
GEBRAUCHSANLEITUNG

Mechrolab

DAMPDRUCK - OSMOMETER

Modell 301A

KIPP & ZONEN

DELFT-HOLLAND

Das komplette Gerät besteht aus zwei Hauptteilen:

A Meßeinheit

B Regeleinheit

Mit den beiden Handgriffen kann das Oberteil 2 der Meßeinheit A abgehoben und die Meßkammer geöffnet werden. Fremdkörper, die evtl. während des Transportes hineingekommen sind, müssen entfernt werden. Die beiden Metallflächen sind evtl. zu reinigen, so daß nach Schließen der Meßkammer ein guter Wärmeaustausch erreicht wird. Das Beobachtungsrohr 3 ist in die Öffnung an der linken Seite der Meßeinheit kräftig und so weit wie möglich einzuschieben, damit während der Messung kein Luftzug auftreten kann. Das Heizungskabel 4 wird angeschlossen. Der Thermostat 5 soll in die Öffnung neben dem Heizungseingang eingesetzt und mittels der kleinen Sechskantschraube im Kragen der Öffnung fixiert werden. (Ein Spezialschlüssel ist mitgeliefert worden.) Nun ist das Thermostatkabel anzuschließen. Das Osmometer wird mittels Schukostecker mit dem Lichtnetz verbunden. Das Einsetzen der Thermistorsonde 6 muß sehr vorsichtig geschehen, da die Thermistoren aus kleinen Kügelchen (1 mm) bestehen, die auf dünnem Draht (0,1 mm) montiert sind. Es gibt zwei verschiedene Thermistorsonden, eine für organische Lösungen und eine für wässrige Lösungen. Letztere darf auf keinen Fall für organische Lösungen verwendet werden, da sonst die Isolation beschädigt wird. Vor dem Einsetzen der Sonde muß das Plastikschutzrohr entfernt werden. Es ist darauf zu achten, daß die Thermistoren nicht berührt werden. Dann wird die Sonde senkrecht so in die mittlere Öffnung eingesetzt, daß der seitliche kleine Stift in die Nute gleitet. Wenn die Sonde bis ganz unten eingeschoben ist, soll sie mit der, im Kragen der Öffnung befindlichen, Sechskantschraube fixiert werden. Nun erfolgt der Anschluß des Sondenkabels.

Damit keine Zeit zum Anheizen verloren geht, jetzt Thermostat einschalten. (Schalter 8 nach oben, Kontrollampe 9 brennt.)

Die Spritzen werden wie folgt zusammengesetzt:

Die mitgelieferten Federn werden über die Kolben geschoben, so daß der grössere Durchmesser der Spiralfeder nach Zusammenfügen der beiden Spritzenteile am Zylinderflansch anliegt. Die Spritze wird nun mit dem Flansch in den, an der unteren Seite des mitgelieferten Halters befindlichen, Schlitz eingeklemmt. Die Stellschraube im Halter ist vorher so einzustellen, daß sie das Einlegen der Spritze nicht behindert. Die Kanülen werden aufgesetzt und die nun fertigen Spritzen 7 in die Öffnung eingesetzt, wobei die kleinen Nocken am Halter nach außen zeigen.

ACHTUNG : Soll die Thermistorsonde herausgenommen werden, sind die Spritzen zu entfernen, da sonst Schäden an den Thermistoren entstehen können.

MESSPRINZIP

Eine Lösung hat immer einen niedrigeren Dampfdruck als das dazu gehörige reine Lösungsmittel. Die Thermistorsonde befindet sich in einer mit Lösungsmitteldampf gesättigten Kammer.* Die Sonde hat 2 Thermistoren. An einem Thermistor hängt ein Tropfen Lösungsmittel, an dem anderen ein Tropfen Lösung. Da eine Dampfdruckdifferenz zwischen den beiden Tropfen besteht, gibt es an dem Tropfen der Lösung eine Kondensation. Diese Kondensation verursacht zwischen den beiden Tropfen eine Temperaturdifferenz, die proportional der Lösungskonzentration bzw. der Erniedrigung des Dampfdrucks ist. Da die Temperaturänderung ausschließlich abhängig ist von der Zahl der gelösten Moleküle, nicht aber von ihrer chemischen Charakteristik, kann das Gerät mit einer Konzentrationsreihe eines bekannten gelösten Stoffes geeicht werden. Konzentrationen von unbekanntem Stoffen, gelöst in demselben Lösungsmittel, können dann direkt von einer Eichkurve abgelesen werden. Konzentrationen zwischen 0,005 und 0,1 Molar sind optimal; z.B. eine 0,01 M Lösung von einem Stoff in

Benzol wird eine Temperaturdifferenz zwischen den beiden Tropfen von ca. $0,016^{\circ}\text{C}$ geben. Das Modell 301 A wurde so entwickelt, daß eine Temperaturdifferenz von $0,0001^{\circ}\text{C}$ genau gemessen werden kann, so daß bei dieser Konzentration eine große Präzision erreicht wird. Die Empfindlichkeit wird bei verschiedenen Lösungsmitteln etwas variieren und ist hauptsächlich abhängig von der Verdampfungswärme. Benzol, Toluol und Tetrachlorkohlenstoff sind ausgezeichnete Lösungsmittel. Wenn die Möglichkeit besteht, verschiedene Lösungsmittel zu verwenden, so nimmt man am besten dasjenige mit der niedrigsten Verdampfungswärme, da dann die größte Empfindlichkeit erreicht wird. Im allgemeinen sollte das Verhältnis vom Dampfdruck des Lösungsmittels zu dem des gelösten Stoffes mit der gewünschten prozentualen Genauigkeit übereinstimmen; z.B. wenn man mit Benzol bei einer Temperatur arbeitet, wobei der Dampfdruck 100 mm beträgt, sollte für eine Genauigkeit von 1 % der Dampfdruck des aufgelösten Stoffes etwa 1 mm sein. Für eine Genauigkeit von 5 %, etwa 5 mm. Die Genauigkeit der Messung einer gelösten Substanz ist vom Dampfdruck des Lösungsmittels und von der Meßtemperatur abhängig. Das Gerät ist nur geeignet für Bestimmungen von Substanzen mit niedrigem Dampfdruck.

BEDEUTUNG DER KNÖPFE

Schalter "Thermostat" (8) Mit diesem Schalter wird die Heizung eingeschaltet, wobei gleichzeitig die Thermostatlampe (9) aufleuchtet. Nach 2-3 Stunden hat das Gerät praktisch eine konstante Temperatur; der Thermostat schaltet sich mit dem Kontrolllämpchen ein und aus.

Schalter "Null-Detector" (10) Der Schalter dient zum Einschalten des Röhrenvoltmeters. Kontrolllämpchen (11) brennt.

Schalter "Zero" (12) Durch Eindrücken des Knopfes kann der Nullpunkt des Röhrenvoltmeters jederzeit kontrolliert werden.

Knopf "Zero" (13) Dieser Knopf dient zur Einstellung des Nullpunktes des Röhrenvoltmeters.

Schalter "Bridge on-off" (14) In Stand "on" ist der Strom der Wheatstone'schen Brücke eingeschaltet.

Schalter "bridge T- Δ T" (15) Stand T wird zur Temperaturkontrolle der Meßkammer benutzt. In Stand Δ T werden die Messungen durchgeführt.

Knopf "T" (16) Wenn Schalter "bridge T- Δ T" (15) auf T steht, kann man mit diesem Knopf das Meßinstrument ungefähr auf Null bringen, so daß man die Temperaturänderungen mit dem Zeiger des Meßinstrumentes verfolgen kann.

Knopf "balance" (17)

Dieser Knopf dient zur Nullpunkt-einstellung der Wheatstone'schen Brücke.

Knopf " Δ T-read" (18)

Mit diesem Knopf wird während der Messung das Meßinstrument auf Null gebracht; die Zahlen auf den Ringen werden abgelesen.

BEDIENUNG

1. Falls noch nicht erfolgt, wird die Heizung mit Thermostatschalter 8 eingeschaltet. Das rote Lämpchen leuchtet auf und bleibt kontinuierlich brennen bis die Temperatur, wie auf dem Thermostat angegeben, erreicht ist. Diese Aufheizung dauert ca. 3 Stunden. Die Heizung ist so konstruiert, daß sie dauernd eingeschaltet bleiben kann, wodurch Verzögerungen vermieden werden. Wird die Kammer für kurze Zeit geöffnet, so dauert es 30-40 Minuten, bis die Temperaturstabilisation wieder erreicht ist. Wenn nur die Spritzen ausgewechselt werden, gibt es keine Wartezeit.
2. Mit Hilfe des Schalters 10 wird das Röhrenvoltmeter eingeschaltet. 30 Minuten aufheizen lassen.
3. Wheatstone'sche Brücke einschalten. (Schalter "brdige" 14 auf "on".)
4. Schalter "zero" 12 eindrücken und gleichzeitig mit Knopf "zero" 13 Instrument auf Null bringen.
5. Schalter T- Δ T 15 auf T stellen und Instrument mit Knopf T 16 auf Null einstellen. Da die Empfindlichkeit für diesen Zweck sehr groß ist, braucht man das Instrument nicht genau auf Null einzustellen. Wenn der Zeiger eine konstante Drift nach rechts zeigt, ist die Meßkammer noch nicht genügend aufgeheizt. Ist die Meßtemperatur erreicht, so schwingt der Zeiger während einer Heizperiode hin und her.
6. Nach Umlegen des Schalters T- Δ T 15 auf Δ T kann die Messung beginnen.

EICHUNG UND MESSUNG

Vorbereitung:

Das Instrument muß für jedes Lösungsmittel mit bekannten Substanzen, im gleichen Lösungsmittel, geeicht werden. Benzil ist eine gute Eichsubstanz für die meisten organischen Lösungen, Dextrose oder NaCl für wässrige Lösungen.

- 1) Man stellt den Dampfdocht in das Becherglas hinein (siehe Abbildung in der Packung) und füllt das Glas mit dem Lösungsmittel bis zur Unterkante des Ausschnittes im inneren Dampfdocht (beim Wechseln des Lösungsmittels Dampfdocht erneuern).
- 2) Entferne den oberen Teil 2 der Meßeinheit A und stelle das Becherglas so in die Vertiefung des unteren Teiles 1, daß die Löcher des Dampfdochtes nach dem Schließen der Kammer in einer Linie mit dem Beobachtungsrohr 3 stehen. Darauf achten, daß die beiden Metallflächen sauber sind.
- 3) Im allgemeinen geben 6 Werte von 0,01 bis 0,1 M eine gute Eichkurve. Alle Spritzen mit Lösungsmittel gut säubern. Die Spritzen, die nachher in die Löcher 5 und 6 kommen, mit Lösungsmittel und die Spritzen für die Löcher 1 - 4 mit der Eichlösung füllen. Da für eine Messung 4 Tropfen benötigt werden, braucht man also sehr wenig Lösung: 0,1 ml reicht schon für eine Doppelbestimmung. Arbeitet man mit sehr verdünnter Lösung, so ist es vorteilhaft, die Spritzen 1 - 4 mit dieser Lösung vorher durchzuspülen.
- 4) Die Spritzen werden so in die Öffnungen der Meßkammer eingesetzt (7), daß der Stift auf dem Halter nach außen zeigt. Jetzt beobachtet man die Thermistoren im Spiegel 3 und senkt die Spritze 5 durch Drehung des ganzen Halters nach rechts. Die Spitze der Kanüle muß sich jetzt unmittelbar über dem hinteren Vergleichsthermistor befinden. Man dreht nun die Schraube des Halters nach rechts, so daß man den Thermistor mit mindestens 3 Tropfen Lösungsmittel

abspült. Danach wird ein Tropfen an das Kügelchen gehängt. Der Tropfen muß den ganzen Thermistor umhüllen und darf nicht zu groß sein. Die Spritze wird mittels Drehung des Halters nach links wieder gehoben.

- 5) Punkt 4 wird jetzt mit Spritze 6 wiederholt. Ein kleiner Unterschied in der Tropfengröße wird die Messung nicht beeinflussen.
- 6) Wiederhole die Punkte 4 - 5 aus der Bedienung und stelle alle Ringe des Knopfes \triangle T-read auf Null.
- 7) Der Zeiger des Meßinstrumentes wird so lange mit dem Knopf "balance" 17 auf Null gebracht bis er stehen bleibt. Um einen guten Nullpunkt zu gewährleisten, wird mit einem 2. Tropfen aus Spritze 6 nochmals eingestellt.
- 8) Man senkt jetzt Spritze 1, spült den Thermistor mit 3 - 4 Tropfen Lösung ab und hängt einen Tropfen an das Kügelchen.
- 9) Drücke die Stoppuhr ein.
- 10) Mit Hilfe des Knopfes \triangle T-Read 18 wird der Zeiger wieder auf Null gebracht und während 5 Minuten die Einstellung des Knopfes jede Minute abgelesen. Nach mehreren dieser Messungen kann eine bestimmte Ablesezeit für die Messungen gewählt werden. Im allgemeinen wird die kürzeste Ablesezeit, wobei der Zeiger nur noch wenig Drift hat, benutzt.

Meßvorgang:

- 1) Erneuere den Lösungsmitteltröpfen mit Spritze 5.
- 2) Spüle mit Spritze 6 den vorderen Thermistor mit 3 - 4 Tropfen ab und hänge einen neuen Tropfen an.
- 3) Stelle den Nullpunkt mit Knopf "balance" 17 nötigenfalls wieder auf Null (Knopf Δ T-Read muß auf Null stehen).
- 4) Spüle mit Spritze 1 bzw. 2, 3 oder 4 den Thermistor ab und hänge einen neuen Tropfen an.
- 5) Drücke Stoppuhr ein.
- 6) Stelle mit Hilfe des Knopfes Δ T-Read 18 das Meßinstrument auf Null. Lese nach der gewählten Zeit den Wert des Knopfes Δ T-Read ab.

Bei weiteren Messungen immer wieder obengenannte 6 Punkte wiederholen. Ab und zu Nullpunkt des Meßinstrumentes mit Schalter "zero" 12 kontrollieren und eventuell mit Knopf "zero" 13 nachregeln.

Auswertung:

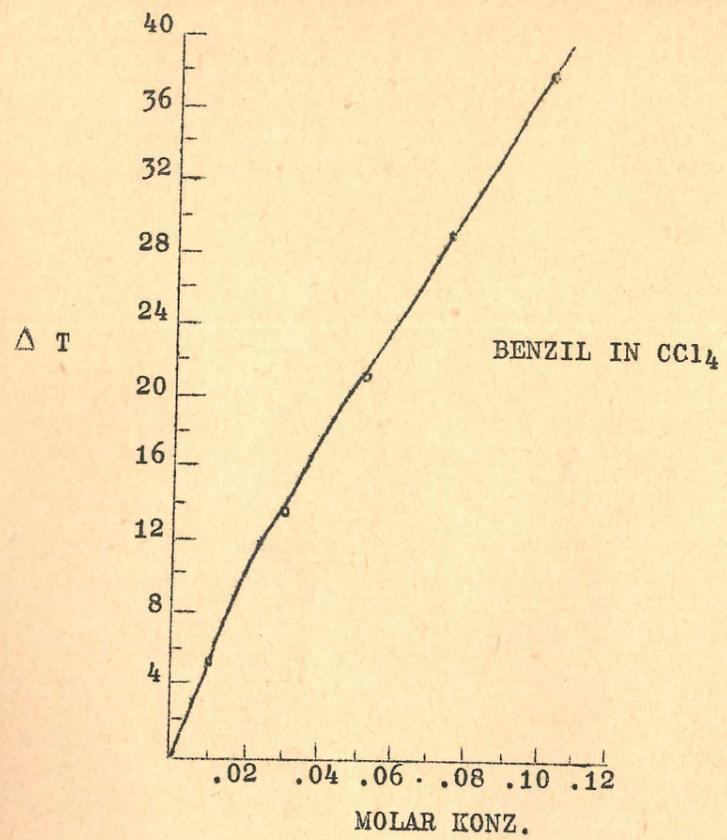
Die Eichungsergebnisse können auf verschiedene Arten eingetragen werden (siehe Abbildung 3). Am einfachsten ist es Δ T gegen K auszusetzen, so daß die unbekanntes Molarkonzentrationen K gleich auf der Kurve abgelesen werden können. Für größere Genauigkeit setzt man $\frac{\Delta T}{K}$ gegen Δ T aus. Man kann dann einfach die Molarkonstante ablesen und das Mol-Gewicht bis 1 % oder besser berechnen. Die Form der oben stehenden Kurven ist abhängig vom Lösungsmittel und von der Ablesezeit.

Δ T gegen K ist meistens eine Gerade oder eine Kurve mit sehr langsam abnehmender Steigung. $\frac{\Delta T}{K}$ gegen Δ T kann eine Gerade sein oder eine Kurve mit allmählich geringerem

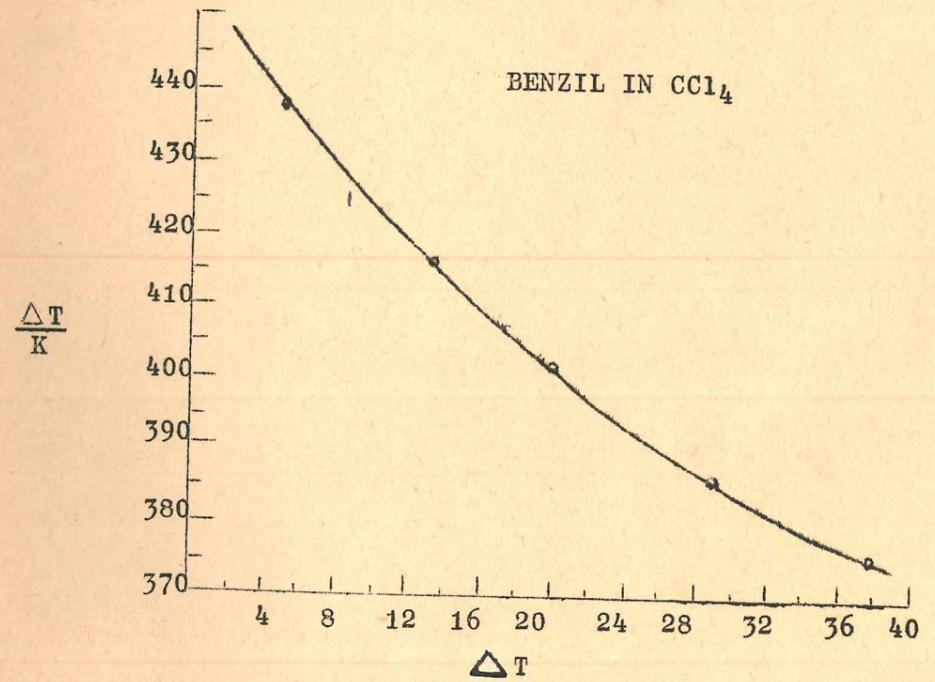
Abfall. Man kann die Kurve eintragen in Molar, Molal oder Mol-Fraktion-Thermen, abhängig von den gestellten Problemen. Für eine detaillierte Beschreibung der angewandten Berechnungen verweisen wir auf "Average Molecular Weights" von Bonnar u.a.

WICHTIGE HINWEISE

- I Für genaue Bestimmungen ist es wichtig, daß das Lösungsmittel im Becherglas und in den Spritzen 5 und 6 aus derselben Flasche kommt wie das für das Auflösen der Substanzen verwandte Lösungsmittel.
- II Es empfiehlt sich, mehrere Bestimmungen von einer Konzentration zu machen und daraus die Mittelwerte zu berechnen.
- III Nachdem die Spritzen mit Lösung oder Lösungsmittel eingesteckt wurden, muß man 4 - 5 Minuten warten bis sie temperiert sind.
- IV Da die Tropfen in das Becherglas fallen, wird der Flüssigkeitsspiegel steigen. Sobald dies durch das Beobachtungsrohr zu sehen ist, muß etwas ausgeschüttet werden oder das ganze Lösungsmittel erneuert werden.
- V Beim Wechsel des Lösungsmittels muß die ganze Meßkammer geöffnet und mit Luft durchgeblasen werden.
- VI Ultramikrospritzen müssen in die speziellen Halter eingeklemmt werden.



Eichkurve für Tetrachlorkohlenstoff (ΔT gegen K)



Eichkurve für Tetrachlorkohlenstoff ($\Delta T/K$ gegen ΔT)

Abbildung 3

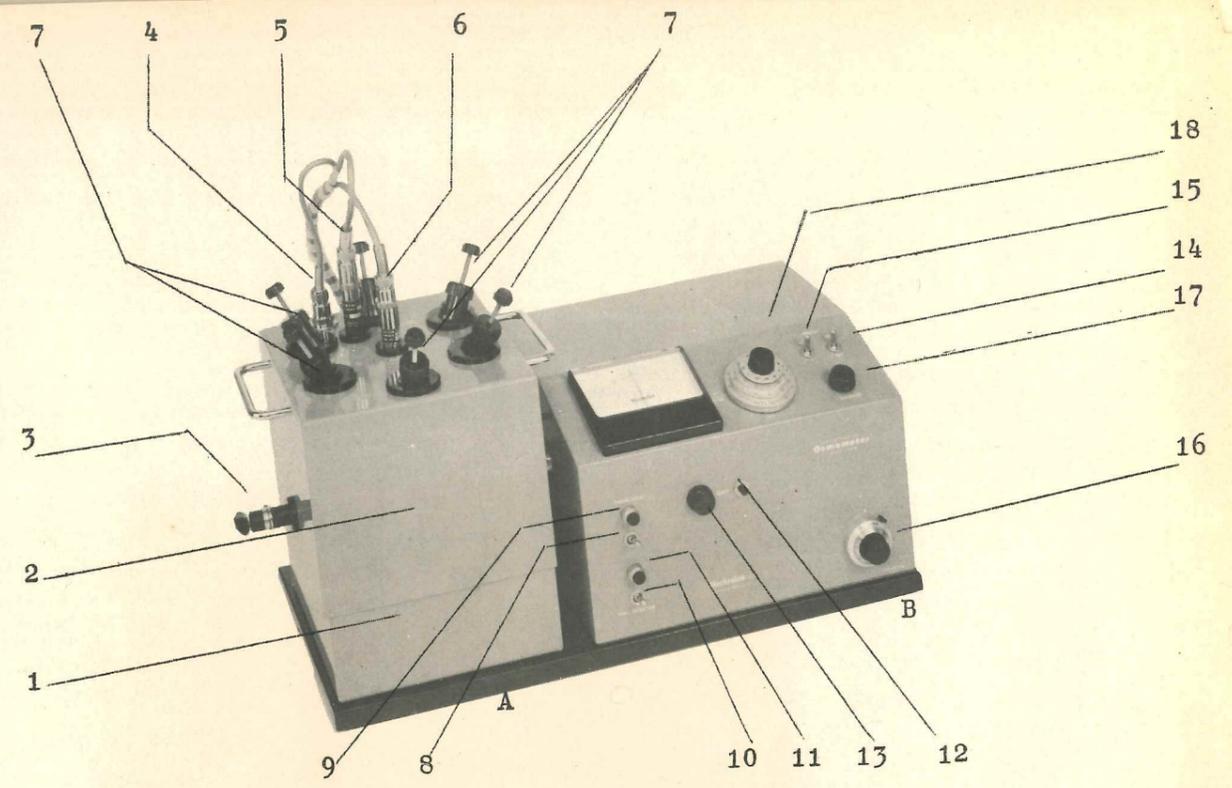


Figure 1.

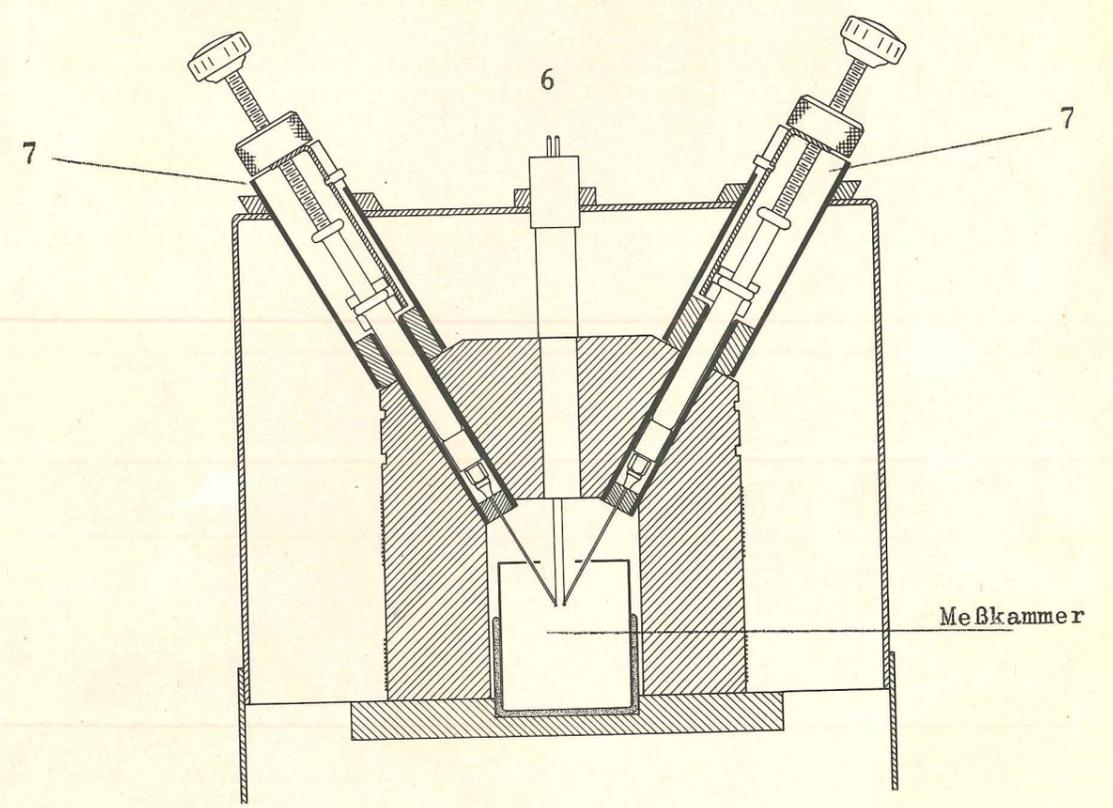


Figure 2.