

Chlorexperimente mit Kleinportionen

VIKTOR OBENDRAUF

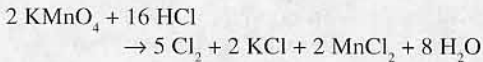
Einige fundamentale Experimente zur Chlorchemie wurden durch Miniaturisierung und Vereinfachung der Geräte so verändert, daß sie nur Kleinportionen Chemikalien erfordern und ohne Abzug durchführbar sind. Bei genauer Einhaltung der Vorschriften und ausschließlicher Verwendung der vorgeschlagenen Gerätschaften ist das Sicherheitsrisiko für den Experimentator kalkulierbar und für Schüler praktisch vernachlässigbar.

Da das Chlor portionsweise aus kleinen Einwegspritzen – wenn erforderlich – mitten im Chemiesaal zur Reaktion gebracht werden kann, sind die Versuche trotz der geringen Abmessungen der Reaktionsgefäße „haut-

*nah“ erlebbar, was in meist schlecht einseh-
baren Abzügen selbst bei viel größerem Che-
mikalieneinsatz nicht immer der Fall ist.*

Darstellung von Chlor

Am günstigsten wird Chlor in Kleinmengen durch Oxidation von Cl⁻-Ionen mit Kaliumpermanganat hergestellt:



Geräte/Chemikalien

1 Kleinbildfilm-Dose (transparenter Kunststoff) ohne Deckel mit gut passendem Gummistopfen als Reaktionsgefäß mit geringem Totraum, 1 20-ml-Einwegspritze (Kolben mit Gummidichtung) mit Einmalkanüle (1,2 mm x 40 mm), 1 10-ml-Einwegspritze (Kolben ohne Gummidichtung) mit Einmalkanüle (1,2 mm x 40 mm), 1 2-Liter-Becherglas (hohe Form) als Auffanggefäß für evtl. austretendes Chlorgas und zur Stabilisierung der Apparatur, 1 Adsorptionsröhrchen gefüllt mit Aktivkohle (gekörnt), hergestellt aus einer 10-ml-Einwegspritze ohne Kolben, verschließbar mit Gummistopfen inkl. Einmalkanüle (1,2 mm x 40 mm), 1 Stück Isolierschaumplatte mit senkrecht hineingesteckter Einwegkanüle (1,2 mm x 40 mm) zum Lagern von gefüllten Spritzen, 1 Haushaltszerstäuber, gefüllt mit Sodalösung zur Erzeugung von alkalischen Sprühnebeln zum Niederschlagen von Chlor, 50-ml-Becherglas, Spatellöffel, Siliconfett, Haushaltspapier, Kaliumpermanganat, Salzsäure (konzentriert), 100-ml-Reagenz-Fläschchen mit 10 %iger Natronlauge zum Vernichten von überschüssigem Chlorgas

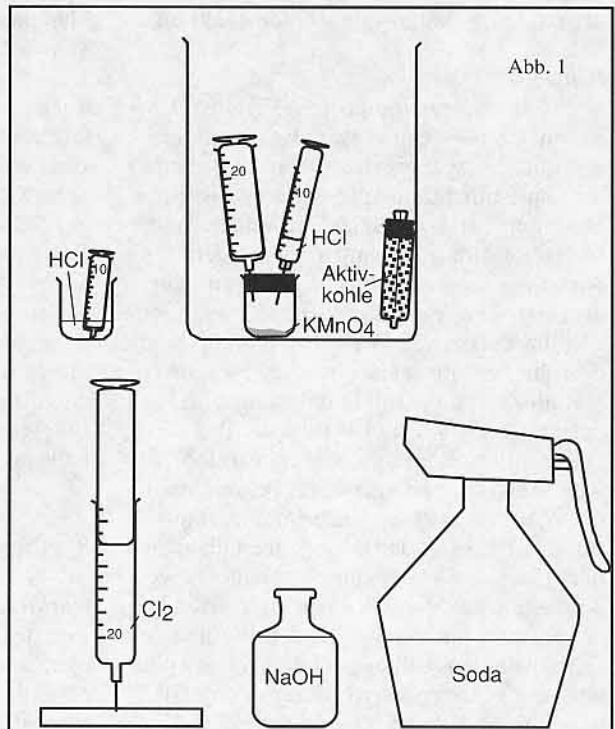
Durchführung

In die Filmdose gibt man zwei Spatellöffel Kaliumpermanganat und verschließt sie mit dem Gum-

mistopfen. Zwei neue (!) evtl. gefettete Einmalkanülen werden so bis zum Anschlag durch den Gummistopfen gesteckt, daß zwei neue (!) Einwegspritzen leicht aufgesetzt werden können, wenn die Filmdose in das 2-Liter-Becherglas gestellt wird.

Herstellung des Adsorptionsröhrchens

Eine 10-ml-Einwegspritze (ohne Kolben) wird mit gekörnter Aktivkohle gefüllt und mit einem Gummistopfen verschlossen. Durch diesen wird bis zum Anschlag eine Einmalkanüle gesteckt, um die Gasdurchlässigkeit des Adsorptionsröhrchens zu gewährleisten. In das 50-ml-Becherglas gibt man etwas konz. Salzsäure und saugt nicht mehr als 2 ml (!) davon in die 10-ml-Einwegspritze (ohne Nadel). Eventuell anhaftende Salzsäure wird mit Haushaltspapier abgetupft. Nun steckt man die mit HCl gefüllte Spritze und die leere 20-ml-Spritze auf die Kanülen im Gummistopfen der Filmdose. Die Apparatur wird in das 2-Liter-Becherglas gestellt, um ein Umfallen zu verhindern. Durch vorsichtiges, langsames



Einpressen von ca. 1 ml Salzsäure in die Filmdose wird mit dem Kaliumpermanganat in der Dose Chlorgas produziert, das sich in der 20-ml-Spritze sammeln kann. Die leichte Gängigkeit des Kolbens (neue Spritze, evtl. Fetten der Gummidichtung!) ist dabei besonders wichtig. Das langsame Einpressen von HCl verhindert eine zu starke Erwärmung des Reaktionsgemisches. Dies würde zu einer (für manche Reaktionen störenden) Sauerstoffbildung führen.

Nachdem sich ca. 20 ml (mit wenig Restluft verunreinigtes) Chlorgas in der Spritze gesammelt haben, nimmt man diese von der Kanüle, die nun rasch mit dem Adsorptionsröhrchen mit Aktivkohle verschlossen wird. Die mit Chlorgas gefüllte Spritze wird auf die Kanüle in der Isolierschaumplatte gesteckt. Das Chlor in der Spritze steht für Experimente zur Verfügung. Für fotochemische Versuche (Chlorknallgasreaktion) muß die erste Fraktion Chlorgas trotz des geringen Totvolumens der Filmdose verworfen (fachgerecht entsorgt!) werden, weil bereits geringe Mengen Sauerstoff ein Gelingen der Reaktion verhindern (starkes Verlangsamen der Reaktion).

Hinweise

Nach jeder Versuchsreihe neue Kanülen (Korrosion!) und - wenn notwendig - neue Spritzen mit leichtgängigen Kolben (evtl. Fetten der Gummidichtung mit Silicon) verwenden. Nie mehr als 2 ml Salzsäure oder größere Mengen Kaliumpermanganat vorlegen!

Apparatur nie unbeaufsichtigt lassen! Überdruck in der Apparatur vermeiden, indem gefüllte Spritzen sofort gegen das Adsorptionsröhrchen ausgetauscht werden. Für den Notfall Zerstäuber mit Sodalösung zum Niederschlagen von Chlor bereithalten!

Die Kaliumpermanganatmenge reicht für mehrere Portionen Salzsäure; bei mehrmaliger Wiederholung des Experimentes muß die flüssige Phase in der Dose jedoch abdekantiert (Schwermetall-Sammelbehälter!) werden, damit die Nadeln nicht in das Reaktionsgemisch hineinragen. Das Entfernen des Gummistopfens sollte aber nur im Freien oder im Ausguß unter Verwendung des Zerstäubers (mit Sodalösung) geschehen.

Entsorgung

Durch die Verwendung von sehr geringen Mengen an Ausgangsstoffen entsteht nicht viel Abfall. Die gebrauchten Einmal-Kanülen können in der vorgesehenen Kunststoffhülle mit dem Hausmüll entsorgt werden. Nicht mehr verwendbare Kunststoffspritzen können zur Kunststoffsammlerfraktion gegeben werden. Eine Zeitlang kann man die notwendige Leichtgängigkeit durch Einfetten des Kolbens mit Siliconfett erhalten.

Nicht benötigtes Chlorgas in der Spritze vernichtet man (chemikaliensparend) am besten, indem man die Nadel direkt in den Ausguß eines Waschbeckens schiebt und das Gas bei aufgedrehtem Wasserhahn langsam in den Ausguß entleert, wo es vom abfließenden Wasser ohne Geruchsbelästigung weggespült werden kann.

Man kann das Gas zur Vernichtung auch langsam in ein vorbereitetes Fläschchen mit 10 %iger Natronlauge pressen. Die Nadel soll dabei tief in die Lauge eintauchen. Überschüssiges Chlor wird mit Natronlauge zu Hypochlorit (Kanalisation) umgesetzt; für die Mangan-Salze in der Filmdose gibt es den Schwermetall-Sammelbehälter.

Regenerieren des Adsorptionsröhrchens

Die Aktivkohle im Adsorptionsröhrchen kann ca. 20 % bis 30 % ihres Gewichtes an Schadstoffen adsorbieren /5/. Die Sättigung mit Schadstoffen ist somit an der 20 %igen Gewichtszunahme der eingefüllten Aktivkohle (Wägung!) oder am Durchbrechen von Gasen erkennbar. Die Aktivkohle kann aus dem Adsorptionsröhrchen entfernt und im Freien (bzw. im Abzug) in einer Eisenschale durch Erhitzen mittels Brenner und gleichzeitigem Einleiten von Luft (z.B. aus einer Fahrradpumpe) regeneriert werden.

Synthese von Natriumchlorid

Geräte/Chemikalien

Brenner, Tiegelzange, Labormesser, Filterpapier, Schutzbrille, Glühröhrchen oder entsprechendes Reagenzglas, 50 ml Becherglas, Flach-Batterie, Drähte, Glühlämpchen

Natrium (ca. Reiskorngröße), 20 ml Chlor in Einwegspritze mit Kanüle aus Versuch 1, Magnesia-Stäbchen, Silbernitratlösung, dest. Wasser, Kochsalz

Durchführung

Das gut gereinigte und entrindete Natrium wird im Glühröhrchen mit dem Brenner kräftig erhitzt. Das Chlorgas in der Einwegspritze wird mittels Kanüle möglichst direkt auf das geschmolzene Natrium geleitet. Das Natrium verbindet sich unter großer Energieabgabe mit dem Chlor zu Kochsalz.

Das Glühröhrchen wird noch im heißen Zustand in das Becherglas mit dest. Wasser geworfen. Das Glas zerspringt. Vorsicht! Nicht verbrauchtes Natrium kann mit Wasser heftig reagieren! Die entstandene Lösung wird auf Ionen (Leitfähigkeit), Natrium (Flammenfärbung) und Chlorid (Silbernitrat) getestet. Der Chlorid-Nachweis mit Silbernitrat gelingt nur, wenn die Bildung von Natriumoxid oder Rückstände von Natrium vermieden werden können, da ansonsten die entstandene Natronlauge ebenfalls mit Silbernitrat reagiert.

Reaktion von Chlor mit Eisen

Geräte/Chemikalien

Reagenzglas, Reagenzglashalter, Brenner Eisenwolle (fein), 20 ml Chlor in Einwegspritze aus Versuch 1

Durchführung

Etwas Eisenwolle wird im oberen Bereich eines Reagenzglases mittels Bunsenbrenner stark erhitzt. Das Chlor wird direkt aus der Spritze mittels Kanüle auf das erhitzte Eisen geleitet. Das Eisen verbindet sich unter Energieabgabe (Aufglühen) zu Eisen(III)-chlorid.

Durch den dosierten Einsatz von Chlor direkt auf die erhitzte Eisenwolle kann eine Geruchsbelästigung weitgehend vermieden werden.

Chlorknallgas-Reaktion

Für diese Reaktion sind relativ reines Chlor

und reiner Wasserstoff im Molverhältnis 1:1 notwendig, weil eventuell vorhandener Sauerstoff die Reaktion so stark verlangsamt, daß ein explosionsartiger Verlauf der an sich photochemisch auslösbaren Radikalreaktion nicht eintritt.

Geräte/Chemikalien

Gasentwickler zur Herstellung von Wasserstoff (siehe Abb. 2, S. 32) bestehend aus:

1 Reagenzglas mit seitlichem Ansatz, 1 Gummistopfen durchbohrt mit Kunststoffspritze (100 ml), 10 cm Gummischlauch für seitlichen Ansatz, 1 20-ml-Kunststoffspritze mit Gummidichtung inkl. Kanüle (1,4 mm x 40 mm), 1 10-ml-Kunststoffspritze, ohne Gummidichtung inkl. Kanüle (1,4 mm x 40 mm) für HCl-Dosierung, Siliconfett

Stativmaterial (Stativ, Klemme, Muffe), Aluminiumfolie, Spiegel, Kamera mit Blitzwürfel oder Magnesiumband, Splitterschutzkorb aus Sechseckdrahtgeflecht (Breite 50 cm, Länge ca. 1 m, zum Zylinder gerollt)

Zink (granuliert, in stark verd. CuSO_4 -Lösung zur Wasserstoffentwicklung aktiviert), Salzsäure (halbkonzentriert), 1 50-ml-Becherglas für die Salzsäure, 10 ml Chlorgas (möglichst ohne Sauerstoff) in 20-ml-Spritze von Versuch 1, Natronlauge

Durchführung

Der Gasentwickler wird mittels Klemme und Muffe so befestigt, daß der seitliche Ansatz schräg nach oben gerichtet ist. Auf den Ansatz wird das Schlauchstück geschoben, das durch Umbiegen und Fixieren mit einem Gummi verschlossen wurde. Das Reagenzglas wird mit Zink zur Hälfte beschickt und mit dem durchbohrten Stopfen gut verschlossen. Im durchbohrten Stopfen steckt die 100-ml-Kunststoffspritze mit leichtgängigem Kolben (Gummidichtung mit Siliconfett pflegen!).

In die 10-ml-Spritze saugt man aus dem vorbereiteten Becherglas ca. 8 ml Salzsäure und sticht mit der Kanüle so durch den Gummischlauch, daß die Salzsäure aus der Spritze ungehindert in den seitlichen Ansatz und zum Zink (!) fließen kann. Nun wird vorsichtig etwas Salzsäure zudosiert. Man überzeugt

sich, daß der Kolben der 100-ml-Spritze durch den entstehenden Wasserstoff leicht nach oben geschoben werden kann.

Nachdem rund 50 ml Gas entstanden sind, kann aus der Apparatur Wasserstoff abgesaugt werden, indem mit einer 20-ml-Spritze inkl. Kanüle ebenfalls in den Schlauch gestochen wird. Die ersten Fraktionen Wasserstoff werden verworfen, um sicherzustellen, daß der entnommene Wasserstoff für die Chlorknallgas-Reaktion sauerstofffrei ist.

Nun wird (wie in Versuch 1 beschrieben) reines Chlorgas erzeugt und in einer 20-ml-Spritze gesammelt. Die Spritze wird mit Aluminium-Folie vor Tageslicht geschützt. Durch Einleiten von überschüssigem Chlor in Natronlauge werden in der Spritze genau 10 ml vom Gas zurückgehalten.

In diese Spritze saugt man aus dem Gasentwickler zum Chlorgas genau 10 ml Wasserstoff (Lichtschutz nicht vergessen!).

Die Spritze mit dem Chlorknallgas wird so in der Mitte eines Splitterschutz-Korbes aufgestellt (Nadel in Dämmplatte stecken), daß eine seitliche Belichtung möglich ist. Um eine möglichst hohe Lichtausbeute beim Reaktionsgemisch zu erzielen, wird im Korb gegenüber der Lichtquelle noch halbkreisförmig Aluminiumfolie als Reflektor aufgestellt.

Nach Entfernen der Alu-Folie von der Spritze kann die Mischung mit dem Licht eines Blitzwürfels (Billig-Kamera) oder mit dem Licht eines brennenden Magnesiumbandes gezündet werden. Elek-

tronikblitz-Geräte liefern leider meist nicht das gewünschte Ergebnis.

Vorsicht! Die Kunststoff-spritze zersplittert bei der Explosion. Niemals während der Zündung von oben in den Splitterschutz-Korb schauen!

Bleichwirkung von Chlor

Die Bleichwirkung von (feuchtem!) Chlor beruht

Abb. 2

darauf, daß zuerst mit dem Wasser hypochlorige Säure gebildet wird. Hypochlorige Säure zerfällt leicht in aktiven Sauerstoff, durch den verschiedene Farbstoffe oxidativ gebleicht werden:

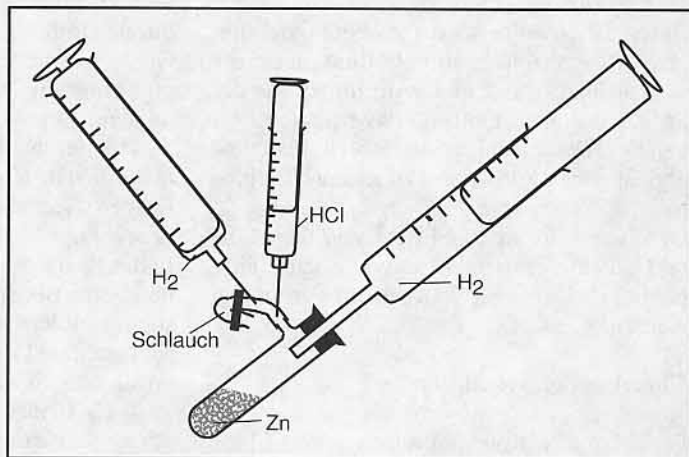


Geräte/Chemikalien

Reagenzglas mit Gummistopfen, Reagenzglasgestell, Becherglas 250 ml (pneum. Wanne), Filterpapierstreifen (Breite ca. 1 cm), Tinte, Filzstifte, Adsorptionsröhrchen (mit Aktivkohle gekörnt, siehe Versuch „Darstellung von Chlor“), 20 ml Chlorgas in Kunststoff-spritze mit Kanüle (1,2 mm x 40 mm) aus Versuch 1

Durchführung

Das Reagenzglas wird vollständig mit Wasser gefüllt, mit dem Daumen verschlossen und mit der Öffnung nach unten in das 250-ml-Becherglas mit Wasser gestellt. Es wird nun durch Wasserverdrängung mit dem Chlor aus der Spritze gefüllt. Dazu hebt man das Glas so an, daß sich die Öffnung gerade noch unter der Wasseroberfläche befindet und die Nadelspitze der Spritze genau unter der Öffnung positioniert werden kann. Nun kann das Chlorgas aus der Spritze in das Reagenzglas gedrückt werden. Das Glas wird unter Wasser mit dem Daumen verschlossen, aus dem Wasser gehoben und umgedreht.



In die Reagenzglasöffnung schiebt man rasch (!) den Filterpapierstreifen, auf dem zuvor der Länge nach farbige Linien (Tinte, Filzstifte) aufgezeichnet worden sind. Das Reagenzglas wird sofort mit dem Gummistopfen verschlossen. Ein Teil des Filterpapierstreifens soll dabei zum Farbvergleich noch aus dem Reagenzglas herausragen.

Das auf diese Weise präparierte Reagenzglas kann in der Klasse problemlos herumgezeigt werden.