Herstellen gasförmiger Kohlenwasserstoffe Gaschromatographische Identifizierung

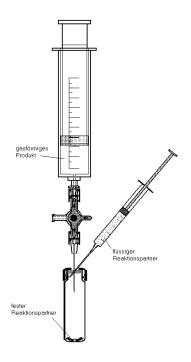
K 16 Chromatogr.

,Prinzip:

Einige Kohlenwasserstoffe werden aus Carbiden im Minigasentwickler hergestellt. Weitere Kohlenwasserstoffe lassen sich mit Hilfe des Perlkatalysators, der normalerweise bei Crackversuchen eingesetzt wird, aus Alkoholen sehr einfach durch Dehydratisieren herstellen. Die entsprechenden gasförmigen Alkene sind so sehr einfach darzustellen.

Zur Herstellung der entsprechenden Alkane werden sie am Palladiumkatalysator hydriert.

Versuchsaufbau - Variante I:



Materialliste:

Geräte:

- 1 Einwegspritze, 50 ml (MT)
- 1 Einmalspritze, 1 mL
- Dreiwegehahn MT
 Evtl. Bunsenbrenner
- Präparategläschen mit Kappe und Septum
- Kanüle 0,6 mm

Chemikalien:

Aluminiumcarbid Calciumcarbid Wasser Salzsäure, verd.

Vorbereitung und Durchführung des Versuches:

Die Apparatur befindet sich komplett auf einer speziellen Platte mit Federklemmen. Der Versuch kann aber auch mit herkömmlichen Mitteln (Stativmaterial) entsprechend der Zeichnung aufgebaut werden.

Herstellung von Ethin:

Das Calciumcarbid wird in das Präparategläschen, das Wasser in die 1mL-Einwegspritze gefüllt. Danach lässt man Wasser auf das Calciumcarbid tropfen, verwirft die ersten 30 mL des entstehenden Gases und fängt das Ethin in der gewünschten Menge auf.

Herstellung von Methan:

Das Aluminiumcarbid wird in das Präparategläschen und die verdünnte Salzsäure (c = 2 mol/L) in die 1mL-Einwegspritze gefüllt. Danach lässt man die Säure auf das Aluminiumcarbid tropfen, erwärmt evtl. vorsichtig, verwirft die ersten 30 mL des entstehenden Gases und fängt das Methan in der gewünschten Menge auf.

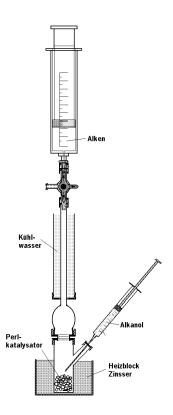
Anmerkung:

In einer solchen Apparatur lassen sich natürlich auch anorganische Gase herstellen. Zum Beispiel Chlor aus Kaliumpermanganat mit Salzsäure, Wasserstoff aus Zink mit Salzsäure, Kohlenstoffdioxid aus Calciumcarbonat und Salzsäure oder Sauerstoff aus Aktivkohle und Wasserstoffperoxidlösung.

Herstellen gasförmiger Kohlenwasserstoffe Gaschromatographische Identifizierung

K 16 Seite 2 / 6

Versuchsaufbau - Variante II - AKSÜS-Heizblock:



Materialliste:

Geräte:

- 1 Reaktionsgefäß Seitenarm 45°
- 1 Lochkappe 13 mit Septum
- 1 Refluxrohr 20mm
- 1 Kupplung 20-20
- 1 Gewinderohr 20-20
- 1 Adapter 20

- 1 AKSÜS-Thermoblock
- 1 AKSÜS-Magnetheizrührer
- 1 Dreiwegehahn MT
- 1 Einwegspritze, 50 ml
- 1 Einmalspritze, 1ml

Chemikalien:

Perlkatalysator Propanol-2

Butanol-1, Butanol-2 2-Methylpropanol

Vorbereitung und Durchführung des Versuches:

Der Versuch wird entsprechend der Zeichnung aufgebaut.

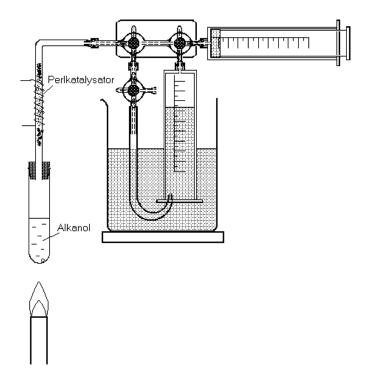
Der getrocknete Perlkatalysator wird in das Präparategläschen gefüllt. Dieses wird in den Thermoblock gestellt und auf ca. 190 -200 °C erhitzt. Der entsprechende Alkohol wird in die 1mL-Einwegspritze gefüllt Danach lässt man den Alkohol vorsichtig auf den heißen Katalysator tropfen und verwirft die ersten 30 mL des entstehenden Gases.

Ausgangsstoff	Alken		
Propan-2-ol	Propen		
Butan-1-ol	Buten-1,		
	cis - und trans - Buten-2		
Butan-2-ol	cis - und trans - Buten-2		
2-Methylpropan-2-ol	Methylpropen		

Anmerkung:

Ethanol lässt sich auf diese Weise leider nur sehr schlecht dehydratisieren.

Versuchsaufbau - Variante III Hitzdraht und pneumatisch:



Materialliste:

Geräte:

- 1 Einwegspritze, 50 ml (MT)
- 1 Einmalspritze, 1ml
- 1 Dreiwegehahn MT Thermoblock
- 1 Konstantandraht $(0,3 0,4 \text{ mm } \emptyset)$, 50 cm
- 1 Spezialgläschen mit Kappe und Septum
- 1 Kanüle 0,6 mm

Chemikalien:

Perlkatalysator Ethanol

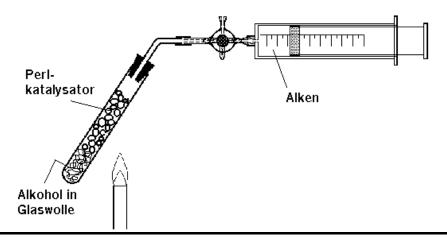
Vorbereitung und Durchführung des Versuches:

Die Apparatur befindet sich komplett auf einer speziellen Platte mit Federklemmen. Die Stromzuführung zu der elektrischen Heizung erfolgt von zwei fest verdrahteten 4 mm-Buchsen. Der Versuch kann aber auch mit herkömmlichen Mitteln (Stativmaterial) entsprechend der Zeichnung aufgebaut werden. Das Ethanol wird in das Reagenzglas gefüllt und das Doppelwinkelrohr in seinem langen Schenkel mit dem getrockneten Perlkatalysator bestückt.

Je nach Versuchsdurchführung werden die Katalysatorkügelchen durch das Anlegen einer Spannung von etwa 12 V an den Konstantandraht auf ca. 300 °C erhitzt (Der Draht darf kaum erkennbar glühen!). Achtung: Bei höheren Temperaturen können auch Crackprodukte entstehen.

Danach wird mit kleinster Flamme der Alkohol zum Sieden gebracht und über die Kügelchen geleitet. Dabei soll der Dreiwegehahn noch allseitig geöffnet sein. Überschüssiger Alkohol kondensiert dabei in der Kühlfalle. Wenn der Alkohol konstant siedet, schließt man die seitliche Öffnung des Dreiwegehahns und fängt das entstehende Gas auf. Die Gasentwicklung erfolgt meistens etwas stoßartig.

Versuchsaufbau - Variante IV:



Materialliste:

Geräte:

- 1 Reagenzglas, DURAN
- 1 Siliconstopfen (durchbohrt)
- 1 Einwegspritze, 50 ml (MT) Siliconschlauchstückchen Dreiwegehahn MT Glasrohrstückchen
- I Greifklemme Bunsenbrenner
- Gasanzünder Stative Muffe

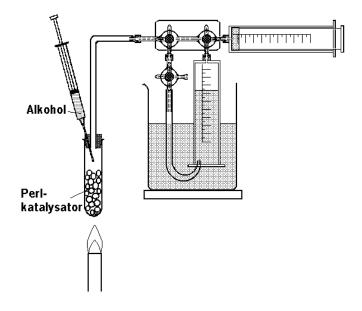
Chemikalien:

Perlkatalysator Ethanol

Vorbereitung und Durchführung des Versuches:

Die Apparatur befindet sich komplett auf einer speziellen Platte mit Federklemmen. Der Versuch kann aber auch mit herkömmlichen Mitteln (Stativmaterial) entsprechend der Zeichnung aufgebaut werden. Ein Reagenzglas wird mit etwa zu 1 mL Alkohol gefüllt. Danach wird das Reagenzglas etwa zu 3/4 mit Perlkatalysator gefüllt und über den Stopfen, Glasrohr und Dreiwegehahn an die Spritze angeschlossen. Dann wird von oben her der Perlkatalysator relativ stark erhitzt und die Flamme langsam nach unten geführt. Dabei verdampft dann etwas Ethanol und streicht über den heißen Perlkatalysator. Die ersten 30 ml des entstehenden Gases werden verworfen.

Variante mit Gaswäsche:

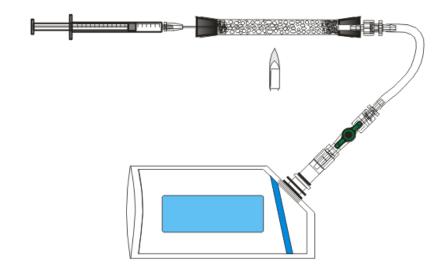


Herstellen gasförmiger Kohlenwasserstoffe Gaschromatographische Identifizierung

K 16 Seite 5 / 6

"Großtechnische" Variante nach Menzel / Haupt

Man erhält etwa 30 % Ethen und 15 % Propen bezogen auf das eingesetzte Leichtbenzin.



- Fülle das Quarzrohr mit Perkatalysator (Al₂O₃-SiO₂-Mischkatalysator)
- Ziehe einige mL n-Pentan in der Spritze auf.
- Erhitze den Katalysator bis zur Rotglut und spritze langsam das "Leichtbenzin" ein. Allmählich füllt sich der Beutel mit Crackgas.
- Prüfe den Geruch des Gases und entzünde es.
- Leite etwas Crackgas in ein Reagenzglas mit verdünnter alkalischer Kaliumpermanganat-Lösung.
 Schüttle das Reagenzglas während des Einleitens mehrmals kräftig durch.
- Behandle zum Vergleich Kaliumpermanganat-Lösung mit n-Pentan und Erdgas (Methan).

Variante zur Herstellung von Ethen.

Mit der gleichen Anordnung lassen sich in relativ kurzer Zeit relkativ große Mengen Ethen aus Ethanol herstellen.

Herstellen gasförmiger Kohlenwasserstoffe Gaschromatographische Identifizierung

K 16 Seite 6 / 6

Auswertung

Zur Identifizierung des entstehenden Gases wird dann eine Probe über den Dreiwegehahn abgezogen und in den Gaschromatographen eingespritzt.

Soll das Gas noch hydriert werden, so geschieht dies in der universellen Hydrierapparatur (Arbeitsblatt K11).

Tabelle Bezug und Herstellung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen.

KW	Vari- ante	Temperatu r	Hydrierung		Bestell - Nr. Messer Griesheim	Circa- - Preise in €
Methan	I	Evtl. etwas erwärmen	-	Verläuft relativ glatt	795 0 3043	55,00
Ethan			ja		795 0 3032	55,00
Ethen			-		795 0 3033	55,00
Ethin	I	Raumtem- peratur	-	Keine Probleme		55,00
Propan					795 0 3050	55,00
Propen					795 0 3051	55,00
Propin						55,00
n-Butan					795 0 3010	70,00
Methylpropan					795 0 3038	70,00
Buten-1					795 0 3011	70,00
Methylpropen					795 0 3039	70,00
cis-Buten-2					795 0 3012	350,00
trans-Buten-2					795 0 3013	350,00
Butadien-1.3 Achtung: Kerbserregend!					795 0 3009	70,00

- Literatur: B. Ralle u. U. Bode, Die These von Avogadro, NiU Chemie 5(1994),36
 - D. Scherr Einsatz von Perlkatalysator im Chemieunterricht, ChiS 42 (1995) 6
 - E. Baumbach, Chemische Schulversuche mit dem Mikrobaukasten, Seite 18 ff, Ferd. Dümmlers Verlag, Bonn, 1997