{mobil})}{c(\text{stationär})} = \frac{1}{2} \quad \text{Farbe:}$$

Benutzen Sie bitte für die Bearbeitung zwei Stifte mit unterschiedlichen Farben! Schreiben Sie die Teilchenzahl von Stoff 1 mit der ersten Farbe immer links in das Kästchen, die Teilchenzahl von Stoff 2 mit der zweiten Farbe immer rechts in das Kästchen!

1. Zunächst sind jeweils 81 Teilchen von jeder Sorte in die obere Phase (Ort 1, oberstes Kästchen) "eingefüllt" (links 81 und rechts 81 hingeschrieben).
2. In Schritt 2 verteilt sich Stoff 1 am Ort 1 auf beide Phasen bis sich das Gleichgewicht 2:1 eingestellt hat (links oben: 54, unten: 27). Der zweite Stoff verteilt sich entsprechend (rechts oben 27, unten 54).
3. Die mobile Phase schiebt die oberen Teilchen von Ort 1 nach Ort 2 (links oben 54 und rechts oben 27) - unten bleibt noch frei. An Ort 1 verbleiben unten links 27 und rechts 54 (oben: frei).
4. Dann werden die Teilchen am Ort (oben und unten) aufsummiert und neu verteilt und so weiter....
Zeichnen Sie zum Schluß die Summe der Teilchen am jeweiligen Ort (übereinander stehende Kästchen) mit den jeweiligen Farben in das Koordinatensystem ein!

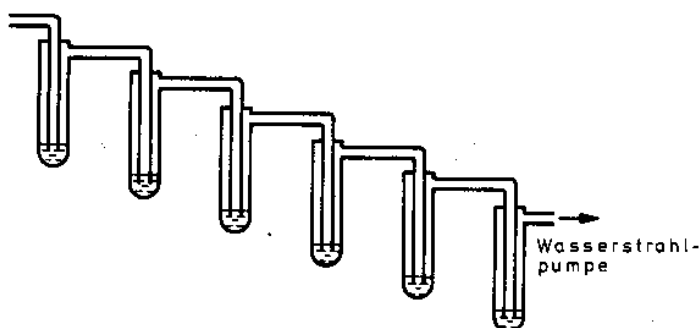
1. Einfüllen der Teilchen	MP		81	81								
	SP											
2. Verteilungs-gleichgewicht	MP	↓	27	54								
	SP	↑	54	27								
3. Schieben der mobilen Phase	MP	->		-> 27	54	->						
	SP		54	27								
4. Verteilungs-gleichgewicht	MP	↓	18	18	09	36						
	SP	↑	36	09	18	18						
5. Schieben der mobilen Phase	MP	->		-> 18	18	09	36	->				
	SP		36	09	18	18						
6. Verteilungs-gleichgewicht	MP	↓	12	06	12	24	03	24				
	SP	↑	24	03	24	12	06	12				
7. Schieben der mobilen Phase	MP	->		-> 12	06	12	24	03	24	->		
	SP		24	03	24	12	06	12				
8. Verteilungs-gleichgewicht	MP	↓	08	02	12	12	06	24	01	16		
	SP	↑	16	01	24	06	12	12	02	08		
9. Schieben der mobilen Phase	MP	->		-> 08	02	12	12	06	24	01	16	->
	SP		16	01	24	06	12	12	02	08		



1.6 Modellversuch zur multiplikativen Verteilung

Prinzip: Für eine Trennung verschiedener Stoffe mit Hilfe der Gas- Flüssigkeits- Verteilung sind ihre jeweiligen unterschiedlichen Löslichkeiten in einer flüssigen und einer gasförmigen Phase nicht ausreichend, sondern der Trenneffekt muß durch multiplikative Verteilung verstärkt werden, wie dies durch Bewegung der gasförmigen gegenüber der flüssigen Phase erreicht wird. Man kann sich das so vorstellen, daß die Gasphasen mehrerer Flaschen miteinander verbunden sind. In die erste Flasche wird ein Gas eingeleitet, das durch alle Gefäße hindurch strömt. Mit diesem "Trägergas" werden die in der Gasphase befindlichen Anteile einer Komponente fortbewegt und lösen sich an einer anderen Stelle wieder in der stationäre Phase. Um den Verteilungsvorgang anschaulich zu machen, wird die Wanderung eines Stoffes in einer Gasphase durch eine flüssige Phase sichtbar gemacht. Deshalb versucht man, farblose Gase mit Hilfe von Indikatoren in einer flüssigen Phase sichtbar zu machen. Um die Löslichkeit des zu trennenden bzw. nachzuweisenden Stoffes in der Trennflüssigkeit zu erhöhen, wird die mobile Phase durch die stationäre Phase geleitet, statt nur darüber geführt. Als brauchbar erweisen sich CO_2 und H_2S .

Versuchsaufbau:



Materialliste:

<u>Geräte:</u>		<u>Chemikalien:</u>	
1	Becherglas, 250 mL	1	Gerätetativ
6	Reagenzgläser mit Stopfenbett u. seitlichem Ansatz	6	Muffen
6	WH-Stopfen mit ER-Bohr.	6	Greifklemmen
6	Winkelrohre		Wasserstrahlpumpe
5	Siliconschlauchstückchen		CO_2 - Stahlflasche
			Salzsäure, verd.
			Bromthymolblau-Lsg.
			dest. Wasser

Vorbereitung und Durchführung des Versuches:

Zunächst werden in einem Becherglas 250 mL dest. Wasser mit einem Tropfen verd. Ammoniak und einigen Tropfen Bromthymolblau versetzt. Die sechs "Waschflaschen" werden etwa 3 cm hoch mit obiger Lösung gefüllt, hintereinander geschaltet, an einem Stativ befestigt und an eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen. Anstelle von Reagenzgläsern mit Stopfenbett und seitlichem Ansatzstutzen lassen sich auch normale Waschflaschen verwenden.

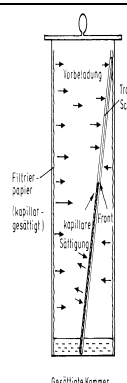
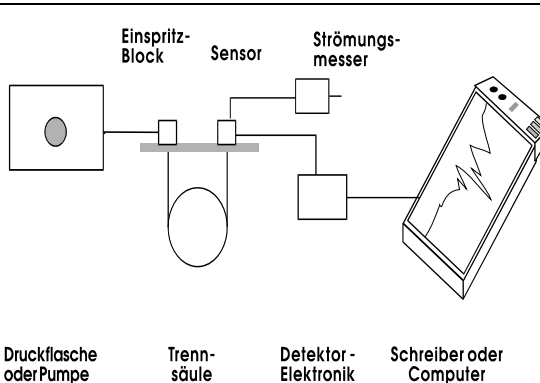
Aus einer CO_2 - Bombe wird eine Kolbenproberfüllung Gas entnommen. Mit Hilfe dieser Gasspritze werden davon ca. 3mL in die erste "Waschflasche" gedrückt und die Wasserstrahlpumpe wird in Betrieb gesetzt.

Beobachtung:

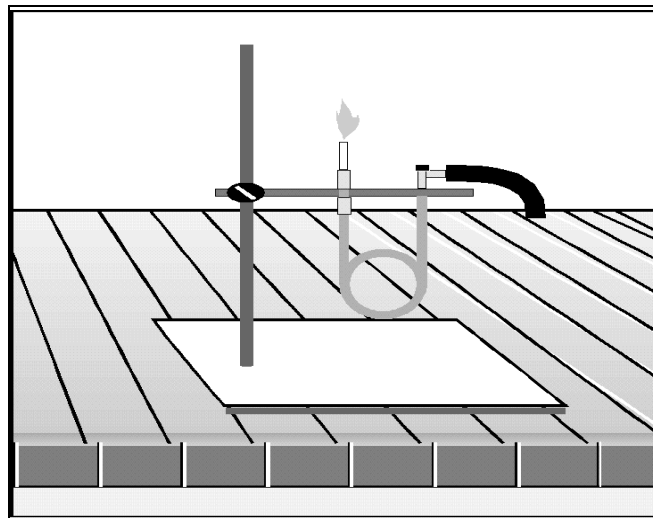
Die eingegebene Menge Gas wird von der mobilen Phase Luft mitgenommen und gelangt in die flüssige Phase der ersten "Waschflasche". Durch Lösen des Gases und der Reaktion mit Wasser ändert sich der pH- Wert von schwach basisch nach schwach sauer, der Indikator schlägt von blau nach gelb um. Die strömende Luft transportiert das CO_2 in wenigen Sekunden in die zweite, dann in die dritte.... Waschflasche. Es erfolgt jeweils der Indikatorumschlag, während zeitlich verschoben der ursprüngliche Farbton wiederkehrt. Der Wechsel des Farbumschlags läßt sich zwar auch mit weniger Waschflaschen zeigen, bei einer langen Batterie erscheint jedoch bereits wieder die Ausgangsfarbe, während die Wanderung der Umschlagfarbe noch sichtbar ist.

1.7 Der Übergang von der Dünnschicht- zur Gas-Chromatographie

Problem: Gase haben in der Chemie eine eigene Stellung, sie müssen stets in abgeschlossenen Behältern veränderlichen Volumens (Gasometer oder Kolbenprober) oder unter Druck (Stahlflaschen oder Druckdosen) aufgefangen bzw. aufbewahrt werden. Zur Trennung von Gasen muß eine andere Versuchsanordnung her.

Problem / Gegenstand	Dünnschichtchromatographie	wird bei der Gaschromatographie (GC) zu
Probematerial / Trennproblem	feste oder flüssige Substanzen, die sich im Laufmittel lösen müssen	Gase oder Flüssigkeiten, die aber unter den Bedingungen der GC gasförmig sein müssen. (verdampfen- evtl. durch GC bei höherer Temperatur)
mobile Phase	Flüssigkeit steigt durch Kapillarkräfte (relativ gleichmäßig) nach oben	Gas Um einen gleichmäßigen Gasstrom zu erhalten benötigt man Pumpe bzw. Stahlflasche oder Druckdose. Zur Abgeschlossenheit muß das Gas durch ein Röhrensystem fließen.
stationäre Phase, Träger und Prinzip	z.B. Kieselgel evtl. mit Beschichtung (s/l- oder l/l -DC) Trennung durch Adsorption und Verteilung	kann je nach Trennproblem evtl. übernommen werden (s/g- oder s/l -GC) Ebenfalls: Trennung durch Adsorption und Verteilung
Stützmaterial	Das Kieselgel ist auf eine PVC-Folie aufgetragen. Das System wird in die DC Kammer gestellt.	Die stationäre Phase kann auch in das Röhrensystem eingefüllt werden. Röhrenlänge in weitem Rahmen veränderbar.
Auftragen der Probe / Probenmengen	Meist als Lösung mit Kapillaren und Eintrocknen, dadurch auch Anreicherung möglich	Man muß in den Gasstrom einspritzen
Detektion	Man nutzt unterschiedliche Eigenschaften der Substanzen aus. 1. Eigenfarbe 2. Verdeckung eines auf der Platte aufgetragenen UV-Indikators 3. Reaktion der Stoffe mit Sprühreagentien	Nichts von der DC übertragbar - Man muß andere Eigenschaften der Substanzen nutzen. 1. Verfärbung der Wasserstoff-flamme 2. Bei halogenhaltigen Gasen: "Beilsteindetektor" 3. Flammen-Ionisations-Detektor 4. Wärme-Leitfähigkeits-Detektor 5. Taguchi- Gas- Sensor . Nr. 3-5 sind elektronisch auswertbar
qualitative Aussagen	1. R _F -Werte 2. Co-Chromatogramme	1. werden zu Retentionszeiten 2. möglich: Peakerhöhung oder Pseudo- Co-chromatogramme
quantitative Auswertungen	teilweise über Fleckengröße bzw. Reflexmessungen	über die Integration und Korrektur mit Responsefaktoren werden Aussagen genauer
Einstellung bzw. Kontrolle der Fließmittelmenge/-geschwindigkeit und Temperatur	nicht möglich - aber Weiterentwicklung: SC oder noch besser HPLC	Einstellung durch Druckregulierung und Kontrolle durch Strömungsmessung nötig! Andererseits dadurch raffinierte Trennungen möglich (Temperatur Programm)
Kosten / Zeiten		
Schema		

1.8 Kleine einführende Versuche zur Gaschromatographie



Materialliste:

Geräte:

1	LOW-Cost- Chromatograph	1	Reagenzglas
1	Säule Chromosorb pur	1	Feuerzeug
1	Säule Chromosorb belegt mit Siliconöl OV101	1	Verbindungsschlauch
1	Brenndüse mit Eisenwolle	1	Einmal- Spritze, 2-5 mL
1	Gerätetativ	1	FID mit Elektronik
1	Siliconschlauchstückchen	2	Experimentierkabel
		1	Vielfachmeßinstrument

Chemikalien:

Wasserstoff	Φ
Feuerzeug- Gas	Φ

a) Flamme von Wasserstoff bzw. Feuerzeug-Gas

Vorbereitung und Durchführung des Versuches:

Der LOW-COST Chromatograph (auch z.B. Phywe- Demonstrationschromatograph) wird aufgebaut, und zusätzlich zum eigentlichen Detektor ein mit etwas Stahlwolle als Rückschlagsicherung gefülltes Glasrohr als Brenndüse aufgesetzt und festgeschraubt. Beim LOW-COST- Chromatographen wird die mitgelieferte Säule ausgetauscht gegen die Säule, die mit reinem Kieselgur (Chromosorb) gefüllt ist. Über den Druckschlauch wird der Chromatograph mit der Wasserstoff - Stahlflasche verbunden. Man stülpt das Reagenzglas über die Brenndüse, gibt die Gaszufuhr (ca. 0.2 atü) frei und wartet auf den positiven Ausgang der Knallgasprobe. Dann entzündet man den Wasserstoff an der Brenndüse und stellt die Flamme etwa 0,5 - 1 cm groß. Dann zeigt man den Schülern daneben die Flamme des Gas- Feuerzeuges.

Ergebnis:

Im Gegensatz zur leuchtenden Feuerzeug - Flamme (Färbung durch glühenden, nicht vollständig verbrannten Kohlenstoff) ist die Wasserstoff- Flamme nur sehr schwach gefärbt. Die Farbe rührt von dem glühenden Glas her. Die Gase lassen sich anhand der Flammenfarbe unterscheiden.

b) Einspritzen von Feuerzeug - Gas am Ende der Trennsäule (reines Chromosorb)

Durchführung:

Man füllt ca. 0,5 mL Feuerzeug - Gas in die Injektionspritze und spritzt die Probe in den Wasserstoff- Gasstrom am Ende der Trennsäule in das Siliconschlauchstückchen ein.

Beobachtung

Man kann erkennen, wie die Wasserstoff- Flamme ebenfalls für eine gewisse Zeit durch das Feuerzeug - Gas eingefärbt wird.

c) Einspritzen von Feuerzeug - Gas am Anfang der Trennsäule (reines Chromosorb)

AK Computer Chromatographie	Chromatographie - Einführung Materialien, Versuche und Übungen	K 01 Seite 8 / 9
--------------------------------	---	----------------------------

Durchführung:

Ca. 2mL Feuerzeug - Gas werden am Anfang der Trennsäule in die vorgesehene Injektionsstelle eingespritzt.

Beobachtung

Man kann erkennen, wie die Wasserstoff- Flamme wieder für eine gewisse Zeit durch das Feuerzeug - Gas eingefärbt wird. der Zeitpunkt der Flammeneinfärbung ist jedoch deutlich später, da das Gas erst die Säule durchlaufen muß.

d) Einspritzen von Feuerzeug - Gas am Anfang der Trennsäule (Chromosorb mit Siliconöl)

Durchführung:

Die Chromosorb-Säule wird gegen die mit Siliconöl belegte Säule ausgetauscht. Dann werden wieder ca. 2mL Feuerzeug-Gas am Anfang der Trennsäule in die vorgesehene Injektionsstelle eingespritzt.

Beobachtung und Deutung

Nach einer gewissen Zeit (ca. 1min). Leuchtet die Wasserstoff- Flamme gelb auf und das Aufleuchten wiederholt sich noch zweimal. Die Belegung der Säule sorgt für eine Verteilungschromatographie: Das Feuerzeug-Gas ist kein Reinstoff, sondern besteht aus mindestens 3 Komponenten.

e) Zusatz zum "Augendetektor": Ein sehr einfacher FID

Durchführung:

Die Halterung mit dem FID wird zusätzlich am Stativ so befestigt, daß die beiden Nickeldrahtenden gerade in die Wasserstoff- Flamme tauchen. Die Elektronik wird mit dem Multimeter verbunden und der Versuch d) wiederholt.

Beobachtung und Kurzerläuterung

Parallel zum Aufleuchten der Wasserstoff- Flamme beobachtet man einen Ausschlag auf dem Vielfachmeßinstrument. Ein winzig kleiner Teil der Moleküle wird durch die Flammenhitze ionisiert und der dadurch mögliche Ionisations- Strom so stark verstärkt, daß ein Ausschlag sichtbar wird.

Hinweis

Schließt man das Meßinstrument an einen Computer an, so erhält man ein sehr schönes Beispiel für das didaktische Konzept des CHEMOSKOPS:

Das Phänomen (Flammenfarbenänderung) und die aus einer elektronisch abgeleiteten Meßgröße resultierenden Änderungen im Graphen auf dem Computerschirm (Peak) werden parallel wahrgenommen. Das "Gesehene" prägt sich besser ein.

f) Zusatz zum "Augendetektor": Ein sehr einfacher WLD (Birchendetektor)

Durchführung:

Die Halterung mit dem FID wird wieder abgebaut und nun der mitgelieferte WLD an die zugehörige Elektronik angeschlossen und mit dem Netzteil verbunden. Diese Elektronik wird nun mit dem Multimeter verbunden. Die Spannung wird mit dem Regler auf ca. 0 V gestellt und der Versuch d) wiederholt.

Beobachtung und Kurzerläuterung

Parallel zum Aufleuchten der Wasserstoff- Flamme beobachtet man einen Ausschlag auf dem Vielfachmeßinstrument. Die am Glühbirnchen vorbeistreichenden Gase haben eine andere Wärmekapazität als Wasserstoff und kühlen das mit konstantem Strom betriebene Birnchen entsprechend mehr oder weniger. Durch die Temperaturänderung wird eine Spannungsänderung hervorgerufen. Diese wird als Ausschlag auf dem Instrument sichtbar.

AK Computer Chromatographie	Chromatographie - Einführung Materialien, Versuche und Übungen	K 01 Seite 9 / 9
--------------------------------	---	----------------------------

Für die weiteren Versuche wird Luft als Trägergas empfohlen.

g) Zusatz zum WLD- Detektor: Ein sehr einfacher TGS (Gassensor)

Achtung: Der Gassensor ist äußerst empfindlich gegenüber Wasserstoff. Man muß daher den folgende Versuch in einem anderen Raum - besser in der nächsten Unterrichtsstunde durchführen.

Durchführung:

Zusätzlich wird nun an den mitgelieferten WLD ein TGS- Sensor angeschraubt, an die zugehörige Elektronik angeschlossen und mit dem Netzteil verbunden. Der Sensor sollte etwa 10-15 Minuten vorheizen. Man kann die Erwärmung mit der Hand kontrollieren. Die Elektronik dieses Sensors wird nun mit einem zweiten Multimeter verbunden. Auch diese Spannung wird mit dem Regler auf ca. 0 V gestellt und der Versuch d) wiederholt.

Beobachtung und Kurzerläuterung

Parallel zum Ausschlag auf dem zum WLD gehörenden Vielfachmeßinstrument erkennt man einen Ausschlag am zweiten Multimeter. Die am aufgeheizten Zinndioxid vorbeistreichenden oxidierbaren Gase reduzieren die Oxide zu Metall, so daß die Leitfähigkeit und die damit verbundene Spannungsänderung einer Wheatstonebrücke stark ansteigt. Dies wird als Ausschlag auf dem Instrument sichtbar. Die nachfolgende Luft oxidiert das Metall wieder, so daß die Spannung wieder abfällt.

TIP:

Achtung: Heute käufliche Feuerzeuge und Nachfüllpackungen für Feuerzeuggas enthalten überwiegend nur noch ein Gas, nämlich Isobutan. dann sieht man natürlich nur einen Peak. Ausnahme bisher: Fa. ROWENTA

- Vorversuche sind unbedingt notwendig!