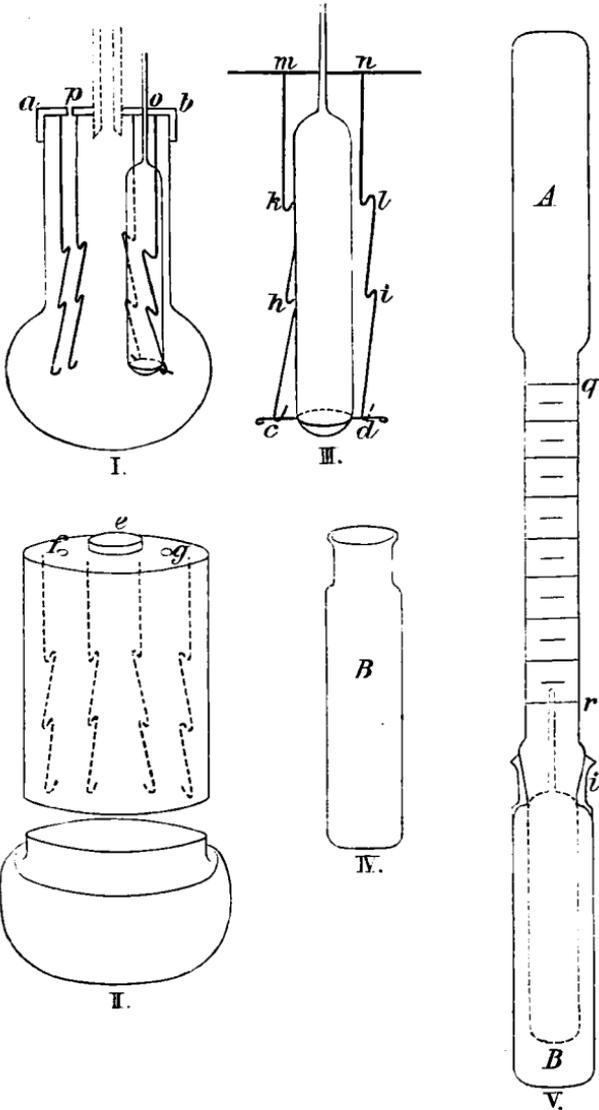


406. C. Schall: Ueber eine Abänderung des Petterson- und Ekstrand'schen vereinfachten Verfahrens der Dampfdichtebestimmung nach Dumas.

(Eingegangen am 18. Juli: mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Die üblichen Dampfdichtebestimmungsmethoden erweisen sich im Allgemeinen als recht unbequem, wenn es gilt, schnell und genau eine Reihe von Bestimmungen hinter einander auszuführen. Für letzteren Zweck schien mir die von Petterson und Ekstrand ersonnene und beschriebene Modification des Verfahrens nach Dumas (diese Berichte XIII, 1191) die passendste zu sein. Indem ich mich derselben vor Kurzem bediente, brachte mich das Streben nach möglicher Bequemlichkeit, Schnelligkeit und Genauigkeit in der Ausführung der Methode auf einige kleine Abänderungen. Dieselben erwiesen sich als vortheilhaft, sind meines Wissens, wohl den allgemeinen Principien nach, auf denen sie beruhen, nicht aber betreffs der speciellen Anwendung, die ich jenen Principien gegeben, bekannt und mögen daher nachfolgend veröffentlicht werden. Die Ausführung des von mir innegehaltenen Verfahrens verläuft folgendermaassen. Zunächst werden die schon von Petterson und Ekstrand beschriebenen Fläschchen mit capillarem Hals (die man sich leicht aus Reagenröhren darstellen kann und die mit 4—5 ccm noch genügend Inhalt besitzen), nachdem sie mit Substanz gefüllt, in ein Dampfbad gebracht, dessen Temperatur entsprechend hoch über dem Kochpunkt der zu untersuchenden Substanz liegt. Fig. I und II der Zeichnung stellen die beiden von mir benutzten Dampfäder oder Erhitzungsapparate vor. Der über I dargestellte Glasballon mit eben geschliffenem Rand ist mit aufgelegter Metallplatte versehen, welche eine weitere Oeffnung für ein Kühlrohr und sehr enge für die Capillarhalse der Flaschen besitzt. Anstatt des Glaskolbens kann man bequem einen Kupferkessel (25 cm hoch, Fig. II) anwenden, und dient das längere Oscilliren eines Flüssigkeitsfadens um eine bestimmte Stelle innerhalb des über den Kesseldeckel hinausragenden Capillarenantheils als Kriterium, dass keine Flüssigkeit mehr in den erhitzten Fläschchen ist. Die Kupferdrahringe zum Tragen der Fläschchen innerhalb des Erhitzungsapparates lassen sich auf einfache Weise verstellen (siehe Fig. III). Petterson und Ekstrand wenden ebenfalls einen Glasballon als Dampfbad an, bedecken denselben aber erst beim Zuschmelzen der Flaschencapillarhalse mit einer durchlochten Platte. Sind die Fläschchen im Dampfbad genügend erhitzt, so schmilzt man sie vermittelst einer kleinen Flamme zu, wobei natürlich vorher aus dem capillaren Hals der Flüssigkeitsfaden durch dieselbe kleine Flamme vorsichtig entfernt wird. Die zugschmolzenen, wenn nöthig gut gereinigten und getrockneten Fläschchen

kommen dann in den Apparat (Fig. V), ein sogenanntes Volumometer. Der untere Theil desselben (in der Zeichnung der obere) *A* ist genau bis zum Theilstrich *q* mit reinem, trockenem Quecksilber (man kann



auch eine durchsichtige Flüssigkeit anwenden) gefüllt. Der obere Theil *B* (in der Zeichnung der untere) ist abnehmbar, da er bei *i* aufgeschliffen ist. Fig. IV stellt ihn besonders dar. Man bringt das

mit Dampf gefüllte, zugeschmolzene Fläschchen in *B* so hinein, wie es auf Fig. V zu ersehen, welche letztere Zeichnung den Moment vorstellt, wo man das mit dem Fläschchen gefüllte Gefäss *B* wieder bei *i* auf den übrigen Theil des Volumometers aufgesetzt und das letztere langsam umgedreht hat, so dass das in *A* befindliche Quecksilber nach *B* fliesst. Die Höhe des Quecksilberstandes über *r* (Fig. V) giebt dann, vermittelt der Graduirung *q—r*, in bekannter Weise direct das Volumen des Fläschchens an. Das so erhaltene Volum wird notirt und das Fläschchen alsdann gewogen.

Um das Gewicht des mit Dampf erfüllten und verschlossenen Fläschchens im luftleeren Raum zu erfahren, und zwar mit hinreichender Genauigkeit, ist es nur nothwendig, das specifische Gewicht der angewandten Gewichtsstücke zu wissen. Die Annahme von 8,0845 für Messing und 21.279 für Platin genügt vollkommen. Kennt man Zimmertemperatur und Barometerstand, so sind alle Daten zu der bekannten Berechnung des Gewichts im luftleeren Raume gegeben, welche für die vorliegende Dampfdichtebestimmung, betreffs deren Genauigkeit, ausreichen. Nachdem die Gewichte der Fläschchen im luftleeren Raum bestimmt, müssen dieselben an zwei Stellen geöffnet werden, ohne dass das Volumen des Glases sich merklich verändert. Man begeht keinen zu grossen Fehler, wenn man die äusserste Spitze des Capillarhalses absprengt und vermittelt der Löthrohrflamme oder des Gebläses den Fläschchenboden an irgend einer Stelle ein wenig aufbläst. Es geht, wie leicht einzusehen, auch ohne Absprengen. Die geöffneten Fläschchen werden entleert, gereinigt, getrocknet, wieder gewogen und das Volumen des Glases ebenfalls im Volumometer bestimmt. Kennen wir noch den Ausdehnungscoefficienten des Glases und die Temperatur des Erhitzungsapparates (durch ein in die Kühlröhre des letzteren hineingehängtes Thermometer), so sind alle Daten zur Berechnung der Dampfdichte gegeben. Zur Ausführung einer einzigen braucht man etwa 20 Minuten und ausser dem Wägezimmer nicht mehr Raum als ihn eine kleine Ecke des Laboratoriumtisches gewährt, in welcher die Apparate zum steten Gebrauch, das Dampfbad schon mit Fläschchen gefüllt, bereit stehen. Da für den Chemiker schnelle Ausführung der Dampfdichte, mit unter Umständen grosser Genauigkeit, das zweckentsprechendste, so ist die einfache, aber etwas umständliche Berechnung kein Nachtheil der Methode. Für dieselbe zum Schluss zwei Beispiele.

I. Aethylacetat.

Theoretische Dichte = $3.04 \left(\frac{m}{d} = 28.87, C = 11.97, O = 15.96 \right)$.

Barometerstand = 720 mm. Temperatur des Dampfbades = 100° C.,
des Zimmers = 18.5° C.

$$1 \text{ ccm Luft bei } 18.5^{\circ} \text{ und } 720 \text{ mm} = \frac{720 \cdot 0.0012927}{760 (1 + 0.00366 \cdot 18.5)} = 0.001147 \text{ g.}$$

Volum des Fläschchens = 5.98 ccm. Gewicht desselben 1,945 g.

Volum der Gewichte

$$1 \times 0.1237 = 0.1237$$

$$0.945 \times 0.047 = 0.0444$$

$$= 0.1681 \text{ »}$$

+ Volum der verdrängten

$$\text{Luft} \dots\dots = 0.8119 \text{ ccm} \times 0.001147 \text{ g} \dots\dots 0.0066 \text{ »}$$

Gewicht des Fläschchens + Dampf im luftleeren Raum 1.9516 g.

Volum des Glases des Fläschchens

$$= 0.9 \text{ ccm. Gewicht des leeren}$$

$$\text{Fläschchens} = 1.936 \text{ g}$$

Volum der Gewichte

$$1 \times 0.1237 = 0.1237$$

$$0.936 \times 0.047 = 0.0439$$

$$= 0.168 \text{ »}$$

$$+ \text{Volum der Luft} \dots = 0.732 \text{ ccm} \times 0.001147 \text{ g} = 0.0008 \text{ »}$$

$$- \text{Gewicht des Glases des Fläschchens im luftleeren Raum} = 1.9368 \text{ »}$$

$$\text{Volum des Dampfes } (5.98 \text{ ccm} - 0.9 \text{ ccm}) = 5.08 \text{ ccm} \dots = 0.0148 \text{ g.}$$

Aus alle diesem ergibt sich

$$D = \frac{0.0148 (1 + 0.00366 \cdot 100)}{0.0012927 \times 5.08 (1 + 0.000026 \cdot 100)} = 3.07 \text{ als gefundene}$$

Dampfdichte.

II. Tetrachlorkohlenstoff.

Theoretische Dichte = 5.33.

Barometerstand, Zimmertemperatur und die des Dampfbades wie bei I.

$$\text{Volum des Fläschchens} \dots = 4.55 \text{ ccm. Gewicht} \dots 2.3420 \text{ g.}$$

$$- \text{Volum der Gewichte} \dots = 0.263 \text{ »}$$

$$+ \text{Volum der Luft} \dots\dots = 4.287 \text{ ccm} \times 0.001147 \dots 0.0049 \text{ »}$$

$$\text{Gewicht von Dampf und Fläschchen im luftleeren Raum } 2.3469 \text{ g.}$$

$$\text{Volum des Glases} \dots 1.05 \text{ ccm} \dots\dots = 2.328 \text{ g}$$

$$- \text{Volum der Gewichte} \dots 0.263 \text{ »}$$

$$\text{Volum d. verdrängt. Luft } 0.787 \text{ ccm} \times 0.001147 = 0.001 \text{ »}$$

$$- \text{Gewicht des Glases im luftleeren Raum} \dots\dots\dots 2.3290 \text{ »}$$

$$\text{Volum des Dampfes } 4.55 \text{ ccm} - 1.05 \text{ ccm} = 3.50 \text{ ccm wiegt } 0.0179 \text{ g.}$$

$$D = \frac{0.0179 (1 + 0.00366 \cdot 100)}{0.0012927 \times 3.50 (1 + 0.000026 \cdot 100)} = 5.38 \text{ als gefundene}$$

Dampfdichte.