



Technik der Experimentalchemie

Arendt, Rudolf

Hamburg [u.a.], 1900

III. Reduktion der Chloride, Bromide, Jodide.

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

wasserstoff zu und läßt dann zeitweilig durch das andere Rohr, welches mit einem Sauerstoffgasometer verbunden ist, rasch etwas Sauerstoff eintreten. Das Kupfer kommt jedesmal zum Glühen und bringt die Gase zur Explosion.*

III. Reduktion der Chloride, Bromide, Jodide.

§ 104. Reduktion von Eisenchlorid durch Wasserstoff.

Ein böhmisches Rohr mit Kugelvorlage und Gasableitung; ein Wasserstoffentwicklungsapparat. Eisenchlorid.

Man bringt einige Gramm Eisenchlorid mittels der halbcylindrischen Einfüllungsrinne in die Mitte des Rohrs und setzt den Apparat zusammen. Das Gasableitungsrohr senkt man in ein Kelchglas mit Wasser, welches mit Lackmus blau gefärbt ist. Nachdem durch Wasserstoff alle Luft aus dem Apparate ausgetrieben ist, erhitzt man die Röhre zum schwachen Glühen, doch so, daß das Eisenoxyd sich möglichst wenig verflüchtigt. Die eingetretene Zersetzung erkennt man an der bald erfolgenden Rötung des Lackmus in der Vorlage, sowie daran, daß sich das Rohr innen mit einem grauschwarzen, metallisch spiegelnden Beschlage bedeckt. Man kann zeitweilig das Ableitungsrohr aus dem Wasser nehmen und das Auftreten der Salzsäurenebel zeigen.

§ 105. Reduktion von Chlorsilber durch Wasserstoff.

Ein Kugelrohr von schwer schmelzbarem Glase, ein Röhrenhalter, ein Apparat zur Entwicklung von Wasserstoff, ein Trockenapparat. Chlorsilber.

Trockenes, pulverförmiges, weißes Chlorsilber wird in die Kugelhöhre gebracht und diese mit dem Wasserstoffentwicklungsapparate verbunden, wie Figur 630 zeigt. Leitet man jetzt Wasserstoff hindurch und erhitzt das Kugelrohr durch einen einfachen BUNSEN'schen Brenner, so sieht man bald an der Öffnung des Rohrs Nebel von Chlorwasserstoff auftreten, deren Natur man durch ihre Wirkung auf blaues Lackmus erkennt (BOUSSINGAULT; AUG. VOGEL**). Man kann das Gas mittels einer langen Gasableitungsrohre in einen trockenen Fußcylinder leiten und diesen nach Beendigung des Versuchs, mit einer Glasplatte bedeckt, verkehrt

* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 13, S. 722.

** *Chem. Centr.-Blatt* 1871, S. 532.

in Wasser tauchen, welches in den Cylinder tritt und denselben zum Teil anfüllt.

Jodsilber wird nur in höchster Weifsglühhitze unvollkommen durch Wasserstoff reduziert.

§ 106. Reduktion von Chlor- und Bromblei, Chlor- und Bromkadmium durch Wasserstoff.

Mehrere böhmische Röhren mit Porzellanschiffchen oder mehrere Kugelhöhren, ein Wasserstoffentwicklungsapparat mit Trockenrohr. Chlor- und Bromblei. Chlor- und Bromkadmium.

Alle vier Haloide lassen sich nach POTILITZIN* durch Erhitzen im Wasserstoffstrom reduzieren. Die Versuche werden gerade so ausgeführt, wie die Reduktion des Chlorsilbers. Die Einwirkung beginnt schon unter der Schmelztemperatur der Salze, geht aber nach dem Schmelzen derselben mit so großer Lebhaftigkeit von statten, daß aus dem offenen Ende des Rohrs reichliche Nebel von Chlor-, bezw. Bromwasserstoff austreten. Besonders energisch ist die Einwirkung des Wasserstoffs auf Bromkadmium; das reduzierte Metall setzt sich dabei in dem kälteren Teile des Rohrs als ein glänzender, metallischer Ring ab.

§ 107. Reduktion von Chlormagnesium, bezw. Chloraluminium durch Natrium.

Ein hessischer Tiegel, ein Glühofen, Chlormagnesium, Chlornatrium, Chlorcalcium, Fluorcalcium; Natrium.

Ein im kleinen nicht wohl auszuführender Versuch. Im großen Maßstabe verfährt man zur Darstellung des Magnesiums wie folgt: Man mischt 600 g wasserfreies Chlormagnesium mit 100 g einer Mischung aus 7 Teilen Chlornatrium und 9 Teilen Chlorcalcium mit 100 g reinem, gepulvertem Fluorcalcium; diesem Gemenge setzt man 100 g Natrium in Stücken zu, welche man darin verteilt. Die Masse wird dann mittels eines Eisenblechs in einen stark glühenden Tiegel eingetragen und letzterer geschlossen. Nach Beendigung der am Geräusch wahrnehmbaren Reaktion rührt man den Inhalt mit einer eisernen Stange um, bis das Gemenge der geschmolzenen Substanz gleichförmig fließt. Man nimmt den Tiegel aus dem Ofen, und wenn die Salzmasse dem Erkalten nahe ist, gießt man sie nach einem nochmaligen Umrühren auf eine eiserne Platte aus. Das Magnesium ist in der erstarrten Masse in Form kleiner Kügelchen verteilt; man zerschlägt diese und liest das Metall aus. —

* *Chem. Centr.-Blatt* 1880, S. 20.

SONSTADT empfiehlt, eine Lösung von Chlormagnesium und Kochsalz einzudampfen, zu schmelzen und diese Masse, mit Natriumstücken gemischt, in einem Eisentiegel zu glühen.

§ 108. Reduktion von Chlorwasserstoffgas durch Kalium oder Natrium.

Ein Kugelrohr, eine Gasentwicklungsflasche mit Trichterrohr oder ein Gasentwicklungsapparat nach Thiele (S. 190 Fig. 258), ein Trockenapparat, ein Fußcylinder mit pneumatischer Wanne. Kalium, bezw. Natrium.

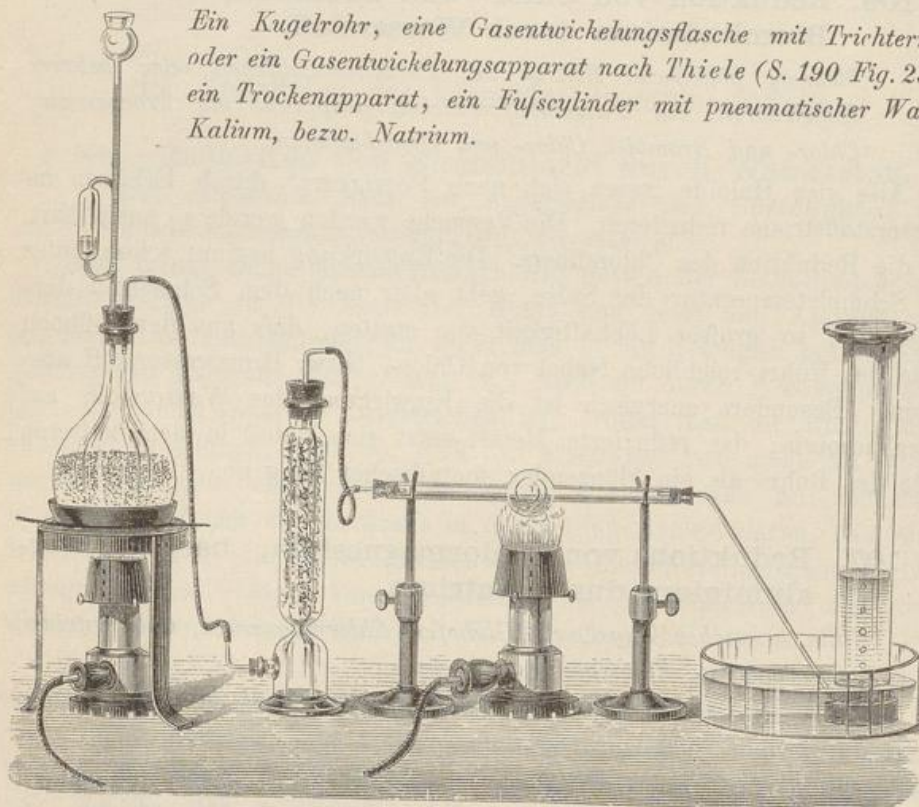


Fig. 631. Reduktion von Chlorwasserstoffgas durch Natrium.

In das Kugelrohr werden einige erbsengroße Stücke wohlabgetrockneten Natriums, bezw. Kaliums gebracht, das Rohr mittels eines mit Chlorkalcium gefüllten Absorptionsturmes mit einer Gasentwicklungsflasche verbunden, welche konzentrierte Salzsäure enthält. Andererseits hat das Kugelrohr eine Gasableitungsvorrichtung, welche in die pneumatische Wanne reicht und unter den darin aufgestellten Cylinder geschoben werden kann. Durch Erhitzen entwickelt man aus der wässrigen Salzsäure einen nicht zu raschen Strom Chlorwasserstoffgas. (Zur Entwicklung des letzteren kann man sich auch des auf S. 190 beschriebenen Apparats nach THIELE bedienen, indem man die Flasche mit konzentrierter Salzsäure füllt und durch das Rohr konzentrierte Schwefelsäure nachgiefst.)

Das Metall im Kugelrohre bedeckt sich bald mit einer weißen Schicht von Chlornatrium. Es wird hierauf gelinde erwärmt, wodurch jenes schmilzt und bald im Chlorwasserstoffstrome zu brennen beginnt (Fig. 631). Das Chlornatrium (bezw. Chlorkalium) setzt sich im hinteren Ende des Rohrs ab, welches deshalb hinreichend weit sein muß, damit es sich nicht verstopft. Sobald man dies an dem Steigen der Sperrflüssigkeit im Sicherheitsrohre gewahr werden sollte, muß man sogleich die Gasentwicklung unterbrechen und das Rohr aus der pneumatischen Wanne nehmen. Der Wasserstoff wird im Fußcylinder aufgefangen, kann aber auch gleich an der Austrittsöffnung des Rohrs entzündet werden, wo er mit durch Kalium violett (bezw. durch Natrium gelb) gefärbter Flamme brennt.

§ 109. Reduktion von Chlorwasserstoff durch Natriumamalgam.

Eine kleine zweihalsige Woulfe'sche Flasche mit Gaseinleitungsrohr, am unteren Ende 8 mm weit, und Gasableitungsrohr, letzteres zu einer nicht zu engen Spitze ausgezogen. Ein Apparat zur Entwicklung von Chlorwasserstoffgas nebst Chlorcalciumturm, wie zum vorigen Versuche. Natrium, Quecksilber.

Man stellt sich zuerst flüssiges Natriumamalgam her, wobei man in folgender Weise verfährt. In die Mitte eines Pappdeckels macht man mit einem scharfen Messer einen Kreuzschnitt und steckt den Stiel eines Mörserpistills hindurch (s. im V. Abschn. bei Ammoniumamalgam). Dann bringt man in eine trockene Reibschale etwas Quecksilber und darauf eine frisch geschnittene Scheibe Natrium. Durch Drücken sucht man das Natrium mit dem Pistill zu fassen und reibt es ein wenig, worauf unter schwacher Verpuffung und Feuererscheinung die Verbindung beider statt hat. Dies wiederholt man einige Male unter Zusatz von steigenden Mengen Quecksilber, so daß ein dünnflüssiges Amalgam entsteht (1 Teil Natrium auf wenigstens 150 Teile Quecksilber). Dieses Amalgam wird in eine Woulfe'sche Flasche gebracht, so daß dieselbe mindestens zur Hälfte damit gefüllt ist; dann leitet man durch das weite Gaszuleitungsrohr einen Strom Chlorwasserstoff ein. (Um den Druck des Quecksilbers zu überwinden, gießt man in das Sicherheitsrohr der Salzsäureentwicklungsflasche etwas Quecksilber.) Das Chlorwasserstoffgas wird durch das Natrium des Amalgams unter Bildung von Chlornatrium und Freiwerden von Wasserstoff zersetzt. Letzterer entströmt dem Gasableitungsrohre, welches in der zweiten Öffnung der Woulfe'schen Flasche steckt, und kann, nachdem alle Luft beseitigt ist, dort entzündet werden. Das Quecksilber wird mit Wasser und verdünnter Salzsäure gewaschen.