



# Skripte zum Praktikum Präparative Anorganische Chemie

Wintersemester 2008/2009

### 3. Arbeiten unter inerten Bedingungen

Viele anorganische Verbindungen sind empfindlich gegenüber Luft und Luftfeuchtigkeit. Um sie darstellen und handhaben zu können, muss man sich deshalb geeigneter Methoden bedienen:

Arbeiten unter Schutzgas (Argon) nach dem Gegenstromprinzip

Verwendung von absolutierten Lösungsmitteln

Aufbewahren und Handhaben von Substanzen in einer Dry-Box (Glovebox)

#### 3.1 Arbeiten unter Schutzgas

Zum Schutz einer Substanz oder Reaktion vor Luft wird in Apparaturen gearbeitet, die unter einer inerten Atmosphäre stehen. Dazu wird die Apparatur zuerst komplett zusammengesetzt und evakuiert (mindestens 5 Minuten, Dichtigkeit überprüfen!), um den Luftsauerstoff weitgehend zu entfernen (Zum Ausschluss von Sauerstoff reicht es **nicht**, die Apparatur lediglich mit Argon zu spülen). Anschließend wird die Apparatur unter weiterem Evakuieren mit einem Heißluftfön von allen Seiten sorgfältig erhitzt, damit alles Wasser von der Glaswandung verdampft („Ausheizen“). Dann wird sie mit Argon geflutet. Jede Apparatur ist mit einem Überdruckventil auszustatten; es erlaubt einen leichten Überdruck in der Apparatur, der ein Eindringen von Luft verhindert, vermeidet aber zu hohe Überdrücke, die zur Explosion der Apparatur führen könnten. Es empfiehlt sich, unempfindliche Feststoffe schon vor dem Evakuieren vorzulegen, ebenso sollte man den Magnetrührstab nicht vergessen. Es ist auf jeden Fall zu vermeiden, dauerhaft Argon durch eine laufende Apparatur zu leiten, stattdessen wird Argon mittels eines T-Stückes daran vorbeigeleitet (wie auf Abbildung 3.1 oben rechts).

#### 3.2 Gegenstromprinzip

Wenn eine Apparatur geöffnet werden muss, z.B. um ein Reagenz zuzusetzen oder die Apparatur umzubauen, arbeitet man nach dem sog. Gegenstromprinzip, um ein

Eindringen von Luft zu vermeiden. Dabei strömt Argon aus der Apparatur der eindringenden Luft entgegen. Will man zwei Apparaturteile ohne Luftkontakt zusammensetzen, lässt man aus beiden Teilen Argon in Richtung der Verbindungsstelle strömen.

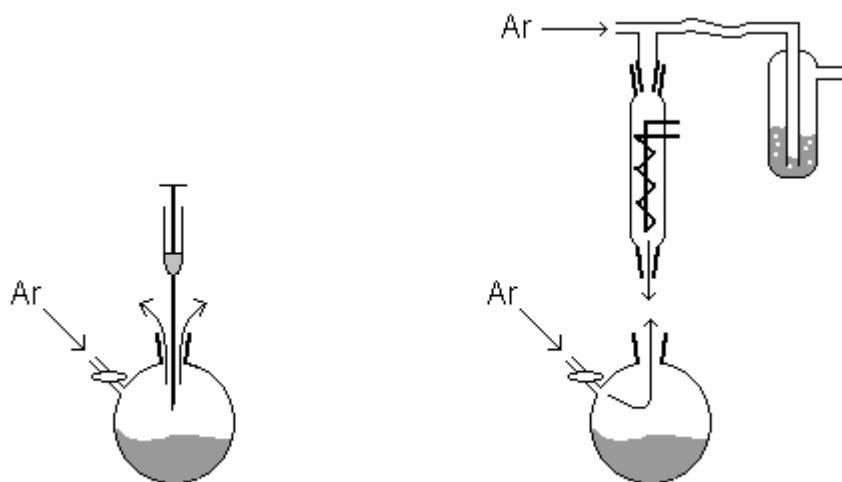


Abb. 3.1: Einfüllen einer Substanz und Zusammensetzen einer Apparatur nach dem Gegenstromprinzip

### 3.3 Überführen von luftempfindlichen Substanzen

Um eine Substanz von einem Reaktionsgefäß in ein anderes zu überführen ohne es mit Luft in Kontakt zu bringen, gibt es mehrere Möglichkeiten:

Flüssigkeiten lassen sich am sichersten über eine **direkte Verbindung** zwischen den beiden Gefäßen wie z. B. ein Winkelstück überführen. Allerdings kann sich dabei abhängig vom Lösungsmittel Schliff fett lösen und die Substanz verunreinigen. Zudem ist es nicht immer möglich, komplizierte Apparaturen zu kippen.

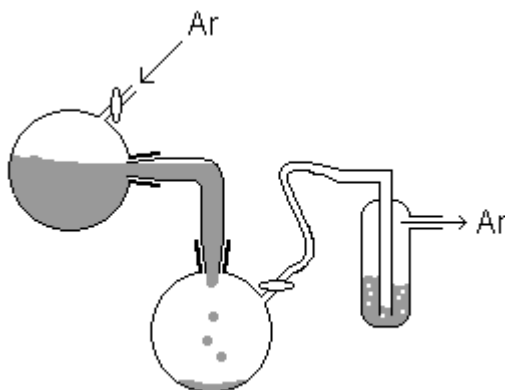


Abb. 3.2: Überführung luftempfindlicher Flüssigkeiten mittels direkter Verbindung

Wesentlich flexibler einsetzbar ist ein **Teflonschlauch**, durch den die Flüssigkeit mittels Argon-Druck in ein anderes Gefäß herübergedrückt wird. Da man ihn vor dem Herüberdrücken lediglich mit Argon spült, kommt es in geringem Maße zu Luftkontakt; extrem empfindliche Verbindungen lassen sich so nicht überführen, in den meisten Fällen gibt es jedoch kaum Probleme.

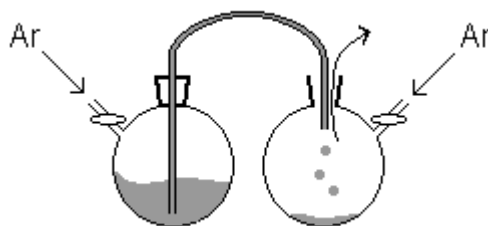


Abb. 3.3: Überführung luftempfindlicher Flüssigkeiten mittels Teflonschlauch

Gleiches gilt für das Überführen mit einer **Spritze**, das neben der Flexibilität auch das Abmessen bestimmter Mengen erlaubt. Auch hier hat man nur die Möglichkeit, die Spritze mehrmals mit Argon zu spülen, um Luftkontakt möglichst auszuschließen.

Stark flüchtige Substanzen (Gase und niedrig bis mittelhoch siedende Flüssigkeiten, in Einzelfällen auch stark flüchtige Feststoffe) können am bequemsten durch **Umkondensieren** überführt werden. Dazu wird die zu überführende Substanz zunächst auf Stickstofftemperatur eingefroren und evakuiert; das Zielgefäß wird ebenfalls evakuiert. Anschließend wird der Haupthahn **2** geschlossen, das Zielgefäß eingekühlt und die zu überführende Substanz nach Öffnen aller Hähne zwischen den beiden Gefäßen langsam auf Raumtemperatur erwärmt. Die flüchtigen Bestandteile kondensieren dann im Zielkolben, vorausgesetzt das statische Vakuum reicht, um die Substanz zu verdampfen.

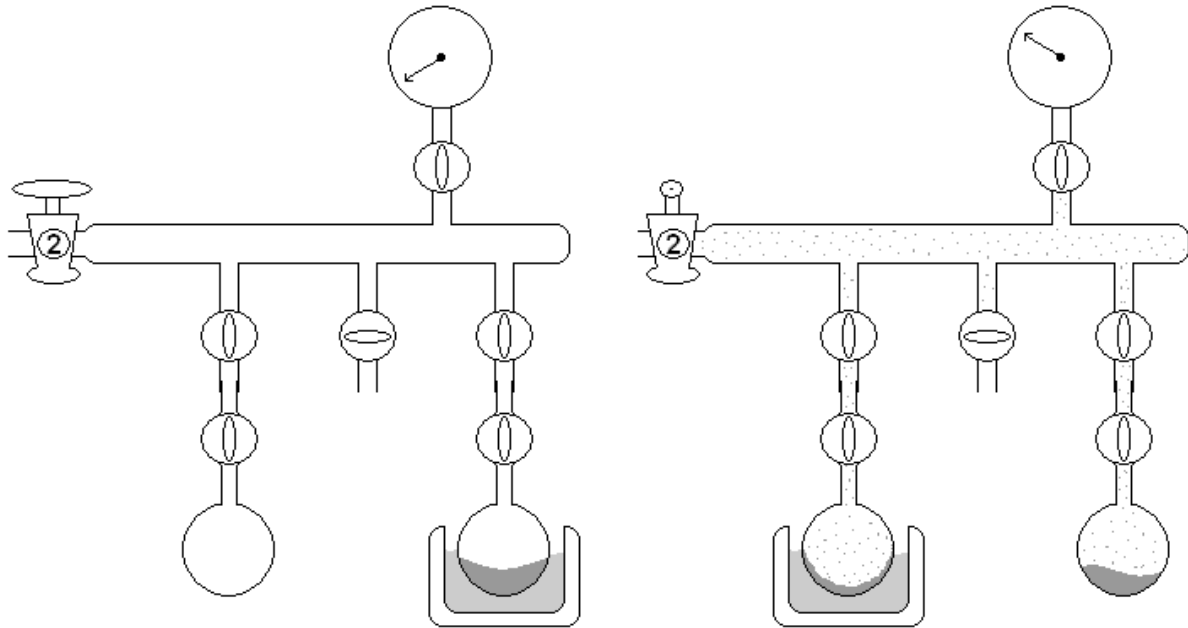


Abb. 3.4: Umkondensieren flüchtiger Verbindungen im statischen Vakuum

### 3.4 Verwendung einer Dry-Box (Glove-Box)

Zum Handhaben von luftempfindlichen Feststoffen verwendet man eine Dry-Box. Sie besteht aus einem luftdichten Kasten mit einem Fenster, einem Paar Handschuhen und einer Schleuse. Um Substanzen in die Box einzubringen, werden sie von außen in die Schleuse gestellt und diese **mindestens 30 Minuten** evakuiert, bevor man sie mit Argon flutet. Anschließend kann der Benutzer in die Handschuhe schlüpfen und die Schleuse von innen öffnen, um die Substanzen umzufüllen, abzuwiegen etc. Da die Schleuse in jedem Fall evakuiert werden muss, können nur offene oder evakuierte Gefäße eingeschleust werden, andernfalls platzen diese! Flüssigkeiten werden grundsätzlich nicht in die Dry-Box eingeschleust. Einschleusen von Korkringen, Papier und anderen porösen Materialien erfordert längeres evakuieren, um keine Feuchtigkeit in die Schutzgasatmosphäre gelangen zu lassen. Im Rahmen des Praktikums sind sie deshalb in der Dry-Box nicht erlaubt. Zum abwiegen von Substanzen verwendet man am besten Aluminiumfolie.