



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Technik der Experimentalchemie

Arendt, Rudolf

Hamburg [u.a.], 1900

I. Nichtmetalle.

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

VIERTES KAPITEL.

Einige nichtmetallische und metallische brennbare Körper (Natur der Oxyde).

I. Nichtmetalle.

§ 40. Kohlenstoff, Darstellung durch Glühen organischer Körper.

Ein Platintiegel mit Deckel und Drahtdreieck. — Sägespäne oder Holzschnitzel, Zucker, baumwollene, leinene und wollene Lappen, Feder-, Knochen-, Leder- und Hornschnitzel.

Die genannten Substanzen werden einzeln in den Tiegel gebracht, dieser mit dem Deckel verschlossen und erhitzt. Dabei ist zu beobachten, daß in allen Fällen brennbare Dämpfe entweichen, deren verschiedenartigen Geruch man bei zeitweiliger Entfernung der Lampe und Ausblasen der Flamme wahrnimmt. Ferner ist auf die Unschmelzbarkeit und die Unveränderlichkeit des Rückstands selbst beim stärksten Glühen hinzuweisen.

§ 41. Kohlenstoff, Absorptionsvermögen für gelöste Substanzen und Gase.

a) *Eine eiserne Schale, ein Trichter nebst Faltenfilter, Lackmuslösung, Heidelbeersaft oder Rotwein.*

b) *Eine Quecksilberwanne nebst Quecksilber, ein Glasrohr, 2½—3 cm weit, 15 cm hoch. Ein Kolben zur Entwicklung von Ammoniakgas nebst Trockenapparaten.*

a) Absorption gelöster Stoffe. Knochenkohle wird in einer eisernen Schale gut ausgeglüht (Fig. 514) und dann noch warm auf ein Faltenfilter gebracht. Man färbt Wasser mit einem Pflanzenfarbstoff (Heidelbeersaft, Lackmus oder Rotwein) schwach und gießt es auf die Kohle (Fig. 515). Das Filtrat erscheint, wenn die Färbung nicht zu intensiv war, in der Regel schon beim ersten Durchlaufen farblos, jedenfalls aber nach einmal oder mehrmals wiederholtem Aufgießen auf die Kohle. Sicherer gelingt die Entfärbung, wenn das gefärbte Wasser mit Knochenkohle eine Zeitlang gekocht und dann filtriert wird.

b) Absorption von Gasen. Das Glasrohr wird mit Quecksilber gefüllt und in der Wanne verkehrt aufgestellt. Hierauf entwickelt man aus einem Kolben durch Kochen von Ammoniakflüssigkeit Ammoniakgas, leitet dasselbe, um es zu trocknen, durch ein mit gebranntem Kalke gefülltes Absorptionsrohr und läßt es in dem mit Quecksilber gefüllten Rohre aufsteigen, bis dasselbe damit gefüllt ist. Hierauf glüht man ein Stück zuvor zurechtgeschnittene Holzkohle (Buchsbaumkohle) im be-

deckten Platintiegel stark, nimmt es glühend heraus, taucht es sogleich unter das Quecksilber und bringt es in das mit Gas gefüllte Rohr. Als bald beginnt die Absorption unter Aufsteigen des Quecksilbers (Fig. 516). Die Kohle muß rundlich geschnitten sein, so daß sie sich im Glase nicht festsetzen kann. — Da durch diesen Versuch nur die Absorptionsfähigkeit der Kohle für Gase gezeigt werden soll, ist Ammoniakgas, welches am stärksten (90 Volume auf 1 Volum Kohle) absorbiert wird, gewählt worden, obgleich es im Unterrichte noch nicht vorgekommen ist. Man braucht es dem Schüler einfach nur als ein „Gas“ zu bezeichnen, wenn man sich geniert, es mit Namen zu nennen. Wer sich aber auch hieran stößt, muß Sauerstoff, Stickstoff oder Wasserstoff nehmen, welche indes in viel

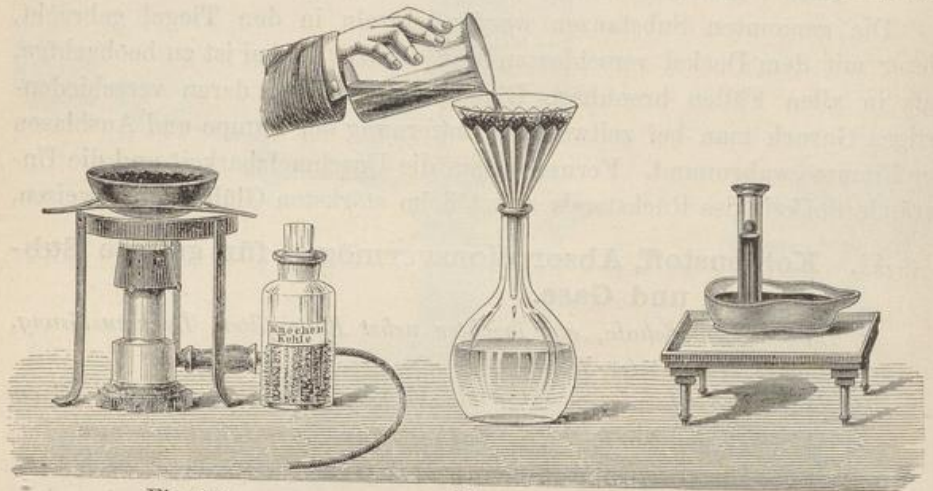


Fig. 514.

Fig. 515.

Fig. 516.

Absorption von Farbstoffen durch Kohle.

Absorption von Gasen durch Kohle.

geringerem Maße absorbiert werden (Sauerstoff 9 Volume, Stickstoff 6,5 Volume, Wasserstoff 1,25 Volume der Kohle).

§ 42 A. Verbrennung von Kohlenstoff in Sauerstoff, Eigenschaften der Kohlensäure.

Ein Verbrennungsrohr, mehrere gewöhnliche hohe Fußcylinder, ein weiter Fußcylinder, dazu ein Gestell mit 4 Lichtern, eine Gasausströmungsröhre, eine pneumatische Wanne. Ein umgebogener Draht mit Lichthülse, zwei weite Cylindergläser, ein Heber, eine 1 m lange, einseitig geschlossene Glasröhre mit Stempel (Fig. 522). Gut ausgeglühte, gröblich gepulverte, staubfreie Holzkohle, (eventuell ein Kohlensäureentwicklungsapparat).

Das Verbrennungsrohr wird zum Teil mit der Holzkohle gefüllt und das Gasausströmungsrohr in einen hohen Fußcylinder gesteckt. Hierauf

erhitzt man die Holzkohle von außen her zum Glühen und leitet Sauerstoff in nicht zu raschem Strome ein, wobei man nach einiger Zeit mit einem brennenden Holzspane das Gas im Cylinder prüft (Fig. 517). Wendet man den Cylinder mit Lichtgestell an, so sieht man in kurzer Zeitfolge die vier Lichter der Reihe nach von unten her verlöschen.

Wenn die Kohle dem zugedruckten Ende des Verbrennungsrohrs zu nahe liegt, so geschieht es leicht, daß der Kork durch fortspringende glühende Kohlenteilchen in Brand gerät, was zu vermeiden ist. Man schiebt deshalb zwischen Kork und Kohle beiderseitig einen lockeren Asbestpfropfen ein. Ferner kommt das Glasrohr durch die intensive Hitze

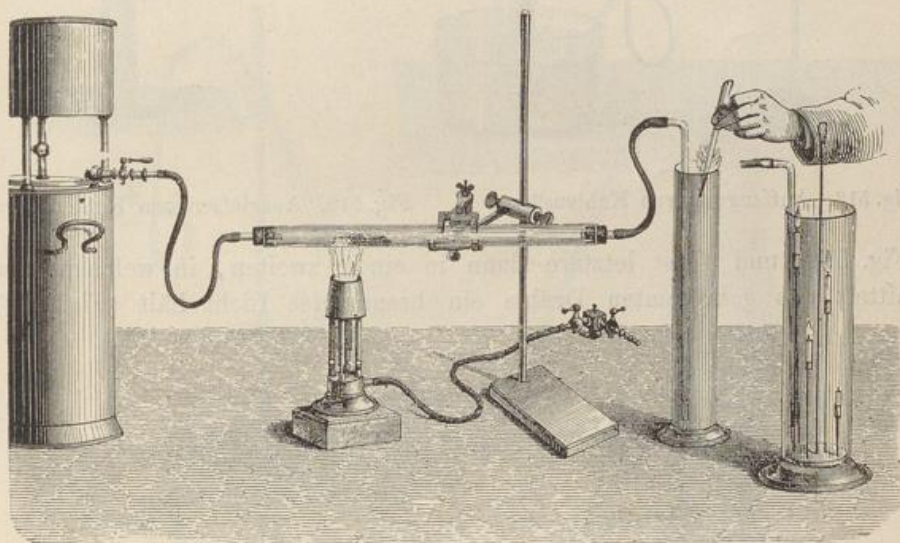


Fig. 517. Verbrennung von Kohlenstoff.

der verbrennenden Kohle leicht in die Gefahr, während des Versuchs zu springen. Um sich hiergegen zu sichern, schiebt man ein etwa 10 cm langes Platinblech, nachdem man es über einem Glasrohre zu einer Röhre geformt, so in die Verbrennungsröhre, daß es sich dicht an die innere Wand derselben legt und diese ganz auskleidet. Man richtet es dann bei dem Versuche so ein, daß die Kohle nur innerhalb des Platinblechs zum Verbrennen kommt. Will man größere Mengen von Kohlensäure entwickeln, so bringt man das Platinblech nahe der Einströmungsöffnung des Rohrs an, füllt letzteres ganz oder fast ganz mit Kohle, setzt den Asbestpfropfen und dann den durchbohrten Kork auf, der mit dem Sauerstoffgasometer verbunden wird. Durch Schütteln bringt man die Kohle dicht an den Asbest. Ist die Kohle innerhalb des Platinblechs nahezu verbrannt, so schüttelt man neue Mengen von hinten vor.

a) Das hohe spezifische Gewicht der Kohlensäure läßt sich auch durch Ausgießen derselben zeigen. Man füllt einen Cylinder in der pneumatischen Wanne über warmem Wasser mit Kohlensäure

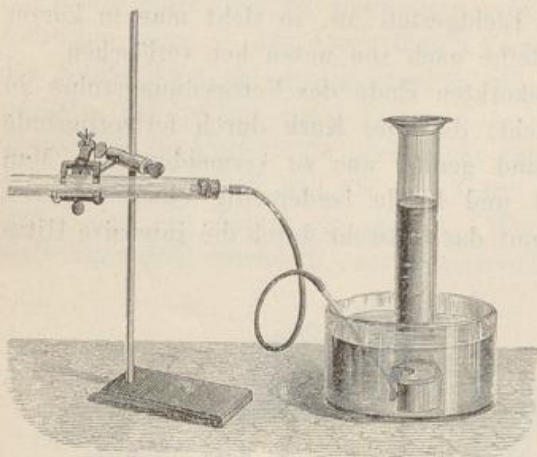


Fig. 518. Auffangung von Kohlensäure.

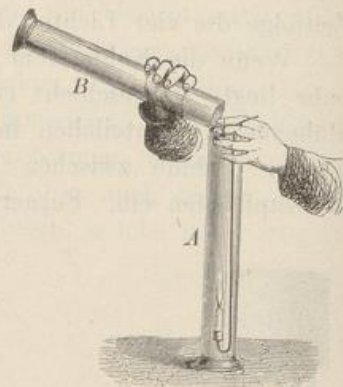


Fig. 519. Ausgießen von Kohlensäure.

(Fig. 518) und gießt letztere dann in einen zweiten, in welchen man mittels des gekrümmten Drahts ein brennendes Licht hält (Fig. 519).

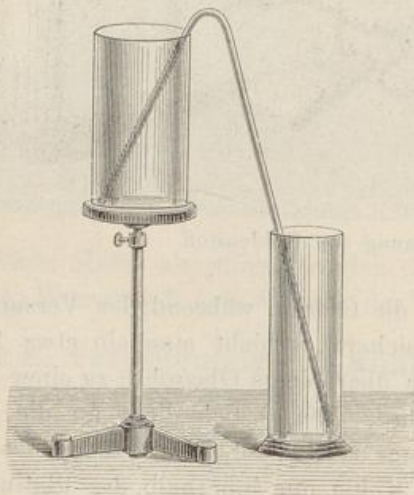


Fig. 520. Ausfließen von Kohlensäure durch den Heber.



Fig. 521. Absorption von Kohlensäure durch Wasser.

Um die Flamme nicht etwa durch eintropfendes Wasser zu verlöschen, bedecke man den mit Kohlensäure gefüllten Cylinder zuerst unter Wasser mit einer Glasplatte, stelle ihn auf den Tisch, lege hierauf statt der Glasplatte ein doppelt zusammengelegtes Stück Fließpapier auf den Cylinder

und auf dieses wiederum die Glasplatte; hierauf halte man ihn einige Zeit verkehrt, bis sich das Wasser in das Fließpapier gezogen hat. — Wie man die Kohlensäure mittels eines Hebers aus einem Glase in ein anderes fließen lassen kann (BÖTTGER), zeigt Figur 520. Das obere Glas wird gefüllt, indem man das äußere Rohr des Hebers mit dem Kohlensäure-Entwicklungsapparat verbindet, das Gas also von unten her einleitet, bis ein in das Glas hineingehaltener brennender Span verlöscht. Dann zieht man den Gaseinleitungsschlauch ab, setzt rasch einen zweiten Cylinder unter und weist durch Eintauchen eines brennenden Spanes nach, daß die Kohlensäure in letzterem immer höher steigt.

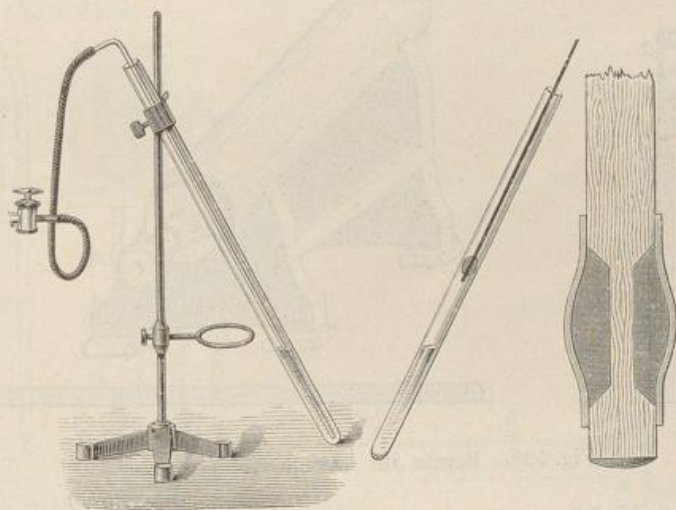


Fig. 522. Einpressen von Kohlensäure in Wasser.

Seifenblasen schwimmen auf Kohlensäure, wenn man sie in einen großen, senkrecht aufgestellten Trichter fallen läßt, den man von unten her bis zum Überfließen mit Kohlensäure füllt (KESSLER).

b) Die Absorption durch Wasser wird demonstriert, indem man einen mit Stöpsel verschließbaren Cylinder ganz mit Kohlensäure füllt, dann in kaltes Wasser taucht, etwas von diesem eintreten läßt, unter Wasser den Stöpsel aufsetzt (Fig. 521), tüchtig schüttelt, abermals unter Wasser taucht u. s. f. — Daß durch starken Druck mehrere Volume Kohlensäure in das Wasser eingepreßt werden können, wird durch den in Figur 522 abgebildeten Apparat gezeigt. Eine dickwandige Röhre von etwa 1 m Länge wird an dem einen Ende zugeschmolzen; dann stellt man einen dazu passenden Stempel in folgender Weise her: Ein starker Holzstab wird nahe an seinem Ende eingekerbt und mit weichem Bindfaden umwickelt, so daß sich ein Bauch bildet. Über diesen schiebt man ein

weiches Kautschukrohr, so daß sich der Stempel mit gelinder Reibung luftdicht in das Glasrohr einschieben läßt. Hierauf füllt man das Rohr etwa 20 cm hoch mit Wasser und leitet Kohlensäure ein, bis dieselbe oben überfließt, worauf man das Rohr langsam herauszieht, während die Kohlensäureentwicklung noch fortgesetzt wird. Nach Einführung des Stempels drückt man den letzteren etwa 20 cm nieder, schüttelt, drückt von neuem, schüttelt wieder etc., bis das ganze Gas von dem Wasser aufgenommen ist. Zieht man dann den Stempel wieder heraus, so entweicht die eingepresste Kohlensäure unter Aufschäumen (HEUMANN).

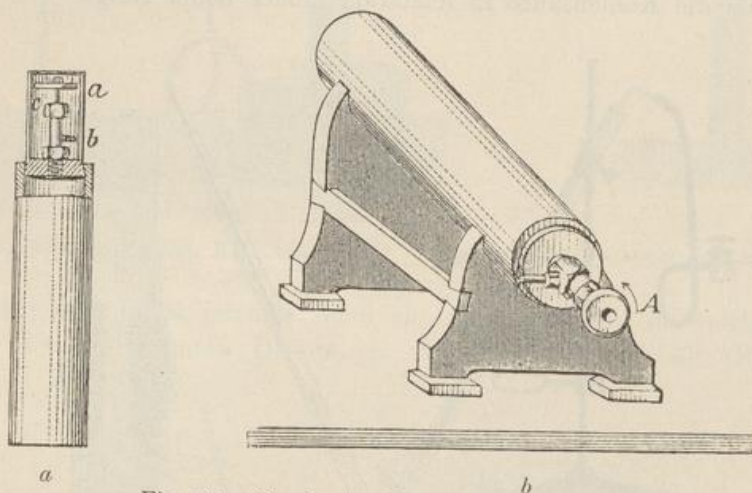


Fig. 523. Bombe für flüssige Kohlensäure.

Flüssige Kohlensäure. — Die Leichtigkeit, mit der man sich jetzt komprimierte Kohlensäure in flüssigem Zustand verschaffen kann, gestattet es, die zahlreichen, mit derselben anzustellenden Versuche in den experimentellen Schulunterricht zu ziehen. Am vorteilhaftesten sind Bomben von 4—8 kg Inhalt in Stahl (Fig. 523a). Man braucht dazu als Hilfsapparate noch einen Nippel (Schlauchansatz), einen Schlüssel, einen Tuchbeutel mit Holzring und einen Hornlöffel zum Entleeren des Tuchbeutels in eine größere Porzellanschale. Die Flasche ist in eine solche Lage zu bringen, daß das mit dem Ventil versehene Ende ungefähr 2 dm tiefer liegt als der Boden der Flasche (Fig. 523b). Nach der Entfernung der aufgeschraubten Schutzkappe des Ventils und Aufsetzen des Nippels wird der Holzring schräg nach oben gehalten, damit der Kohlensäurestrom den Tuchbeutel trifft. Man öffnet das Ventil allmählich, bis die Kohlensäure mit lebhaftem Zischen ausströmt, worauf sich in dem Beutel die feste Kohlensäure sammelt. Man bringt diese unter Zerdrücken im Tuche mit dem Hornlöffel in eine Porzellanschale, und erhält einen Schnee, mit

dem sich die Versuche rasch hintereinander ausführen lassen. Im übrigen sei auf die Ausführungen von SCHWALBE* verwiesen: Vorversuche zum Nachweis der Identität der festen Kohlensäure mit der gasförmigen, Experimente zur Demonstration der Spannungsverhältnisse bei der komprimierten Kohlensäure; elektrische Versuche, kalorische Versuche, Verhalten der Körper bei niederen Temperaturen, optische Versuche, das chemische Verhalten der Körper bei niederen Temperaturen; Versuche über die technische Verwertung der komprimierten Kohlensäure.

§ 42 B. Diffusion.

Zwei poröse Thonzellen mit aufgekitteten Deckeln und gebogenen Glasröhren.

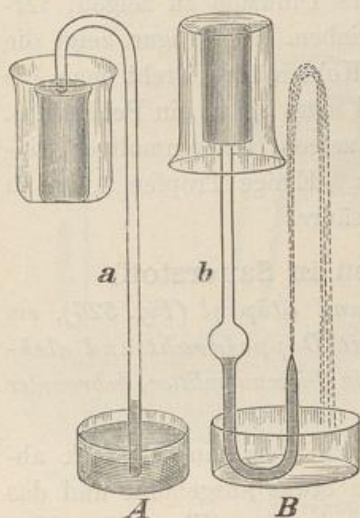


Fig. 524.

Diffusionsapparate.

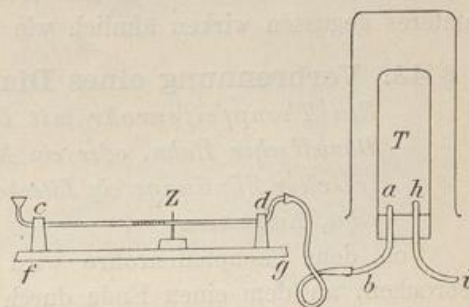


Fig. 525.

Um die Diffusion von Gasen, die leichter oder schwerer als Luft sind, durch poröse Scheidewände zu zeigen, bedient man sich gewöhnlich des in Figur 524 abgebildeten Apparats. Zwei poröse Thonzellen sind mit Korkstöpseln dicht verschlossen, in welchen zwei Glasröhren von der Form *a* und *b* eingekittet sind. Die Zusammenstellung des Apparats, wie sie in *A* gezeichnet ist, dient zur Diffusion der Kohlensäure von außen in das Innere der Zelle. Das Becherglas wird mit Kohlensäure gefüllt; da diese langsamer nach innen als die Luft nach außen diffundiert, so entsteht ein luftverdünnter Raum und das Wasser steigt in *a* empor.

Um die Diffusion von Wasserstoff zu zeigen, wird das Glas verkehrt über die Thonzelle gestülpt, wie Figur *B* zeigt, und Wasserstoff unter das Becherglas geleitet. Sehr rasch steigt der Druck im Innern der

* *Zeitschr. für phys. u. chem. Unterricht*, Bd. 9, S. 61. — *Chem. Centr.-Blatt* 1896, I, S. 355.

Zellen und treibt das Wasser aus der verjüngten Öffnung der Glasröhre *d* in einem Strahl empor.

DVORAK* (Fig. 525) empfiehlt folgenden Diffusionsapparat, der in der Handhabung gewisse Bequemlichkeiten darbietet. Die Thonzelle *T* ist durch einen Korkstöpsel dicht verschlossen; derselbe trägt in der Durchbohrung *a* ein gebogenes Glasrohr *b* und in der anderen Durchbohrung *h* einen gebogenen Glasstab *i*, welcher als Handhabe dient. Die Glasröhre *b* ist mit dem 2 mm weiten und 45 cm langen Glasrohr *cd* durch einen möglichst biegsamen Kautschukschlauch verbunden. Das Rohr *cd* wird durch Holzkeile in horizontaler Lage gehalten und hat im Innern einige Tropfen gefärbten Weingeistes als Index.

Z ist ein verschiebbarer Zeiger. Um die Diffusion zu zeigen, verfährt man wie beim vorigen Apparat beschrieben. Die Figur zeigt die Haltung des Apparats für Wasserstoff. Für Kohlensäure dreht man die Thonzelle *D* mittels der Handhabe herum und setzt sie in ein Becherglas. Es genügt hier schon, um die Wirkung zu zeigen, ein einmaliges Einhauchen von Atmungsluft in das Becherglas. Einige Tropfen Äther in letzteres gegossen wirken ähnlich wie Kohlensäure.

§ 43. Verbrennung eines Diamanten in Sauerstoff.

Ein Thonpfeifenrohr mit Draht und Stöpsel (Fig. 526), ein Daniellscher Hahn, oder ein Kork mit Doppeldraht und elektrischer Zündung; ein Literkolben; ein Diamantsplitter, gebrannter Gips, Kalkwasser.

Von dem Thonpfeifenrohre wird ein etwa 5 cm langes Stück abgebrochen, an dem einen Ende durch Bohren etwas ausgehöhlt und das andere Ende mit einem gebogenen Drahte verbunden (Fig. 526). Man bereitet durch Anrühren mit Wasser einen dicken Gipsbrei, bringt wenig davon in die Höhlung des Pfeifenrohrs, läßt etwas trocknen und drückt mittels der Pincette den Diamantsplitter ein, so daß er mindestens zur Hälfte hervorragt. Dann schiebt man das andere Ende des Drahts in den Kork und läßt den Gips vollständig erhärten. Um den Diamant zu entzünden, bedient man sich des Knallgasgebläses in der Weise, wie Figur 527 zeigt, und schiebt den Draht in den Ballon, welchen man verstopft (Fig. 528). Nach dem Abbrennen des Diamanten gießt man etwas Kalkwasser in den Ballon und schüttelt.

Andere Methoden zur Ausführung dieses Versuchs sind folgende:

a) Durch den durchbohrten Kork eines Literkolbens (s. d. Tafel am Ende des Werks, Fig. 26) führt man zwei isolierte starke Leitungsdrähte

* Zeitschrift für phys. u. chem. Unterricht, Bd. 6, S. 193. — Chem. Centr.-Blatt 1893, I, S. 922.

senkrecht bis etwa in den halben Flaschenbauch hinab. Die äußeren (oberen) Enden können mit den Polen einer galvanischen Batterie in Verbindung gesetzt werden, die inneren (unteren) sind etwas auseinandergebogen und durch einen schmalen Streifen dünnen Platinblechs oder einen feinen (zu einer Cylinderspirale gewundenen) Platindraht verbunden. Der Diamant wird auf den Blechstreifen gelegt (oder in die Spirale eingeschoben). Der Kork hat außerdem noch zwei Durchbohrungen; die eine zum Einleiten von Sauerstoff, die andere zum Ableiten des Gases. Letztere ist mit einem Gasableitungsrohre verbunden, welches in Kalkwasser taucht. Man beginnt den Versuch, indem man, nachdem der Diamant an seinen Ort gebracht ist, den Ballon mit kohlensäurefreiem

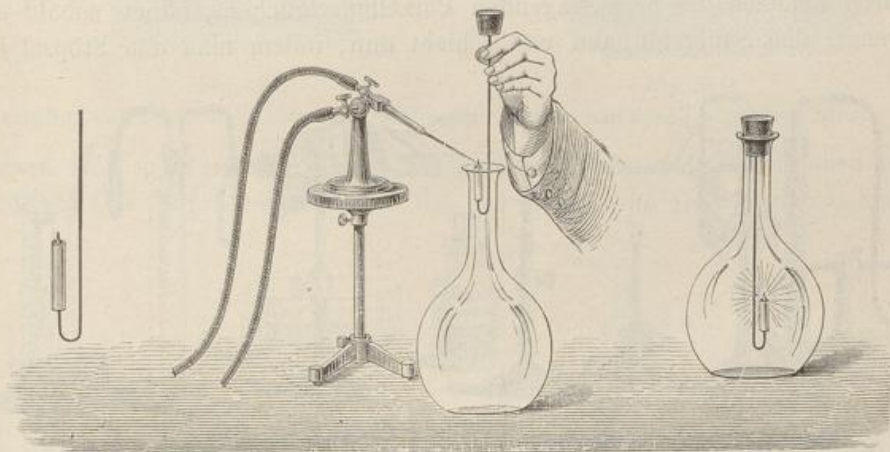


Fig. 526.

Fig. 527.

Fig. 528.

Verbrennen von Diamant in Sauerstoff.

Sauerstoff füllt und dann den elektrischen Strom schließt. Indem sich der Diamant durch den glühenden Platinstreifen entzündet und mit lebhaftem Glanze verbrennt, erfolgt eine Trübung des Kalkwassers (C. J. Woodward*).

b) Man kann die Entzündung des Diamantsplitters auch durch Magnesium bewirken. Zu diesem Zwecke wird er auf ein kleines Stück Magnesiumband und dieses auf einen dünnen Thonscherben gelegt und mit ihm in eine Verbrennungsrohre geschoben, welche mit einem Sauerstoffgasometer in Verbindung steht. Nach Austreibung der Luft aus der Röhre durch Sauerstoff wird jener von außen durch die Flamme einer Gaslampe erhitzt, bis das Magnesium zu brennen beginnt; dieses entzündet den Diamant. Das austretende Gas leitet man in Kalkwasser. Die Magnesia hält man im Rohre durch einen Asbestpropfen zurück (Blindow**).

* *Chemical News*, Bd. 25, S. 127. — *Chem. Centr.-Blatt* 1872, S. 305.

** *Berichte d. Deutschen chem. Gesellsch.*, Bd. 9, S. 19. — *Chem. Centr.-Blatt* 1876, S. 179.

§ 44. Schwefel. Eigenschaften der schwefligen Säure.

Ein weites Verbrennungsrohr, mehrere Porzellanschiffchen, ein Sauerstoffgasometer, ein Präzisionshahn, ein Trockenrohr, eine kleine Gaslampe, ein Fußcylinder mit Gaseinleitungs- und Gasableitungsvorrichtung, ein zweiter Fußcylinder mit Wasser, eine größere Krystallisationsschale. Schwefel.

Zwei oder drei Porzellanschiffchen mit Schwefel werden in der Weise in die Röhre gebracht, daß man das letzte vorerst noch halb herausragen läßt; der Stöpsel, welcher diese Seite des Rohrs zu verschließen bestimmt ist, ist mit einem Glasrohre durchbohrt, welches nach der inneren Seite etwa 10 cm über den Kork herausragt. Man entzündet den Schwefel durch Erhitzen des herausragenden Porzellanschiffchens, öffnet, sobald er brennt, den Sauerstoffhahn und schiebt nun, indem man den Stöpsel in

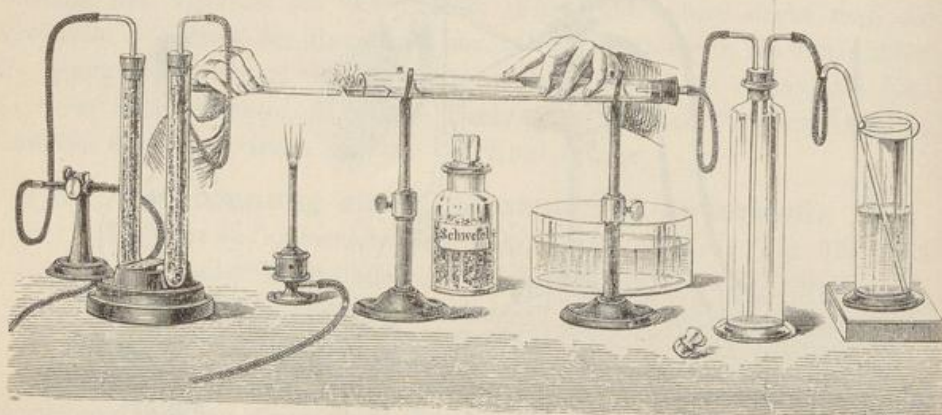


Fig. 529. Verbrennung von Schwefel in Sauerstoff.

die Hand nimmt, mit dem Gaseinströmungsrohre selbst das Schiffchen ganz in die Röhre (Fig. 529), worauf man den Stöpsel fest einsetzt. Der Schwefel muß vor der Einführung des Sauerstoffs bereits brennen und darf nicht erst im Rohre durch Erhitzen von außen her entzündet werden, weil sich in diesem Falle ein explosives Gemenge von Sauerstoff und Schwefeldampf bilden würde. Bei der Verbrennung destilliert ein Teil des Schwefels ab und sublimiert im hinteren Teile des Rohrs zu Schwefelblumen. Man hält diese durch einen eingeschobenen Asbestpfropfen zurück. Wird der Versuch längere Zeit fortgesetzt, so kann es vorkommen, daß die Schwefelblumen den Asbestpfropfen luftdicht überziehen. Man achte deshalb darauf, daß aus dem Rohre im Wassergefäß am Ende des Apparats fortwährend Gas austritt, und hebe es zu diesem Zwecke von Zeit zu Zeit an die Oberfläche. Sobald man hier keinen Gasaustritt mehr bemerkt, schließt man den Sauerstoffhahn.

Die Eigenschaften der schwefligen Säure (hohes spezifisches Gewicht, Verlöschen von Flammen, Absorption durch Wasser, Fig. 530)



Fig. 530.

Absorption von schwefliger Säure durch Wasser.

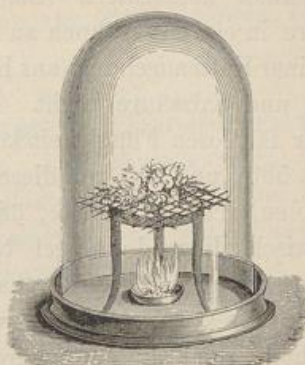


Fig. 531.

Bleichen durch schweflige Säure.

lassen sich in derselben Weise, wie bei der Kohlensäure beschrieben ist, zeigen. Das Bleichungsvermögen des schwefligsauren Gases erkennt man

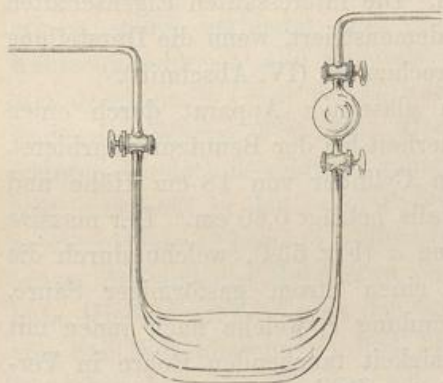


Fig. 532.

Apparate zur Kondensation von schwefliger Säure.

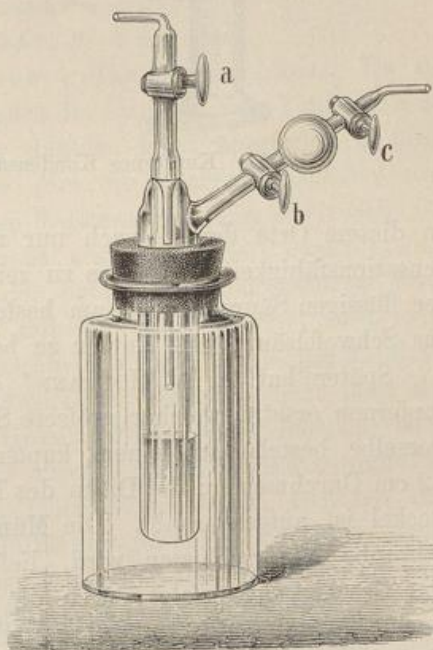


Fig. 533.

durch Einwirkung desselben auf bunte Blumen unterhalb einer Glasglocke, in welcher Schwefel brennt (Fig. 531).

Die Kondensation der schwefligen Säure bewirkt man in einem der Apparate Figur 532 oder 533. Jener ist von WÖHLER, dieser von A. W. HOFMANN konstruiert. Beide beruhen darauf, daß man die schweflige Säure in ein mit Hähnen zu verschließendes weites Glasrohr leitet, welches in einer Kältemischung (aus Kochsalz und Schnee oder gepulvertem Glaubersalz und Salzsäure) steht. Nachdem darin eine hinreichende Menge zu einer farblosen Flüssigkeit kondensiert ist, schließt man die Hähne *a* und *b* (Fig. 533), und um von dieser Flüssigkeit etwas aus dem Apparate herauszuholen, schließt man *c*, öffnet *b* und neigt das Gefäß so, daß sich die dazwischenliegende Kugel teilweise füllt. Nachdem man *b* wieder geschlossen und *c* geöffnet hat, läßt sich die schweflige Säure ausgießen. Da die direkte Verbrennung von Schwefel in Sauerstoff nicht die geeignetste Methode zur Darstellung größerer Mengen dieses Gases ist, so wird man

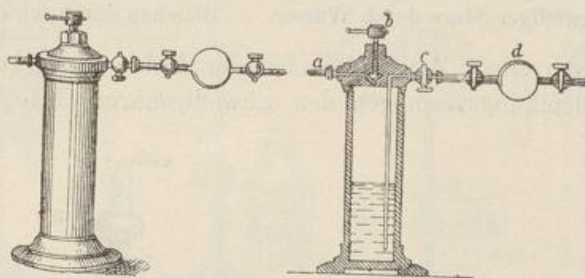


Fig. 534. Kupfernes Kondensationsgefäß für schweflige Säure.

an diesem Orte den Versuch nur zu dem Zwecke ausführen, die Kondensationsfähigkeit des Gases zu zeigen. Die interessanten Eigenschaften der flüssigen Säure werden am besten demonstriert, wenn die Darstellung aus Schwefelsäure und Kupfer zu besprechen ist (IV. Abschnitt).

Später hat A. W. HOFMANN* den gläsernen Apparat durch einen kupfernen ersetzt, welcher größere Sicherheit bei der Benutzung darbietet. Derselbe besteht aus einem kupfernen Cylinder von 18 cm Höhe und 5,2 cm Durchmesser; die Dicke des Metalls beträgt 0,60 cm. Der massive Deckel ist aufgeschraubt. Die Mündung *a* (Fig. 534), welche durch die Schraube *b* verschlossen wird, liefert einen Strom gasförmiger Säure. Die Beschickung erfolgt durch die Mündung *c*, welche nach innen mit einem bis unter den Spiegel der Flüssigkeit tauchenden Rohre in Verbindung steht; sie liefert dann auch beim Öffnen einen Strahl des verflüssigten Gases. Zur Ansammlung begrenzter Mengen Flüssigkeit dient

* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 15, S. 2667. — *Chem. Centr.-Blatt* 1883, S. 362.

eine Glaskugel *d* mit zwei angekitteten Metallhähnen, welche an die Mündung *c* angeschraubt werden kann. In diesem Apparate läßt sich das verflüssigte Schwefeldioxyd lange aufbewahren. Das Metall wird dadurch nicht angegriffen, wenn nur das Gas vor dem Einleiten völlig trocken war.

§ 45. Phosphor. Verbrennung in Sauerstoff; Phosphorsäure.

- a) Gelber Phosphor, amorpher Phosphor. Eine Porzellanschale (10), ein Phosphorlöffelchen mit Draht. Glasröhrenstücke, 25 cm lang, von verschiedener Weite, ein Kautschukschlauch, eine mit Wasser gefüllte Waschflasche, ein tiefer Napf für kaltes Wasser.
- b) Eine starkwandige Glasröhre, 8—10 mm weit, 25 cm lang, an einem Ende zugeschmolzen. Eine eiserne Röhre, in welche diese Glasröhre hineingeschoben werden kann, 20 cm lang.
- c) Ein Eisenblech, 1,5 mm dick, 3 cm breit, 15 cm lang.
- d) Eine große tubulierte Glasglocke, ein rechtwinklig gebogenes Glasrohr (Fig. 535), ein Chamotteuntersatz, eine matt geschliffene Glas-
tafel, eine Trockenröhre, ein Hahn, Sauerstoff.
- e) Ein Kelchglas, ein Messingrohr, 3—4 mm weit.

a) Formen und Zerteilen von gelbem Phosphor. Da der gelbe Phosphor beim Aufbewahren selbst im Dunkeln sich bald mit einer undurchsichtigen, mehr oder weniger dunklen Haut überzieht, so formt man frische Stücke in folgender Weise: Mehrere Stangen Phosphor werden in einer Porzellanschale unter warmem Wasser, dem man etwas Salpetersäure zusetzt, zum Schmelzen gebracht und einige Zeit damit gelinde erhitzt; dann verbindet man eines der offenen Glasröhrenstücke durch Kautschukschlauch und Quetschhahn mit der Waschflasche, und zwar mit dem ins Wasser derselben tauchenden Rohre (s. die Tafel am Ende des Werks, Fig. 21). Über das andere Rohr schiebt man den anderen Kautschukschlauch, nimmt diesen in den Mund, hält das Glasrohr senkrecht in den in einer Schale unter warmem Wasser befindlichen geschmolzenen Phosphor, öffnet den Quetschhahn durch Drücken und saugt, bis sich das Rohr etwa zur Hälfte mit flüssigem Phosphor gefüllt hat. Hierauf schließt man den Quetschhahn, zieht den Kautschukschlauch von der Waschflasche ab und bringt das Rohr vorsichtig (so daß kein Phosphor heraustropft, was man leicht erreicht, indem man das Rohr mittels eines Löffelchens heraushebt) in den nebenstehenden tiefen Napf mit kaltem Wasser, bis der Phosphor darin erstarrt ist, worauf man ihn mit einem Drahte unter Wasser herausstößt. Man wiederholt den Versuch, bis der Phosphor verbraucht ist. Will man kleine Stücke Phosphor

herstellen, ohne denselben zu schneiden, so schöpft man von dem unter Wasser geschmolzenen Phosphor mittels eines Löffelchens mit gebogenem Stiel etwas heraus, jedoch so, daß noch eine Schicht Wasser im Löffel darüber steht, und läßt ihn in dem kalten Wasser erstarren.

Es ist bereits oben (S. 347) gesagt, daß man den Phosphor außer Wasser niemals mit der Hand, sondern nur mittels einer Pincette oder eines Stücks feuchten Fließpapiers anfassen darf.

b) Amorpher Phosphor. Die Umwandlung des gelben Phosphors in roten geschieht (nach HEUMANN) am besten und raschesten in der folgenden Weise: Das dickwandige, an einem Ende zugeschmolzene Glasrohr wird bis zu einer Höhe von 4—6 cm mit abgetrockneten Phosphorstückchen gefüllt und dann 10—15 cm vom Ende entfernt mittels der Gebläselampe zugeschmolzen, indem man die betreffende Stelle des Rohrs völlig erweicht und innerhalb der Flamme das andere Stück langsam abzieht, wobei man dafür sorgt, daß die Wand der abgezogenen Spitze nicht zu dünn wird. Durch nachträgliches Einhalten in die Gasflamme zieht sich die Spitze noch etwas zusammen. Man beruht das glühende Ende sofort, indem man es nach Abdrehung des Luftstroms in die Gasflamme hält. Hiernach läßt man erkalten. Alsdann schiebt man die Glasröhre in die eiserne Röhre hinein, legt sie in ein bereits auf 100—150° geheiztes Luftbad und steigert die Hitze bis auf 300°, welche Temperatur man 5—10 Minuten lang erhält; dann verlöscht man die Lampe, öffnet die Thüre des Luftbads und läßt erkalten. Der Apparat ist so aufzustellen, daß, wenn die Röhre ja springen sollte (was bei genügender Vorsicht und hinreichender Erfahrung in der Behandlung geschlossener Röhren kaum zu befürchten ist), hierdurch niemand gefährdet werden kann; auch halte man einen genügenden Wasservorrat (Schlauch mit Spritzenrohr von der Wasserleitung) bereit, um den brennenden Phosphor sogleich zu löschen.

c) Das verschiedene Verhalten des amorphen und gewöhnlichen Phosphors beim Erwärmen zeigt man, indem man von jenem ein klein wenig im Löffel direkt in der Flamme erhitzt, anfangs schwach, dann stärker. Die Entzündung beginnt erst nach längerer Zeit. Oder besser: Man nimmt ein 1—1,5 mm dickes, 3 cm breites und 15 cm langes Eisenblech, bringt in der Entfernung von 5 cm von beiden Enden auf die eine Hälfte etwas roten und auf die andere etwas weißen Phosphor, legt das Blech in horizontaler Lage auf den Ring eines Stativs und setzt genau unter die Mitte einen einfachen BUNSEN'schen Brenner, so daß dessen Flamme das Blech gerade berührt. Es wird sich dann der weiße Phosphor sehr bald, der rote aber erst nach längerer Zeit entzünden. Man arbeite unter dem Abzug.

d) Darstellung von Phosphorsäure. Auf eine ebene, matt geschliffene Glastafel setzt man einen Chamotteuntersatz mit Porzellanschälchen, spannt dann die rechtwinklig gebogene Glasröhre so in einen Röhrenhalter, daß sie, in den Tubulus der Glocke eingeführt, den Rand des Schälchens gerade berührt, und verbindet ihr anderes Ende unter Einschaltung eines Hahns mit dem Sauerstoffgasometer. Dann hebt man die Glocke nebst Glasröhre wieder von der Platte ab, bringt ein Stück gut getrockneten Phosphor in das Schälchen, setzt die Glocke auf, rückt den Röhrenhalter so, daß die Glasröhre innerhalb der Schale ganz dicht beim Rande mündet, füllt die Glocke rasch mit Sauerstoff und zündet den Phosphor durch Berührung mit einem warmen Drahte an (Fig. 535). Man beachte, daß kein brennender Phosphor am Drahte hängen bleibt, und hüte sich, wenn dies doch geschehen sollte, vor einem Wegspritzen desselben auf die Haut. Den offenen Tubulus bedeckt man mit einem

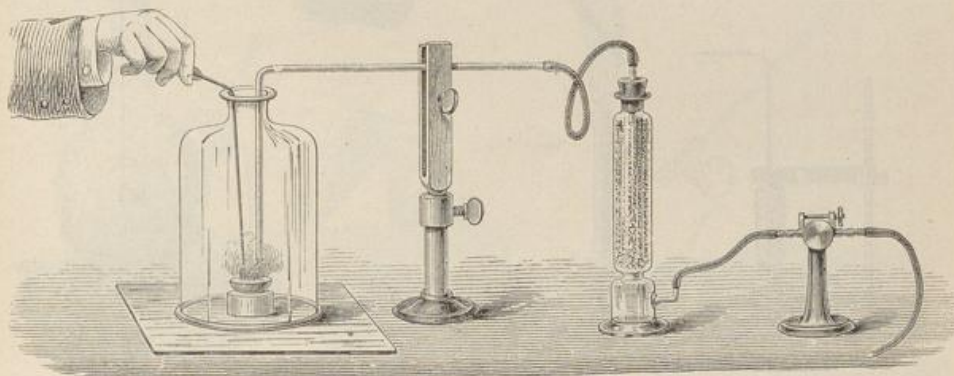


Fig. 535. Darstellung von Phosphorsäure.

ausgeschnittenen Stücke Asbestpappe, welches man durch ein Gewicht beschwert. Man reguliert den Sauerstoffstrom so, daß die Verbrennung mit nicht zu großer Intensität verläuft, andernfalls geht leicht ein Teil des Phosphors in den amorphen Zustand über, wodurch die an sich schneeweiße Phosphorsäure braun gefärbt werden würde. Nach Vollendung der Verbrennung wird der Sauerstoffstrom abgestellt und der Apparat, wie er ist, eine Zeitlang stehen gelassen, bis sich der Phosphorsäurerauch genügend gesetzt hat. Nach Abheben der Glocke ist die Glasplatte mit einer mehrere Millimeter dicken Schicht von Phosphorsäure bedeckt, welche nach ganz kurzer Zeit durch Anziehen von Wasser feucht und durchscheinend wird. Man stellt die Glocke verkehrt auf einen Dreifuß, setzt ein Becherglas unter und spritzt mit der Spritzflasche die Glasplatte und die innere Wand der Glocke ab, wobei ein starkes Zischen hörbar wird.

e) Die Verbrennung von Phosphor unter Wasser wird in der Weise ausgeführt, daß man ein Kelchglas zu zwei Dritteln mit heißem Wasser füllt, einige Phosphorstücke hineinwirft und mittels eines 3—4 mm weiten Messingrohrs, das man in einen Retortenhalter spannt, Sauerstoff bis dicht auf den Phosphor leitet. Sobald die aus dem Messingrohre austretenden Sauerstoffblasen den unter Wasser geschmolzenen Phosphor berühren, verbrennt derselbe mit lebhafter Flamme. Man setzt den Versuch so lange fort, bis keine Flammen mehr entstehen (Fig. 536). Das Wasser reagiert sauer und erscheint durch eine reichliche Menge brauner Flocken (amorpher Phosphor) getrübt.

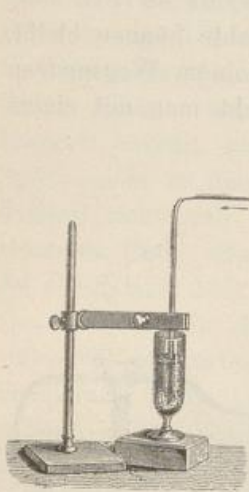


Fig. 536. Verbrennen von Phosphor in Wasser.



Fig. 537. Verdampfen und Sublimieren von Arsen.



Fig. 538. Verbrennen von Arsen in Sauerstoff.

Um größere Mengen von Phosphorsäure darzustellen, bedient man sich eines an zwei Seiten tubulierten Kolbens (ein solcher ist weiter hinten in § 243 abgebildet). Durch den gut schließenden oberen Kork steckt man ein 15—20 mm weites Glasrohr, welches oben mit einem Kork verschlossen werden kann und an seinem unteren Ende ein mittels dreier 10 cm langer Platindrähte aufgehängtes Porzellanschälchen von 4 cm Durchmesser trägt. Das Rohr ist so tief in den Bauch des Kolbens eingesenkt, daß der obere Rand der Porzellanschale mit den seitlichen Tubulaturen des Ballons in gleicher Höhe sich befindet. Durch die eine Tubulatur wird mittels Kork ein etwa 4—5 mm weites Glasrohr eingeführt, so daß dessen inneres Ende gerade über den Rand der Porzellanschale reicht; das äußere Ende ist mit einem Chlorcalciumturme verbunden. Durch die zweite Tubulatur ist ebenfalls ein wenigstens 10 mm

weites, kurzes Rohr geführt, welches in den Hals einer weiten tubulierten Vorlage eingepaßt ist. Von der Tubulatur der letzteren endlich geht ein 4—5 mm weites Rohr zu einem Aspirator (Wasserluftpumpe oder Saugrohr des Wassertrommelgebläses). Man beginnt den Versuch damit, daß man ein erbsengroßes Stück Phosphor durch das senkrechte Rohr des Ballons von oben herab in die Porzellanschale wirft, dasselbe mittels eines warmen Drahtes entzündet und das Rohr wieder schließt. Der Phosphor brennt mit ruhiger Flamme weiter, bis der Sauerstoff der eingeschlossenen Luft fast verbraucht ist. Ehe er jedoch verlöscht, setzt man den Aspirator in Thätigkeit, um die Flamme wieder anzufachen, und reguliert den Luftstrom so, daß eine nicht allzu lebhafte Verbrennung stattfindet und keine erheblichen Mengen Phosphorsäure in die Vorlage, jedenfalls aber nicht in das Abzugsrohr der letzteren eingesogen werden.



Fig. 539. Verbrennen von Arsen auf Kohle.



Fig. 540. Verbrennen von Antimon auf Kohle.

Wird die Flamme des Phosphors schwächer, so wirft man ein neues Stück gut abgetrockneten Phosphor durch das Rohr ein u. s. f.

Bei allen Versuchen mit Phosphor Sorge man dafür, daß in den Apparaten nicht Reste von unverbrannter Substanz zurückbleiben.

§ 46. Arsen, Arsenspiegel, arsenige Säure.

- a) Arsen. Ein Arsenröhrchen aus schwer schmelzbarem Glase.
- b) Ein Ballon mit Korbuntersatz, ein Phosphorlöffelchen.
- c) Ein böhmisches Rohr mit Porzellanschiffchen; ein großer, seitlich tubulierter Ballon. Sauerstoff.
- d) Ein Probierrglas; arsenige Säure.
- e) Ein Lötrohr mit Kohle.

Das käufliche Arsen ist in der Regel mit einer grauen Haut bedeckt. Um dieselbe zu beseitigen, kocht man es (nach BÖTTGER) mit einer mäßig konzentrierten Lösung von doppelt chromsaurem Kali und etwas Schwefelsäure, wäscht es hierauf gut mit Wasser, dann mit Alkohol, schliesslich mit Äther ab und schmilzt es zur Aufbewahrung in ein Glasröhrchen ein.

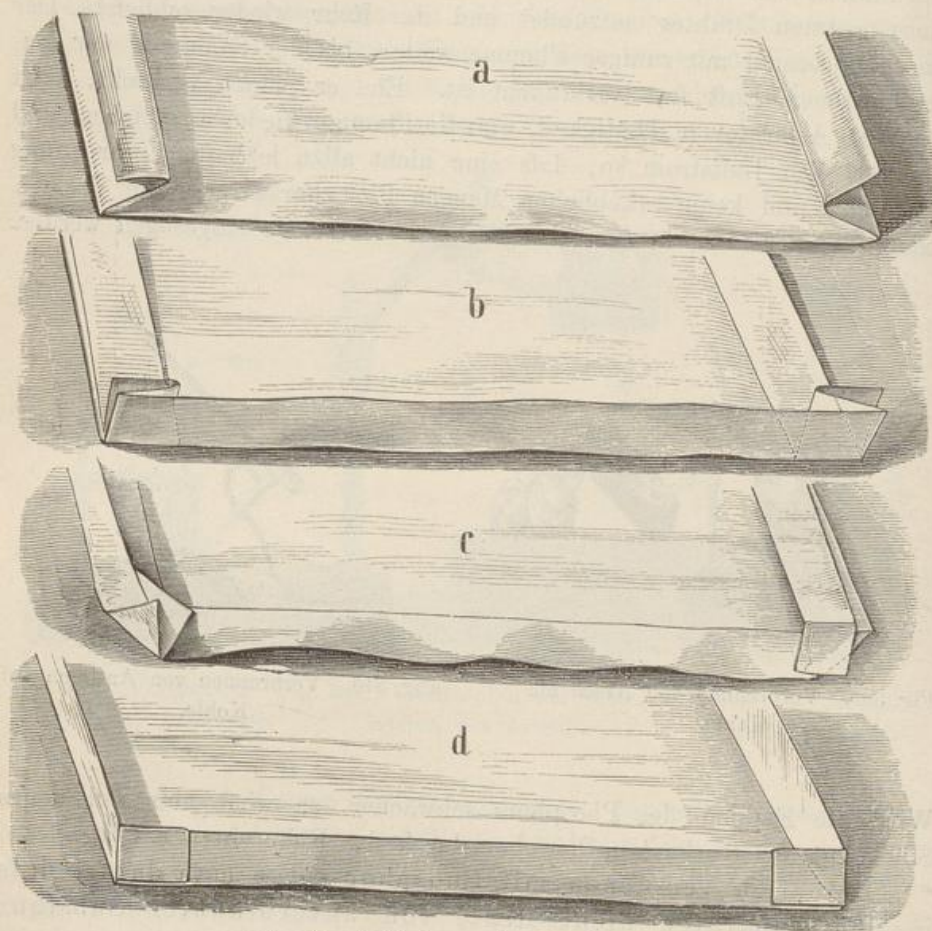


Fig. 541. Anfertigung der Papierkapsel.

a) Der Arsenspiegel wird erzeugt, wenn man einige Körnchen Arsen in die Röhre bringt und diese in der Flamme stark erhitzt (Fig. 537).

b) Verbrennung in Sauerstoff. Der mit Sauerstoff gefüllte Ballon wird auf den Korbuntersatz gesetzt und mit einer Glasplatte bedeckt; dann füllt man das Phosphorlöffelchen mit Arsen, entzündet dieses mittels der Lötrohrflamme und führt den Löffel in den Ballon

(Fig. 538). Mit bläulichgrauem Lichte und unter Entwicklung eines wellig geringelten weißen Rauches erfolgt die Verbrennung.

c) Um zugleich die Verbrennung des Arsens und die Sublimation des entstandenen Arsentrionyds zu zeigen, bringt man etwas Arsen mittels eines Porzellanschiffchens in ein böhmisches Rohr, führt das eine Ende desselben mittels eines durchbohrten Korks in den seitlichen Tubus des Ballons, welcher auch zur Sublimation des Schwefels benutzt wird (s. w. u., S. 399) und verbindet das andere Ende mit einem Sauerstoffgasometer. Erhitzt man nun das Glasrohr an der Stelle, wo das Porzellanschiffchen steht, so beginnt das Arsen zu brennen, und die Dämpfe der arsenigen Säure schlagen sich als weißer Überzug an der Wand des Ballons nieder.

d) In kaltem Wasser ist das Arsentrionyd nur schwer löslich, doch rötet die Lösung, welche man erhält, wenn man das im Ballon sublimierte Verbrennungsprodukt mit Wasser schüttelt, einige Tropfen hinzugefügter Lackmustinktur deutlich, aber schwach. Größere Mengen lösen sich beim Sieden (Übergang in die glasige Modifikation). Man erhitze in einem Reagensglase etwas arsenige Säure mit Wasser längere Zeit zum Sieden und filtriere heiß in ein anderes Reagensglas; aus dem Filtrat scheiden sich beim Erkalten reichliche Mengen festen Trionyds wieder aus.

e) Um das Arsen auf Kohle zu verbrennen und dabei gleich den knoblauchartigen Geruch des Arsens zur Wahrnehmung zu bringen, bedient man sich des Lötrohrs (Fig. 539).

§ 47. Antimon; Verbrennung.

Ein Amboss mit Hammer, ein eiserner Mörser, ein Lötrohr nebst Kohle, ein großer Bogen glattes und steifes Papier. — Antimon.

Die Sprödigkeit des Antimons wird durch Hämmern auf dem Amboss und durch Pulvern im Mörser gezeigt. Man schmilzt hierauf einige Gramm Antimon im Kohlengrübchen und erhitzt die geschmolzene Kugel zum lebhaften Rotglühen (Fig. 540). Zuvor hat man den Papierbogen auf die in Figur 541 dargestellte Weise mit einem aufgebogenen, senkrechten Rande umgeben. Die Kohle mit dem glühenden Kügelchen wird 1—2 cm über die Mitte des Bogens gehalten und das Kügelchen auf diesen herabgeworfen. Das flüssige Metall teilt sich in sehr viel kleine Tröpfchen, welche glühend nach allen Richtungen herumhüpfen und ihre Spuren durch Verkohlen des Papiers zurücklassen (Fig. 542).

§ 48. Bor; Borsäure.

a) *Krystallisierte reine Borsäure, ein Becherglas (6), ein Schutzblech, ein Hornlöffel.*

- b) Ein Platintiegel, ein großer Hempel'scher Ofen oder eine Gebläselampe.
 c) Asbest, eine kleine Porzellanschale; ein kleines Kochfläschchen mit aufgesetztem, offenem Glasrohre, ein kleines Sandbad, Alkohol mit Schwefelsäure.

a) Löslichkeit der Borsäure und Reaktion. Borsäure ist in kaltem Wasser schwer, in heißem leicht löslich. Man füllt das Becherglas bis zu $\frac{3}{4}$ mit Wasser, erhitzt es auf dem Schutzblech zum Sieden und trägt die Borsäure löffelweise unter Umrühren ein, solange auf neuen Zusatz noch Lösung erfolgt. Dann bewirkt man durch Einsetzen in kaltes Wasser die Abkühlung. Hierbei krystallisiert der größte Teil der Borsäure wieder aus. Die Mutterlauge rötet blaues Lackmus- und bräunt gelbes Curcupapier.

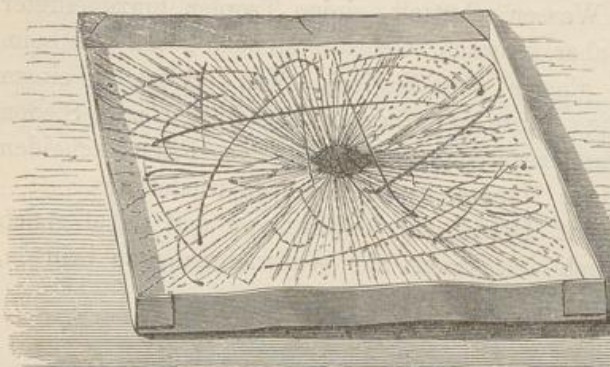


Fig. 542. Ausgießen des geschmolzenen Antimons.



Fig. 543. Verbrennen von Borsäureäther.

b) Schmelzung und Wassergehalt. Im Platintiegel (den man zuerst nur zur Hälfte füllt) schmilzt Borsäure schon bei gelinder Wärme, wobei ihr Krystallwasser unter Aufschäumen entweicht. Hierauf setzt man noch ein- oder zweimal neue Mengen von Borsäure zu und behandelt sie ebenso. Nachdem dies geschehen, bringt man den Tiegel über der Gebläselampe oder im HEMPEL'schen Ofen zum lebhaften Glühen und bringt hierdurch auch die wasserfreie Borsäure in Fluß. Nach dem Erkalten des Tiegels löst man die glasartige Masse durch sanftes Drücken und Aufklopfen des Tiegels mit seiner Öffnung auf den Tisch von den Tiegelwänden ab und bewahrt sie in einem gut zu verschließenden Glase für einen später anzustellenden Versuch (Hydrate) auf.

c) Die Grünfärbung der Flamme durch Borsäure bewirkt man am einfachsten, indem man eine alkoholische Lösung derselben über einen

Asbesthauch, der in einer kleinen Porzellanschale liegt, giefst und entzündet. — Eine hohe, grünleuchtende Flamme erhält man, wenn man in einem Kochfläschchen einen Löffel Borsäure mit Alkohol übergiefst, einige Kubikcentimeter konzentrierter Schwefelsäure zusetzt, das Fläschchen durch den Kork mit Glasröhre verschließt, im Sandbade erhitzt und die alsbald austretenden Dämpfe (Borsäureäther) entzündet (Fig. 543). — Leitet man die Dämpfe mittels eines umgebogenen Glasrohrs in die Luftöffnung eines BUNSEN'schen Brenners, so färbt sich die Flamme desselben durchaus grün.

§ 49. Selen, Verbrennung in Sauerstoff; selenige Säure.

Selen. Ein Kugelrohr mit weiter Röhre (Fig. 346). Eine doppelt tubulierte, weite Kugelvorgabe mit Gasabströmungsrohr. Sauerstoff.

Verbrennung in Sauerstoff. Ein kleines Stückchen Selen wird in die Kugel der Kugelhöhre gebracht, diese einerseits mit dem Sauerstoffgasometer und andererseits mit der Kugelvorgabe verbunden. Das Gasableitungsrohr führt man in den Abzug. Der Apparat wird mit Sauerstoff gefüllt und das Selen in der Kugel durch Untersetzung einer Lampe erhitzt. Die beim Verbrennen sich bildende selenige Säure kondensiert sich in der Kugelvorgabe. Die Möglichkeit der Verstopfung des Ausströmungsrohrs ist zu beachten.

Der Dampf der selenigen Säure ist grüngelb gefärbt, was man durch Erhitzen in einem Probiergläschen zeigen kann.

II. Leichte Metalle.

§ 50. Kalium und Natrium. Verbrennung in Sauerstoff; Kali und Natron.

- a) *Kalium und Natrium unter Petroleum oder Petroleumäther. Beide Metalle für sich in Röhren eingeschmolzen. Kalium-, Natriumlegierung eingeschmolzen.*
- b) *Ein weites böhmische Rohr, 30—40 cm lang, oder ein Kugelrohr aus böhmische Glase, eine Wasserstoffentwicklungsflasche nebst Trockenapparaten.*
- c) *Zwei Porzellanschalen (4).*

a) Vergänglichkeit des Metallglanzes. Die frische Schnittfläche der beiden Metalle zeigt einen rasch verschwindenden Glanz. Man greife das Metall der Vorsicht halber nur mit einem Tuche (auf keinen Fall mit nassen Fingern) an. Ein größeres Stück, trocken an der Luft liegend, erwärmt sich stark und kann sich entzünden. Um die