



Technik der Experimentalchemie

Arendt, Rudolf

Hamburg [u.a.], 1900

Zweites Kapitel. Ursachen der Veränderung der unedlen Metalle beim Erhitzen an der Luft.

[urn:nbn:de:hbz:466:1-84031](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-84031)

während des Trocknens wulstförmige Überzüge von Thonerde, welche aus dem Aluminium herauswachsen und nicht selten millimeterhoch werden. Sehr leicht gelingt auch dieser Versuch, wenn man mittels eines weichen Leders, welches mit sehr verdünnter Schwefelsäure angefeuchtet ist, Quecksilber auf dem Metall verreibt.*

c) Glasspiegel mit Zinnamalgalam. Um Glas mit einem spiegelnden Überzuge von Zinnamalgalam zu belegen, breitet man auf einer ebenen und glatten Platte von Stein oder Glas ein Blatt Stanniol aus; ist dasselbe nicht hinreichend stark, so nimmt man es doppelt. Man glättet es mittels einer weichen Bürste, biegt die Ränder auf, gießt etwas Quecksilber auf, verteilt dasselbe rasch mittels Baumwolle gleichmäßig über das Metall, drückt dann die zu belegende Glasplatte, welche vorher durch Waschen und Putzen sorgfältig gereinigt war, auf und zieht sie nach einiger Zeit von der Unterlage vorsichtig ab. Die noch weiche Belegung darf nicht berührt werden und erlangt erst nach einigen Tagen genügende Festigkeit.

§ 17. Metalltafel zur Vergleichung der spezifischen Gewichte.

Aus verschiedenen Metallblechen von gleicher Dicke und gleicher Breite werden gleich schwere Streifen geschnitten; die Längen derselben stehen dann im umgekehrten Verhältnis zu den spezifischen Gewichten.

ZWEITES KAPITEL.

Ursachen der Veränderung der unedlen Metalle beim Erhitzen an der Luft.

Entwicklung der Grundzüge der naturwissenschaftlichen Forschungsmethode und Anwendung derselben zur Erklärung der Bildung von Metallaschen beim Erhitzen. — Abhaltung der Luft durch Bedecken der erhitzten Metalle oder durch Verdrängung mittels eines anderen Gases. — Eigenschaften des Wasserstoffs.

§ 18. Erhitzen der Metalle bei Abschlus der Luft durch eine geschmolzene Decke.

a) Zinn, Borax; ein Porzellantiegel (3) eine Gebläselampe oder Äolipile.

* JEHN & HENZE, *Chem. Centr.-Blatt* 1878, S. 380; BÜTTGER, ebendas. 1879, S. 750.

b) Eine flache Porzellanschale (5).

c) Zwei Stücke Kupferblech, 1—1,5 mm dick, 10 cm lang und 2—3 cm breit.

a) Der Borax wird in dem Tiegel zuerst vorsichtig erhitzt, bis sein Krystallwasser unter Aufschäumen entwichen ist, dann giebt man stärkere Hitze, um das wasserfreie Salz in glühenden Fluß zu bringen, wirft einige Gramm Zinn hinein und setzt das Erhitzen noch längere Zeit fort (Fig. 459 und 460). Daß das Metall hierbei blank geblieben ist, läßt sich erst nach dem Erkalten zeigen, indem man den Tiegel zerschlägt und die Boraxdecke entfernt.

b) Mit Paraffin läßt sich der Versuch in größerem Maßstabe ausführen, indem man dasselbe zuerst in der Porzellanschale bei gelinder Wärme schmilzt, dann völlig blankes Zinn hineinbringt und bis über

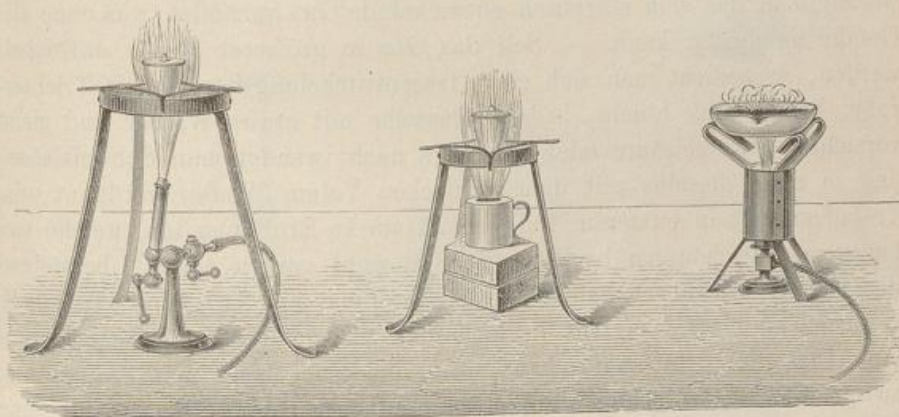


Fig. 459.

Fig. 460.

Fig. 461.

Schmelzen von Metallen unter Borax, Paraffin.

den Schmelzpunkt erhitzt (Fig. 461). Sollte das Paraffin hierbei in Brand geraten, (was zu vermeiden ist), so löscht man die Lampe aus und bedeckt die Schale mit einem bereitgehaltenen Pappendeckel. Auch ist anzuraten, den eisernen Kasten (Seite 306) unterzusetzen. Nachdem das Paraffin beträchtlich unter 100° erkaltet, aber noch nicht fest geworden ist, nimmt man das erstarrte Metall mit der Zange heraus und zeigt, daß es seinen Glanz unverändert erhalten hat.

c) Löten. Die beiden Stücke Kupferblech werden an der schmalen Seite etwa 5 mm breit blank geschabt, übereinandergelegt, gepulverter Borax zwischengestreut und mit Draht verbunden, so daß sie in der gegebenen Lage zusammen bleiben. Dann erhitzt man die Stelle über der Lampe bis zum Schmelzen des Borax und streut eine angemessene Menge körnig geschnittenes Schnelllot (2 Teile Zinn und 1 Teil Blei) an den

Spalt, so daß es schmilzt und beim Schmelzen zwischen die Bleche läuft. Nach dem Erkalten wird die gelötete Stelle gehämmert und geputzt.

§ 19. Entwicklung und Auffangung von Wasserstoff.

Ein Stück Zinkblech, granuliertes Zink (rein), reine Salzsäure oder verdünnte reine Schwefelsäure. — Ein Kelchglas, eine Gasentwickelungsflasche mit Kautschukschlauch oder ein Kipp'scher Apparat (Seite 182), eine Krystallisationschale nebst Probierglas, ein Gasometer. — Eine Waschflasche mit Kaliumpermanganat — oder Chromsäurelösung.

Um zuvor die Einwirkung der Säure auf Zink zu zeigen, gießt man erstere in das Kelchglas und stellt das Zinkblech hinein. Man entfernt dann letzteres und wirft (nicht zu wenig) granuliertes Zink in die Säure, worauf man das sich stürmisch entwickelnde Gas anzündet, was ohne alle Gefahr geschehen kann. — Soll das Gas in größerer Menge entwickelt werden, so bedient man sich einer Gasentwickelungsflasche mit Trichterrohr, bringt Zink hinein, bedeckt dasselbe mit etwas Wasser und gießt vorsichtig Schwefelsäure oder Salzsäure nach; wendet man Schwefelsäure an, so muß dieselbe mit dem dreifachen Volum Wasser verdünnt sein. Trotzdem tritt in letzterem Falle leicht starke Erhitzung ein, welche von heftigem Aufschäumen begleitet ist und wohl gar zu einem Übersteigen der Flüssigkeit führen kann. Die Anwendung von Salzsäure ist deshalb vorzuziehen. Das Gas tritt in lebhaftem Strome durch die Sperrflüssigkeit (Fig. 462). Es ist durchaus nötig, dasselbe, bevor man es auffängt, zu prüfen, ob es genügend frei von Luft ist. Man füllt deshalb eine Krystallisationsschale zur Hälfte mit Wasser, legt ein Probiergläschen hinein, um dieses ebenfalls mit Wasser zu füllen, und bringt den Schlauch der Gasentwickelungsflasche unter die Öffnung des Röhrchens, bis es ganz mit Gas gefüllt ist. Dann verschließt man die untere Öffnung unter Wasser mit dem Daumen (Fig. 463), nimmt es aus dem Wasser und hält es verkehrt in die Flamme der Lampe (Fig. 464). Wenn das Gas sich hierbei mit einem dumpfen Knalle entzündet und beim Umkehren des Rohrs (mit der Öffnung nach oben) ruhig ausbrennt, so ist es zum Auffangen geeignet; sollte es dagegen mit einem hellen, pfeifenden Tone verpuffen, so muß die Gasentwicklung noch längere Zeit fortgesetzt werden.

Wenn man — was doch wohl meist geschieht — den Wasserstoff aus roher Säure und käuflichem Zink bereitet, so ist er stets verunreinigt, besonders mit Arsenwasserstoff, Schwefelwasserstoff, Kohlenwasserstoff etc. Um diese zu entfernen, leitet man das Gas durch eine Waschflasche, welche mit einer Lösung von Kaliumpermanganat oder

Natriumdichromat gefüllt ist. Letztere bereitet man durch Auflösen von 50 g des Salzes in 200 g Wasser und Zusatz von 60 ccm Schwefelsäure.

Zum Auffangen dient entweder ein PEPYS'scher Gasometer (S. 42), welchen man, wie dort angegeben, füllt, oder ein Glockengasometer (S. 41). Wendet man letzteres an, so muß dafür gesorgt werden, daß die Glocke vor dem Einlassen des Gases völlig niedergelassen ist und das Wasser hoch genug steht, damit keine Luft im Innern der Glocke mehr vorhanden sein kann. Man schließt dann den Ausströmungshahn und schiebt über den Einströmungshahn das Kautschukrohr der Gasentwicklungsf flasche, worauf die Glocke alsbald zu steigen beginnt. Nachdem sie völlig aufgestiegen ist, schließt man auch den Einströmungshahn und



Fig. 462.



Fig. 463.



Fig. 464.

Entwicklung und Probieren von Wasserstoff.

zieht rasch den Kautschukschlauch ab. Eine sehr passende Form des Glockengasometers ist in diesem Werke in der für die Darstellung des Leuchtgases gegebenen Figur abgebildet. Der Glockengasometer hat im Vergleich mit dem PEPYS'schen den Vorzug, daß man weder beim Füllen Wasser ausfließen zu lassen, noch beim Arbeiten Wasser nachzugießen braucht; dagegen ist das Umfüllen des Gases in Cylinder und Flaschen bei jenem bequemer als bei diesem. Auch läßt sich im Glockengasometer kein hoher Druck erzeugen, besonders im Anfange, wenn die Glocke hoch steht. Endlich muß man sehr vorsichtig arbeiten, damit kein Wasser in die Röhren kommt. Sollte dies dennoch geschehen, so schraubt man das Gestell der Glocke ab, nimmt diese heraus, verbindet das offene Ende des Gasausströmungsrohrs mit einem Chlorcalcium-trockenapparat und saugt am Hahne Luft durch.

§ 20. Eigenschaften des Wasserstoffgases.

- a) *Ein mit Wasserstoff gefüllter Gasometer, eine zur Spitze ausgezogene Glasröhre, 30 cm lang, ein Röhrenhalter.*
 - b) *Ein Sortiment Röhren zur chemischen Harmonika.*
 - c) *Zwei hohe Fußcylinder (Fig. 340 a) mit Glasplatte.*
 - d) *Ein gerader Draht mit Lichthülse.*
 - e) *Zwei gleich große Gasentwickelflaschen. Eine Vorlesungswage. Eine Glocke auf Stativ mit umgekehrtem Heber. Ein Ballon von Goldschlägerhaut oder Collodium.*
- a) Die Wasserstoffflamme zeigt man, indem man das ausgezogene Glasrohr in den Röhrenhalter schraubt, so daß es mit der Spitze senkrecht

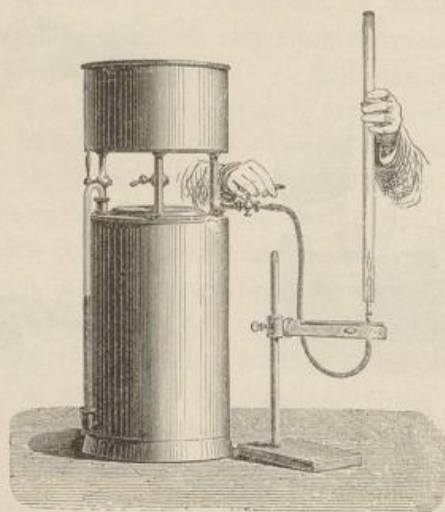


Fig. 465. Chemische Harmonika.

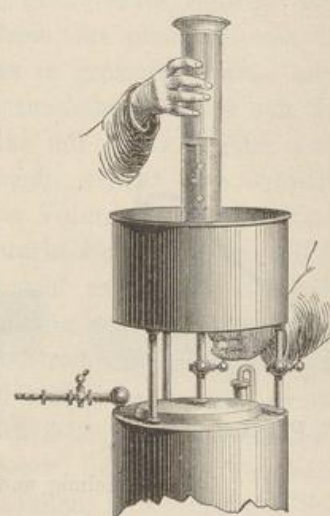


Fig. 466. Füllung eines Cylinders aus dem Gasometer.

nach oben gerichtet ist, und das ausströmende Gas anzündet. Wenn der Gasometer nicht unmittelbar vorher gefüllt war, sondern längere Zeit mit Wasserstoff gefüllt gestanden hat, so gebietet es die Vorsicht, das Gas vor dem Entzünden abermals in der oben angegebenen Weise zu prüfen.

b) Um die Röhren der chemischen Harmonika zum Tönen zu bringen, macht man die Flamme zuerst möglichst klein, steckt die Harmonikaröhre über das Gasausströmungsrohr und sucht nun durch Vergrößern der Flamme und durch Auf- und Abwärtsschieben der Röhre den Ton hervorzubringen (Fig. 465). Die Flamme zeigt hierbei ein deutlich wahrnehmbares Zittern, veranlaßt durch eine rasche Aufeinanderfolge kleiner Explosionen, welche sich zu einem Tone zusammensetzen. Auch weite,

oben geschlossene Röhren oder bauchige Flaschen, die man verkehrt mit der Öffnung über die Flamme stürzt, geben mitunter einen Ton.

c) Umfüllen von Wasserstoff aus dem Gasometer. Um den hohen Fußcylinder aus dem PEPYS'schen Gasometer mit Wasserstoff zu füllen, füllt man ihn zuerst mit Wasser, bedeckt ihn mit der Glasplatte, taucht ihn umgekehrt in das obere Gefäß unter Wasser, zieht die Glasplatte weg, stellt ihn auf die mittlere Öffnung und dreht den Hahn auf (Fig. 466), worauf man den Cylinder, nachdem er sich gefüllt hat und unter Wasser wiederum mit der Glasplatte bedeckt ist, heraushebt. Ist das Gas in einem Glockengasometer enthalten, so bedarf man zum Umfüllen der pneumatischen Wanne; doch darf hier der Cylinder nur sehr wenig in das Wasser eingetaucht werden, da der Druck des Gases in dem Glockengasometer meist sehr gering ist.



Fig. 467.
Entzündungsversuch mit
Wasserstoff.



Fig. 468.
Spezifisches Gewicht des Wasserstoffs.

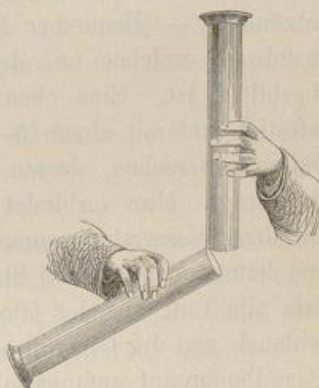


Fig. 469.

d) Wasserstoff verlöscht die Flamme. Soll nun gezeigt werden, daß im Wasserstoff, obgleich er selbst brennbar ist, die Flamme eines Lichts verlöscht, so zündet man das Licht an, steckt es an einen Draht und schiebt es von unten her in den mit Wasserstoff gefüllten, verkehrt gehaltenen Cylinder, wobei sich das Gas an der unteren Mündung des letzteren mit dumpfem Knalle entzündet, das Licht aber, sobald es im Cylinder sich befindet, verlöscht (Fig. 467). Beim Herabziehen entzündet es sich an der Wasserstoffflamme von neuem, verlöscht beim Aufschieben abermals etc.

e) Das geringe spezifische Gewicht des Wasserstoffs wird auf verschiedene Weise demonstriert. Am einfachsten in der durch Figur 468 dargestellten Weise, indem man beide Flaschen mit Wasserstoffgas füllt, zu gleicher Zeit verkehrt aus dem Gasometer hebt, die eine umdreht und

nach einigen Sekunden entzündet, wobei eine Explosion eintritt, während aus der anderen verkehrt gehaltenen noch nach längerer Zeit das Wasserstoffgas ruhig ausbrennt. — Hat man eine Vorlesungswage, so bringt man eine im Bügel derselben verkehrt (mit der Öffnung nach unten) aufgehängte Glocke ins Gleichgewicht und leitet mittels eines umgebogenen Glasrohrs Wasserstoff hinein, worauf der Arm der Wage, an dem die Glocke hängt, aufsteigt.

Auch folgender Versuch kann empfohlen werden. Man füllt eine Flasche mit Wasserstoff und spannt sie mit der Öffnung nach unten in den Retortenhalter. Hierauf wird ein heberförmig gebogenes, ungleichschenkliges Glasrohr ebenfalls mit Wasserstoff gefüllt, beide Öffnungen mit den Fingern geschlossen, der kürzere Schenkel, nachdem man den Finger entfernt, rasch von unten her in die Flasche geschoben, dann auch der längere Schenkel geöffnet und das aus diesem ausströmende Gas rasch entzündet. — Bequemer läßt sich dieser Versuch mittels des Apparats ausführen, welcher auf der diesem Werke beigegebenen Tafel (Fig. 7) abgebildet ist. Eine oben geschlossene Glasglocke ist an einem Stativ befestigt und mit einem 5—8 mm weiten, beiderseits offenen, gebogenen Glasrohr versehen, dessen äußeres Ende über den Knopf der Glocke hinausragt. Man verbindet dieses Ende mittels eines Kautschukschlauchs mit dem Wasserstoffgasometer oder dem Wasserstoffentwicklungsapparat und leitet einen raschen Strom Wasserstoff ein, bis man annehmen kann, daß alle Luft aus der Glocke verdrängt ist, zieht dann den Kautschukschlauch von der Glasröhre ab und entzündet das austretende Gas sogleich. Dasselbe brennt anfangs mit ruhiger Flamme, welche allmählich zu zittern beginnt; dann wird ein tiefer brummender Ton hörbar, der immer höher wird, bis sich die Flamme in das Glasrohr zurückzieht und deutlich sichtbar in die Glocke schlüpft, worauf eine dumpfe, ganz gefahrlose Explosion erfolgt. — In anderer Weise führt man denselben Versuch aus, indem man eine oben tubulierte Glasglocke in der pneumatischen Wanne mit Wasserstoff füllt, dann aus dem Wasser hebt und, indem man sie mit der einen Hand am Halse hält, mit der anderen den Stöpsel entfernt, worauf ein Assistent sogleich eine Flamme an die Öffnung hält. Das Gas brennt mit großer Flamme anfangs ruhig und giebt schließlich eine starke gefahrlose Explosion.* — In kleinerem Maßstabe gelingt der Versuch, wenn man statt der Glocke ein Kugelrohr nimmt und im übrigen ebenso verfährt (s. weiter unten § 33).**

* H. SCHIFF, *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 10, S. 2057. — *Chem. Centr.-Blatt* 1878, S. 82.

** ROSENFELD, *Poggendorff's Annalen*, Bd. 157, S. 494. — *Chem. Centr.-Blatt* 1876, S. 339.

Durch den in Figur 469 dargestellten Versuch wird gezeigt, daß Wasserstoff in einem verkehrt gehaltenen, mit Luft gefüllten Cylinder aufsteigt und jene zum Teil daraus verdrängt. — Endlich wird die relative Leichtigkeit des Wasserstoffs an dem Aufsteigen eines damit gefüllten Ballons beobachtet. Derselbe wird, nachdem er zuvor ausgedrückt ist, mit seiner Öffnung über das Gasausströmungsrohr (Fig. 465) geschoben und unten mit einer losen Fadenschlinge umgeben. Man öffnet den Hahn des Gasometers, zieht, sobald der Ballon genügend aufgeblasen ist, die Schlinge zu und streift jenen vom Ausströmungsrohre ab.

§ 21. Erhitzen der Metalle in einer Wasserstoffatmosphäre.

Eine Wasserstoffentwickelflasche oder ein mit Wasserstoff gefüllter Gasometer, ein Absorptionsturm mit Chlorcalcium, zwei böhmische Glasröhren, 40—50 cm lang, beiderseitig mit durchbohrten Korken geschlossen, an dem einen Ende mit rechtwinklig aufwärts gebogenem Gasausströmungsrohre, ein Kugelrohr, eine Röhrenheizlampe, zwei Röhrenträger.

- a) Ein Stück dünnes blankes Kupferblech, 30 cm lang, 2—3 cm breit.
- b) Einige Gramm Cadmium.
- c) Einige Gramm Blei.

a) Kupfer. Das Kupferblech wird vor dem Gebrauche mit etwas verdünnter Schwefelsäure mittels eines Baumwollenbausches auf beiden Seiten gereinigt, dann mit Wasser abgewaschen, mit einem Tuche ganz trocken gewischt und mit Kreide blank geputzt. Hierauf faltet man es der Länge nach mehrmals zusammen und schiebt es in das böhmische Rohr, welches man verschließt, mit dem Apparate verbindet (Fig. 470) und auf die Röhrenträger legt. Jetzt leitet man trocknen Wasserstoff durch den Apparat, und nachdem man sich durch eine Probe (Seite 321) davon überzeugt hat, daß alle Luft ausgetrieben ist, entzündet man das ausströmende Gas. Nun erst wird die Röhrenheizlampe angezündet, doch nicht gleich unter das Rohr gesetzt, sondern zuerst dicht daneben so aufgestellt, daß die Flamme seitlich am Rohre vorübergeht und diese durch Strahlung erwärmt. Dann erst schiebt man die Lampe unter und erhitzt bis zum Glühen des Glases, wobei das Metall fortwährend seinen Glanz und seine Farbe unverändert bewahrt.

Nachdem das Glühen in dieser Weise längere Zeit fortgesetzt wurde, verlöscht man die Lampe und läßt das Gas noch eine kurze Zeit hindurchströmen, bis die Röhre nicht mehr glüht. Hierauf zieht man den Kautschukschlauch von der Einströmungsöffnung ab und bringt, indem man das Gasausströmungsrohr mit der noch brennenden Flamme in die Höhe hebt, die Röhre in eine stark geneigte Lage. Die eindringende

Luft verdrängt den Wasserstoff, und in dem Maße, wie sie in der Röhre aufsteigt, überzieht sich das Metall mit den bekannten Farben, welche deutlich und weithin sichtbar sind.

Das Glasrohr kann, wenn es vorsichtig behandelt wird, mehrmals zu diesem Versuche dienen. Wohl zu beachten ist, daß man zur Wasserstoffentwicklung reines Zink und reine Salzsäure anwendet, da sonst leicht durch den Schwefelgehalt des Zinks (welches häufig aus alten Abfällen granuliert wird) oder auch durch einen Arsengehalt des Zinks oder der Säure das Kupfer seinen reinen Glanz verlieren und dadurch das Resultat des Versuchs getrübt werden würde. (Man leitet das Gas der Vorsicht halber, bevor es in den Absorptionsturm tritt, durch eine

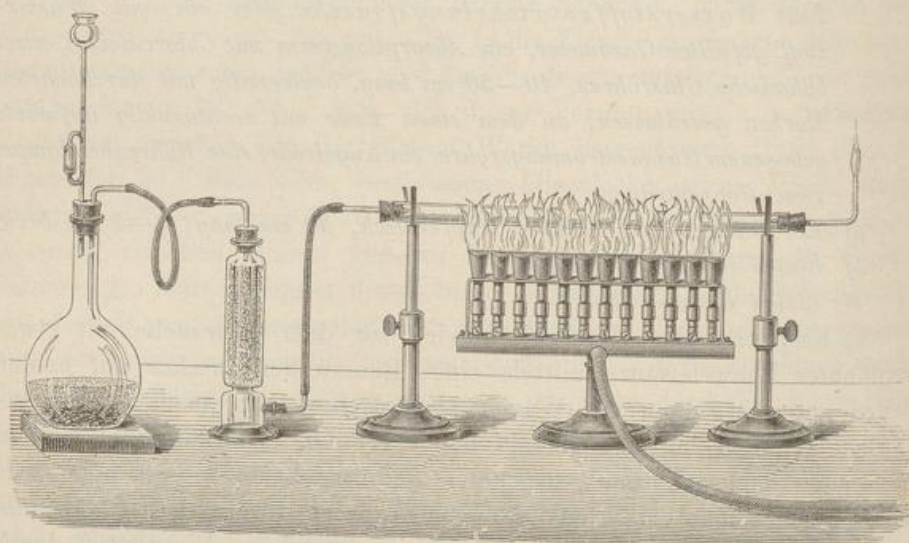


Fig. 470. Glühen von Kupfer im Wasserstoffstrome.

verdünnte Lösung von übermangansaurem Kalium.) Will man statt des Kupferblechs Kupferdrehspäne anwenden, so müssen diese, da sie in der Regel oberflächlich (durch Fett) verunreinigt sind, zuvor gereinigt werden, weil sie sonst beim Glühen durch Verkohlungs des Fettes schwarz werden. Man wäscht sie wiederholt mit Benzin, dann mit starkem Alkohol und trocknet sie vorsichtig. Noch sicherer würde es sein, die käuflichen Späne zuvor durch Glühen in einem Luftstrome oberflächlich zu oxydieren und dann wieder in reinem Wasserstoffe zu reduzieren. Sie erscheinen dann zwar nicht blank, aber in reinstem Kupferrot. Um damit den eigentlichen Versuch auszuführen, füllt man sie in eine frische, wohl ausgetrocknete und gereinigte Röhre. Dabei ist zu erwähnen, daß, wenn man Wasserstoff aus Zink und Salzsäure entwickelt und das Gas direkt aus der

Gasentwicklungsflasche in den Apparat leitet, in der Regel geringe Mengen Salzsäure mit fortgerissen und in dem Trockenrohre nicht genügend zurückgehalten werden. In diesem Falle bildet sich etwas Chlorkupfer, welches, da es flüchtig ist, sich an der Wand der Röhre ansetzt und die Durchsichtigkeit des Glases dadurch beeinträchtigt. Auch färbt sich die Flamme des austretenden Wasserstoffs grün. Um diese störenden Nebenerscheinungen zu vermeiden, muß man das Gas zuvor noch durch ein mit Kali gefülltes Absorptionsrohr leiten oder zur Entwicklung verdünnte reine Schwefelsäure anwenden.

b) Kadmium. Die Vorbereitung des Versuchs ist genau dieselbe wie unter a). Statt des Kupferblechs bringt man aber 5–10 g Kadmium in die Röhre und zündet nur die ersten sechs Brenner der Röhrenheizlampe an. Das Metall wird nun geschmolzen, indem man das Rohr sehr vorsichtig erwärmt. Giebt man gleich zu starkes Feuer, so erhitzt sich das Glas weit über den Schmelzpunkt des Kadmioms und wird dann, wenn die Schmelzung eintritt, regelmäßig zersprengt. (Man verhütet diesen Übelstand, wenn man das Metall in ein Porzellanschiffchen legt, doch muß man dann weit stärkere Hitze anwenden.) Die Flamme wird nun so verstärkt, daß das Metall zum Sieden kommt. Die Kadmiumdämpfe werden von dem Wasserstoffe ein Stück mit fortgeführt und setzen sich weiterhin als glänzende Tropfen in der Röhre ab, welche krystallinisch (zu Oktaëdern, Dodekaëdern etc.) erstarren (KÄMMERER*).

c) Blei. Um Blei im Wasserstoffstrome zu schmelzen, wendet man eine Kugelhöhre an, das Metall wird blank geschabt, in kleine Stückchen geschnitten, in die Kugel gebracht und im übrigen der Versuch wie vorher beschrieben ausgeführt. Auch hier hat man beim Anwärmen der Röhre dieselbe Vorsicht anzuwenden, wie beim Kadmium.

* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 7, S. 1724. — *Chem. Centr.-Blatt* 1875, S. 66.