

**Badische Landesbibliothek Karlsruhe**

**Digitale Sammlung der Badischen Landesbibliothek Karlsruhe**

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

**Stegmüller, Philipp**

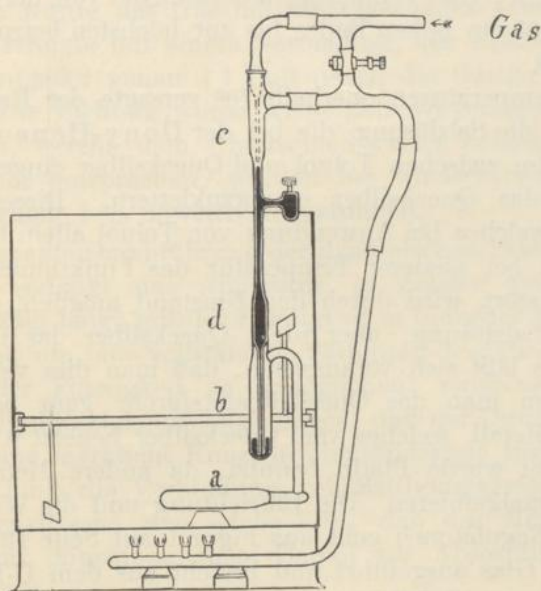
**1907**

4. Versuchsbedingungen

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

## 4. Versuchsbedingungen.

Die Messung dieser sehr geringen Dampfdrucke nahm bis zu 60 Stunden in Anspruch; es war deshalb eine Versuchsanordnung zu wählen, die es ermöglichte, innerhalb mehrerer Tage eine mindestens auf  $0,05^{\circ}$  konstante Temperatur zu erhalten. Dies wurde erreicht in einem Thermostaten, dessen Einrichtung aus untenstehender Skizze hervorgeht.



Figur 1.

Der Thermostatenkessel hatte eine quadratische Grundfläche von 50 qcm und eine Höhe von 65 cm; er wurde mit Wasser gefüllt, das zur Verhinderung der Verdampfung mit einer Ölschicht bedeckt war. Zum Durchrühren des Wassers zwecks gleichmäßiger Temperatur genügte ein einfacher Flügelrührer; er bestand aus zwei Armen, deren jeder ein Blech von ca. 10 qcm war. Diese Arme, an einer horizontalen Welle befestigt, wurden mit einer Geschwindigkeit von etwa 60 Touren pro Minute durch einen Elektromotor angetrieben. Der Thermostat wurde erhitzt durch vier kleine Gasbrenner. Die Regulierung der Heizflammen geschah

durch einen Thermoregulator nach Oktav Dony-Hénault<sup>1)</sup>. Zum Schutze vor Wärmeausstrahlung war der Thermostat mit Holzwolle und Asbest dicht umgeben. Diese einfache Isolation hat sich selbst bei hohen Temperaturen sehr gut bewährt.

Bei mehrtägiger Beobachtung ergaben sich selten Schwankungen, die  $\pm 0.02^{\circ}$  überstiegen. In der Mitte des Kessels war die Temperatur  $0.02^{\circ}$  höher als 2—4 cm von den Wänden entfernt. Die Temperaturunterschiede von der tiefsten Stelle des 65 cm hohen Bades bis zur höchsten betragen nur  $0.02—0.04^{\circ}$ .

Bei Temperaturen oberhalb  $70^{\circ}$  versagte der Regulator; es begann die Salzlösung, die bei der Dony-Hénaultschen Konstruktion zwischen Toluol und Quecksilber eingeschoben ist, über das Quecksilber emporzuklettern. Dieses Überkriechen, welches bei Anwendung von Toluol allein bekanntlich schon bei niedriger Temperatur das Funktionieren des Apparates stört, wird durch den Umstand möglich, daß Toluol und Salzlösung, aber nicht Quecksilber das Glas benetzen. Es läßt sich voraussehen, daß man dies vermeiden kann, wenn man das Quecksilbersteigrohr ganz oder teilweise aus Metall, welches vom Quecksilber benetzt wird, herstellt. Dazu wurde Platin benutzt, da andere Metalle sich zu stark amalgamieren. Die Einrichtung und die Wirkungsweise des Regulators<sup>2)</sup> geht aus Figur 1 auf Seite 13 hervor. Er ist aus Glas ausgeführt und besteht aus dem U-Rohre *a*, dem erweiterten Gefäß *b* und der Reguliervorrichtung *c*. Die Schenkel des U-Rohres sind ungefähr 28 cm lang und haben einen Durchmesser von 18 mm. In das erweiterte Gefäß *b* hineinragt die am Rohr *d* angeschmolzene Platinkapillare, welche unter dem Quecksilberspiegel mündet. Der Regulator steht mittels kleiner Korkfüße auf dem Boden des Thermostaten.

Als Regulatorflüssigkeit konnte oberhalb  $70^{\circ}$  Xylol mit Erfolg benutzt werden.

Wenn der Apparat frisch gefüllt ist, dauert es bei  $80^{\circ}$  ca. 24 Stunden, bis alles Xylol, das beim Einfüllen an der

<sup>1)</sup> Zeitschr. für Elektrochemie 11, 3 [1905].

<sup>2)</sup> Prinzip und Ausführung der Konstruktion stammt von dem Glasbläser Hrn. Lohr hier.

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