



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Technik der Experimentalchemie

Arendt, Rudolf

Hamburg [u.a.], 1900

I. Schwefelsäure als Oxydationsmittel.

[urn:nbn:de:hbz:466:1-84031](#)

Vierter Abschnitt.

Partielle Oxydationen, Chlorierungen etc. und Reduktionen, Spaltungen und Umsetzungen im Radikal.

ERSTES KAPITEL

Oxydationsmittel.

Sehr viele höhere Oxyde, sowohl der Metalloide als auch der Metalle treten einen Teil ihres Sauerstoffs ab, wenn sie unter geeigneten Bedingungen mit oxydierbaren Körpern — sei es mit Elementen, sei es mit niederen Oxyden, sei es endlich mit organischen Substanzen — zusammentreffen. Sie werden dann, je nach den Umständen, entweder zu niederen Oxyden oder auch vollständig reduziert. Vorgänge der letzteren Art sind bereits im zweiten Abschnitt unter dem Kapitel „Reduktion“ besprochen. Hier an diesem Orte handelt es sich in erster Linie um die partiellen Reduktionen, doch werden gelegentlich auch einzelne Fälle vollständiger Reduktion mit zu erwähnen sein.

I. Schwefelsäure als Oxydationsmittel.

§ 179. Einwirkung der freien Schwefelsäure auf Kohle, bezw. Kupfer.

Zwei Kolben (300—500 ccm) mit Gasableitungsrohr, ein hoher Fußcylinder mit Rohr wie zur Absorption des Salzsäuregases, einige bunte Blumen und mit Blauholzabköchung getränkte Stücke Baumwollenzeug. Konzentrierte Schwefelsäure, Kupferblechschnitzel, gröblich gestoßene Kohle.

a) Einwirkung heißer konzentrierter Schwefelsäure auf Kupfer. Etwa 50 g Kupferblechschnitzel werden in dem Kolben mit so viel konzentrierter Schwefelsäure übergossen, dass sie dadurch vollständig bedeckt werden (Fig. 769); dann verschließt man den Kolben, setzt den Apparat so zusammen, wie Figur 770 zeigt, und erhitzt nach Untersetzung einer eisernen Schale anfangs sehr gelinde, dann etwas stärker, bis die Masse zu schäumen beginnt. Die schweflige Säure, die sich entwickelt, füllt den hohen Fusscylinder, indem sie darin von unten aufsteigt, und tritt durch den Kautschukschlauch in die in dem kleineren Cylinder enthaltene Sperrflüssigkeit, welche zuvor durch Lackmus blau gefärbt

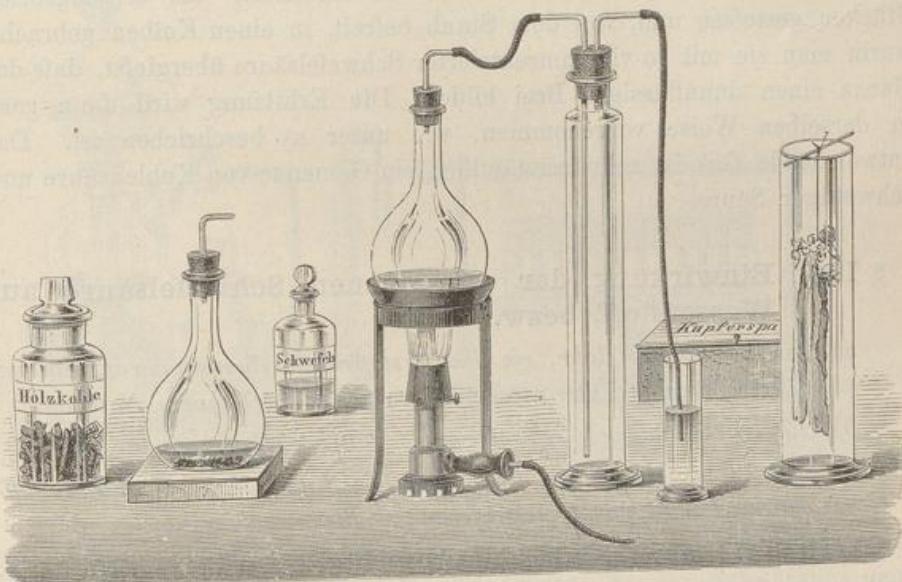


Fig. 769.

Fig. 770.

Fig. 771.

Zersetzung von Schwefelsäure durch Holzkohle und Kupfer.

wurde. An der bald eintretenden Änderung der Farbe in rot erkennt man das Auftreten einer flüchtigen Säure. Man hebt dann, während die Gasentwicklung ihren Fortgang nimmt, den Schlauch aus der Sperrflüssigkeit und senkt ihn in einen anderen Cylinder, in welchem man angefeuchtete, bunt gefärbte Lappen und Blumen eingehängt hat, und bedeckt ihn mit mehrfach zusammengelegtem, ganz durchfeuchtetem Fließpapier und darüber mit einer Glasplatte (Fig. 771). Durch das bald eintretende Bleichen der Farbstoffe, sowie auch durch den Geruch wird das Gas als schweflige Säure erkannt. Da die Zersetzung im Kolben bei zu starker Erhitzung leicht sehr stürmisch wird, entfernt man die Lampe, sobald die Gasentwicklung begonnen hat, welche dann eine Zeitlang

ohne Zufuhr neuer Wärme ruhig von statthen geht, und schiebt die Lampe erst wieder unter, wenn das Aufschäumen nachgelassen hat. Um von der austretenden schwefligen Säure nicht belästigt zu werden, ist der Versuch im Abzuge auszuführen. Der Rückstand im Kolben, welcher bei längerem Erhitzen eine teigige Beschaffenheit annimmt, enthält wasserfreies Kupfersulfat und den Rest der unzersetzten Schwefelsäure. Man versetzt ihn mit viel Wasser und läfst ihn unter zeitweiligem Umschütteln einige Zeit stehen. Die Lösung hat dann, nachdem sie sich durch Absetzen geklärt hat, die blaue Farbe des Kupfervitriols.

b) Einwirkung heißer konzentrierter Schwefelsäure auf Kohle. Holzkohle wird im Mörser zu hirsekorn- bis erbsengroßen Stücken gestoßen und, von dem Staub befreit, in einen Kolben gebracht, worin man sie mit so viel konzentrierter Schwefelsäure übergieft, dass das Ganze einen dünnflüssigen Brei bildet. Die Erhitzung wird dann ganz in derselben Weise vorgenommen, wie unter a) beschrieben ist. Das entweichende Gas ist selbstverständlich ein Gemenge von Kohlensäure und schwefliger Säure.

§ 180. Einwirkung der gebundenen Schwefelsäure auf Wasserstoff, bezw. Kohle.

- a) Ein böhmisches Rohr, ein Wasserstoffentwickelungsapparat, ein mit Chlorcalcium gefüllter Absorptionsturm; schwefelsaures Natrium.
- b) Ein Porzellantiegel; schwefelsaures Natrium, Kienruss.
- c) Ein kurzes böhmisches Rohr oder ein Kugelrohr, ein Wasserstoffentwickelungsapparat; schwefelsaures Blei.

a) Reduktion von Natriumsulfat durch Wasserstoff. Kristallisiertes Natriumsulfat wird durch Erhitzen in einer Porzellanschale entwässert und zerrieben in eine böhmische Röhre gebracht, welche man unter Einschaltung eines mit Chlorcalcium gefüllten Absorptionsturms mit einem Wasserstoffentwickelungsapparat verbindet und auf zwei Röhrenträger legt. Nachdem alle Luft durch Wasserstoff aus dem Apparat vertrieben ist, erhitzt man das Rohr anfangs gelinde, zuletzt stark (Fig. 772), worauf man bald reichliche Mengen von Wasserdampf aus dem offenen Ende des Rohrs austreten sieht. Der zur Wasserbildung nötige Sauerstoff kann nur dem Salze entzogen worden sein, welches demnach reduziert sein muss. Daß die Reduktion in diesem Falle keine partielle, sondern eine vollständige ist, wird aus dem Verhalten des Salzrückstandes erkannt. Derselbe löst sich in Wasser, reagiert alkalisch, und die Lösung giebt auf Zusatz von Schwefelsäure nicht den Geruch nach schwefliger Säure, sondern nach Schwefelwasserstoff.

b) Reduktion von Natriumsulfat durch Kohle. Durch Erhitzen entwässertes Natriumsulfat wird mit Kienruss gemengt und in einem Porzellantiegel stark erhitzt; nach dem Abkühlen löst man den Rückstand in Wasser und erkennt an der Reaktion der Lösung und durch den auf Zusatz von Schwefelsäure auftretenden Schwefelwasserstoffgeruch, dass auch hier die Reduktion eine vollständige war. Anwendung dieser Reaktion zur Fabrikation der Soda nach dem LEBLANC'schen Prozefs.

c) Reduktion von Bleisulfat durch Wasserstoff. Etwas durch Erhitzen völlig entwässertes Bleisulfat wird in ein kurzes böhmisches Rohr oder in ein Kugelrohr gebracht und mit einem Wasserstoffapparat

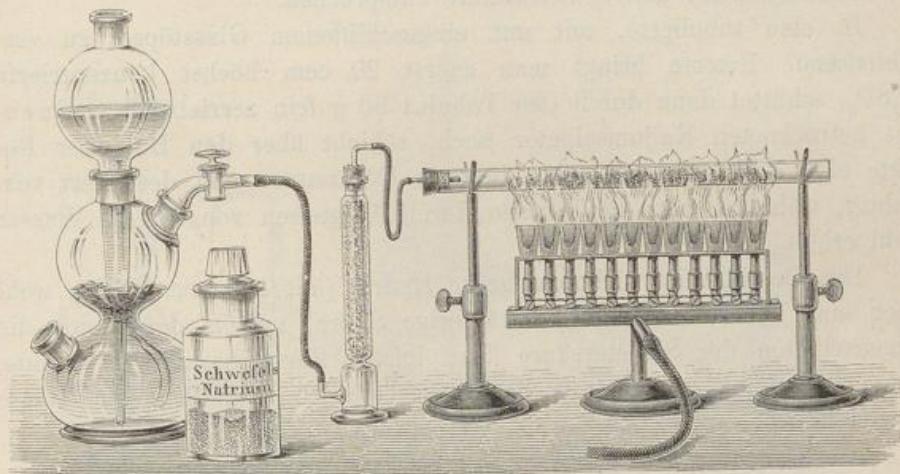


Fig. 772. Reduktion von Natriumsulfat durch Wasserstoff.

verbunden. Auch hier bemerkt man nach dem Erhitzen des Rohrs bald das Auftreten wässriger Dämpfe und erkennt an der Schwärzung des Salzes den Übergang desselben in Schwefelblei.

II. Oxyde des Stickstoffs als Oxydationsmittel.

§ 181. Darstellung von Salpetersäurehydrat.

Eine tubulierte Retorte mit eingeschliffenem Glasstopfen, eine Kolbenvorlage. Kaliumnitrat, konzentrierte Schwefelsäure.

Theoretisch entsteht durch Einwirkung von höchst konzentrierter Schwefelsäure (Schwefelsäurehydrat) auf trockenes Kaliumnitrat Salpetersäurehydrat und Kaliumdisulfat nach der Gleichung:

