

Gasentwicklung

- Reagenzglasgasentwickler
- Filmdosen / Rollrandglasentwickler
- Stopfenbettsystem-Gasentwickler
 - offen
 - mit Absorption
 - mit Gastrocknung
- Halbmikro-Gasentwickler mit Zinsser-Geräten

Gasentwicklung

Gasentwicklung ist im experimentellen Unterricht schon von jeher ein schwierig zu handhabender Bereich. Die verwendeten klassischen Apparaturen sind sehr groß und bringen sehr große Probleme mit sich:

- Große Chemikalienmengen
- Große Totvolumina
- Arbeiten unter dem Abzug bei Darstellung toxischer und ätzender Gase
- Fast nur Lehrerdemonstrationen - kaum Schülerübungen möglich

Hier bietet die Verwendung von medizintechnischen Geräten eine Alternative. Victor Obendrauf hat in seinem Grundsatzartikel "Experimente mit Gasen im Minimaßstab" [ChiuZ, 30. Jahrg. 1996/Nr.3 S. 118 ff] Low-Cost-Gasentwickler mit entsprechenden Anwendungsmöglichkeiten aufgezeigt. Die unten aufgeführten Versuchsanordnungen gehen weitgehend auf seine Vorschläge zurück.

Klassische Gasentwickler bestehen fast immer aus einem Tropftrichter, einem Reaktionsgefäß und einem Apparaturteil zum Auffangen der Gase. Konsequenzerweise kann man den Tropftrichter durch eine Luer-Spritze mit einem kleinen Volumen (z.B. 2,5 mL) ersetzen, als Gas auffanggerät findet eine 20 mL oder 50 mL-Spritze Verwendung.

Je nach Ausstattung der Sammlung lässt man die Reaktion zur Gaserzeugung in unterschiedlichen Gerätschaften (s. Versuchsaufbauten) wie Reagenzglas, Reagenzglas mit seitlichem Ansatz, Filmdose oder Rollrandglas ablaufen. Die gasgefüllten Spritzen können aus der Apparatur genommen werden, somit stehen die Gase für weitere Reaktionen zur Verfügung. Bei der Darstellung von toxischen Gasen ist darauf zu achten, dass immer eine mit einem geeigneten Adsorptionsmittel (z.B. Aktivkohle mit Glaswolle gefasst) gefüllte Spritzenhülsen bereit gehalten werden, um die offene Apparatur zu verschließen.

Die Kanüle der gasgefüllten Spritzen sticht man in einen Gummistopfen und kann sie so bis zur eigentlichen Verwendung aufbewahren.

Gasentwicklungsapparaturen lassen sich in vielfältiger Hinsicht zusammenstellen; von einer einfachen Gasentwicklung in einem Reagenzglas bis hin zu Apparaturen mit Gastrocknung und Absorption.

Gasentwicklung

Reagenzglas-Gasentwickler

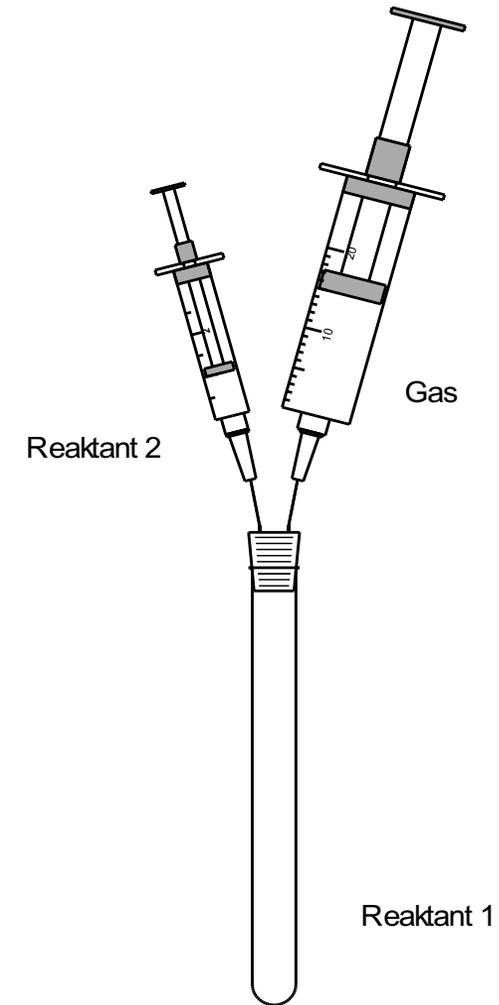
Ein sehr einfacher Gasentwickler lässt sich mit Hilfe eines Reagenzglases (16X160 mm) und eines passenden Gummistopfens zusammenstellen. Zwei Kanülen (1,2 x 40) werden durch einen Gummistopfen geschoben und mit einem Seitenschneider gekappt. Die Schnittfläche darf dabei nicht zusammengedrückt werden. Man präpariert auf diese Art einige Gummistopfen, die speziell für diese Art der Gasentwicklung benutzt werden.

Geräte:

- Reagenzglas (16 x 160 mm, Fiolax)
- passender Gummistopfen (18D)
- 2 Kanülen (1,2 x 40 mm)
- 20 mL Spritze zum Auffangen des entstehenden Gases
- 2,5 mL Spritze zum Zutropfen des Reaktanten 2

Hinweis zum Einschieben der Kanülen:

- Leere Spritze als „Drehhilfe“ aufsetzen und unter ständigem Drehen die Kanüle in den Stopfen einschieben; sonst läuft die Kanüle schräg aus der Richtung.
- Häufig ist die Kanüle durch das Gummimaterial verstopft. Spritze mit Wasser füllen und dann herausdrücken. Ansonsten wird die Luft in der Kanüle nur komprimiert.



Hinweis zur Entwicklung giftiger oder geruchsintensiver Gase:

Nach dem Füllen der Spritze diese abnehmen und die Apparatur mit einer mit Aktivkohle gefüllten Spritzenhülse verschließen

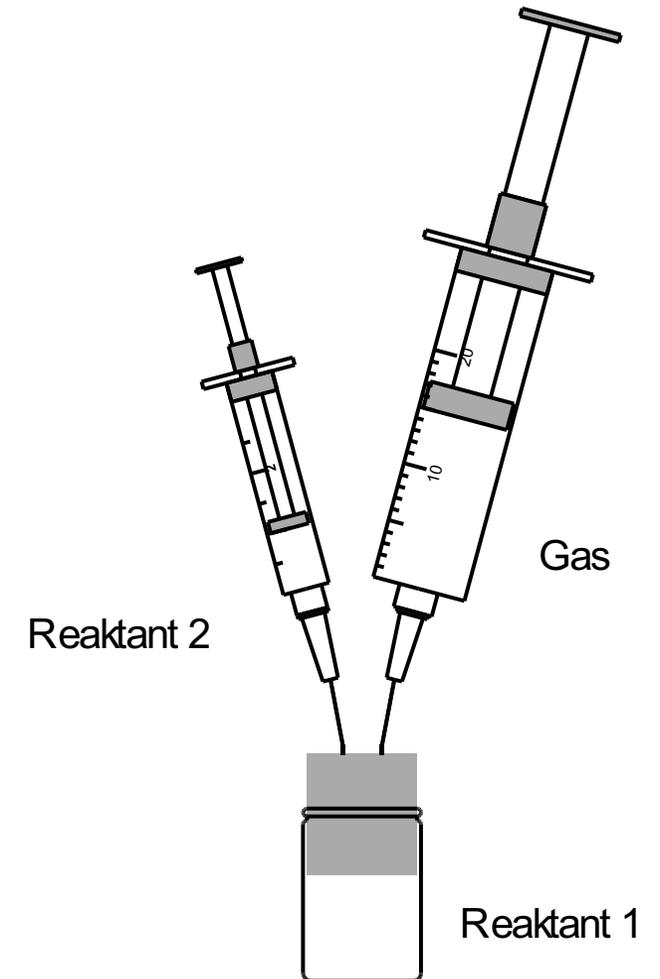
Gasentwicklung

Filmdosen-Gasentwickler

Dieser Gasentwicklertyp ist ähnlich aufgebaut wie der Reagenzglas-Gasentwickler. Anstelle des Reagenzglases wird eine Filmdose oder, falls man die Gasentwicklung direkt beobachten möchte, ein Rollrandglas mit ähnlichen Abmessungen verwendet. Ein entsprechend dimensionierter Gummistopfen findet Verwendung.

Geräte:

- Filmdose oder Rollrandglas
- passender Gummistopfen (34D)
- 2 Kanülen (1,2 x 40 mm)
- 20 mL Spritze zum Auffangen des entstehenden Gases
- 2,5 mL Spritze zum Zutropfen des Reaktanten 2



Gasentwicklung

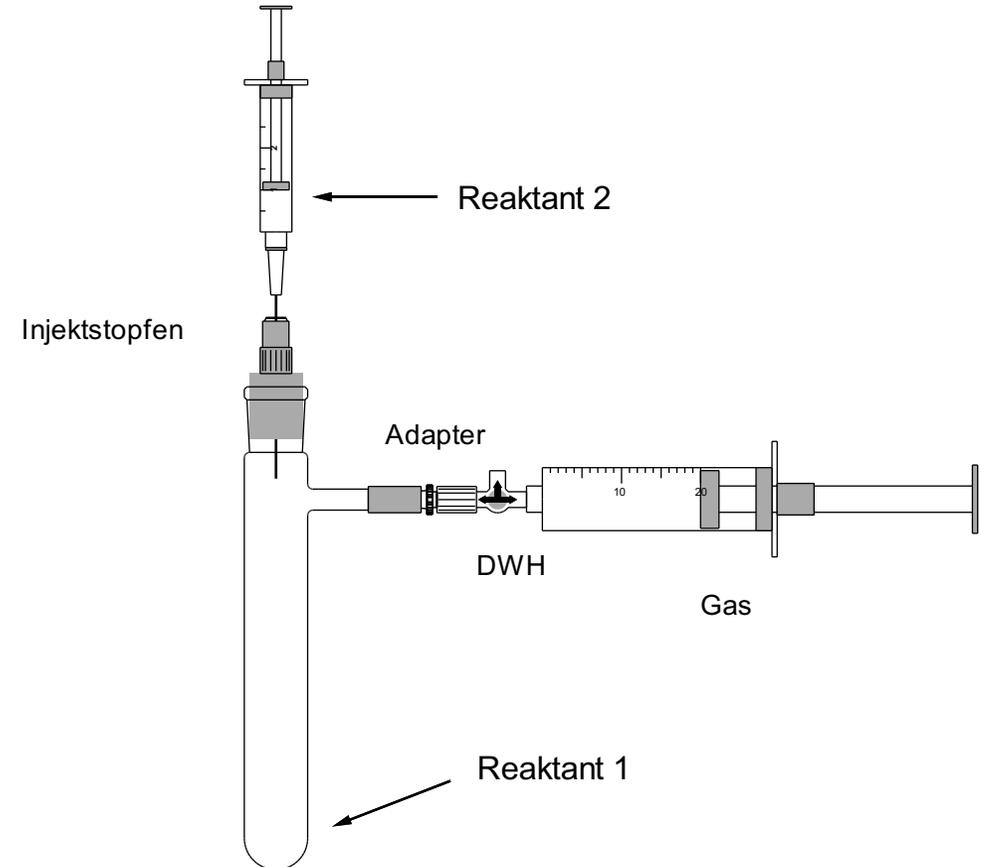
Stopfenbettsystem-Gasentwickler (offen)

In vielen Chemiesammlungen finden sich Geräte des Stopfenbettsystems SB19/SB29. Dazu gehören auch Reagenzgläser mit einem seitlichen Ansatz. Solche Reagenzgläser lassen sich gut zur Gasentwicklung einsetzen. Benötigt wird dazu ein Adapter.

Besonders einfach gestaltet sich das Einbringen des Reaktanten 2 in die Apparatur, wenn man einen durchbohrten Stopfen mit Injektadapter verwendet. Durch ihn kann man leicht die Kanüle schieben und auch während des Versuches herausziehen, ohne dass Gas entweichen kann. Dies ist immer dann von Vorteil, wenn der Reaktant 2 nachgeliefert werden muss. Der Dreiwegehahn (DWH) dient zum Druckausgleich.

Geräte:

- Reagenzglas mit seitlichem Ansatz (SB 19)
- passender Gummistopfen (SB 19) mit Bohrung
- 1 Kanüle (1,2 x 40 mm)
- 20 mL Spritze zum Auffangen des entstehenden Gases
- 2,5 mL Spritze zum Zutropfen des Reaktanten 2
- Silikonverbinder
- Injektstopfen
- 2 Adapter
- Dreiwegehahn

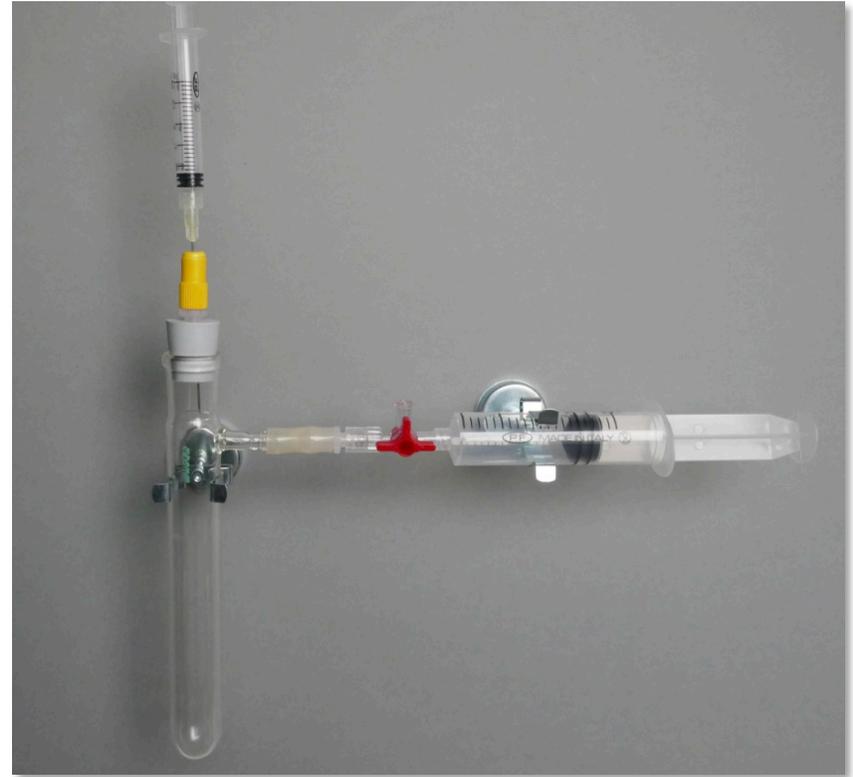


Versuchsbeispiel:

Sauerstoffentwicklung aus H_2O_2 mit Braunstein als Katalysator

Gasentwicklung

Stopfenbettsystem-Gasentwickler (offen)



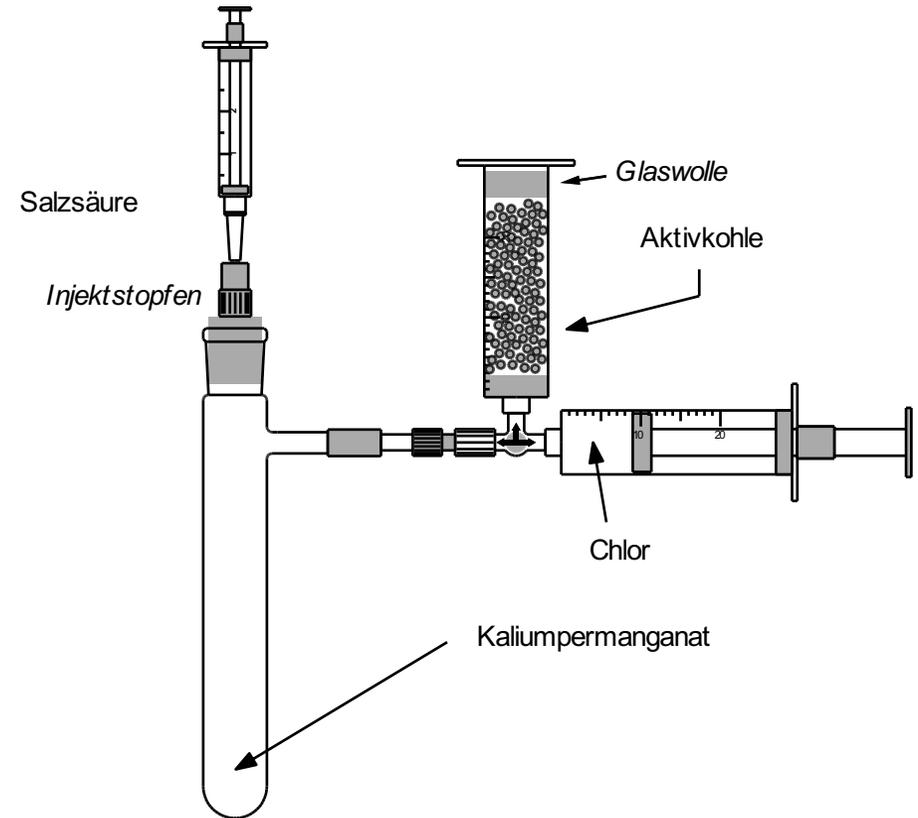
Gasentwicklung

Stopfenbettsystem-Gasentwickler (mit Absorption)

Bei der Darstellung toxischer Gase ist es häufig zweckmäßig, die Gasentwicklungsapparatur um die Möglichkeit der Gasabsorption zu erweitern.

Geräte:

- Reagenzglas mit seitlichem Ansatz (SB 19)
- passender Gummistopfen (SB 19) mit Bohrung
- 1 Kanüle (1,2 x 40 mm)
- 20 mL Spritze zum Auffangen des entstehenden Gases
- 2,5 mL Spritze zum Zutropfen des Reaktanten 2
- Spritzenhülse mit einem geeigneten Absorptionsmittel
- Silikonverbinder
- Injektstopfen
- 2 Adapter
- Dreiwegehahn



Versuchsbeispiel:

Chlorentwicklung aus HCl und KMnO_4

Gasentwicklung

Stopfenbettsystem-Gasentwickler (mit Absorption)



Gasentwicklung

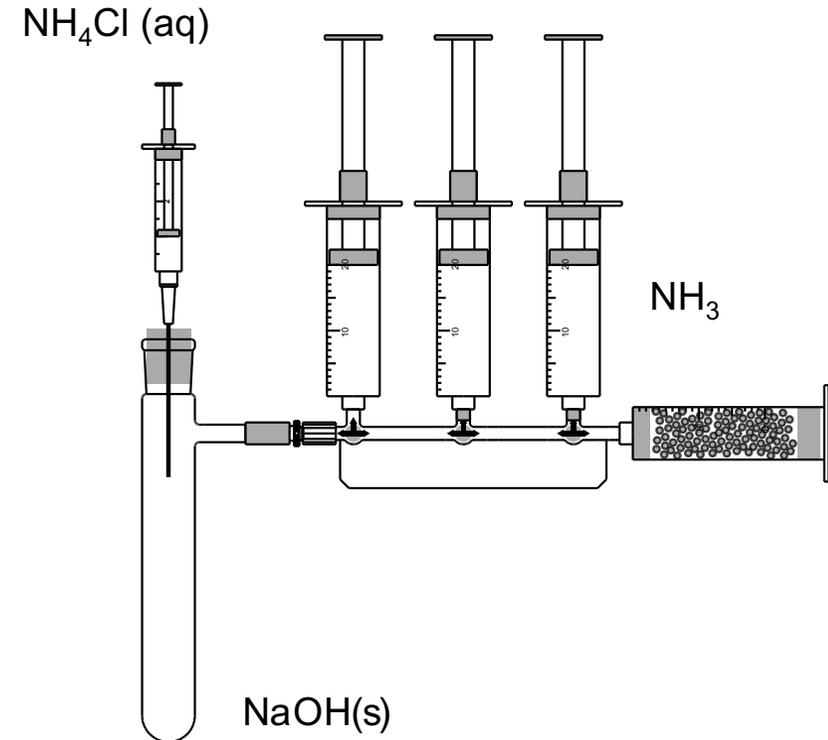
Stopfenbettsystem-Gasentwickler (mit Hahnenbank)

Sollen mehrere Spritzen mit dem Gas gefüllt werden, so verwendet man zweckmäßigerweise anstelle des Dreiwegehahns eine Hahnenbank (3x oder 5x)

Versuchsbeispiel:

Ammoniakgasentwicklung aus $\text{NH}_4\text{Cl}(\text{aq})$ und $\text{NaOH}(\text{s})$

Absorptionsrohr mit einem Gemisch aus Aktivkohle und Kupfer(II)-sulfat-Pentahydrat beschickt



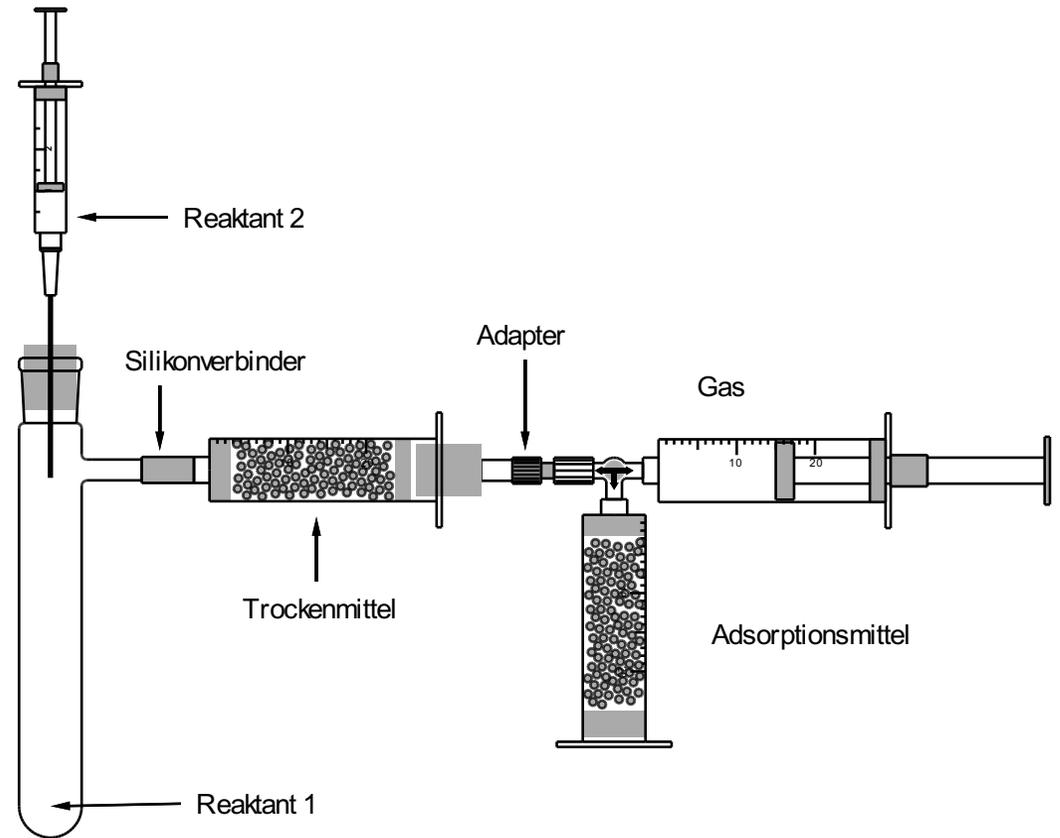
Gasentwicklung

Stopfenbettsystem-Gasentwickler (mit Gastrocknung und Adsorption)

Um Gase wasserfrei darzustellen, ist eine Trocknung mit einem geeigneten Trockenmittel notwendig. Dazu füllt man eine Spritzenhülle mit einem geeigneten Trockenmittel (mit Glaswolle gehalten). Bei der Darstellung toxischer Gase ist es häufig zweckmäßig, die Gasentwicklungsapparatur um die Möglichkeit der Gasadsorption zu erweitern.

Geräte:

- Reagenzglas mit seitlichem Ansatz (SB 19)
- passender Gummistopfen (SB 19) mit Bohrung
- 1 Kanülen (1,2 x 40 mm)
- Dreiwegehahn
- 20 mL Spritze zum Auffangen des entstehenden Gases
- 2,5 mL Spritze zum Zutropfen des Reaktanten 2
- Spritzenhülle mit einem geeigneten Trockenmittel
- Spritzenhülle mit einem geeigneten Adsorptionsmittel
- Silikonverbinder
- 2 Adapter
- Injektstropfen
- Dreiwegehahn



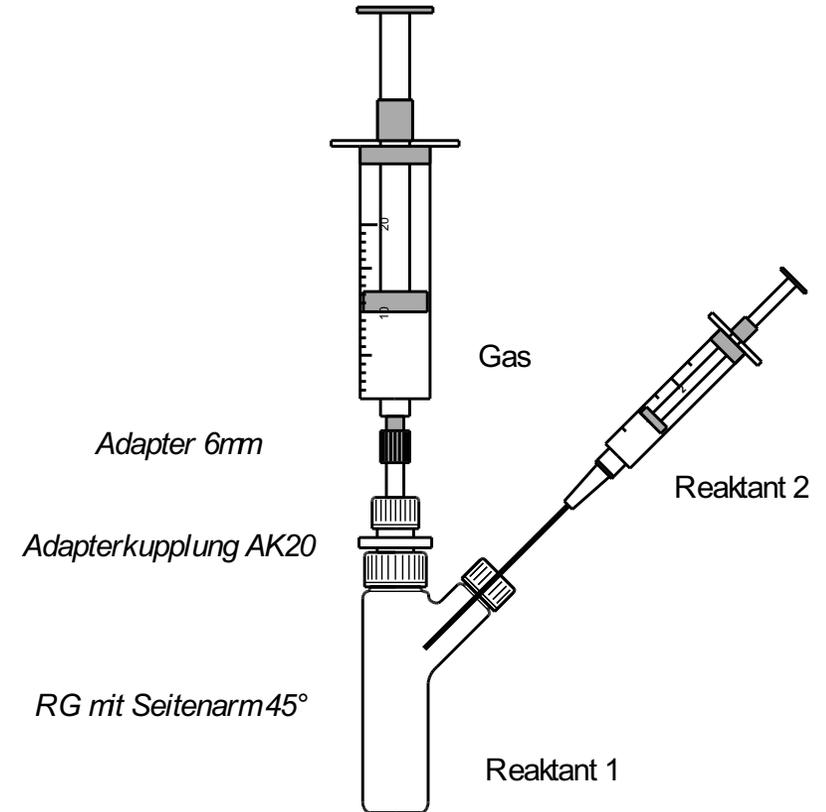
Gasentwicklung

Halbmikro-Gasentwickler mit Zinsser®-Geräten

Mit dem Halbmikrosatz von Zinser lässt sich mit einem "Zweihalskolben" und entsprechenden Adapterkupplungen, die mit einer entsprechenden Dichtung bzw. Silikonseptum versehen sind. Über das Septum wird der Reaktant 2 zugespritzt. Das Gas entweicht über die Adapterkupplung, in die ein 6mm Adapter eingeführt wird.

Geräte:

- Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45°
- Adapterkupplung AK20
- Adapter 6mm (6mm Glasrohr in durchbohrten Kombistopfen mit 2-Komp.-Kleber befestigt)
- Verschlusskappe mit Septum
- Kanüle
- 20 mL Spritze zum Auffangen des entstehenden Gases
- 2,5 mL Spritze zum Zutropfen des Reaktanten 2



Gasentwicklung

Darstellung verschiedener Gase

Gas	Reaktant 1 im Überschuss im Gasentwickler (ca. 3-5 g)	Reaktant 2 tropfenweise zu dosieren aus 2- mL-Spritze	Absorptionmittel	Trockenmittel (falls erforderlich)	Hinweise
Wasserstoff (F+)	Zn-Granalien	Salzsäure (konz.)	entfällt	Calciumchlorid	Zn/HCl-Gemisch mit CuSO_4 -Lösung katalysieren
Wasserstoff (F+)	Mg-Band	Salzsäure (w = 10%)	entfällt	Calciumchlorid	
Sauerstoff (O)	MnO_2 -Tabletten	Wasserstoffperoxid (w = 10%)	entfällt	Calciumchlorid	MnO_2 -Tabletten: Braunsteinpulver u. Zement (Massenteile 2:1 bis 1:1) mit Wasser anteigen und in leerer Tablettenverpackung verfestigen lassen.
Kohlendioxid	NaHCO_3 (s) Na_2CO_3 (s)	Salzsäure (w = 10%)	entfällt	Calciumchlorid	HCl-freies CO_2 erhält man durch Vorschalten eines Aktivkohleröhrchens
Schwefeldioxid (T)	NaHSO_3 (s) Na_2SO_3 (s)	Salzsäure (w = 10%)	NaOH (s)	Calciumchlorid	Nur im RG durchführbar (Erhitzen erhöht die Ausbeute), Absorptionsröhrchen verwenden.
Kohlenmonoxid (T), (F+)	H_2SO_4 (konz.) ca. 2 mL	Ameisensäure (konz.)	Harnstofflösung	Calciumchlorid	Nur im RG durchführbar: Ameisensäure in 0,5 mL-Portionen zugeben u. leicht erwärmen (mehrere Spritzen füllen)
Chlor (T)	KMnO_4 (s)	Salzsäure (konz.)	Aktivkohle	Calciumchlorid	Gummidichtung ölen, Absorptionsröhrchen unerlässlich
Stickstoffoxide (T)	Cu-Blech	Salpetersäure (konz.)	Aktivkohle/ Harnstofflösung	Calciumchlorid	Nadeln sofort nach Gebrauch waschen, Absorptionsröhrchen unerlässlich
Chlorwasserstoff (C)	NaCl (s)	H_2SO_4 (konz.)	Wasser	Calciumchlorid	Nur im RG durchführbar (Erhitzen erhöht die Ausbeute)
Schwefelwasserstoff (T+), (F+)	FeS (s) zerkleinern ca. 1mm	Salzsäure (w = 10%)	Aktivkohle ???	Calciumchlorid	im RG empfehlenswert (Erhitzen erhöht die Ausbeute)
Ammoniak (T)	NaOH (s)	Ammoniaklösung (w = 25%)	Aktivkohle mit CuSO_4 oder Wasser	Calciumchlorid	NH_3 -Lösung langsam zutropfen lassen, Adsorptionsröhrchen verwenden
Ethin (F+)	CaC_2 (kleines Stück)	Wasser	Aktivkohle für Phosphin	Calciumchlorid	Das geruchsintensive und giftige Nebenprodukt Phosphin kann mit einem Adsorptionsröhrchen gebunden werden

nach V. Obendrauf