

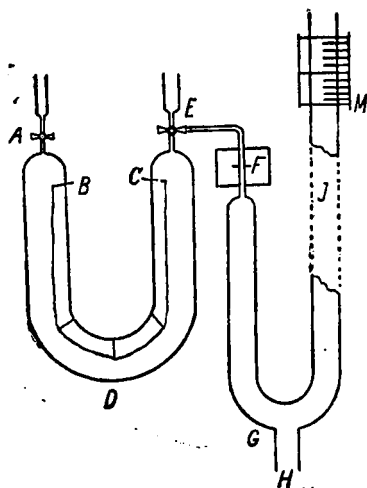
367. Stephan Jahn: Über ein Ozonometer.

(Eingegangen am 25. Juli 1910.)

Nach der Gleichung $2\text{O}_3 = 3\text{O}_2$, vermehrt sich beim Ozon-Zerfall die Zahl der Gas-Moleküle in einem abgeschlossenen Raume um die Hälfte der ursprünglich vorhandenen Ozon-Moleküle, und dementsprechend nimmt der Druck zu. Hierauf beruht das in den folgenden Zeilen zu beschreibende Ozonometer, das gestattet, in kürzester Zeit (2 Minuten) den Ozongehalt eines Gasgemisches mit einer relativ großen Genauigkeit auf einfachstem Wege, durch eine einzige Druckmessung zu bestimmen.

Die Einzelheiten des Apparates ergeben sich aus der beifolgenden schematischen Zeichnung.

Das ozonhaltige Gas tritt bei dem schiefgebohrten Capillarhahn *A* in das U-Rohr *D* und verläßt dasselbe bei dem capillaren Dreiweghahn *E*. Die lichte Weite des U-Rohrs beträgt etwa 2 cm, der Gesamtfassungsraum 70 ccm. Sind etwa 150—200 ccm Gas hindurchgeleitet, so wird erst der Capillarhahn *A*, dann der Hahn bei *E* — auf gute Dichtung der mit Paraffin gefetteten Hähne kommt es wesentlich an — so geschlossen, daß bei einer Drehung des Kükens um 45° die Verbindung mit dem Manometer *G* hergestellt werden kann.



Hierauf wird durch den dünnen Platindraht (0.1 mm) ein Strom geschickt, der denselben zur schwachen Rotglut bringt und nach 5—10 Sekunden, welche kurze Zeit genügt, das ganze Ozon zu zerstören, wieder unterbrochen. Das U-Rohr steht in einem größeren, einige Liter fassenden Elementenglas; mehrmaliges Auf- und Niederbewegen eines Handrührers dient zum Ausgleich der Temperatur, welche sich bei der geringen Energiezufuhr nicht merklich erhöht. Sodann wird der Capillarhahn gegen das Manometerrohr *G* geöffnet und durch Verschieben eines in der Zeichnung fortgelassenen beweglichen Glasrohrs, das mit Kautschukschlauch mit *H* verbunden ist, die Manometerflüssigkeit (Paraffinöl) in dem Rohr *J* so eingestellt, daß der Meniskus in der Capillare bei der Marke *F* steht. Dies gelingt leicht mittels eines hinter der Capillare befindlichen Spiegels mit

Strichmarke. Das Manometerrohr *G-H-J* ist fest auf einem Gestell montiert, in das auch ein Metermaßstab *M* zur Bestimmung der Druckhöhe hinter dem Rohr *J* eingelassen ist. Ferner befindet sich in üblicher Weise, wie dies z. B. an dem Luft-Thermometer bekannt ist, eine Vorrichtung zur Bewegung und Fixierung des Heberohres.

Zur Bestimmung des Ozons genügt eine einzige Ablesung, da der Nullpunkt an der Skala natürlich konstant bleibt, wenn Ozon unter Atmosphärendruck durchgeleitet wird. Als Manometerflüssigkeit dient Paraffinöl, dessen spez. Gewicht vor Füllung des Apparates gemessen werden muß. Es hat eine Dichte von nahe 0.89 und ändert diese bei Zimmertemperatur nur um etwa 1—2 ‰ pro Grad.

Ist Δp die auf Hg umgerechnete Druckdifferenz im Manometerrohr, p der Barometerstand — alles auf 0° reduziert —, so ist der Ozon-Gehalt in Volumprozent, also der Molenbruch

$$\frac{\text{Mole O}_3}{\text{Mole O}_2 + \text{O}_3} = \alpha = \frac{2 \Delta p}{p}.$$

Zu beachten ist noch der tote Raum zwischen *E* und *F* in der Capillare. Er beträgt bei einer Länge von 5 cm und einer lichten Weite von 2 mm der Capillare 2 ‰ des Gesamtraumes. Ist allgemein das Volumverhältnis des toten zum Gesamtraum g , so ergibt sich die richtige Ozonisierung zu

$$\alpha = \frac{2 \Delta p}{p} (1 + g).$$

Für ca. 10% Ozon beträgt die Druckdifferenz Δp in Paraffinöl etwa 580 mm bei 760 mm Barometerstand, ist also noch mit Leichtigkeit auf 1 ‰ zu bestimmen. Aber auch 1% Ozon läßt sich noch ohne weiteres auf 1 ‰ messen, nur ist dann die eventuelle Änderung von Temperatur und Druck entsprechend genauer zu berücksichtigen.

Auf eine Fehlerquelle sei indessen noch ausdrücklich hingewiesen. Ozon zerfällt langsam schon bei Zimmertemperatur am Platin. Bei dem Apparate beträgt die Zunahme etwa 1 mm pro Minute. Hierfür ist also gemäß der Füllungsdauer eine kleine Korrektur anzubringen, die von Zeit zu Zeit neu bestimmt wird. Da Platin durch starkes elektrisches Glühen leicht zerstäubt wird, wodurch seine Gesamtoberfläche wächst, ist ein Überhitzen des Platindrahtes zu vermeiden. Dunkelrotglut genügt.

Die Eigenschaft des Ozons, durch Wärme unter Volumenvermehrung zu zerfallen, spielt schon in den klassischen Untersuchungen Soret's über das Molekulargewicht eine Rolle. Zur praktisch-analytischen Ozon-Bestimmung scheint sie aber bisher nicht Verwendung gefunden zu haben. Vor der Jodkalium- und der Wäge-

methode hat die Druckmessung den Vorzug größerer Exaktheit¹⁾ resp. leichter und rascher Ausführbarkeit. Auch kann, um Gas zu ersparen, der Raum des Gefäßes kleiner gewählt werden, wobei dann aber die obige Volumkorrektur stärker ins Gewicht fällt.

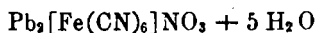
Der Apparat ist von der Firma Dieskau & Co. in Charlottenburg, Berlinerstraße zu beziehen.

Charlottenburg, Juli 1910. Phys. Inst. d. Techn. Hochschule.

368. Erich Müller und Otto Diefenthäler: Das vermeintliche Bleiferricyanid ein Bleiferricyannitrat.

(Eingegangen am 27. Juli 1910.)

Zwecks Herstellung einer wäßrigen Lösung von Ferricyanwasserstoffsäure wollten wir nach einer in den meisten Lehrbüchern gegebenen Vorschrift Ferricyanblei mit Schwefelsäure zersetzen. Das Ferricyanblei fällten wir aus einer Bleinitratlösung mit einer Lösung des roten Blutlaugensalzes und krystallisierten den entstandenen Niederschlag aus Wasser um, wobei sich schöne Krystalle eines dunkelroten Salzes abschieden. In der Literatur finden sich zwei Ferricyanbleiverbindungen beschrieben: $Pb_3[Fe(CN)_6]_2 + 16 H_2O$ und $K_2Pb_2[Fe(CN)_6]_2 + 3 H_2O$. Da laut Untersuchung unser Salz kein Kalium enthielt, so hätte es sich nur um das erste Salz handeln können. Aber eine Bestimmung des Bleies und der Ferricyanwasserstoffsäure ergab ein Verhältnis $Pb : Fe(CN)_6 = 2 : 1$. Wir schlossen daraus, daß außer dem Ferricyan ein weiterer anionischer Bestandteil in dem Salz enthalten sein müsse. Die eingehende Untersuchung zeigte denn auch, daß ein Bleiferricyannitrat der Zusammensetzung



vorlag.

Analyse. 1. Blei. a) Abrauchen mit H_2SO_4 und Bestimmen als $PbSO_4$.
b) Fällten aus verdünnter, schwach essigsaurer Lösung als $PbCrO_4$.

2. Eisen. Abrauchen mit H_2SO_4 und im Filtrat vom $PbSO_4$ das Eisen als Hydroxyd gefällt resp. titrimetrisch bestimmt.

3. Ferricyan. Aus der Lösung das Blei als Sulfat gefällt und im Filtrat die Ferricyanwasserstoffsäure jodometrisch bestimmt²⁾.

¹⁾ Vergl. Ztschr. f. anorg. Chem. 60, 342 [1908].

²⁾ Erich Müller und Otto Diefenthäler, Ztschr. f. anorgan. Chem. Bd. 67, Heft 4.