

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

**Beitrag zur Kenntnis der Reaktionsenergie bei der
Vereinigung von Jod und Wasserstoff**

Gottlob, Harry

1906

§11. Darstellung bezw. Reinigung der benutzten Stoffe

[urn:nbn:de:bsz:31-276016](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-276016)

Die dabei gefundenen Werte besitzen deshalb die größte Verlässlichkeit.

Bei den Versuchen mit einer mittleren Jodwasserstoff-Konzentration habe ich noch Wasser benutzt, welches nicht lange genug ausgekocht war und deswegen nach dem Erkalten noch Spuren von Kohlensäure enthielt. Um deren Einfluß auf das Resultat zu beseitigen, habe ich eine Korrektur angebracht, indem ich in einer Reihe besonderer Versuche den Verbrauch an $\frac{1}{100}$ Alkali ermittelte, den die Volumeneinheit dieses Wassers zur Rötung des zugesetzten Phenolphthalein erforderte. Diese Korrektur ist bei den Versuchen angegeben.

Es bleibt nur noch übrig zu erwähnen, daß die Phenolphthalein-Lösung aus reinem Phenolphthalein und 96 % Alkohol bereitet wurde und daß sie sich völlig neutral erwies, indem größere Mengen davon nach dem Versetzen mit Wasser mit einem Tropfen Alkali gerötet und mit einem Tropfen $\frac{1}{100}$ Säure wieder entfärbt werden konnten.

§ 11. Darstellung bezw. Reinigung der benutzten Stoffe.

Zu den Versuchen wurde zum Teil nach Bodensteins Vorschrift aus Jod und Wasserstoff über Platin bereitete, zum Teil käufliche Jodwasserstoffsäure benutzt.

Die Reinheit des käuflichen Produktes erwies sich als unzulänglich. Die Säure entfärbte sich freiwillig wieder, wenn sie durch Zusatz kleiner Mengen von Jod gefärbt worden war, und hinterließ beim Abdampfen einen Rückstand. Indessen war es leicht, sie durch Destillation im Wasserstoffstrom zu reinigen.

Schwierig zeigte sich das Auftreten von Spuren Jod im Destillat bei der einfachen Destillation im Wasserstoffstrom zu vermeiden, obwohl der Wasserstoff zur Entfernung aller Verunreinigungen durch Permanganatlösung gewaschen und dann vor dem Eintritt in das Destillationsgefäß zur Entfernung allen Sauerstoffs über schwach glühenden Palladiumdraht geführt wurde.

Die Destillate besaßen infolgedessen meist die Farbe hellen Weines. Durch Zugabe von Kupfer-Drehspänen in das Destillationsgefäß läßt sich vollständige Entfärbung erreichen.

Für die Dampfdruckbestimmung sind aber diese Jodspuren ohne allen Belang und für die elektrischen Messungen kommen sie darum nicht in Betracht, weil bei der mittleren und auch bei der niedersten der drei benutzten Konzentrationen beim Durchleiten des Wasserstoffs durch Vermittelung auf der Elektrode befindlichen Platins eine vollständige Entfärbung eintrat. Die Entfärbung durch Kupfer wurde deswegen im allgemeinen unterlassen, da das Kupfer durch die Jodwasserstoffsäure völlig verzehrt und dadurch ein erheblicher Verbrauch an Jodwasserstoff bedingt wird, selbst wenn man die Destillation unter starkem Minderdruck ausführt.

Das Jod, das für die Versuche benützt wurde, erfuhr eine Reinigung durch zweimalige Sublimation, die das eine Mal in Gegenwart von Jodkalium vorgenommen wurde.

Mit Jod versetzte Jodwasserstoffsäure wurde für spätere Versuche durch Verdünnen, Einleiten von Schwefelwasserstoff bis zur erfolgten Entfärbung, Absitzenlassen des Schwefels und Destillation der dekantierten Flüssigkeit wieder in jodfreiem Zustand gewonnen.

Das zur Verdünnung der Jodwasserstoffsäure benutzte Wasser wurde auf Abwesenheit von salpetriger Säure, von organischen Substanzen und Kohlensäure geprüft. Zur Bereitung der Titer-Flüssigkeiten ist zu bemerken, daß die Thiosulfatlösung zunächst in $\frac{1}{10}$ normaler Konzentration aufbewahrt wurde, um spätere Änderungen zu vermeiden.

Daß das verwendete Jodkalium völlig neutral war, wurde schon früher erwähnt. Die Titerlösungen von Natronlauge und Salzsäure wurden aus den reinsten Reagentien bereitet.

Die zur jodometrischen Bestimmung benutzte Stärke wurde aus reiner Weizenstärke durch Erhitzen mit Glyzerin und Ausfällen mit Alkohol in löslichem Zustande erhalten.

Die für die Dampfdruckbestimmung benutzten Lösungen wurden nach beendeter Bestimmung direkt in dunkle Flaschen übergefüllt, die Luft in den Flaschen durch Wasserstoff verdrängt und die Stopfen der Flaschen mit Paraffin übergossen. Aus diesen Flaschen wurden die Flüssigkeiten später direkt in die elektrolytische Zelle zur Bestimmung der elektromotorischen Kräfte übergeführt.