

Badische Landesbibliothek Karlsruhe

Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe

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

Gottlob, Harry

1906

§8. Der Thermostat

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

a. Die Temperatur, bei der die Bestimmungen ausgeführt werden, muß bekannt sein und während der ganzen Dauer der Versuche konstant gehalten werden.

b. Der Apparat, in dem die Bestimmung erfolgt, muß so gewählt werden, daß das indifferente Meßgas möglichst vollständig mit dem Dampf der Flüssigkeit gesättigt in die Absorptions-Vorlage eintritt, d. h. daß sich beim Durchleiten ein vollständiges Gleichgewicht des Gases mit der Flüssigkeit herstellt.

c. Die Flüssigkeitsmenge muß so groß gewählt werden, daß der Durchgang des Gases auch bei hohen Konzentrationen keine merkliche Konzentrations-Änderung herbeiführt.

d. Es muß besonders darauf geachtet werden, daß der vom Meßgase mitgenommene Dampf auch vollständig und ohne Verluste beim Passieren der Verbindungsteile in die mit der Absorptionsflüssigkeit beschickte Vorlage gelangt.

e. Es muß dafür gesorgt werden, daß sowohl der vom Meßgase mitgenommene Dampf als auch das Meßgas selbst mit hinlänglicher Genauigkeit ihrem Volumen nach bestimmt werden können.

Diesen fünf Bedingungen wurde in der vorliegenden Arbeit in folgender Weise Rechnung getragen.

§ 8. Der Thermostat.

Die ganze Versuchsserie einschließlich der elektrischen Messungen, wurde in einem Thermostaten mit empfindlicher Thermoregulierung vorgenommen. Über die Einrichtung von Thermostaten mit empfindlicher Temperaturregulierung sehe man William C. Geer Journ. phys. Chemistry. VI (1902) 85 und Bradley and Browne ebenda 118.

Als Thermostaten-Gefäß wurde ein etwa 35 Liter fassender, innen und außen emaillierter Eisentopf verwandt. Das Gefäß ward in eine Holzkiste hineingestellt und ringsum möglichst fest mit Holzwolle umgeben. Diese einfache Isolation hat sich gut bewährt. Bei einer Temperatur-Differenz von mehr als 20^o C. zwischen der äußeren Umgebung und der Bad-Flüssigkeit fiel die Temperatur der letzteren bei unterbrochener Wärme-

zufuhr in einer Stunde kaum um 1^o, trotzdem der Apparat oben vollständig offen war.

Der Wärme-Ersatz erfolgt durch zwei in das Bad eintauchende Glühlampen besonderer Konstruktion, die mir von Herrn Dr. Berliner, Direktor der Glühlampen-Fabrik der A. E.-G. Berlin in liebenswürdiger Bereitwilligkeit zur Verfügung gestellt worden waren, für die ich Herrn Dr. Berliner an dieser Stelle meinen wärmsten Dank ausdrücken möchte. Die Lampen waren bedeutend größer, als die normalen 25 K.-Glühbirnen, besaßen einen starken Kohlefaden und waren an ihrem oberen Ende in lange Glas-Röhren ausgezogen, in denen die beiden Kontakt-Drähte bis über die Wasser-Oberfläche hochgeführt wurden. Sie brannten bei einer Spannung von 110 Volt mit einer Strom-Stärke von 0,92 Ampère, lieferten also pro Sek. eine Energie von 101 Watt.

Um die strahlende Wärme zu eliminieren, wurden sie mit schwarzem Eisenlack überzogen, der sich durch längere Zeit hindurch infolge der Abkühlung durch das Bad sehr gut auf der Glas-Oberfläche hielt.

Um eine kräftige und durchgehende Rührung zu erzielen, wurde ein Centrifugal-Rührer verwendet, der aus einem birnenförmigen Hohlgefäß bestand, das an seinem konischen Ende eine größere, an seinem größten Umfange fünf kleinere Öffnungen besaß. Es ergab sich durch passend gewählte Dimensionen des Rührers die Möglichkeit, in wenigen Minuten den ganzen Flüssigkeitsgehalt des Thermostaten durch den Rührer hindurchzusaugen, was zur Folge hatte, daß mit dem Beckmann-Thermometer angestellte Untersuchungen keinerlei Temperatur-Differenzen in verschiedenen Höhen und Lagen des Bades ergaben.

Der Antrieb des Rührers erfolgte durch einen kleinen elektrischen Motor.

Die übrige Einrichtung ist aus dem Schaltungsschema ersichtlich, zu dessen Erläuterung folgendes gesagt sei. Von dem doppelpoligen Ausschalter A, A' laufen drei (durch verschiedene Strich-Art verdeutlichte) Stromkreise aus. Der Heizstromkreis (einfache Linie), der Stromkreis des Thermoregulators (gestrichelte Linie) und der Motor-Stromkreis (strich-punktierte Linie). Beginnen wir mit dem Heizstromkreis. Er geht von der Klemme

A aus, läuft durch den Ausschalter a zu den beiden Heizlampen HL und HL', die parallel geschaltet sind, von da zum Relais R und zur Klemme A' zurück. Bei L'' sind drei normale 25 K.-Lampen derart im Nebenschluß zugeschaltet, daß im Falle der Unterbrechung des Haupt-Heizstromes durch das Relais, die Heizlampen im Thermostaten nicht ganz verlöschen, sondern durch diesen Nebenstromkreis betätigt, schwach weiterbrennen. Die von den beiden großen Lampen gelieferte Energie betrug, wie schon erwähnt, 202 Watt oder in Wärme umgerechnet 48,4 g. cal. pro Sek. Für 35 Liter Wasser ergibt dies eine Temperatursteigerung von $1,4 \cdot 10^{-3}$ Grad C. pro Sek.

Waren die im Nebenschluß zum Relais befindlichen Lampen eingeschaltet, so sank die den im Bade befindlichen Lampen sekundlich zugeführte Energie von 202 auf 114 Watt. Bei der sekundlichen Zufuhr von 114 Watt sank die Temperatur des Bades, während sie bei 202 Watt stieg. Aus- und Einschalten des Nebenschlusses wechselte in Perioden von etwa 2 Min. Die Schwankungen der Temperatur waren kleiner als $\pm 0,02^\circ$ C. War die Temperatur der Umgebung ziemlich hoch, wie in den Sommermonaten oder bei stark geheiztem Arbeitsraum, dann übertraf die Wärmezufuhr auch bei schwach brennenden Lampen die Wärme-Abgabe an die Umgebung. Für diesen Fall war der Ausschalter a''' eingefügt, durch den auch der Nebenstromkreis unterbrochen werden konnte.

Der zweite von der Klemme A ausgehende Stromkreis, des Thermoregulators, läuft wieder zuerst durch einen Ausschalter a', dann durch den Lampenwiderstand L zum Schiebewiderstand W, nach dessen Passierung er wieder zum Haupt-Ausschalter A' zurückkehrt. Im Nebenschluß dazu und an den beiden Enden des Widerstandes W angeschaltet liegt der eigentliche Stromkreis des Regulators. Von dem einen Ende von W ausgehend läuft er zuerst zum Relais R, dessen Elektromagneten er betätigt, von diesem zum Platin-Draht Pt des U-Rohres, im Falle der Berührung mit der Quecksilberkuppe zum zweiten Platin-Draht Pt' und zum anderen Ende von W zurück. Der Schiebewiderstand hat den Zweck, die Spannung in diesem Stromkreise bedeutend herabzumindern und dadurch den Öffnungs- und Schließungs-Funken zu verkleinern.

Als Regulator-Flüssigkeit wurde Chloroform verwendet, das schon Dolezalek seines hohen Ausdehnungs-Koeffizienten wegen mit Erfolg benutzt hatte. Das Chloroform befand sich in einer 2,5 m langen Spirale aus dünnem Messing, von 1,8 cm lichter Weite, die an einem Ende geschlossen, nicht wie bei den meisten früher beschriebenen Apparaten am Boden oder in einer bestimmten Höhe des Thermostaten-Gefäßes angebracht war, sondern in langen Zickzacklinien längs der Wandung hinlief und so mit allen Schichten des Bades in Berührung kam. Das zweite Ende ging oberhalb der Flüssigkeit in den Ansatzstutzen des U-Rohres über, das mit Einlauf-Trichter und Hahn versehen war. Der herausragende Teil des Messingrohres war durch einen übergeschobenen Gummischlauch gegen Temperatureinflüsse von außen geschützt.

Eine Schwierigkeit ergab sich beim Instandsetzen des Apparates noch dadurch, daß das Chloroform alle Verbindungsmittel zwischen dem Messingrohr und dem Ansatzstutzen (wie Gummischlauch, Gips, Wasserglas) durchdrang und nach kurzer Zeit das Quecksilber in dem Kontaktrohr nicht mehr zum Steigen kam. Diese Schwierigkeit wurde behoben, indem das Chloroform im letzten Teil der Röhre mit gesättigter Kochsalzlösung überschichtet ward. Es genügte nun, das Messingrohr in den Glas-Ansatz-Stutzen hineinzustecken und einen engen Gummischlauch über beide zu ziehen, um eine tadellos dichte Verbindung herzustellen.

Der Verlauf des Motor-Stromkreises ist aus der Zeichnung ohne weiteres zu ersehen.

Der ganze Apparat funktionierte nun in folgender Weise. Bei der Anheizung des Bades blieb der Hahn des U-Rohres geöffnet, bis die gewünschte Temperatur bis auf wenige Zehntel Grade erreicht war. Dann wurde er geschlossen und in dem offenen Schenkel stieg das Quecksilber bis zur Berührung mit dem Platindraht. Es erwies sich als praktisch, eine Überhöhung des Quecksilbers von 2 cm in diesem Schenkel zu erzielen, da dann die Kuppe leichter von der Spitze des Drahtes abriß und ein elektrischer Klopper erspart wurde. Im Momente der Berührung schloß sich der Regulatorstrom, der Heiz-Hauptstrom wurde durch den Elektromagneten des Relais unterbrochen, die

Heizlampen brannten mit verminderter Intensität, die Temperatur des Bades sank, bis durch die Kontraktion des Chloroforms der Kontakt zwischen Quecksilberkuppe und Platindraht abriß und das Spiel von neuem begann.

Es gelang anfangs, die Temperaturschwankungen auf $\pm 0,001^{\circ}$ C. zu beschränken, indem die Kapillare des U-Rohres ziemlich eng (0,6mm) genommen wurde. Leider war das verwendete Relais nicht allzuempfindlich, erforderte eine verhältnismäßig hohe Stromstärke zu seiner Betreibung und erzeugte dadurch einen größeren Kontaktfunken an der Quecksilberkuppe, dessen nachteilige Wirkungen sich bald fühlbar machten. Da es sich außerdem herausstellte, daß die Versuche vorliegender Arbeit im allgemeinen keine größere Temperaturkonstanz als $0,02^{\circ}$ verlangten, wurde eine Kapillare von 1,5 mm lichter Weite verwendet.

§ 9. Das Dampfdruckgefäß.

Die zweite der gestellten Forderungen verlangt, daß die Anordnung, mit Hilfe welcher die Bestimmungen des Partialdruckes ausgeführt werden, so gewählt werde, daß sich zwischen durchgeleitetem Gas und Flüssigkeit vollständiges Gleichgewicht herstellte. Um dieser Forderung gerecht zu werden, wurde der Apparat benutzt, dessen Einrichtung aus beigefügter Zeichnung II leicht ersichtlich ist.

Durch den Quecksilber-Verschluß Q tritt Stickstoff in den Apparat und gelangt zuerst in die Vorsättigungsflasche V, die so konstruiert ist, daß jede Glasblase einen sehr langen Weg zurücklegen muß, um die ganze Flüssigkeit zu durchdringen, indem sie längs der im Inneren angebrachten Glas-Spirale nach oben steigt. Diese Vorsättigungs-Flasche wurde zu dem Zwecke angebracht, damit das Meßgas schon möglichst gesättigt mit dem Dampfe der Flüssigkeit in das eigentliche Sättigungs-Rohr eintrat und so auch bei längerem Durchleiten die Konzentration in letzterem nicht mehr merklich änderte. Die Jodwasserstoffsäure in dieser Vorwaschflasche diente zugleich als Absorptionsmittel für Sauerstoffspuren die in dem durchgeleiteten Stickstoff etwa noch vorhanden waren, so daß in dem Sättigungsrohr selbst die Flüssigkeit farblos blieb.