

Arbeiten unter Luft- und Feuchtigkeitsausschluss

Eine Anleitung für Studenten im Praktikum der anorganischen Chemie an der TU Bergakademie Freiberg.

Ein Teil der Verbindungen, die im chemischen Laboratorium hergestellt werden, sind luft- oder feuchtigkeitsempfindlich, in einigen Fällen auch beides. Die Synthese dieser Verbindungen ist mit einem erhöhten Aufwand verbunden, da auf den Ausschluss von Luftsauerstoff bzw. Feuchtigkeit geachtet werden muss. Solche hochreaktiven Verbindungen stellen äußerst wertvolle Reagenzien dar, da man mit ihrer Hilfe eine Vielzahl von Synthesen realisieren kann, die auf anderen Wegen nicht möglich sind. Deshalb gehört es heute nahezu zum Standard eines modernen Syntheselabors, über eine funktionierende Inertgastechnik zu verfügen. Wesentliche Techniken und Verfahren im Umgang mit Inertgas sollen im Rahmen dieses Praktikums vermittelt werden.

Es gibt grundsätzlich zwei Möglichkeiten zum Arbeiten unter Inertgas: Arbeiten in einer Glovebox und die Schlenktechnik. Im folgenden wird die Schlenktechnik näher erläutert.

Die Arbeit mit Schlenkgefäßen ist eine elegante Methode, um Verbindungen unter inerten Bedingungen herzustellen (Literatur: S. Herzog, J. Dehnert, Z. Chem. 4(1964)1). Dazu verwendet man Glasgeräte, die neben den üblichen Schlißverbindungen noch einen zusätzlichen Hahn besitzen. Über diesen Anschluss kann man mit Hilfe einer Inertgasanlage die Luft aus der Apparatur entfernen und während der Arbeit dafür sorgen, dass keine Luft an die empfindlichen Verbindungen gelangt. Als Inertgase verwendet man Stickstoff oder Argon.

Zur Vorbereitung einer Synthese unter Inertgas geht man am besten in folgender Weise vor:

- Apparaturen leer, also ohne Chemikalien, zusammenbauen und alle Schlißverbindungen mit Federn und Ligaturen sichern;
- Schläuche anschließen, am Ausgang von Kühlern immer einen Schlauch mit Silikonölfalle für Druckausgleich;
- Kühlfalle mit Trockeneis/Isopropanol kühlen;
- Stickstoffflasche öffnen, Vakuumpumpe anschalten;
- „Sekurieren“: Entfernen von Luft- und Wasserspuren aus einem Glasgefäß (Glasapparatur) durch abwechselndes Evakuieren (Vakuum „ziehen“) und Stickstoff strömen lassen. Man führt das zweckmäßigerweise 3 mal aus (3 mal Vakuum, 3 mal Stickstoff).
- Dann Stickstoff strömen lassen und die Silikonölfalle öffnen. Jetzt kann man die benötigten Reagenzien in die Apparatur füllen.

Sobald man einen Stopfen abnimmt oder ein sekuriertes Gefäß öffnet, muss man darauf achten, dass keine Luft in die sekurierte Apparatur gelangt! Das erreicht man dadurch, dass man immer einen leichten Stickstoffstrom aus der geöffneten Apparatur strömen lässt. Solange Stickstoff strömt, kann keine Luft in die Apparatur gelangen („Gegenstromprinzip“). Wenn die Apparatur wieder verschlossen ist, kann man den Stickstoffstrom natürlich abstellen, um das Gas nicht unnötig zu verschwenden.

Zum anaeroben Umfüllen von Flüssigkeiten gibt es verschieden Möglichkeiten:

- a) mit Krümmer (siehe Abb. 1), „Gegenstromprinzip“ beachten; falls notwendig Überdruck über Silikonölfalle entweichen lassen;
- b) Größere Mengen Lösungsmittel und unempfindlichen Feststoff über einen Trichter im Stickstoffstrom einfüllen (siehe Abb. 1);
- c) mit Fortunapipette oder Spritze (die Pipette bzw. Spritze vorher 3 mal mit Stickstoff spülen).

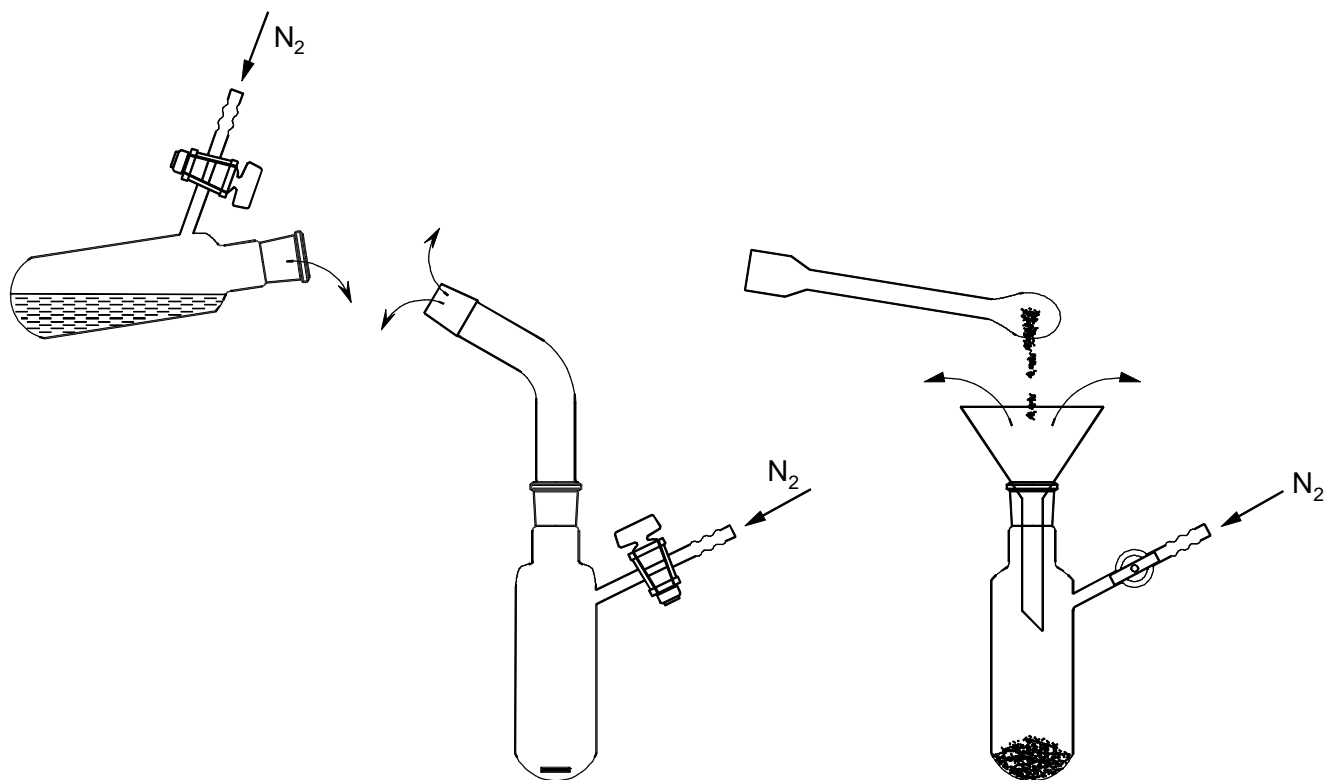


Abb. 1: a) Umfüllen von Stoffen mit Krümmer

b) Einfüllen über Trichter

Für alle Reaktionen mit Luft-oder feuchtigkeitsempfindlichen Verbindungen getrocknete Lösungsmittel verwenden!

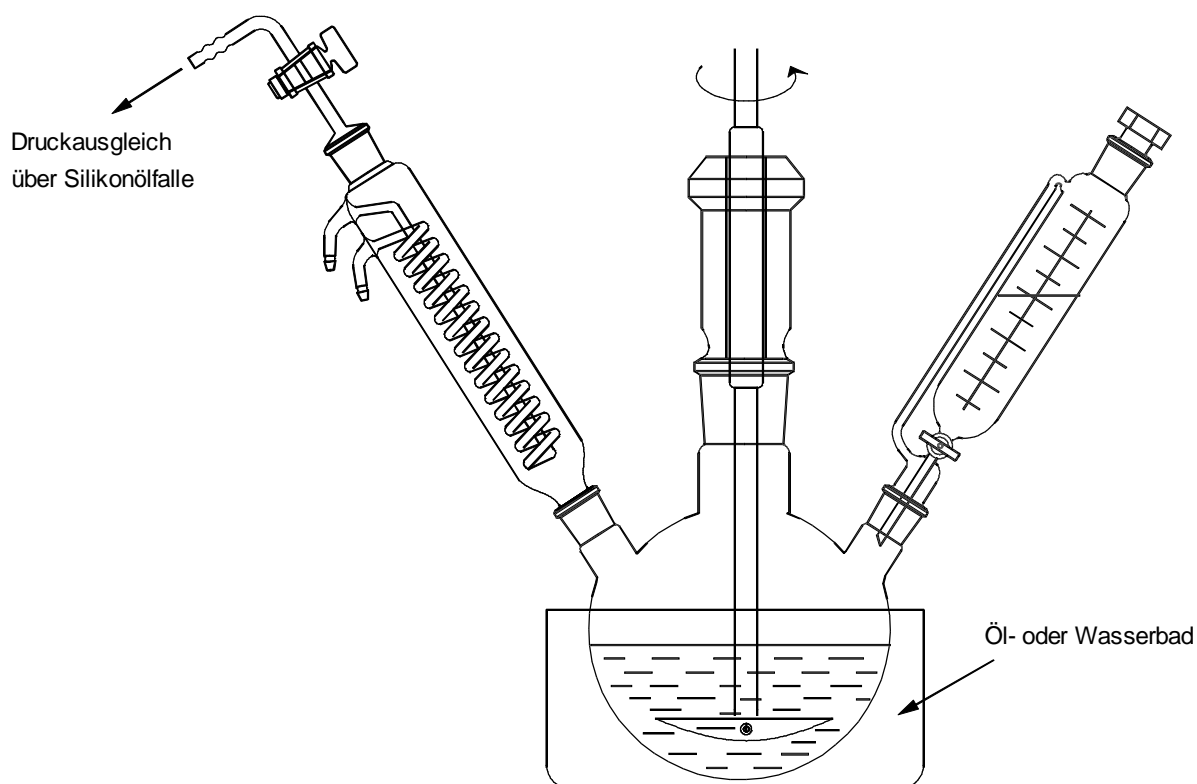


Abb. 2:

Reaktionsapparatur mit Rückflusskühler, KPG-Rührer und Tropftrichter (Abb. 2):

Erst die Apparatur vollständig zusammenbauen, allerdings ohne KPG-Rührer! Alle Schlifffverbindungen mit Federn oder Schlifffklemmen sichern, dann die leere Apparatur sekurieren. Anschließend das

benötigte Lösungsmittel und eventuell schon Reagenzien (siehe Versuchsvorschrift) im Stickstoffstrom in den Kolben geben und danach den KPG-Rührer einsetzen. Während der Reaktion einen Druckausgleich nach außen schaffen, damit eventuell entstehende Gase oder Dämpfe entweichen können. Andernfalls kann die Apparatur explodieren! Den Druckausgleich realisiert man zweckmäßigerweise über die Silikonölfalle.

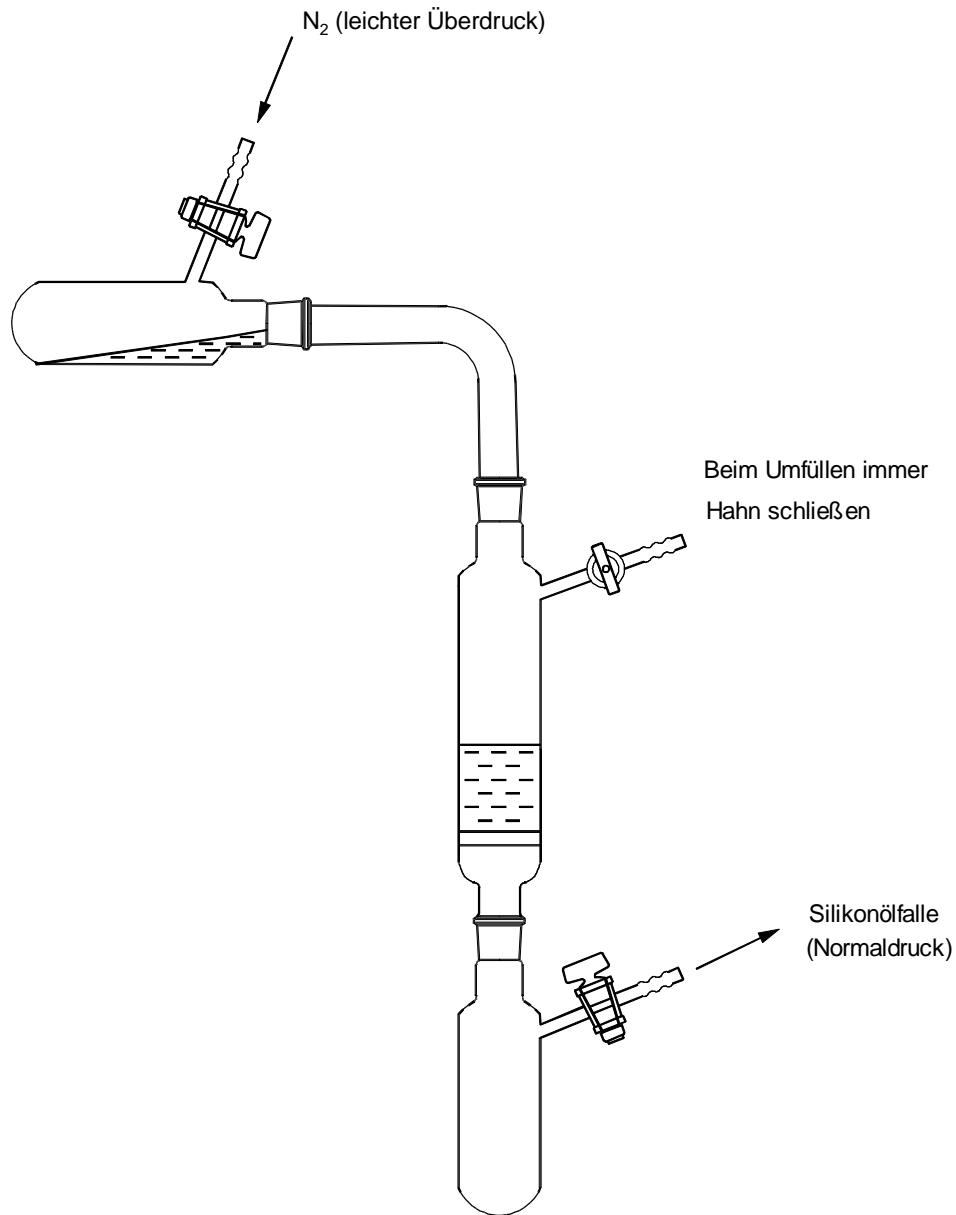


Abb. 3: Filtrieren von Feststoff

Filtrationen unter inerter Atmosphäre werden mit einer Schlenkfritte ausgeführt (Abb. 3). Bei feinem Niederschlag und wenn nur die Lösung weiter verwendet wird, ist es günstiger, Kieselgur auf die Frittenplatte zu geben. Achtung: erst die Apparatur sichern und danach im Stickstoffstrom das Kieselgur zugeben! Bei der Filtration immer mit Überdruck die Lösung durch die Fritte drücken. Nicht von unten Vakuum saugen, da das Lösungsmittel sonst verdampft und sich die Frittenplatte durch Kristallisation zusetzt. Daher bei diesem Arbeitsschritt immer den Schlauch mit der Ölfalle am unteren Gefäß anbringen, um einen Druckausgleich zu schaffen.

Das Abdestillieren von Lösungsmitteln führt man häufig im Vakuum aus, um das Produkt nicht unnötig thermisch zu belasten („Einengen im Vakuum“). Dazu wird die Lösung in ein Schlenkgefäß gegeben und über eine Brücke mit einem zweiten Schlenkgefäß verbunden, welches intensiv gekühlt wird (Abb. 4). Über den Hahn des zweiten Schlenkgefäßes wird solange evakuiert, bis das Lösungsmittel zu sieden beginnt. Dann wird auch dieser Hahn geschlossen, und das Lösungsmittel kondensiert im gekühlten Schlenkgefäß. Um Siedeverzug zu vermeiden, wird im Schlenkgefäß mit der einzuengenden Lösung mit einem Magnetrührer gerührt.

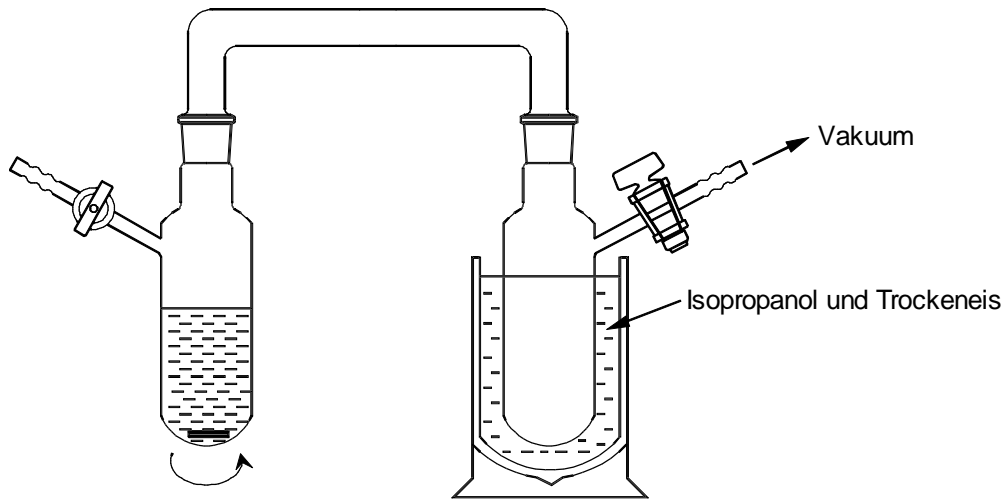
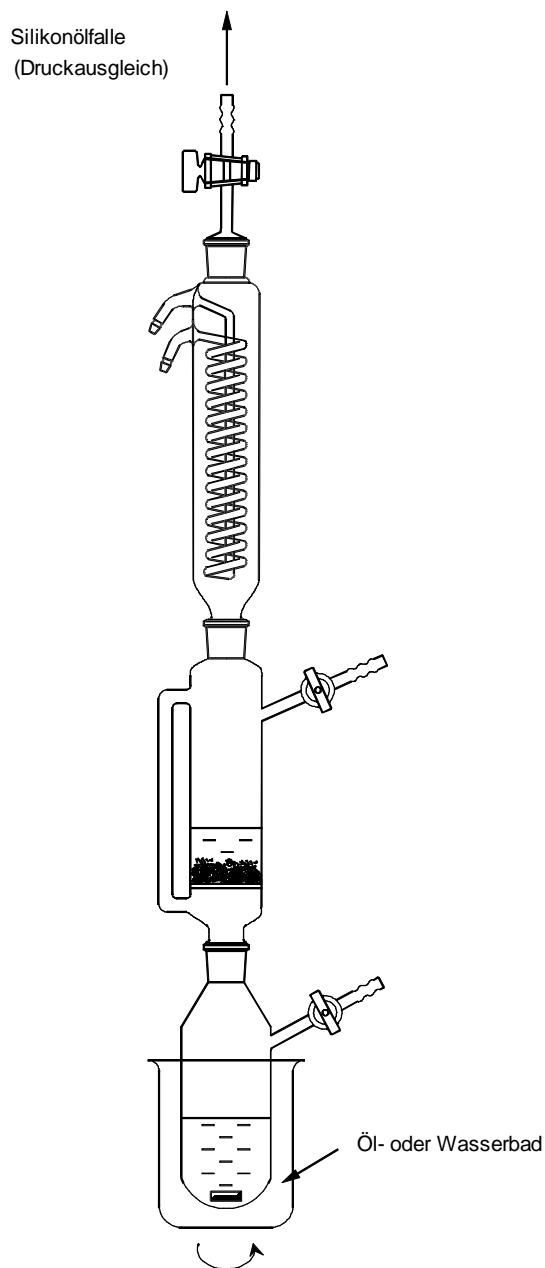


Abb. 4: Einengen im Vakuum



Extraktion eines Feststoffes:
 Feststoff auf eine Umlauffritte geben und
 mit geeignetem Lösungsmittel am
 Rückfluss kochen.

Abb. 5: Extraktion von Feststoffen

Sicherheitshinweise:

Zusätzlich zu den sonst üblichen Vorsichtsmaßnahmen beim Arbeiten mit Gefahrstoffen sind die besonderen Gefahren durch das Arbeiten mit Vakuum und komprimierten Gasen zu beachten. Informieren sie sich darüber!

Vor Arbeitsbeginn sollte eine Einweisung von einer sachkundigen Person (Assistent oder Laborantin) an der Inertgasanlage erfolgen.

Text: U. Böhme

Zeichnungen: B. Günther / U. Böhme

Letzte Änderung am 18. Dez. 00