



UNIVERSITÄTS-  
BIBLIOTHEK  
PADERBORN

## **Technik der Experimentalchemie**

**Arendt, Rudolf**

**Hamburg [u.a.], 1900**

Erstes Kapitel. Sulfide.

---

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

## Zweiter Abschnitt.

### ERSTES KAPITEL.

#### Sulfide.

##### § 57. Eigenschaften des Schwefels.

- a) Eine nicht tubulierte Retorte (4), ein Retortenhalter; ein Becher-glas mit Wasser.
- b) Ein grosser, seitlich tubulierter Ballon mit Porzellandeckel und Dreifuss als Untersatz dazu; eine Retorte (3).
- c) Ein Chamottetiegel von 10—12 cm Höhe, eine scharfkantige Raspel, ein Meissel, ein Hammer.
- d) Ein grosser Porzellantiegel; eine Schale mit kaltem Wasser.
- e) Eine Röhre mit in Schwefelkohlenstoff gelöstem Schwefel.

a) Destillation des Schwefels. Der Bauch einer Retorte (4) wird etwa zu  $\frac{1}{2}$  mit Schwefel gefüllt, dann erhitzt man vorsichtig und allmählich stärker. Die Flamme muss zuletzt den Bauch der Retorte ganz einhüllen, damit sich auch an der oberen Glaswand kein flüssiger Schwefel mehr kondensiert. Die kondensierten Dämpfe fliesen zum gröfseren Teile als Flüssigkeit aus dem Halse in das Wasser des Becher-glaes (Fig. 557), zum kleineren Teile sublimieren sie zu Schwefelblumen und bilden eine Wolke, welche durch den Luftzug nach der brennenden Lampe geweht und dort leicht entzündet wird. Die Entzündung pflanzt sich dann bis zum Retortenhalse fort, und der ausfliesende Schwefel gerät in Brand. Um dies zu vermeiden, schneidet man in eine Pappe ein Loch, so dass der Retortenhals gerade zur Hälfte hindurch gesteckt werden kann. Die Pappe muss dann auf dem Tische aufstehen und oben noch handbreit über die Retorte emporragen. Besser nimmt man statt der Pappe eine Glasscheibe, welche in einen Holzfuß eingesetzt wird. Die Schwefelblumen bedecken die Oberfläche des Wassers mit einer

zähen, klebrigen Haut, welche das regelmässige Untersinken des flüssigen Schwefels verhindert. Man sorge dafür, diese Haut soviel wie möglich

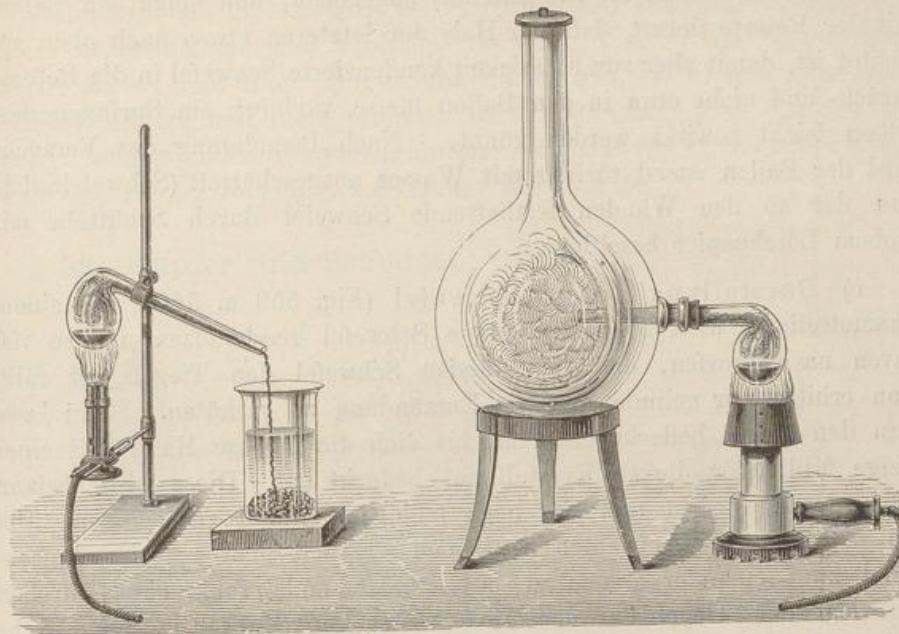


Fig. 557.  
Destillation und Sublimation von Schwefel.

mit einem Glasstabe zu beseitigen. Dann verdichtet sich der Schwefel zu schönen, gelben, elastischen Fäden und Tröpfchen, welche längere Zeit

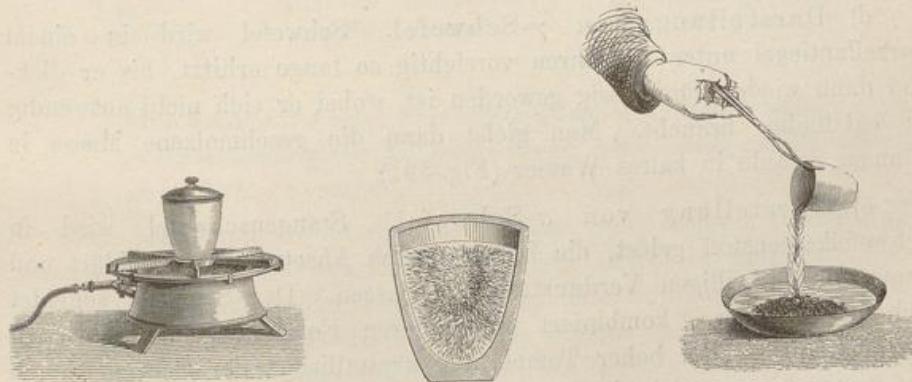


Fig. 559.  
Fig. 560.  
Darstellung von  $\beta$ - und  $\gamma$ -Schwefel.

hindurch die Eigenschaften des amorphen Schwefels bewahren. Die Retorte bleibt für spätere Versuche brauchbar.

b) Sublimation (Fig. 558). Der Retortenhals wird mit Asbestpappe in den Tubulus des Glasballons geklebt. Beim Erhitzen der Retorte verfahren man so, wie unter a) angegeben, und neige den Ballon mit der Retorte derart, daß der Hals der letzteren etwas nach oben gerichtet ist, damit aller zur Flüssigkeit kondensierte Schwefel in die Retorte zurück- und nicht etwa in den Ballon fließe, wodurch ein Springen des selben leicht bewirkt werden könnte. Nach Beendigung des Versuchs wird der Ballon zuerst tüchtig mit Wasser ausgeschüttelt (Schwefelmilch) und der an den Wänden festhaftende Schwefel durch Schütteln mit grobem Löschpapier beseitigt.

c) Darstellung von  $\beta$ -Schwefel (Fig. 559 u. 560). In einem Chamottetiegel wird über der Lampe Schwefel geschmolzen und so viel davon nachgeworfen, daß der flüssige Schwefel den Tiegel fast füllt. Man erhitze nur gelinde, um die Entzündung zu verhüten. Dann lasse man den Tiegel bedeckt erkalten, bis sich die flüssige Masse mit einer einige Millimeter dicken Krystallhaut bedeckt hat. Diese wird alsdann rasch durchgestoßen und der noch flüssige Schwefel ausgegossen. Um die Krystalle gut beobachten zu können, raspelt man auf der Außenwand zwei einander diametral gegenüberstehende senkrechte Furchen ein, legt den Tiegel auf den Tisch, setzt den Meißel in die Furche und spaltet jenen durch einen Hammerschlag in zwei Hälften. Die Krystalle erscheinen in dünnen, mehrere Centimeter langen Prismen wachsartig durchsichtig. Beim Aufbewahren behalten sie zwar ihre Gestalt, werden aber (durch Übergang in  $\alpha$ -Schwefel) hellgelb, undurchsichtig und brüchig.

d) Darstellung von  $\gamma$ -Schwefel. Schwefel wird in einem Porzellantiegel unter Umrühren vorsichtig so lange erhitzt, bis er dick- und dann wieder dünnflüssig geworden ist, wobei er sich nicht notwendig zu entzünden braucht. Man gießt dann die geschmolzene Masse in dünnem Strahle in kaltes Wasser (Fig. 561).

e) Darstellung von  $\alpha$ -Schwefel. Stangenschwefel wird in Schwefelkohlenstoff gelöst, die Lösung durch Absetzenlassen geklärt und dann der freiwilligen Verdunstung überlassen. Der Schwefel scheidet sich in Oktaëdern, kombiniert mit anderen Formen des rhombischen Systems, ab. — Bei hoher Temperatur krystallisiert der Schwefel auch aus seiner Lösung nicht in Oktaëdern, sondern in schießen, rhombischen Prismen. Man schmilzt ein 15—20 mm weites und 20 cm langes Glasrohr an einem Ende zu und füllt es etwa 6—7 cm hoch mit Schwefel, der aus klarer Schwefelkohlenstofflösung umkrystallisiert war, zieht es dann 15 cm weit vom zugeschmolzenen Ende aus, so daß der obere Teil eine

Art Trichter bildet. Nun füllt man 12 cm hoch Schwefelkohlenstoff nach; stellt das Rohr aufrecht in ein geheiztes Wasserbad, löst unter Umschütteln den größten Teil des Schwefels und schmilzt, nachdem etwa 1 cm Schwefelkohlenstoff verdampft ist, das Rohr an der ausgezogenen Stelle ab, so dass keine Luft in das Innere tritt. Wird nun diese Röhre stärker erhitzt und dann langsam abkühlen gelassen, so scheiden sich zuerst, solange die Lösung noch hinreichend warm ist, rhombische Prismen und erst zuletzt rhombische Oktaëder aus (Fig. 562).

§ 58. Kupfer und Schwefel.



Fig. 562.  
α-Schwefel.

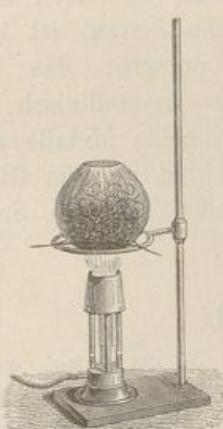


Fig. 563. Darstellung  
von Schwefelkupfer.

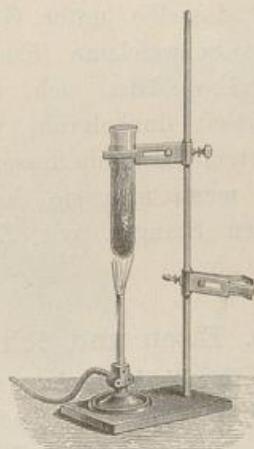


Fig. 564. Darstellung  
von Schwefelzinn.

*Eine Kochflasche von 400—500 ccm Inhalt, Kupferdrehspäne, spiralförmig zusammengewundener Kupferdraht oder dünnes Kupferblech in Streifen geschnitten. Schwefel.*

Die Kupferspäne oder die Kupferdrahtspiralen werden in den Ballon gestopft, so dass sie den Bauch desselben ausfüllen, und dann einige Löffel gestoßener Schwefel hineingeschüttet. Man erhitze (mit untergesetzter Eisenschale) rasch, dass der Bauch des Ballons sich möglichst bald mit Schwefeldämpfen anfüllt. Nach kurzer Zeit beginnt das Metall an einer Stelle zu glühen, und rasch verbreitet sich die Glut über die ganze Masse, welche tropfend herabschmilzt (Fig. 563). Enthält der Kolbenbauch (und Hals) noch überschüssigen Schwefeldampf, so erwärmt man das in Streifen geschnittene dünne Kupferblech ein wenig und taucht es hinein, worauf es in Berührung mit dem Dampfe alsbald abschmilzt.

ARENDT, Technik. 3. Aufl.

26

Das Produkt ist Kupfersulfür oder Halbschwefelkupfer, es erscheint in blauer Anlauffarbe. Man zerschlägt, um es zu zeigen, den Kolben und pulvert das Produkt im Mörser.

### § 59. Zinn, bzw. Blei und Schwefel.

*Zwei Probiergläser aus schwer schmelzbarem Glase, ein Probierglas-  
halter; Zinnfolie, Bleifolie, Schwefel.*

Man bringt etwas Schwefel in ein Probierglas, ballt dann ein etwa handtellergroßes Stück Zinn-, bzw. Bleifolie locker zusammen, schiebt es etwa zur Hälfte in das Probiergläschen hinein und erhitzt letzteres von unten her (Fig. 564); sobald der Schwefeldampf das Metall einhüllt, beginnt dasselbe unter Glühen zu schmelzen und fliesst herab. Das erstarrte Schwefelzinn (Einfachschwefelzinn) ist hellgrau, krystallinisch, etwas zähe, lässt sich nicht pulvern; das Schwefelblei (Einfachschwefelblei) dunkelgrau, weniger krystallinisch, spröde. — Auch in gepulvertem Zustande lassen sich beide Metalle mit dem Schwefel verbinden, wenn man sie damit mischt und im Glase erwärmt. Endlich schmelzen Stangen von Zinn oder Blei, in Schwefeldampf gehalten, glühend ab.

### § 60. Eisen und Schwefel.

- a) *Ein böhmisches Rohr, 30 cm lang, an einem Ende zugeschmolzen, am andern offen, zwei Röhrenträger, eine kleine Röhrenheizlampe. Eine Thonplatte, ein Glasstab.*
- b) *Ein flacher Napf.*
- c) *Ein Glasholben mit eiserner Schale zum Untersetzen, ein spiraling gewundener Eisendraht. Eine dünne (3—4 mm dicke) Stange von Schmiedeeisen, eine Gasgebläselampe. — Stangenschwefel, Schwefelblumen, Eisenstaub.*

Die Verbindung des Eisens mit dem Schwefel lässt sich auf verschiedene Weise bewirken.

a) Man mische ein Volum Eisenstaub mit zwei Volumen Schwefelblumen, schütte sie in das böhmische Rohr und erhitzt, worauf die Verbindung alsbald unter Glühen erfolgt (Fig. 565). Noch einfacher lässt sich dasselbe Resultat erreichen, wenn man das Pulvergemenge in ein Probiergläschen schüttet, dasselbe zuerst seiner ganzen Länge nach erwärmt und dann den unteren Teil stark über der Lampe erhitzt, indem man es in den Probierglashalter spannt. Die Verbindung des Schwefels und Eisens beginnt dann unter Ermüthen im untersten Teile des Rohrs und pflanzt sich durch die ganze Masse fort.

Nach MERZ und WEITH\* erfolgt die Verbindung des Gemenges bereits, wenn man es auf eine Thonplatte (oder einen Ziegelstein) häuft und mit einem heißen Glasstäbe berührt.

b) Unter Mitwirkung von Wasser entsteht Schwefeleisen, wenn man 30 g Eisenstaub, 20 g Schwefelblumen und 10 ccm Wasser in dem flachen Napfe zu einem Brei anröhrt und sich selbst überlässt. Unter Erwärmung tritt die Verbindung ein und vollendet sich nach etwa einer halben Stunde. Wärmt man die Substanz sowie das Wasser vorher an, so geht die Verbindung noch rascher von statten.

c) Auch massives Eisen läßt sich, wenn es weifsglühend ist, mit Schwefel verbinden. Man erhitze den spiraling gewundenen Eisendraht in

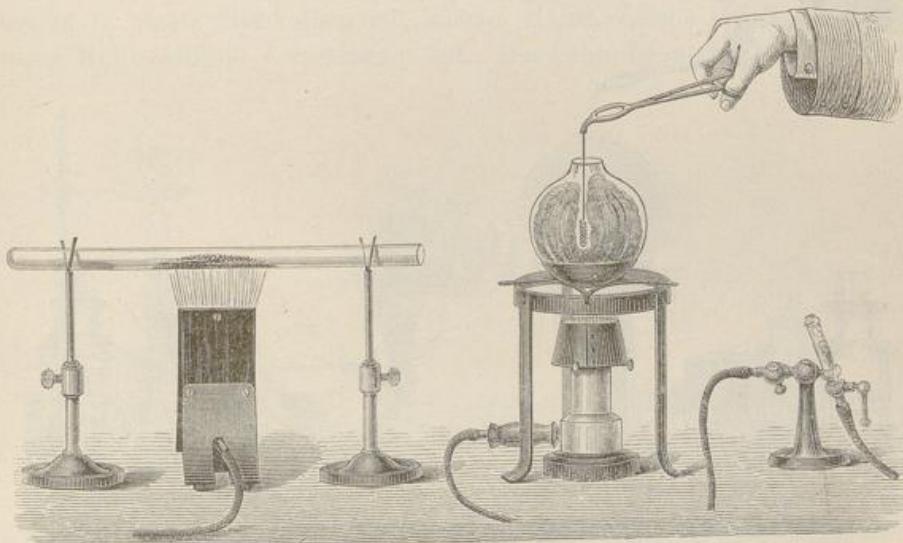


Fig. 565.

Fig. 566.

Verbrennung von Eisen im Schwefeldampfe.

der Gebläselampe zu lebhaftester Glut und tauche ihn in einen mit Schwefeldampf gefüllten Ballon (Fig. 566), worauf die Verbindung unter Abschmelzen des Metalls von statten geht. Soll der Ballon mehrmals dienen, so schütte man zuvor eine fingerhohe Lage Sand auf den Boden, damit das schmelzende Schwefeleisen das Glas nicht sprengt. Um den Versuch in größerem Maßstabe auszuführen, benutzt man den Schmiede-eisenstab, doch muß man, um denselben auf die genügende Glühhitze zu bringen, entweder einen Gebläseofen oder die Sauerstoffgebläselampe anwenden. Man berühre dann die weifsglühende Stange mit einer Stange Schwefel: beide verbinden sich unter Abschmelzen.

\* Berichte d. Deutsch. chem. Gesellschaft, Bd. 13, S. 723. — Chem. Centr.-Bl. 1880, S. 354.

### § 60A. Zink und Schwefel.

*Schwefelblumen, Zinkstaub. Eine eiserne Schale.*

Erhitztes oder geschmolzenes Zink verbindet sich nicht mit Schwefel, wohl aber Zinkstaub, wenn man denselben zu gleichen Gewichtsteilen mit Schwefelblumen mischt und dieses Gemenge in geeigneter Weise erhitzt. Am leichtesten gelingt der Versuch in einer eisernen, etwas verrosteten Schale, welche man über der Lampe stark erhitzt und das Schwefelzinkgemenge mit einem eisernen Löffel portionsweise hineinschüttet. Die Verbindung beider erfolgt explosionsartig unter Auftreten

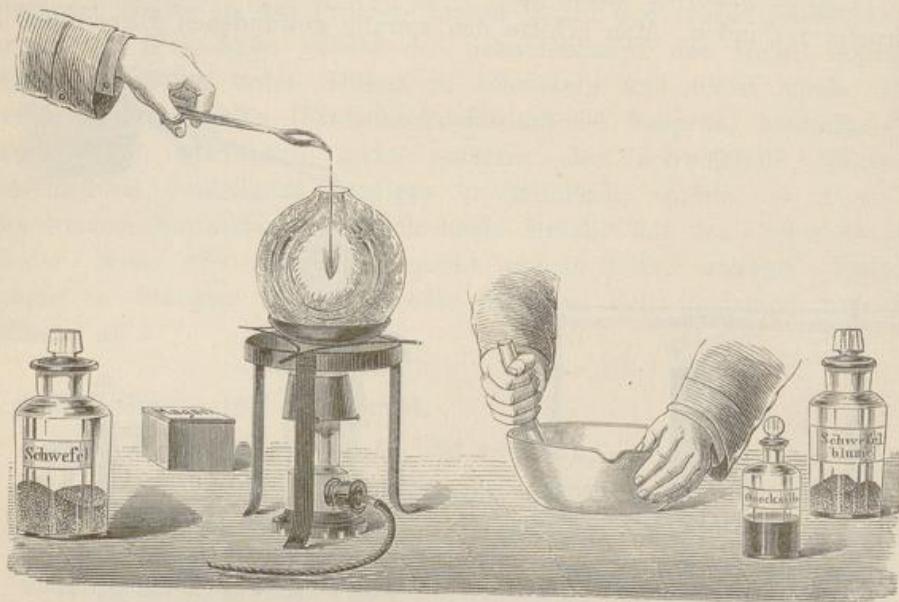


Fig. 567. Verbrennen von Magnesium im Schwefeldampfe.

Fig. 568. Zusammenreiben von Schwefel und Quecksilber.

einer mächtigen, hell leuchtenden, etwas grünlichen Flamme (SCHWARZ). Auch durch ein brennendes Holz lässt sich die Entzündung bewirken oder durch einen erhitzten Glasstab wie bei Schwefeleisen.

### § 61. Magnesium und Schwefel.

*Bandmagnesium, ein Kolben mit eiserner Schale als Untersatz, eine Zange, Schwefel.*

Der Ballon wird, nachdem einige Schwefelstücke hinein gethan sind, in einer eisernen Schale stark erhitzt, bis sich der Bauch mit Dämpfen füllt. Dann zündet man Magnesiumband in der Lampenflamme an und senkt es ruhig in den Schwefeldampf, worin es fortfährt zu brennen (Fig. 567).

### § 62. Quecksilber und Schwefel.

Eine Reibschale, ein Sublimierkolben (Vorlage), Quecksilber und Schwefel.

Man reibt 10 g Schwefel mit 50 g Quecksilber im Mörser zusammen, wodurch sich bald ein schwarzes Pulver bildet (Fig. 568). Um aber die Verbindungen beider vollkommen zu bewirken, so daß keine Quecksilberkügelchen mehr zu erkennen sind, ist ein mehrstündigtes Reiben erforderlich. Erhitzt man die nicht vollständig verbundene Masse vorsichtig im Sublimationskolben, so erfolgt nach einiger Zeit die Vereinigung unter schwacher, gefahrloser Explosion. Nach dem Erkalten reibt man die Masse nochmals im Mörser, mischt etwas Schwefel zu und erhitzt von neuem in einem Glaskolben mit langem Halse, dessen Öffnung man mit einem Kohlenstöpsel verschlossen hat. Das Schwefelquecksilber sublimiert

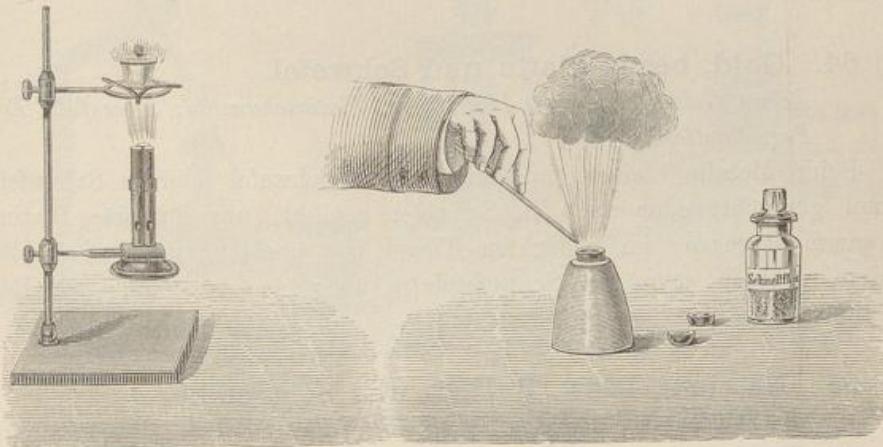


Fig. 569.

Verbindung von Silber mit Schwefel.

Fig. 570.

BEAUMÉ's Schnellfluss.

nun zu einer stahlgrauen Masse, welche nach dem Reiben rot erscheint (Zinnober).

### § 63. Silber und Schwefel.

Fein verteiltes metallisches Silber. Ein Silberblech oder eine Silbermünze. Beaumé'scher Schnellfluss, eine Nusschale, eine kleine Silbermünze.

Ein Teil Schwefel wird mit drei Teilen fein verteilten Silbers (durch Niederschlagen aus Silberlösung mittels Kupfer, Waschen und Trocknen erzeugt) im Mörser innig gemischt und im Porzellantiegel über der Lampe erhitzt (Fig. 569). Es entsteht eine metallisch glänzende, bleigraue Masse, Schwefelsilber, welche sich mit dem Messer schneiden läßt und hämmerbar

ist (Aufbewahrung derselben zur Reduktion!). — Oberflächlich erfolgt die Bildung von Schwefelsilber auf einem Silberbleche oder einer Silbermünze, wenn man einige Körnchen Schwefel darauf schmilzt. — Um Silber scheinbar in einer Nusschale zu schmelzen, bedient man sich des BEAUME'schen Schnellflusses, welcher aus 3 Teilen Salpeter, 1 Teil Schwefel und 1 Teil Sägespänen (besser fein gepulvertem Holz) besteht. Die Mischung wird in eine Nusschale gedrückt und eine kleine Silbermünze (ein oder zwei 20-Pfennigstücke) hineingesteckt, worauf man das Gemenge anzündet (Fig. 570). Es brennt mit lebhafter Flamme ab, und in der Nusschale findet sich die Münze als zusammengeschmolzene Kugel. Ein Teil des dem Pulver beigemengten Schwefels hat sich bei der durch die Verbrennung erzeugten Temperatur mit dem Silber und auch mit dem in der Münze enthaltenen Kupfer zu leicht schmelzbarem Sulfid vereinigt.

#### § 64. Gold, bezw. Platin und Schwefel.

*Reines Goldblech, reines Platinblech, Platinschwamm; Schwefel. Ein Porzellantiegel.*

Beide Metalle bleiben, in schmelzenden Schwefel oder in Schwefeldampf getaucht, oder auch in Schwefel geglüht, unverändert; Platinschwamm dagegen, im bedeckten Tiegel mit überschüssigem Schwefel erhitzt, geht in schwarzes Schwefelplatin über (Aufbewahrung zur Reduktion!).

#### § 65. Natrium, bezw. Kalium und Schwefel.

*Ein Kolben von 500 ccm Inhalt mit Eisenschale als Untersatz, ein Phosphorlöffelchen. — Schwefel, Kalium und Natrium.*

Beide Metalle vereinigen sich langsam schon in der Kälte, rasch und energisch beim Erwärmen miteinander. Man schichte in einem Porzellantiegel Schwefelpulver mit dünnen Natriumscheibchen (nicht zu viel!) und erwärme den Tiegel gelinde, so erfolgt die Verbindung unter Feuererscheinung. — Im Schwefeldampf brennen beide Metalle mit leuchtender Flamme. Der Ballon wird mit etwas Schwefel beschickt und durch Erhitzen in der untergesetzten Eisenschale mit Schwefeldampf gefüllt; dann erhitzt man in einem Phosphorlöffelchen etwas Kalium oder Natrium über der Flamme, bis es zu brennen beginnt, und taucht den Löffel ruhig in den mit Dampf gefüllten Raum. Die Verbrennung setzt sich mit schönem Glanze fort. Nachdem das Kalium oder Natrium verbrannt ist, fährt der Eisenlöffel im Schwefeldampf fort zu glühen und schmilzt, wenn man ihn nicht sofort herauszieht, unter Bildung von Schwefeleisen ab.

### § 66. Arsen, bezw. Antimon und Schwefel.

Zwei Kölbchen à 50 ccm Inhalt mit langem Halse (Fig. 571), ein Retorten- oder Probierglashalter, ein Porzellantiegel mit Deckel, eine Wage, eine Reibschale. — Arsen, Antimon und Schwefel.

Man mischt im Mörser innig: a) 10 g gepulverten Schwefel mit 23,5 g gepulvertem Arsen; b) 10 g Schwefel mit 15,6 g Arsen, bringt beide Mischungen in die dazu bestimmten langhalsigen Kölbchen, spannt diese in den Retorten- oder Probierglashalter und erwärmt sie über der Flamme langsam bis zum Schmelzen der Masse (Fig. 571). Unter teilweiser Sublimation vereinigen sich die beiden Mischungen, die erste zu rotem Schwefelarsen (Arsendisulfid, Realgar), die zweite zu gelbem Schwefelarsen (Arsentrisulfid, Auripigment). Nach dem Erkalten werden

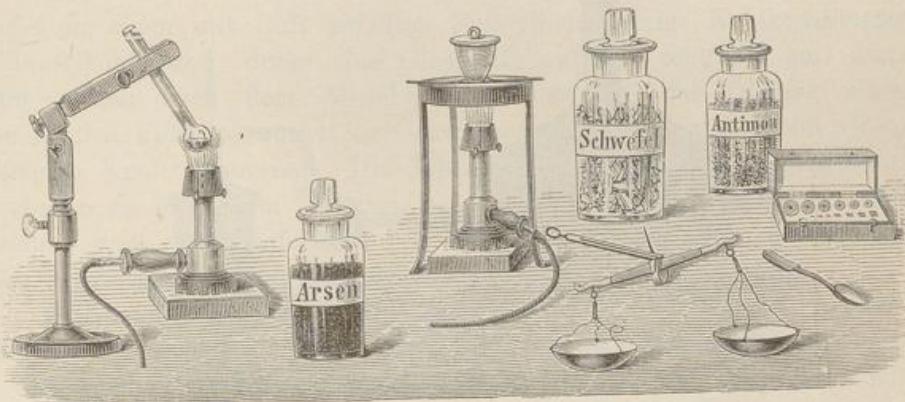


Fig. 571.

Fig. 572.

Verbindung von Arsen und Antimon mit Schwefel.

die Gläser zerschlagen; die Produkte erscheinen mit glänzend spiegelnder Oberfläche. (Aufbewahrung zum Rösten!)

Man reibt im Mörser 10 g Schwefel mit 25 g fein gepulvertem Antimon und erhitzt beide im bedeckten Porzellantiegel (Fig. 572). Das Produkt ist ein grauschwarzes Pulver (Antimontrisulfid). (Aufbewahrung zum Rösten!)

### § 67. Kohlenstoff und Schwefel.

- Ein Porzellanrohr, ein Glühofen für Holzkohlen oder ein Gaslampenofen, eine Kugelvorlage mit Gasableitungsrohr, damit verbunden eine zweite Vorlage mit passender Kühlvorrichtung. — Gröblich zerstossene, pulverfreie Holzkohle, Schwefel.
- Ein weites Bürettenrohr zur Extraktion ölhaltiger Substanzen.

a) Darstellung von Schwefelkohlenstoff. Die Holzkohlenstücke werden zuvor in einer bedeckten Eisenschale gut ausgeglüht, um die absorbierte Feuchtigkeit zu verjagen und dann noch warm in die Porzellanröhre gefüllt; diese wird hinten und vorn mit einem Korkstöpsel verschlossen. Der vordere ist durchbohrt und steht mit der Vorlage und dem Kondensationsapparate in Verbindung (Fig. 573). Die Röhre wird im Kohlen- oder im Lampenofen zum Glühen gebracht, wobei der Ofen etwas schräg zu stellen ist. Dann öffnet man den hinteren Kork und wirft einige Stücke Schwefel hinein, welcher alsbald schmilzt, verdampft, mit der glühenden Kohle in Berührung kommt und sich mit ihr verbindet. Diese Operation wird mehrmals wiederholt, überhaupt muß man

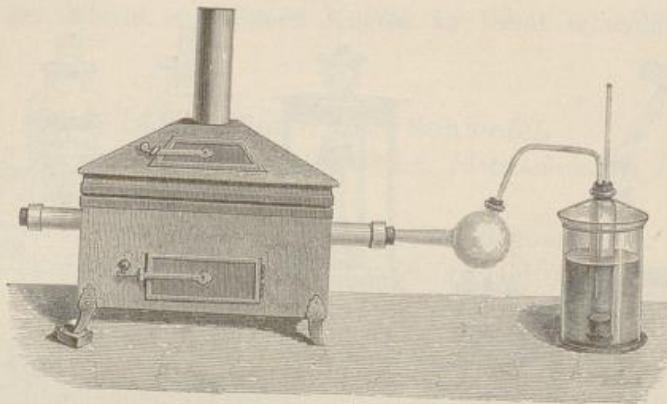


Fig. 573. Darstellung von Schwefelkohlenstoff.

stets dafür sorgen, daß der Schwefel immer in genügendem Überschusse vorhanden ist. Wenn der Schwefelkohlenstoff nicht zum größeren Teile entweichen soll, muß die Vorlage gut mit Eis gekühlt werden. Trotzdem entweichen brennbare Gase, welche zum Teil aus Schwefelwasserstoff (die Holzkohle enthält stets noch Wasserstoff), zum Teil aber auch aus Schwefelkohlendampf bestehen.

b) Reinigung des Schwefelkohlenstoffs. Der rohe Schwefelkohlenstoff hat einen sehr unangenehmen Geruch und erscheint gelb gefärbt von aufgelöstem Schwefel, welcher mit überdestilliert ist. Man reinigt das Produkt, indem man es mit einem Gemenge von gepulvertem Kalke und Bleioxyd längere Zeit tüchtig schüttelt und dann aus einer Retorte im Wasserbade rektifiziert. Der Geruch ist dann viel weniger unangenehm, ätherartig, und die gelbe Farbe vollständig beseitigt.

Ein anderes Reinigungsverfahren schlägt R. ALLARY\* vor. Der rohe Schwefelkohlenstoff wird mit einer Lösung von übermangansaurem Kalium heftig geschüttelt und, sobald die rote Farbe verschwunden ist, neue Mengen der Lösung hinzugesetzt, bis das Wasser dauernd rot gefärbt bleibt; dann wäscht man mit einer größeren Menge Wasser aus, bis alles überschüssige, nicht zersetzte Permanganat entfernt ist, trennt den Schwefelkohlenstoff von dem Wasser durch einen Scheidetrichter und filtriert ihn durch ein doppeltes trockenes Filter.

c) Brennbarkeit des Schwefelkohlenstoffs. Schwefelkohlenstoff ist brennbar und leicht entzündlich. Er lässt sich nach MERZ und WEITH\*\* schon durch einen heißen Glasstab entzünden. Seine Flamme scheidet bei der Berührung kalter Flächen Schwefel ab.

Sein Dampf, mit Luft oder Sauerstoff gemischt, explodiert. Man gieße in einen mit Luft gefüllten Fußcylinder einige Kubikcentimeter Schwefelkohlenstoff, decke eine Glasplatte auf und schüttle um, dann nähre man nach dem Abziehen der Glasplatte der Öffnung einen brennenden Fidibus, worauf sich das Gemenge entzündet und mit einem dumpfen Knalle abbrennt. Die Innenwand des Cylinders ist nach der Verbrennung mit einem Überzuge von ausgeschiedenem Schwefel bedeckt, welchen man durch sofortiges Auswaschen beseitigen muss, da er nach dem Antrocknen sehr fest anhaftet.

Will man den Versuch mit Sauerstoff ausführen, so darf man nur sehr kleine Mengen anwenden. Man wähle einen kleinen, höchstens 2—300 cem fassenden starkwandigen Fußcylinder, fülle denselben mit Sauerstoff, gieße einige Tropfen Schwefelkohlenstoff hinein und verschließe das Gefäß mit einer Glasplatte. Dann setze man es in sicherer Entfernung von den Zuhörern (am besten unter dem Abzuge) in einen Kasten, entferne den Deckel und bewirke die Entzündung durch einen langen Fidibus. Der Knall, mit dem die Explosion erfolgt, ist äußerst heftig.

d) Das Lösungsvermögen für Schwefel, Phosphor, Kautschuk, Guttapercha etc. ist leicht darzuthun, indem man die genannten Substanzen im Kölbchen damit schüttelt (Fig. 574), wenn nötig, im Wasserbade erwärmt. Wird die Phosphorlösung auf einen zusammengebauschten Bogen Filtrierpapier gegossen, so verdampft der Schwefelkohlenstoff und hinterlässt den Phosphor in so fein verteilt Zustande, dass derselbe sich freiwillig entzündet, wobei eine große, stark leuchtende Flamme hervorbricht (Fig. 575). Der Versuch ist unter dem Abzuge auszuführen, nachdem

\* *Bull. de la Société chimique de Paris*, Bd. 35, S. 491. — *Chem. Centr.-Bl.* 1881, S. 435.

\*\* *Berichte d. Deutsch. chem. Gesellschaft*, Bd. 13, S. 723. — *Chem. Centr.-Bl.* 1880, S. 354.

zuvor das Abzugsrohr durch Anzünden der Gasflamme genügend vorwärmte war.

Die Extraktion ölhaltiger Substanzen (Rapskuchen) wird gezeigt, indem man ein weites Bürettenrohr unten locker mit Baumwolle verstopft, darauf etwas groben Sand schichtet und dann die zu extrahierende Substanz grösstenteils gepulvert hineinbringt. Das Rohr wird in den Bürettenhalter eingespannt und nach Untersetzung eines Becherglases Schwefelkohlenstoff oben aufgegossen; die durchgelaufene Flüssigkeit gießt man noch 1—2 mal auf und lässt sie dann in einer flachen Porzellanschale (Fig. 576)



Fig. 574.

Fig. 575.

Fig. 576.

Versuche mit Schwefelkohlenstoff.

oder in einem Uhrglase verdunsten, wobei das Öl zurückbleibt und mit seinen Eigenschaften erkannt werden kann.

e) Verdunstungskälte des Schwefelkohlenstoffs. Bei der raschen Verdunstung des Schwefelkohlenstoffs wird viel Wärme absorbiert und die Temperatur der Umgebung dadurch sehr erniedrigt. Dies lässt sich schon durch Ausgießen einer geringen Menge auf die Handfläche zeigen, noch besser, indem man die Verdunstung durch Aufblasen oder Durchblasen eines Luftstroms beschleunigt. Führt man den Versuch in der Weise aus, dass man etwas Schwefelkohlenstoff in ein Becherglas gießt und mittels eines Gebläses durch eine Glasröhre Luft dicht auf die Oberfläche leitet, während man die Temperatur durch ein eingesenktes

Thermometer beobachtet, so schlagen sich schon, wenn die Temperatur der Flüssigkeit noch einige Grade über 0 ist, an der inneren Wand des Glases, sowie an den aus der Flüssigkeit herausragenden Teilen des Thermometers schneeartige Krusten nieder, wobei die Temperatur rasch auf —17 bis —18° sinkt. Von jetzt ab verdichten sich auch an der Oberfläche des Schwefelkohlenstoffs blumenkohlartige Massen, welche auf der Flüssigkeit schwimmen und das Zuleitungsrohr verstopfen, wenn dasselbe nicht weit genug ist. Diese weissen Massen hält WARTHA, der diesen Versuch beschreibt,\* für festen Schwefelkohlenstoff, andere dagegen (BERTHELOT, DUCLAUX und BALLO\*\*) für ein Hydrat des Schwefelkohlenstoffs. Sie zerfließen langsam an der Luft unter allmählicher Steigerung der Temperatur.

Auf diese Weise lassen sich auch gröfsere Mengen Wasser leicht zum Gefrieren bringen, indem man Wasser, welches in einer Krystallisationsschale enthalten ist, mit einigen Kubikcentimetern Schwefelkohlenstoff versetzt und nun mittels eines Gebläses einen kräftigen Luftstrom durchtreibt; das Wasser erstarrt dann in kurzer Zeit. Man kann auch in der Weise verfahren, daß man auf die Oberfläche von Schwefelkohlenstoff, der in einer Krystallisationsschale enthalten ist, einen Luftstrom kräftig aufbläst und nun Wasser in feinen Tröpfchen mittels einer Spritzvorrichtung darauf trüpfeln läßt. Jeder Tropfen erstarrt momentan bei der Berührung mit dem Schwefelkohlenstoffe (WARTHA).

Endlich läßt sich auch ohne Anwendung eines Luftstroms durch langsames Verdunsten eine ähnliche Temperaturerniedrigung erzielen, sobald man die Kapillarität poröser Gegenstände zu Hilfe nimmt. Wenn man einen Streifen Fließpapier von 10—12 cm Länge und 2—3 cm Breite zwei-, drei- oder vierfach der Länge nach zusammenfaltet oder zusammenrollt und ihn mit seinem unteren Ende in Schwefelkohlenstoff, der in einem offenen Gefäße enthalten ist, stellt, so steigt letzterer rasch in den Poren des Papiers in die Höhe. Nach weniger als einer Minute erreicht er eine Höhe von 7—8 cm. In diesem Augenblicke erscheint auf dem Papiere zuerst an dem oberen Rande der aufgesogenen Flüssigkeit eine gleichmässige Zone, bestehend aus einer Art weissen Reifes, anscheinend in Form von Krystallen. Dieselbe verdankt nach der Annahme DECHARME's\*\*\* ihre Entstehung entweder der Kondensation des atmosphärischen Wasserdampfes oder der Bildung eines Hydrats des Schwefelkohlenstoffs. Ihre Dicke nimmt mehr und mehr zu, und zu

\* Berichtet d. Deutsch. chem. Gesellschaft, Bd. 3, S. 80. — Chem. Centr.-Blatt 1870, S. 129.

\*\* Berichte d. Deutsch. chem. Gesellschaft, Bd. 4, S. 118. — Chem. Centr.-Blatt 1871, S. 161.

\*\*\* Comptes rendus T. 77, S. 998. — Chem. Centr.-Blatt 1873, S. 769.

gleicher Zeit zieht sie sich auch über die unteren Partien des Papiers hin bis etwa 2 cm oberhalb des Flüssigkeitsspiegels; dann scheint das Aufsteigen des Schwefelkohlenstoffs vollständig aufzuhören. Allein obwohl der Schwefelkohlenstoff nicht über die Zone des Reifs hinausgeht, findet doch in dieser selbst eine lebhafte Aspiration statt, infolge deren man rasch eine Menge anfangs kleiner, dann immer größer werdender Verästelungen an der Oberfläche des Papiers herauswachsen sieht. Diese können in einer halben Stunde eine Gröfse von 12—15 mm erreichen. Sie gewähren ganz den Anblick kleiner, mit Reif bedeckter Bäume. Die Erscheinung nimmt dauernd ihren Fortgang, vorausgesetzt, daß man von Zeit zu Zeit den rasch verdunstenden Schwefelkohlenstoff ersetzt. Die Erscheinung geht selbst in vollem Sonnenscheine in der beschriebenen Weise von statten, ja sogar, wenn man Schwefelkohlenstoff im Wasserbade vorher auf  $60^{\circ}$  erhitzt hat, nimmt die Reifbildung ihren Fortgang. Um die Temperaturerniedrigung zu beobachten, umgibt man das Quecksilberreservoir eines kleinen Thermometers mit Fließpapier und stellt das Instrument so auf, daß der untere Teil des Papiers in den Schwefelkohlenstoff taucht und zwischen dem Flüssigkeitsspiegel und dem Reservoir etwa 3 cm Abstand sind. Das Thermometer sinkt hierbei rasch, beispielsweise von  $+20$  bis  $-15^{\circ}$ . Wenn man einen Streifen Fließpapier in Schwefelkohlenstoff taucht und rasch wieder herauszieht, so sieht man in 20—30 Sekunden die erwärmte Reifzone sich bilden, dann etwa eine Minute lang an Dicke zunehmen und zuletzt wieder schmelzen. Bei feuchtem Wetter tritt die Erscheinung rascher ein, der Ansatz ist bedeutender und die Abkühlung stärker. Will man Wasser auf diese Weise zum Gefrieren bringen, so umwickelt man ein kleines Probierglas von 10 mm äußerer Weite und 8—10 cm Länge mit einer einfachen Lage Filtrerpapier, so daß letzteres etwa 2 cm über das untere Ende des Probierglases herausragt, und bindet es mit einem dünnen Faden fest; dann füllt man das Glas bis zu einer Höhe von etwa 6—7 cm mit Wasser, fixiert es mittels des Probierglashalters in senkrechter Lage und setzt eine offene Schale mit Schwefelkohlenstoff so unter, daß das untere Papierende etwa 1 cm tief in die Flüssigkeit taucht. Die Verästelungen bilden sich dann namentlich auf der Stelle des Rohrs, welche das Wasser enthält, und nach 15—20 Minuten ist der Inhalt des Röhrchens gefroren (Tafel, Fig. 16). Nimmt man ein dünnwandiges Glasrohr, welches etwa nur die Dicke eines Federkiels hat, und bringt 2—3 cm Wasser hinein, nachdem man es unten mit Fließpapier umwickelt hat, so bedarf es nur eines ein-, höchstens zweimaligen Eintauchens in Schwefelkohlenstoff und Verdunstenlassens desselben an der Luft, um nach 2 bis 3 Minuten das Gefrieren zu bewirken.

### § 68. Wasserstoff und Schwefel; direkte Verbindung beider.

*Eine tubulierte Retorte mit Gaseinleitungs- und Gasableitungsrohr.  
Ein Wasserstoffentwickelungsapparat. Schwefel.*

Die frühere Annahme, dass der Schwefel sich mit dem Wasserstoffe nicht direkt verbindet, ist von MERZ und WEITH (1869) widerlegt. Man kann die Verbindung beider in einem Apparate bewirken, der dem weiter unten (Fig. 588) abgebildeten gleicht. In die Retorte werden einige Gramm Schwefel gebracht und der Wasserstoffapparat mit dem durch den Tubulus gehenden Einleitungsrohre verbunden. Das aus dem Halse der Retorte abführende Rohr taucht in Wasser. Man leitet Wasserstoff durch den Apparat bis alle Luft verdrängt ist, und beginnt dann erst den Schwefel zu erhitzen. Man reguliert die Flamme so, dass der Bauch der Retorte unter gelindem Sieden des Schwefels sich etwa zu  $\frac{3}{4}$  mit Schwefeldämpfen füllt, ohne dass diese in den Hals der Retorte aufsteigen, und unterhält währenddessen einen langsamen Wasserstoffstrom. Das vorgelegte Wasser nimmt bald den Geruch von Schwefelwasserstoff an.

### § 69. Darstellung von Schwefelwasserstoff aus Schwefeleisen.

*Ein Gasentwickelungsapparat, Schwefeleisen, verdünnte Schwefelsäure.  
Eine Glasröhre, 30—40 cm lang, am Ende etwas verjüngt.*

Das Schwefeleisen wird zu einem gröslichen Pulver zerstoßen, in die Gasentwickelungsflasche gebracht, mit etwas Wasser übergossen, der Stöpsel mit der Gasableitungsvorrichtung und dem Sicherheitsrohre aufgesetzt und verdünnte Schwefelsäure aufgegossen. Alles geschieht unter dem Abzug nach genügender Anwärmung des Abzugsrohrs. Dann prüft man das Gas (wie beim Wasserstoff angegeben) auf seine Reinheit (Freiheit von Luft), steckt ein ausgezogenes Glasrohr in den Kautschuckschlauch und entzündet das ausströmende Gas, welches mit schwach leuchtender, blaugesäumter Flamme brennt. Hierauf stellt man durch Einleiten von Schwefelwasserstoff in destilliertes Wasser Schwefelwasserstoffwasser dar, welches man in einem verstöpselten Glase im Dunkeln aufbewahrt.

### § 70. Natur der Sulfide.

*10—16 Kelchgläser mit Glasstäben. — Schwefelkupfer, Schwefelzinn, Schwefelblei, Schwefeleisen, Schwefeladmium, Schwefelquecksilber, Schwefelsilber, Schwefelnatrium, Schwefelkalium, Schwefelarsen, Schwefelantimon, Schwefelkohlenstoff, Schwefelwasserstoffwasser, die festen hiervon zerrieben. 10—16 Streifen rotes und blaues Lackmuspapier.*

Die Sulfide werden mit Wasser angerührt und das Wasser danach mit Lackmuspapier geprüft. Hierbei wird namentlich die Übereinstimmung der Sulfide mit den Oxyden in Bezug auf Löslichkeit und Reaktion hervorzuheben sein.

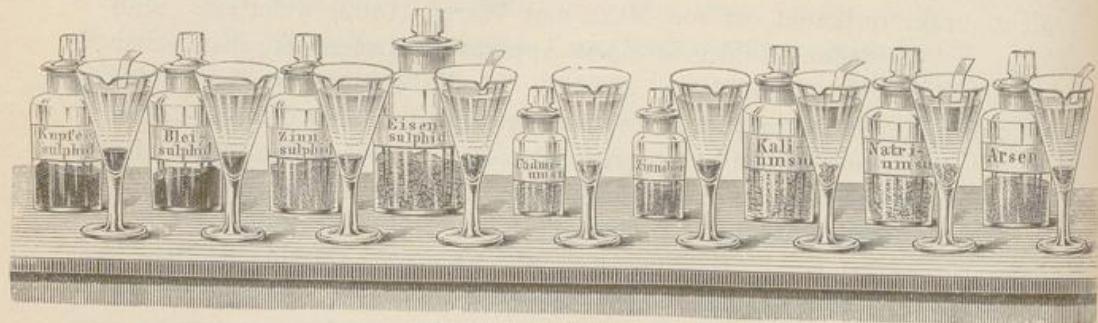


Fig. 577. Natur der Sulfide.

## ZWEITES KAPITEL.

### Haloide.

Die grösere Energie des Chlors im Vergleiche mit Sauerstoff und Schwefel ergiebt sich daraus, dass es sich mit den meisten unedlen Metallen und Metalloiden schon bei gewöhnlicher Temperatur verbindet, während bei Sauerstoff und Schwefel mit wenigen Ausnahmen Erhitzung nötig ist. Verschiedenheit der Chloride (Bromide, Jodide) von den Oxyden und Sulfiden in Bezug auf ihre äusseren Eigenschaften (Krystallform, Löslichkeit, Reaktion und Flüchtigkeit). Chlor, Brom und Jod bilden eine Reihe, wenn sie miteinander nach Aggregatzustand, nach Farbe und spezifischem Gewicht ihrer Dämpfe und nach Verbindungsfähigkeit verglichen werden.

#### § 71. Darstellung von Chlor.

Aus Braunstein und Salzsäure

Die Versuche mit Chlor nehmen mehrere Unterrichtsstunden in Anspruch. Man kann sich zur Darstellung des Gases entweder eines gewöhnlichen Gasentwickelungskolbens bedienen, den man dann in jeder Stunde frisch zu beschicken hat, oder man benutzt einen kontinuierlich