

## Zweiundzwanzigstes Kapitel.

## Chlordestillationsanalyse.

Wenn starke Salzsäure mit Hyperoxyden und anderen leicht Sauerstoff abgebenden Substanzen erhitzt wird, so entwickelt sich eine dem activen Sauerstoff entsprechende Menge Chlor. Durch maassanalytische Bestimmung dieses Chlors erhält man eine sehr scharfe Analyse des destillirten Körpers. Bekanntlich hat sich Bunsen dieser Methode bedient, um eine Reihe von Körpern mit einer bis dahin noch nicht erreichten Genauigkeit zu analysiren. Die Ausführung dieser Operation ist jedoch nicht ganz leicht, indem man auch durch sehr lange fortgesetztes Kochen nicht alles Chlor austreiben kann. Wenn man beim Oeffnen des Apparates Chlor riecht, so ist die Analyse verdorben. Da Bunsen eine genaue Beschreibung seines Verfahrens und Apparates nicht giebt, so dürfte die Arbeit Manchem misslingen, welcher sie zum ersten Male mit einem nicht ganz guten Apparate macht.

Zum Auffangen des Chlors wird Jodkalium in Lösung vorgeschlagen. Ein Versuch, kohlen-saures Natron oder Boraxlösung vorzuschlagen, gab ganz fehlerhafte, viel zu schwache Resultate.

Es ist eine Hauptsache, dass das Destillationsgefäss klein sei. Zur vollständigen Ueberführung des Chlors muss man gegen Ende der Operation einen Strom Luft durch das Destillationsgefäss in die Auffangflasche saugen oder blasen können, wodurch allein das Chlor, welches in den Leitungsröhren sitzt, vollkommen übergeführt wird. Fig. 26 giebt eine Ansicht des Apparates. Das Destillationsgefäss besteht aus einer etwas weiten Probir-röhre, an welche seitlich nicht weit vom untern Ende eine dünne Glasröhre angeblasen ist. Die Probir-röhre ist an der Mündung so weit ausgezogen, dass man eben einen pulverigen Körper hineinbringen kann. Da alle Korke an den Stellen, welche das Chlor passirt, zu vermeiden sind, so nimmt man eine Leitungsröhre, welche so weit ist, als der Hals des Destillationsgefässes. Beide Enden stossen in einer Kautschukröhre dicht aneinander, so dass nur ein sehr schmaler Ring von Kautschuk vom Chlorgas berührt werden kann. Die Leitungsröhre geht bis dicht an die Jodkaliumlösung in der Auffangflasche, braucht aber nicht einzutauchen, wodurch jede Gefahr des Rücksteigens vermieden ist. Auch schlägt sich beim Zurücktreten der Flüssigkeit in die Leitungsröhre in dieser festes Jod nieder,

Fig. 26.



Chlordestillation.  
Mohr's Titirbuch. II. Abthlg.



was nachher nicht leicht daraus entfernt werden kann. Die aufgesetzte Glasröhre ist mit Glassplittern gefüllt, durch welche man die Jodkaliumlösung eingiesst. Der Kork der weiten Flasche ist an seiner untern Fläche mit geschmolzenem Paraffin getränkt.

Die Operation führt sich nun in folgender Weise aus. Man giesst in die Absorptionsflasche eine genügende Menge Jodkaliumlösung durch die Glassplitterröhre ein. Den gewogenen Körper trägt man durch ein trichterförmig ausgebogenes Glasröhrchen (Fig. 27), welches tief in die Destillationsröhre hineingeht, in diese ein. Um sicher zu sein, dass kein Pulver in dem Trichter hängen bleibe, erwärmt man diesen vorher leicht, wodurch er abtrocknet. Dann giesst man durch eine andere Trichter- röhre Salzsäure nach und befestigt sogleich das Entwicklungsgefäss an der Leitungsröhre. Man erhitzt nun mit einer kleinen Flamme die Sub-

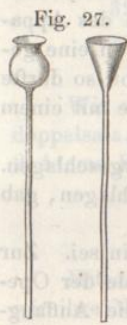


Fig. 27.

stanz, wodurch die Chlorentwicklung bald anhebt. Salzsäure bildet mit pulverigen Stoffen, wie z. B. Braunstein, Blasen, welche hochsteigen und erst im obern Theile der Röhre platzen. Steigen die Blasen zu stark, so entfernt man die Flamme. Nach einiger Zeit hört das Steigen der Blasen auf und man kann die Flüssigkeit in lebhaftes Kochen bringen. Es gelingt jedoch schwierig, alles Chlor in die Vorlage überzutreiben, weil die Wasserdämpfe sich zu früh verdichten, um die ganze Leitungsröhre auszufüllen. Sobald die Flüssigkeit in der Entwicklungsröhre eine Zeit lang gekocht hat, saugt man an der Spitze der Glassplitter- röhre an und öffnet den Quetschhahn der seitlichen Röhre am Entwicklungsgefäss durch Druck. Es wird alsdann alles Gas im Entwicklungsgefässe und der Leitungsröhre durch Luft verdrängt und in die Auffangflasche geführt. Man hat ein sehr sicheres Zeichen, ob sich noch Chlor entwickelt, an dem Erscheinen eines graphitartigen Häut- chens von Jod auf der Jodkaliumflüssigkeit dicht unter der Leitungsröhre. Indem man dies durch Umrütteln wieder vermischt, und von Neuem kocht und Luft ansaugt, ersieht man an dem Ausbleiben dieses Häut- chens, dass die Operation ganz vollendet ist. Man schüttelt die Flasche etwas um und lässt sie eine Weile stehen, während man den Quetschhahn auf der seitlichen Röhre durch ein Holzkeilchen offen hält. Nach dem Oeffnen spritzt man die Glassplitter, in denen sich häufig keine Spur von Jod befindet, mit destillirtem Wasser aus, ebenso das untere Ende der Lei- tungsröhre, und bestimmt das freigewordene Jod durch zehent-unterschwe- fligsäures Natron. Erst gegen Ende, wenn schon der grösste Theil der Jodfarbe verschwunden ist, fügt man etwas klare Stärkelösung hinzu. Wenn man von den Körpern  $\frac{1}{100}$  Atom abgewogen hat, so sind die ver- brauchten Cubikcentimeter der unterschweiflgsäuren Natronlösung ge- radezu Procente der Substanz. Im Apparate findet trotz vollständiger Verschluckung des Chlors kein Druck statt.

Eingussröhre.