

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

**Beitrag zur Kenntnis der Bildungswärme von
Jodwasserstoff aus den Elementen**

Stegmüller, Philipp

1907

5. Versuchsausführung

[urn:nbn:de:bsz:31-274712](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-274712)

Glaswand hängen bleibt, sich über dem Quecksilber gesammelt hat, wo es leicht mit einem Pfropfen von Filtrierpapier entfernt werden kann. Dann aber ist der Regulator zum Gebrauche fertig und funktioniert sehr gut.

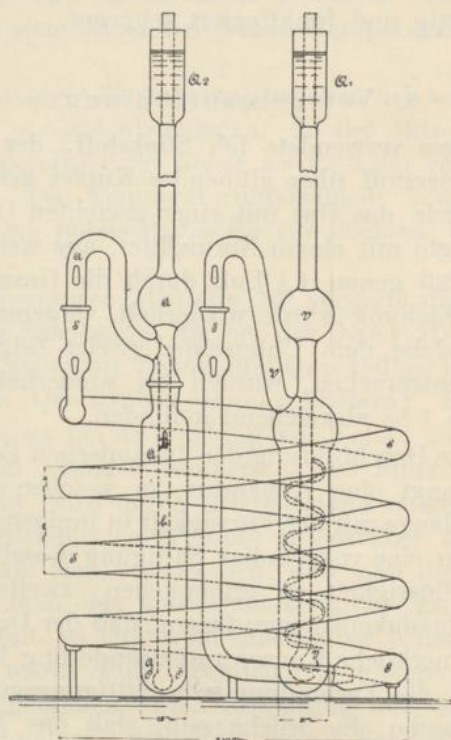
5. Versuchsausführung.

Als Meßgas verwendete ich Stickstoff, der zur Entfernung von Sauerstoff über glühendes Kupfer geleitet wurde. Gemessen wurde das Gas mit einer geeichten Gasuhr. Die Eichung erfolgte mit einem Normalliter, aus welchem durch ein Niveaugefäß genau 1 l Luft durch die Gasuhr gedrückt wurde. Die Eichung wurde wiederholt vorgenommen. Die Volumina, welche dem Unterschied zweier Zeigerstellungen der Gasuhr entsprachen, wurden bei wiederholter Eichung nur innerhalb 1 % abweichend gefunden.

Die exakte Durchführung der dynamischen Bestimmungsmethode verlangt eine Apparatur, in welcher das Gas verhältnismäßig lange mit der Flüssigkeit in innigster Berührung sein kann, um eine vollständige Sättigung desselben mit dem Dampf der Flüssigkeit zu ermöglichen; zweitens muß sie eine solche Flüssigkeitsmenge fassen, daß der Durchgang des Gases keine merkliche Konzentrationsänderung hervorbringt. Drittens muß die Verbindung von Sättigungsgefäß mit der Absorptionsflasche eine solche sein, daß das Meßgas ohne Verlust an mitgenommenem Dampf zur Absorptionsflüssigkeit gelangt.

Zuerst benutzte ich einen Apparat, der schon früher für den gleichen Zweck in unserem Laboratorium Verwendung fand. Er besteht aus einer Vorsättigungsflasche, der Sättigungsspirale und dem Absorptionsgefäß. Die drei Teile sind durch Glasschiffe unter sich verbunden. Durch den Quecksilberverschluß Q_1 (Fig. 2 auf S. 16) gelangt das Gas in die Vorwaschflasche, wo es dem inneren Spiralband folgend, in kleinen Blasen aufsteigt. Die Vorsättigungsflasche hat den Zweck 1) das Gas schon vor dem Eintreten in die Sättigungsschleife mit dem Dampf der Flüssigkeit möglichst anzureichern, um eine Änderung der Konzentration in dieser tunlichst zu vermeiden, und 2) das Gas zu reinigen, namentlich

von den letzten Spuren von Sauerstoff zu befreien. Die Vorwäschflasche nahm ca. 50 ccm Säure auf.



Figur 2.

Die Sättigungsspirale besteht aus einem Glasrohre von 2 m Länge und 1,8 cm lichter Weite, das in niedrigen Windungen von 21 cm Durchmesser zu einer Spirale aufgewunden ist. Die Höhe des Apparates beträgt 15 cm. Der Stickstoff tritt hier aus einer eingeschmolzenen Spitze in kleinen Blasen ein.

Nach der Spirale gelangt das Meßgas in die Absorptionsflasche. Aus vier sehr feinen Öffnungen am Ende des Rohres *b* tritt es in kleinen Bläschen aus und hat die ca. 15 cm hohe Flüssigkeitssäule zu durchströmen, wodurch die Möglichkeit gegeben ist, allen Dampf an die Absorptions-

flüssigkeit abzugeben. Von da wird der Stickstoff durch einen zweiten Quecksilberschluß zur Gasuhr geleitet.

6. Bestimmungsmethode.

Die übergangene Jod- und Jodwasserstoffmenge wurde titrimetrisch bestimmt: Jod mit $\frac{1}{100}$ -*n*. Natriumthiosulfat und Jodwasserstoff mit $\frac{1}{100}$ -*n*. Natronlauge. Die Natronlauge wurde nach Küster¹⁾ aus reinem Alkohol und Natrium bereitet; sie wurde mit einer Salzsäure eingestellt, deren Gehalt auf zwei voneinander unabhängigen Wegen genau bestimmt war.

1) mit Sodalösung:

2,8040 g reines Natriumkarbonat wurden in 500 g Wasser aufgelöst, das entspricht einer Normalität $0,28040:2,6525 = 0,1057$ -*n*. 20 ccm dieser Lösung = $20 \times 0,1057 = 21,14$ ccm $\frac{1}{10}$ -*n*. entsprechen 21,03 der einzustellenden Salzsäure.

$$21,14:21,03 = 0,1005 \text{ } n.$$

2) Durch die Wägung:

100 ccm einer $\frac{1}{10}$ -Salzsäure geben 1,4338 g Chlorsilber; ich erhielt mit meiner Salzsäure 1,4399 g, so daß aus dem Verhältnis 1,4399:1,4338 die Normalität der Salzsäure sich zu 0,1004 berechnet.

Die Lauge wurde während der Arbeit wiederholt mit dieser Salzsäure geprüft.

Die $\frac{1}{100}$ -Natriumthiosulfatlösung wurde wegen ihrer Unbeständigkeit unmittelbar vor jeder Jodbestimmung aus $\frac{1}{10}$ -*n*. Lösung bereitet; diese war eingestellt mit Kaliumbichromat.

2,4415 g Kaliumbichromat löste ich in 500 ccm Wasser auf. Das entspricht einer Normalität von $0,24415:2,4542 = 0,09948$; für 20 ccm dieser Lösung verbrauchte ich 20,31 ccm Natriumthiosulfat, so daß sich der Wirkungswert der Thiosulfatlösung ergibt zu $19,896:20,31 = 0,0979$ *n*.

Zur Kontrolle wurde die Thiosulfatlösung mit der oben angegebenen $\frac{1}{10}$ -*n*. Salzsäure verglichen, indem ein abgemessenes Volumen Salzsäure zu Lösungen von Kaliumjodid und Kaliumjodat gegeben, und das in Freiheit gesetzte Jod mit Thiosulfat bestimmt wurde.

¹⁾ Zeitschr. für anorg. Chem. **13**, 134 [1897].