

**CL 6035**

**GERAET ZUR UNTERSUCHUNG DES KRITISCHEN PUNKTES**

CONATEX - DIDACTIC Lehrmittel GmbH  
D - 66514 Neunkirchen - Postfach 1407  
D - 66539 Neunkirchen - Rombachstraße 65

Telefon: 06821-4346  
Telefax: 06821-4411  
Telex: 444851 codid

## Änderung der Bedienungsanleitung

Alle Geräte, die nach dem 01.05.1979 ausgeliefert werden, sind wie folgt geändert:

1. Die Geräte werden wie bisher demontiert geliefert, jedoch ist bereits Quecksilber eingefüllt. Vor Montage des Glasrohrs muß nur die runde Abdeckscheibe mit 3 Imbusschrauben und der darunter liegende Gummistopfen entfernt werden.
2. Alle Geräte werden mit einem Anschlußventil geliefert, das auf Laborgasflaschen der Firma Messer-Griesheim paßt. Diese Flaschen sind preiswerter als die bisherigen und schneller lieferbar. Dieses Anschlußventil kann auch nachträglich in ältere Geräte eingebaut werden.

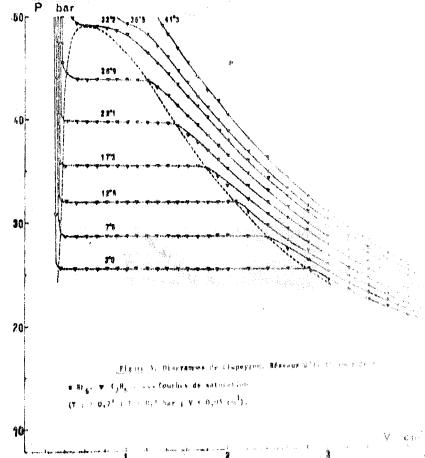
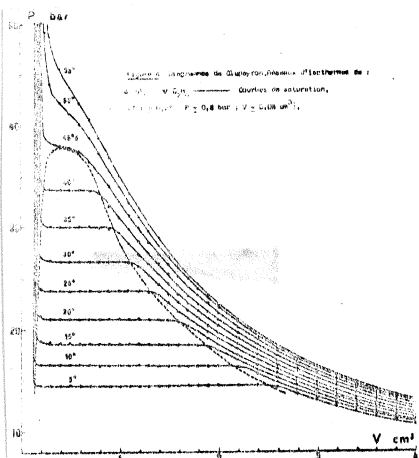
### Wichtiger Hinweis:

Wenn bei den Geräten zur Untersuchung des kritischen Punktes Gas eingefüllt wird und Quecksilber im Glasrohr steht, besteht die Gefahr, daß beim Öffnen der beiden Eckventile Quecksilber austritt. Wir empfehlen Ihnen daher, besonders bei Praktikumsversuchen mit Schülern und Studenten, die Handräder der Eckventile abzuschrauben. Dazu ist jedem Gerät ein besonderer Imbusschlüssel beigelegt.

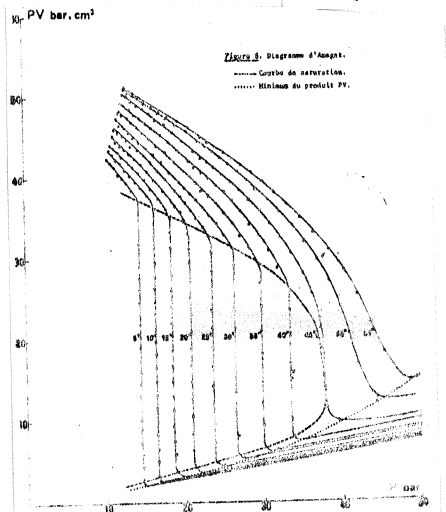
Dieses Gerät ist zur Untersuchung der Kompressibilität und der Verflüssigung eines Gases bestimmt. Es ermöglicht, den kritischen Punkt und die kritische Temperatur zu erreichen.

In Praktika kann man ein Isothermennetz im Clapeyron-Diagramm aufnehmen.

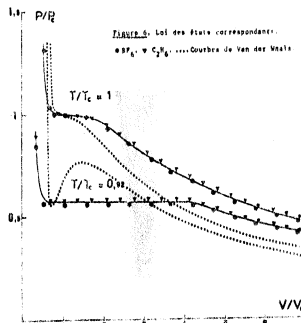
Mit der Projektionseinrichtung EU 996 läßt sich einem größeren Auditorium die Verflüssigung des Gases sichtbar machen. Man verfolgt die Veränderung der Volumina von Flüssigkeit und Gas im Laufe der Kompression und kann die Opaleszenz des Gasflüssigkeitgemisches oberhalb des kritischen Punktes beobachten.

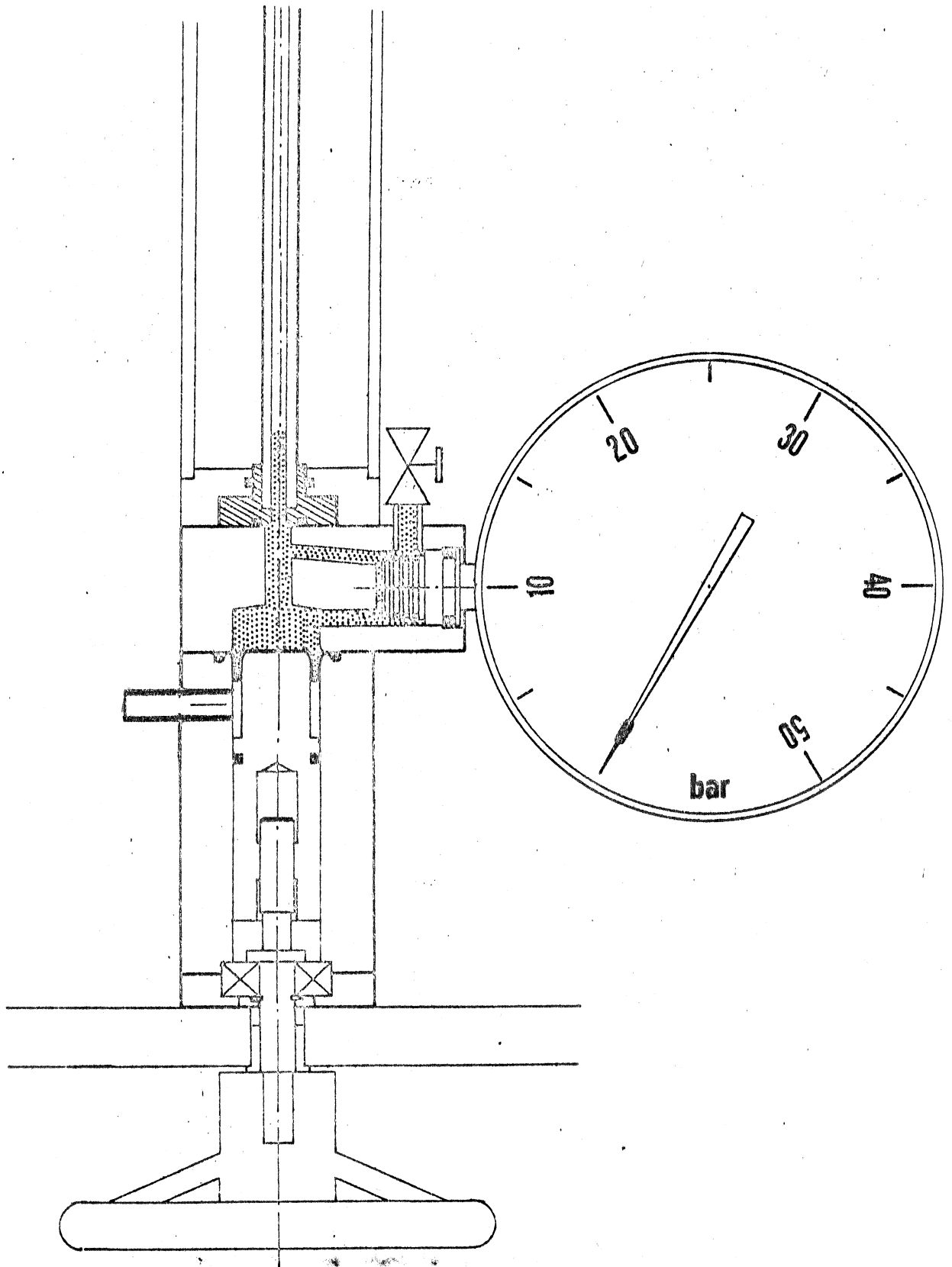


Clapeyron-Diagramme



Amagat-Diagramm





## BESCHREIBUNG DES GERÄTES

In einem dicken und widerstandsfähigen Glasrohr, das mit einer Skaleneinteilung versehen ist, wird das zu untersuchende Medium komprimiert. Dieses Glasrohr ist auf einer Druckkammer aus rostfreiem Stahl aufgeschraubt.

Die Kammer enthält Quecksilber. Ihr Boden ist durch eine verformbare Membrane vollkommen abgedichtet.

Durch die Verformung der Membrane drückt man das Quecksilber in das Glasrohr und komprimiert dabei das zu untersuchende Medium. Die Membrane wird durch einen Kolben, der von einem Handrad bewegt wird, verformt. Über einen Stutzen läßt sich ein Vakuum unter der verformbaren Membrane erzeugen.

Die Druckkammer ist mit 2 Ventilen ausgerüstet, welche es erlauben, den Apparat zu evakuieren und ihn mit dem zu untersuchenden Gas, im allgemeinen Schwefelhexafluorid, zu füllen.

Ein Manometer mit großer Skala erlaubt es, den Druck in der Kammer zu messen.

Um das Glasrohr ist ein rechteckiger, durchsichtiger Behälter angeordnet, der als Thermostat für dieses Glasrohr dient. Er wird mit Wasser gefüllt, um das Gas auf einer bekannten Temperatur zu halten. Unten hat er eine Entleerungsöffnung. Für qualitative Untersuchungen reicht es, warmes oder kaltes Wasser bekannter Temperatur in diesen Behälter zu füllen. Um genaue Isothermen zu erhalten, muß man unter Zuhilfenahme eines Thermostaten einen Wasserkreislauf benutzen.

Der Berstdruck des Glasrohres ist höher als 110 Bar. Alle ausgelieferten Glasrohre sind bei einem Druck von 75 Bar und einer Temperatur von 60° C geprüft. Das kleine Volumen des Glasrohres und der mit Wasser gefüllte Thermostatbehälter verhindern gefährliche Auswirkungen eines eventuellen Rohrbruches. Das Thermostatgefäß muß immer mit Wasser gefüllt sein, bevor man das Gas unter Druck setzt.

### Aufbau und Inbetriebnahme des Gerätes

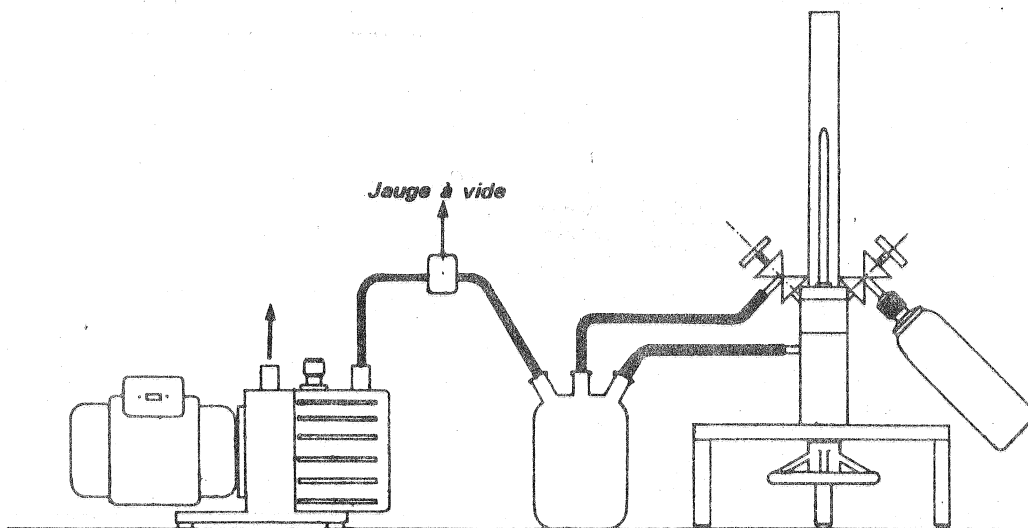
Um alle Bruchrisiken während des Transportes zu vermeiden, wird das Gerät in demontiertem Zustand verschickt. Vor der Montage muß man sich vergewissern, daß der Flansch an der Druckkammer, auf den das Glasrohr gesetzt wird, ganz sauber ist. Man entfernt nötigenfalls den Staub und die Fettspuren mit einem sauberen Lappen, der mit Alkohol getränkt ist. Das gleiche führt man dem Flansch des Glasrohres aus.

Man dreht den Kolben mit dem Handrad in seine untere Stellung. Bevor man das Quecksilber einfüllt, muß man sich vergewissern, daß die beiden Ventile an der Druckkammer geschlossen sind. Um zu gewährleisten, daß die verformbare Membrane auf dem Kolben aufliegt, evakuiert man den Raum unter ihr.

Dann füllt man durch die obere Öffnung 270 g sehr sauberes Quecksilber in die Kammer ein, legt die Ringdichtung um die Öffnung und befestigt das Glasrohr mit den 3 Innensechskantschrauben so, daß man die Gradeinteilung von der Seite ablesen kann, die dem Manometer gegenüber liegt. Dann stülpt man das Plexiglasgefäß über das Glasrohr. Seine Dichtheit wird erreicht durch eine Ringdichtung, die auf die Fassung des Glasrohres drückt. Wenn die Montage des Thermostaten schwierig ist, fette man die Verbindungsfläche leicht ein. Das Plexiglasgefäß wird so mit 2 Schrauben befestigt, daß die matte Seite auf der Seite der Manometerskala liegt. Der Gummischlauch wird mit einer Mohr'schen Klammer verschlossen und das Gefäß mit Wasser gefüllt.

### Einfüllen des Gases

Die Wahl des zu untersuchenden Gases wird durch Überlegungen hinsichtlich der physikalischen, chemischen und physiologischen Eigenschaften des Gases, sowie der Beschaffungsmöglichkeit bestimmt. Das für Versuche am besten geeignete Gas ist Schwefelhexafluorid. Es ist nicht giftig, es besteht keine Explosionsgefahr und es ist nicht aggressiv. Der kritische Druck ist einer der niedrigsten der benutzbaren Gase und seine kritische Temperatur erlaubt es, beidseitig des kritischen Punktes Isothermen aufzunehmen. Als Vergleichsgas und für bestimmte Experimente kann man auch Äthan nehmen.



Bevor man die Apparatur (siehe Fig. 3) mit dem zu untersuchenden Gas füllt, ist es notwendig, diese ganz zu evakuieren. Um zu vermeiden, daß sich die Membrane von dem Druckkolben löst, muß unter dieser das gleiche Vakuum herrschen wie darüber. Damit durch Unachtsamkeit kein Quecksilber in die Vakuumpumpe gerät, muß ihr ein Abscheider vorgeschaltet werden. Eventuell muß man auch einen Auspuffschlauch an die Vakuumpumpe anschließen. Man sollte vor der ersten Inbetriebnahme mindestens 30 Minuten pumpen, um den Apparat und das Quecksilber gut zu entgasen. Der erreichte Enddruck soll kleiner 0,1 Torr sein.

In dem Gaseinfüllsystem gibt es zwei hintereinandergeschaltete Verschlüsse: ein Eckventil, das an dem Gerät befestigt ist und ein Ventil, das mit dem Gasflaschenanschlußstück verbunden ist und mit einem gerändelten Ring betätigt werden kann.

Wenn in der Apparatur das Endvakuum erreicht ist, bleibt noch ein gewisser Rest Gas in dem Rohrstutzen zwischen dem Eckventil und dem Anschlußstück. Um dieses zu evakuieren, verfährt man am besten nach folgender Methode, wobei die Vakuumpumpe immer in Betrieb ist:

- Man versichere sich, daß das Ventil der Gasflasche geschlossen ist (in Pfeilrichtung F zu).
- Montieren der Gasflasche. Den Verschlusbring nach oben ziehen, die Gasflasche in den Aufnahmemechanismus hineindrücken. Den Verschlusbring wieder nach unten ziehen, bis er einrastet.
- Das Pumpenventil schließen.
- Das Gasflaschenventil öffnen (den gerändelten Ring in Pfeilrichtung 0 drehen)
- Das Einlaßventil nach und nach öffnen und soviel Gas einströmen lassen, bis ein Druck von etwas über 1 Bar erreicht ist. Dann das Ventil wieder schließen.
- Das Pumpenventil wieder öffnen. Das ursprüngliche Vakuum wird schnell wieder erreicht.
- Das pumpenseitige Ventil fest schließen.
- Das Einlaßventil nach und nach öffnen und Gas einströmen lassen. Für die Mehrzahl der Experimente ist das optimale Gasvolumen bei einem Druck von etwa 5 Bar erreicht.
- Das Einlaßventil fest schließen.
- Das Flaschenventil schließen.
- Die Vakuumpumpe ausschalten.
- Die Gasflasche abbauen.

Jetzt ist das Gerät für die Durchführung von Versuchen bereit. Durch Drehen des Handrades unter der Druckkammer bewegt man den Kolben nach oben und dadurch das Quecksilber über dem Kolben. Das Quecksilber steigt in dem Glasrohr, welches in 0,05 ml geteilt ist bei einem Gesamtvolumen von 4 ml.

Der Druck wird auf dem Manometer abgelesen.

Die Temperatur liest man auf einem Thermometer ab, das in dem Thermostatgefäß aufgehängt ist und das von Wasser mit konstanter Temperatur umspült wird.

Man kennt also in jedem Augenblick die Werte der drei Variablen: Druck, Temperatur, Volumen.

Nach jeder Druck- oder Volumenänderung muß man eine gewisse Zeit warten, bis sich die Temperatur wieder ausgeglichen hat.

Da das Gerät vollkommen dicht ist, kann man mit einer Gasfüllung viele Versuche hintereinander durchführen.

Es empfiehlt sich, nach Beendigung der Versuche das Quecksilber nur bis zur Einteilung 4 ml abzusenken.

## EU 996 PROJEKTIONSEINRICHTUNG

Als Zusatz zum Gerät EU 995 kann eine Projektionseinrichtung eingesetzt werden. Diese besteht aus einer Projektionslampe mit verstellbarer Linse in einem Gehäuse zum Aufschieben auf den Thermostat-Behälter. Auf der linken Seite der Projektionseinrichtung befindet sich ein Hebel, mit dem man diese in einer günstigen Höhe zur Beobachtung des Flüssigkeits-Meniskus in dem Glasrohr mit Skalenteilung während der Kompression des Gases feststellen kann. Die Projektionslampe ist für 12 V Spannung ausgelegt bei einer Leistung von 100 W und einer Lebensdauer von 50 Stunden (Überspannungen verringern die Lebensdauer).

Die Lampe ist mit einem dichroitischen Spiegel, der die infraroten Strahlen durchläßt, versehen.

Die Projektionseinrichtung wird von oben auf den Thermostat-Behälter aufgeschoben, die Lampe auf der matten Seite des Behälters.

Der günstige Abstand zwischen Projektionseinrichtung und einer Bildwand beträgt ca. 2 m; dabei ist die Vergrößerung ca. 2,5-fach. Die Bildschärfe wird durch Verstellen der Linse erzielt. Die Lichtstärke ist für einen Raum mit normaler Tagesbeleuchtung ausreichend. Vergrößert man den Projektionsabstand (bis ca. 5 m möglich), so benutzt man zweckmäßig eine Perlleinwand und verdunkelt den Raum.

Bei einem Lampenwechsel wird die Lampe mit ihrem Sockel nach unten aus dem Gehäuse gezogen, die neue Lampe in dem Nocken des Sockels zentriert und wieder nach oben geschoben. Dabei ist darauf zu achten, daß der Spiegel nicht mit den Fingern berührt wird und die Zuleitungsdrähte nicht am Spiegel anliegen.

### Zubehör und Ersatzteile

- 1951 - Transformator, 120 VA - Primär 115 - 240 V, Sekundär 6 - 12 V
- 2789 - Austauschlampe zur Projektionseinrichtung
- 998 - Projektionsthermometer
- 997 - Flasche mit Schwefelhexafluorid

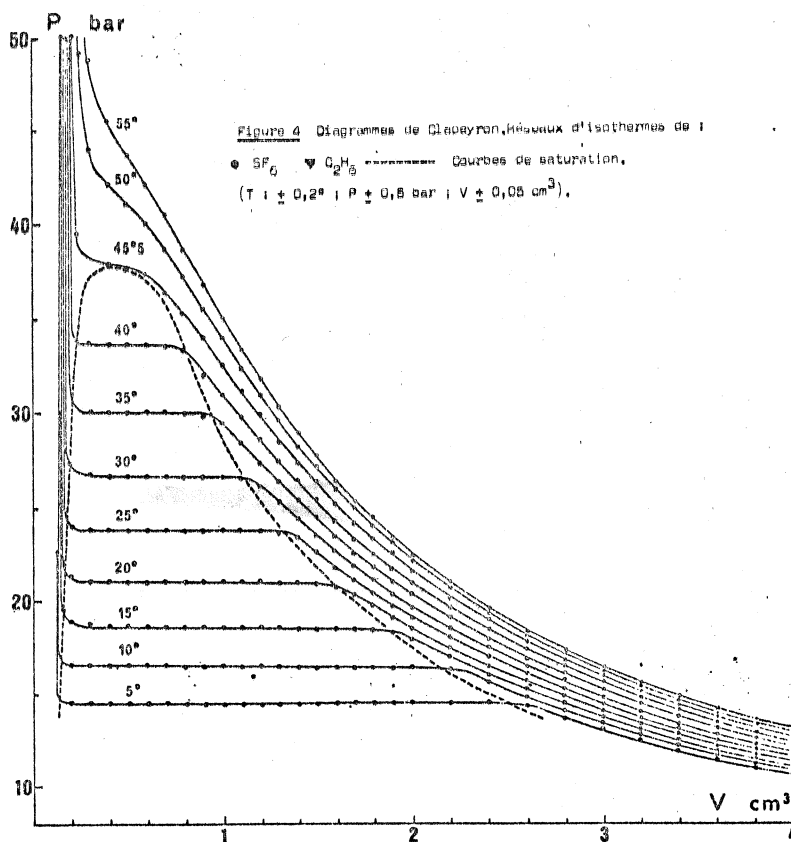


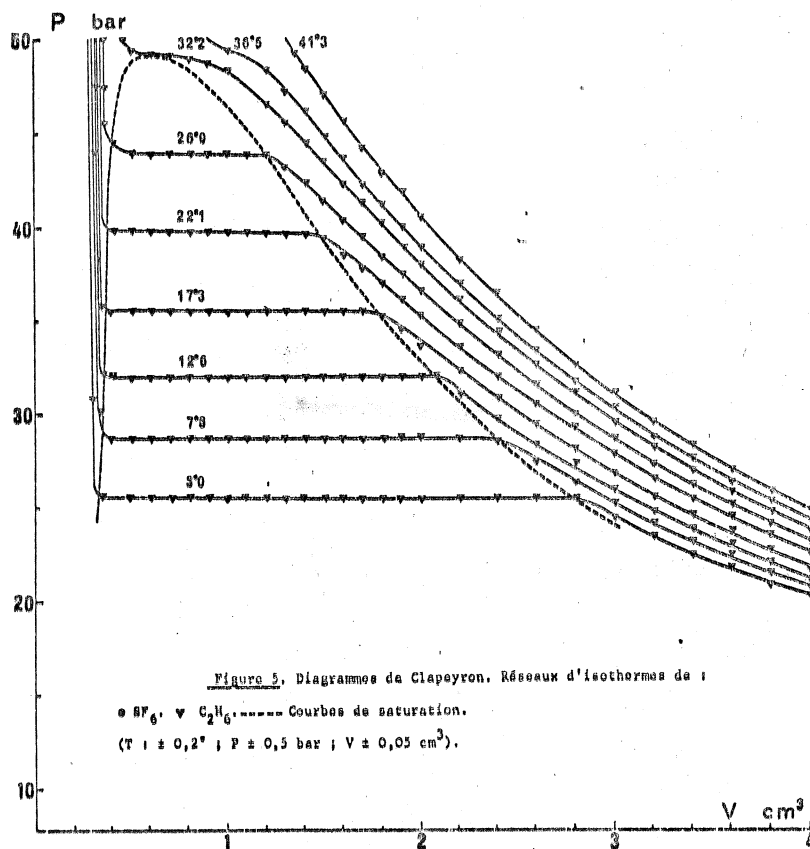
## VERSUCHE UND IHRE ERGEBNISSE

### DIAGRAMME NACH CLAPEYRON (SF<sub>6</sub> und C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)

Ein interessanter Versuch mit dem Gerät zur Untersuchung des kritischen Punktes ist die Aufnahme des Isothermennetzes des Schwefelhexafluorids. Man kann im besonderen die waagerechten Kurvenzüge sehr gut beobachten. Diese sind ein Maß für die Reinheit des Gases und für eine richtig angewandte Füllung des Apparates. Die kritische Isotherme liegt genau bei 45,5° C. Man kann die Entwicklung der Isothermen über den kritischen Punkt hinaus verfolgen. Sie besitzen zuerst zwei ausgeprägte Knickstellen, die sich immer mehr verwischen und schließlich zu einer Hyperbel werden, die das Charakteristikum eines idealen Gases ist, weit entfernt vom flüssigen Aggregatzustand (Fig. 4).

Das Isothermennetz des Äthan (Fig. 5) wird der vorhergehenden Abbildung zum Vergleich gegenüber gesetzt. Man beachte, daß die Isothermentemperaturen unterschiedlich sind: Sie wurden nicht willkürlich gewählt, sondern um späterhin die Beziehungen der korrespondierenden Zustände besser darzustellen.





### GESETZ DER KORRESPONDIERENDEN ZUSTÄNDE (SF<sub>6</sub> und C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)

Nehmen wir an, daß die Gasgleichung des zu untersuchenden Gases in folgender Form vorliege:

$F(P, V, T, A, B, R) = 0$ . Obwohl diese Gleichung nur drei Konstanten enthält, ist die Funktion  $F$  gültig für alle Gase. Wie auch die Form dieser Gleichung ist, die drei Konstanten können aus den kritischen Werten des Druckes, des Volumens und der Temperatur  $P_c, V_c, T_c$  errechnet werden, derart, daß die Gleichung jetzt geschrieben werden kann:

$$\phi(P, V, T, P_c, V_c, T_c) = 0$$

Aus Gründen der Homogenität läßt sie sich auch auf folgende Weise ausdrücken und zwar durch die Beziehungen  $\omega = P/P_c$ ,  $\psi = V/V_c$  und  $\theta = T/T_c$ , das heißt durch die reduzierten Koordinaten:

$$\phi(\omega, \psi, \theta) = 0$$

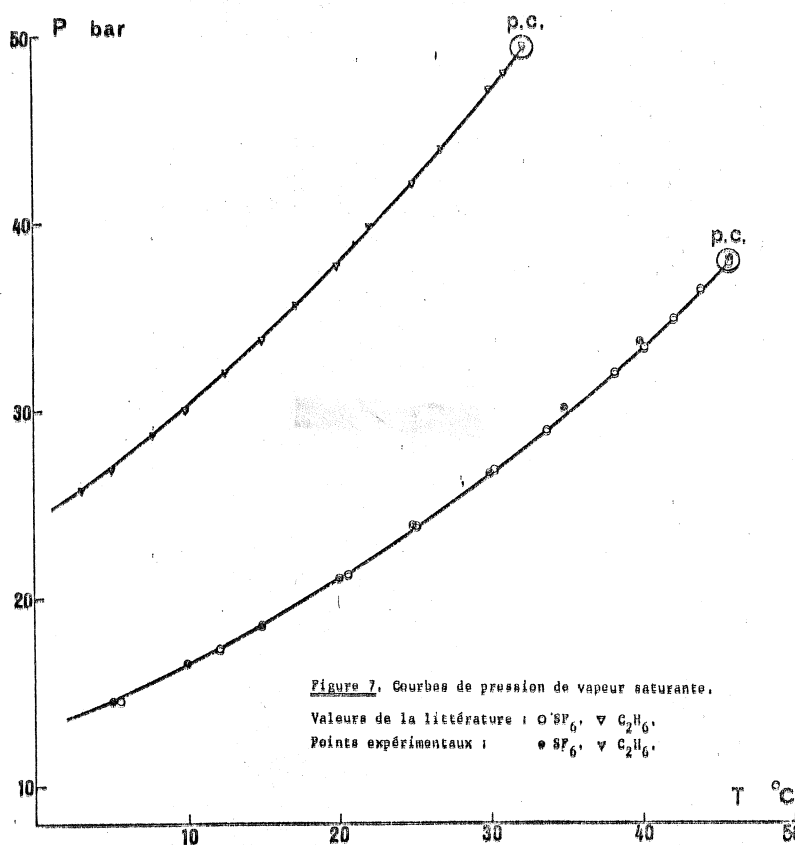
Dies ist die Gleichung des reduzierten Zustandes.

## Druckkurven des gesättigten Dampfes (SF<sub>6</sub> und C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)

Jeder Temperatur entspricht im PV-Diagramm ein Kurvenzug in dessen Verlauf das Gas flüssig wird. Die Gesamtheit dieser Kurvenzüge stellt in einem Drucktemperaturdiagramm die Kurve der Sättigungsdampfdrücke dar, die nach oben durch den kritischen Punkt begrenzt ist. Die Figur 7 enthält die Kurven des Sättigungsdampfdruckes von SF<sub>6</sub> und C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>. In der Abbildung sind auch noch die Sättigungsdampfdruckwerte aus der Literatur eingezeichnet, und zwar für SF<sub>6</sub> aus 8 und C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> aus 9. Eine zusätzliche Information wird aus der Steigung der Kurventangente bei einer Temperatur T gewonnen: Die Verdampfungswärme L(T) ist gegeben durch die Formel

$$L(T) = \frac{T}{J} (v_g - v_l) \frac{dP}{dT}$$

Ein numerisches Beispiel wird im Anhang aufgeführt.



## ABWEICHUNGEN VOM ZUSTAND EINES IDEALEN GASES (SF<sub>6</sub>)

Mehrere Diagrammtypen werden häufig benutzt, um Abweichungen eines realen Gases von einem idealen Gas anschaulich zu machen. Wir betrachten zwei davon.

### Diagramme nach Amagat:

In diesen Diagrammen werden die Produkte P·V als Funktion des Druckes P aufgezeichnet. Für ein ideales Gas ist P·V = n·R·T,

Unter diesen Bedingungen sagt man von zwei Gasen, welche den gleichen reduzierten Druck und die gleiche reduzierte Temperatur haben, daß sie in korrespondierenden Zuständen sind. Ein Beispiel einer solchen Zustandsgleichung ist durch das Van der Waals-Gesetz gegeben:

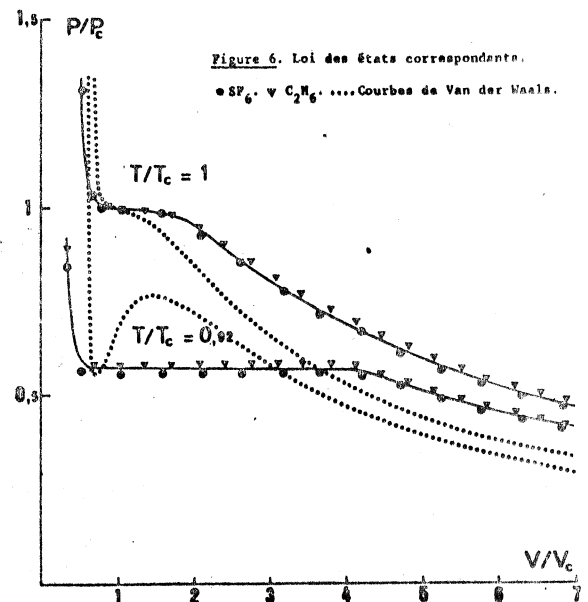
$$\left(P + \frac{A}{V^2}\right)(V - B) = RT$$

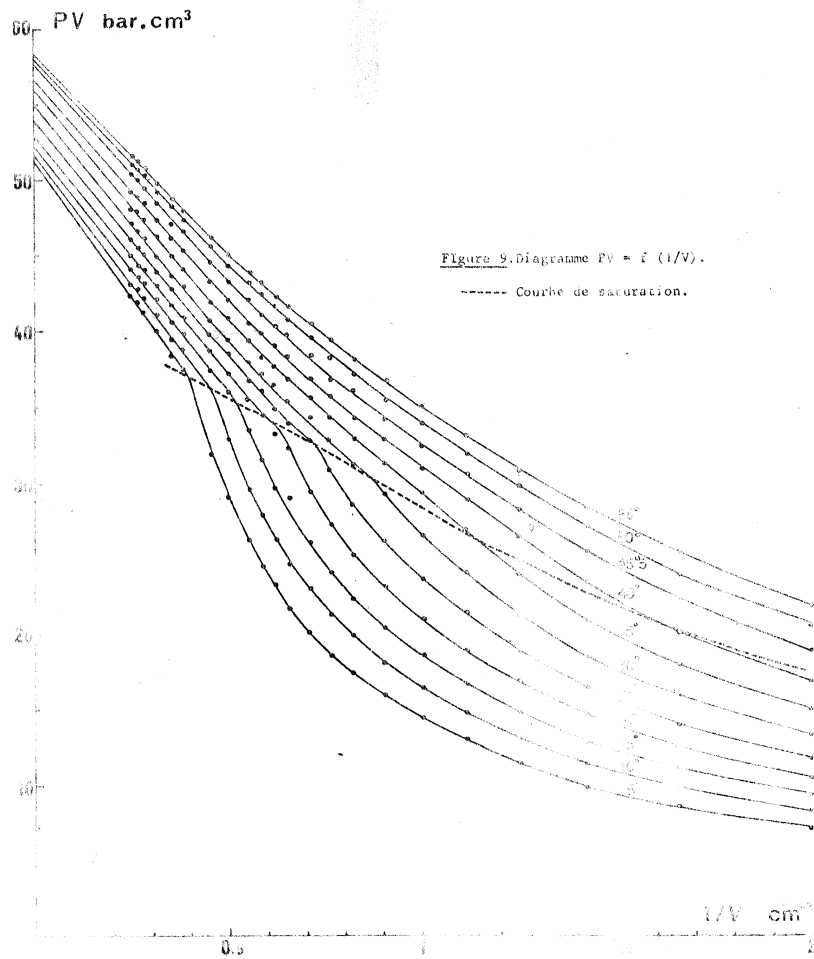
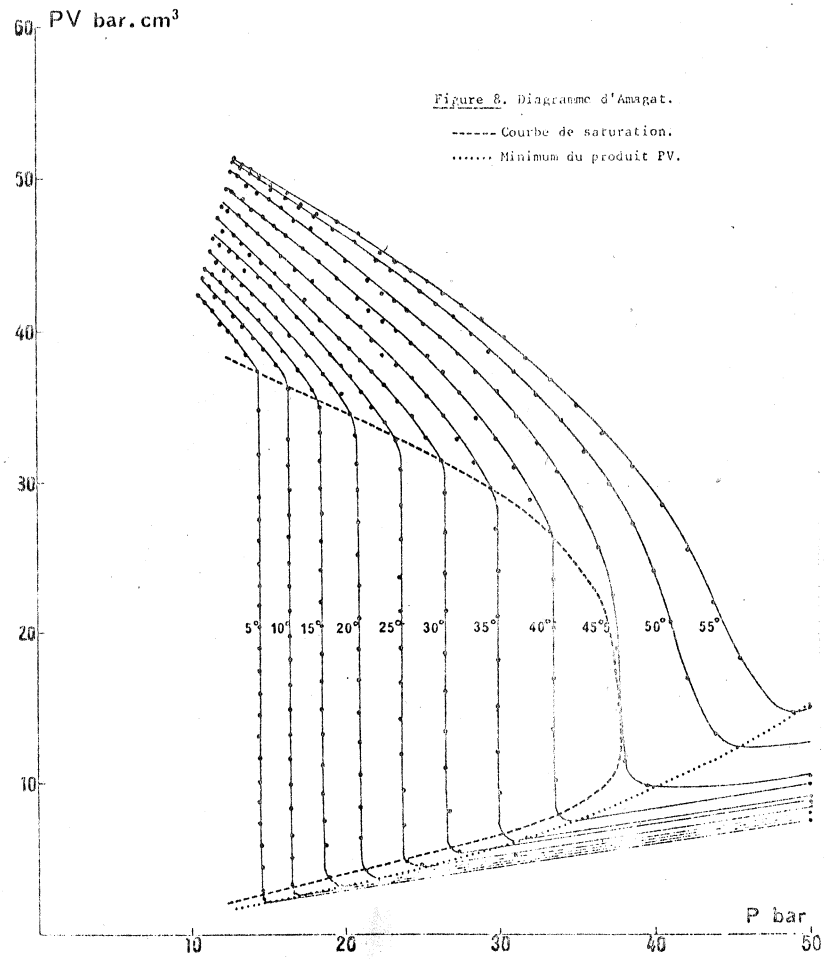
Deren reduzierte Form ist:

$$\left(\omega + \frac{3}{\psi^2}\right)(3\psi - 1) = 8\theta$$

Man muß nun das Clapeyron-Diagramm der beiden Gase in den reduzierten Koordinaten  $\omega$  und  $\psi$  aufzeichnen und zeigen, daß für zwei korrespondierende Temperaturen, das heißt für die gleiche reduzierte Temperatur  $\theta$  die dargestellten Isothermen zusammenfallen. Fig. 6 zeigt eine Anwendung dieses Prinzips für  $\theta = 1$  (kritische Isotherme) und  $\theta = 0,92$  für die Gase  $\text{SF}_6$  und  $\text{C}_2\text{H}_6$ . Die Tabelle zeigt die numerischen Werte der korrespondierenden Temperaturen, welche in dem Diagramm benutzt wurden. Die korrespondierenden Kurven der beiden Gase liegen sehr gut übereinander. Dennoch muß man darauf aufmerksam machen, daß diese Kurven sehr stark von den Isothermen eines Gases abweichen, das nur durch die Van der Waals-Gleichung gegeben ist.

$\text{SF}_6$		$T/T_c$	$\text{C}_2\text{H}_6$	
$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{K}$		$^{\circ}\text{K}$	$^{\circ}\text{C}$
55	328	1,030	314,4	41,3
50	323	1,014	308,7	36,5
46,6	318,5	1,000	305,2	32,2
40	313	0,983	299,9	26,9
35	308	0,967	295,1	22,1
30	303	0,951	290,3	17,3
25	298	0,936	285,6	12,6
20	293	0,920	280,8	7,8
15	288	0,904	276,0	3,0
10	283	0,889	271,2	-1,8
5	278	0,873	266,4	-6,6





Isothermen sind darin horizontale Geraden. Die Figur 8 zeigt, daß die Wirklichkeit sich ziemlich davon unterscheidet. In dem betrachteten Gebiet ist das reelle Gas compressibler als ein ideales Gas: Der Compressibilitätsfaktor  $Z = P \cdot V / n \cdot R \cdot T$  ist kleiner 1. Eine Joule-Thomson-Entspannung ruft Abkühlung hervor.

Diagramme der Form  $P \cdot V = f(1/V)$  mit Virial-Koeffizienten ( $SF_6$ )

Die Gleichung eines realen Gases kann man als eine Reihenentwicklung darstellen, zum Beispiel folgendermaßen:

$$P \cdot V = n \cdot R \cdot T \left| 1 + \frac{B}{V} + \frac{C}{V^2} + \frac{D}{V^3} + \dots \right|$$

Um vollständig den Zustand eines Gases unter den Bedingungen  $P \cdot V \cdot T$  zu kennen, ist es notwendig B, C, D... zu bestimmen (die Virialkoeffizienten). Beachten wir, daß:

$$\lim_{1/V \rightarrow 0} (P \cdot V) = Y_0 = n \cdot R \cdot T$$

(Grenzwert gegen den Zustand eines idealen Gases) gilt. Ferner gilt:

$$\lim_{1/V \rightarrow 0} \frac{d(P \cdot V)}{d(1/V)} = B \cdot n \cdot R \cdot T = B \cdot Y_0$$

Dies besagt, daß wenn  $1/V$  klein ist, die Terme  $1/V$  von höherer Ordnung vernachlässigbar sind, und daß das Produkt  $P \cdot V$  in einem Diagramm durch  $P \cdot V = f(1/V)$  dargestellt werden kann, gegen den Ursprung durch die Tangente

$$a = B \cdot n \cdot R \cdot T = B \cdot Y_0 = \frac{\Delta (P \cdot V)}{\Delta (1/V)}$$

B, der zweite Virialkoeffizient, korrespondiert mit dem Volumen V. Man schreibt in der Tat für ein Mol:

$$B_0 = \frac{B}{n} = \frac{\Delta (P \cdot V)}{\Delta (1/V)} \cdot \frac{R \cdot T}{Y_0^2}$$

Die Kurven in der Figur 9 zeigen, daß diese Näherung für kleine  $1/V$ -Werte gültig ist. Sie erlauben es, den Wert  $B_0$  zu errechnen, der eine Funktion der Temperatur ist.

Diese Formeln stellen im Prinzip nur eine Variante des Gesetzes der korrespondierenden Zustände dar. Wir sehen, daß die Kurven  $V_c/V_g$  von  $SF_6$  und  $C_2H_6$  praktisch übereinander liegen. Im Gegensatz dazu läßt sich eine große Differenz zwischen den beiden Kurven  $V_c/V_l$  feststellen. Diese Differenz rührt aus den Fehlern bei der Bestimmung der relativ kleinen Volumina  $V_l$  in dem Isothermennetz der Figuren 4 und 5 her.

#### QUALITATIVE BEOBACHTUNGEN

Verschiedene statische oder dynamische Phänomene können unter und in der Nachbarschaft des kritischen Punktes beobachtet werden. Dank der Glasröhre und dem durchsichtigen Thermostatbehälter können alle diese Phänomene gut mit einem Fotoapparat oder einer Kamera aufgenommen werden.

#### Das Aussehen des Meniskus bei unterschiedlichen Temperaturen ( $SF_6$ )

In Ergänzung zu den Dichtekurven der Flüssigkeit und des Dampfes, sagt die Beobachtung der Oberfläche etwas aus über den Dichteunterschied zwischen den beiden Phasen. Die Wölbung des Meniskus vermindert sich, wenn die Temperatur erhöht wird. In der Nachbarschaft der kritischen Temperatur (45,5 C), ist der Meniskus absolut eben, aber der Brechungsindex ist noch leicht unterschiedlich für die zwei Phasen. Bei schrägem Lichteinfall erscheint der Meniskus wie ein Blättchen. Dann, beim Überschreiten der kritischen Bedingungen verschwindet er nach und nach, indem sich eine verwaschene Zone ausbildet, die sehr langsam verschwindet.

#### Kritische Opaleszens

Das Vorhandensein von Dichteunterschieden inmitten eines Mediums ruft Lichtstreuung hervor. In der Nähe des kritischen Punktes manifestieren sich große Dichteschwankungen in den Flüssigkeiten. Die Intensität des gestreuten Lichtes ist eine Funktion, welche sehr stark mit der Wellenlänge abnimmt (in der Ordnung von  $1/\lambda^4$ ). Daher ergibt sich ein Strahl von einfallendem weißen Licht ein Lichtbündel von bläulicher Farbe. Dies ist die kritische Opaleszens.

Beim Experimentieren läßt sich dieses Phänomen bei langsamem Abkühlen der Flüssigkeit beobachten, welche zu Beginn des Experimentes eine Temperatur leicht oberhalb der kritischen Temperatur besaß (1 - 2 Grad, z. B.). Gemäß der Experimentierweise kann man zwei unterschiedliche Aspekte entwickeln:

Wenn die Flüssigkeit vor dem Experiment Zeit hatte, homogen zu werden, bei einer Temperatur oberhalb der kritischen Temperatur (50 C während einer Stunde für  $SF_6$  z. B.), so entwickelt sich die Opaleszens in dem ganzen Prüfraum. Diese Opaleszens weicht nach und nach einem weißlichen Nebel. Endlich trennen sich die Phasen und es erscheint der ebene Meniskus.

Beginnt man das Experiment unmittelbar nach der Temperaturerhöhung, ohne zu warten, bis eine Homogenisation eintritt, so bleibt die Opaleszens, dann der Nebel, lokalisiert auf Nachbarschaft der Röhrenmitte, wo der ehemalige Meniskus war.

In der Figur 10 wird eine Herleitung von  $B_0$  als Funktion der Temperatur  $T$  für Schwefelhexafluorid gegeben mit den experimentellen Werten und den Werten aus 8. Die Koeffizienten höherer Ordnung sind schwieriger herzuleiten. Wir geben lediglich an, daß der dritte Virialkoeffizient positiv ist, wie auch die angegebenen Meßpunkte zeigen.

Eine andere Betrachtungsweise:

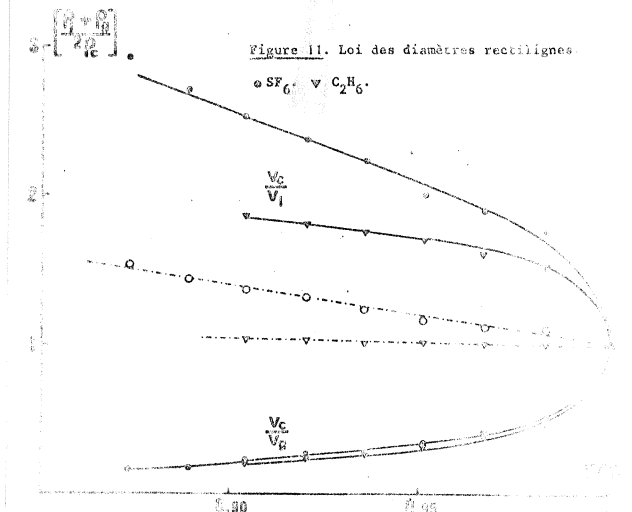
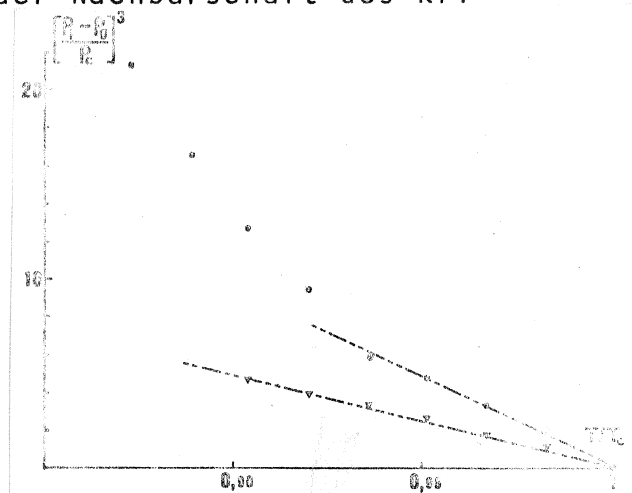
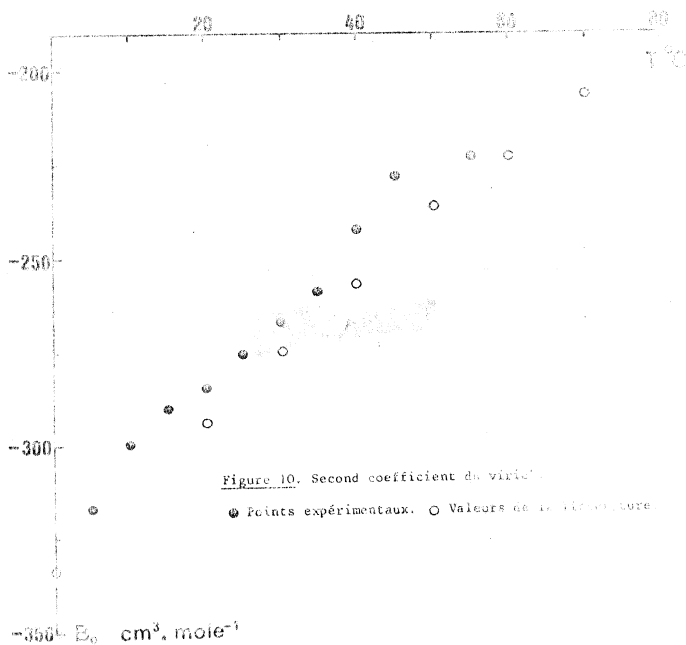
Es seien  $V_l$  und  $V_g$  die entsprechenden Volumina der Flüssigkeit und des gesättigten Dampfes über der Sättigungskurve, Funktionen der Temperatur, und  $V_c$  das kritische Volumen. Die Kurven, welche  $V_c/V_l(T)$  und  $V_c/V_g(T)$  als Funktion von  $T$  darstellen, treffen sich ohne Unterbrechung im kritischen Punkt. Die Menge der Mittelpunkte der senkrechten Sehnen der Kurve bildet eine Gerade mit negativer Steigung. Man schreibt im allgemeinen dieses Gesetz unter der Gestalt (nach 10):

$$\frac{\frac{1}{V_l} + \frac{1}{V_g}}{\frac{2}{V_c}} = \frac{p_l + p_g}{2p_c} = 1 + \frac{3}{4} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)$$

worin  $p_l$ ,  $p_g$  und  $p_c$  die Massen der Volumina der Flüssigkeit, des Dampfes und der Flüssigkeit am kritischen Punkt sind. Das Experiment zeigt außerdem, daß:

$$\frac{\frac{1}{V_l} - \frac{1}{V_g}}{\frac{1}{V_c}} = \frac{p_l - p_g}{p_c} = \frac{7}{2} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{\frac{1}{3}}$$

Diese zweite Beziehung wird nur in der Nachbarschaft des kritischen Punktes gut bestätigt.





## DYNAMISCHE PHÄNOMENE

### Entspannungen

Wenn die Temperatur der Flüssigkeit sehr nahe der kritischen Temperatur ist, etwa 0,2 Grad darunter, so erscheint der Meniskus wie ein sehr dünnes Blättchen. Man entspannt jetzt die Flüssigkeit kurz und schwach. Man stellt nun die Entwicklung von Nebeln fest, welche von dem Meniskus nach beiden Seiten ausgeht. Um dieses Phänomen zu erklären, nehmen wir das Diagramm nach Clapeyron zu Hilfe. In einem gegebenen Punkt des Mediums befindet man sich in einer homogenen Phase (flüssig oder gasförmig je nach Lage in Bezug zum Meniskus). Seien die Punkte M und N auf jeweils einer anderen Seite des Meniskus. Die zugeordneten thermodynamischen Zustände eines jeden dieser Punkte auf dem Diagramm nach Clapeyron liegen auf der Sättigungskurve an den beiden Endpunkten der Verflüssigungsgeraden, also in m und n. Bei einer adiabatischen Entspannung ist die Entwicklung zuerst rein lokal und entwickelt sich also, für jeden der beiden Zustände, gemäß den Adiabaten  $mm'$  und  $nn'$  (Figur 15). Örtlich wird der Dampf übersättigt und die Flüssigkeit unterspannt. Diese metastabilen Zustände verschwinden durch die Ausbildung von Nebeltröpfchen und Dampfblasen. Die Bildung und Entwicklung dieser Nebel werden besonders begünstigt durch die Existenz von Kondensationskeimen in der Nähe des Meniskus.

### Kompressionen

Kurze und schwache Kompressionen rufen keine metastabilen Zustände hervor. Dennoch entwickeln sich bei dem langsamen Zurückkehren zur ursprünglichen Temperatur eine leichte Opaleszenz und Nebel. Bei einer starken und schnellen Kompression verschwindet der Meniskus. Sie ruft in dem Medium Dichteunterschiede hervor, vor allem in der oberen Phase. An der Stelle des Meniskus bildet sich eine dunkle, linsenartige Zone aus. Die starken Dichteunterschiede sind nicht sichtbar für kurze, sogar schnelle Kompressionen bei Temperaturen, die wesentlich unter der kritischen Temperatur liegen. Sie sind also ein qualitativer Indikator für die beträchtliche Kompressibilität in der Nachbarschaft des kritischen Punktes.

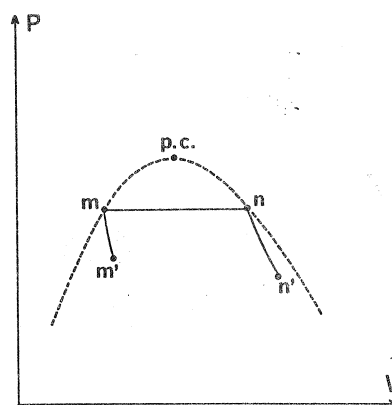


Figure 15. Schéma d'une détente adiabatique.

## Der Fortbestand des flüssigen und gasförmigen Zustandes

Die Sättigungskurve und die kritische Isotherme begrenzen im Diagramm von Clapeyron 4 unterschiedliche Zonen: Flüssigkeit, Flüssigkeit + Dampf, Dampf, Gas. Diese Unterscheidung ist in der Tat theoretisch, da das Experiment der "Umfahrung des kritischen Punktes" den Fortbestand des flüssigen und gasförmigen Zustandes offensichtlich macht.

Figur 14 beschreibt dieses Experiment am Beispiel des Schwefelhexafluorids. Der ausgeführte Kreislauf setzt sich aus den folgenden Abschnitten zusammen:

- Linie abc: langsame Entspannung entlang der 42 Grad-Isotherme von einem Punkt a im Innern der Sättigungskurve zu einem Punkt c außerhalb dieser Kurve. Im Punkt b verschwindet der Meniskus und zeigt dadurch das Verschwinden dichter Phase an.
- Linie cd: Erhöhung der Temperatur über die des kritischen Punktes (48 C) bei konstantem Volumen (2,3 cm<sup>3</sup>)
- Linie de: Isotherme Kompression
- Linie ef: Verminderung der Temperatur bei konstantem Volumen (0,7 cm<sup>3</sup>) unter die des kritischen Punktes (42 C).
- Linie fga: Rückkehr zum Ausgangspunkt a, entlang der 42 Grad-Isotherme. Im Punkt g erscheint der Meniskus wieder und kündigt die Gegenwart der flüssigen Phase an.
- Während des Durchlaufens der Linie bcdefg, war die Flüssigkeit nacheinander in dampfförmigem Zustand, hyperkritischem Zustand und flüssigem Zustand, ohne, daß man zu irgendeinem Augenblick einen Übergang zwischen den einzelnen Zuständen hat beobachten könne. Beachten wir, daß dieses Experiment in weniger als 10 Minuten ausgeführt werden kann.

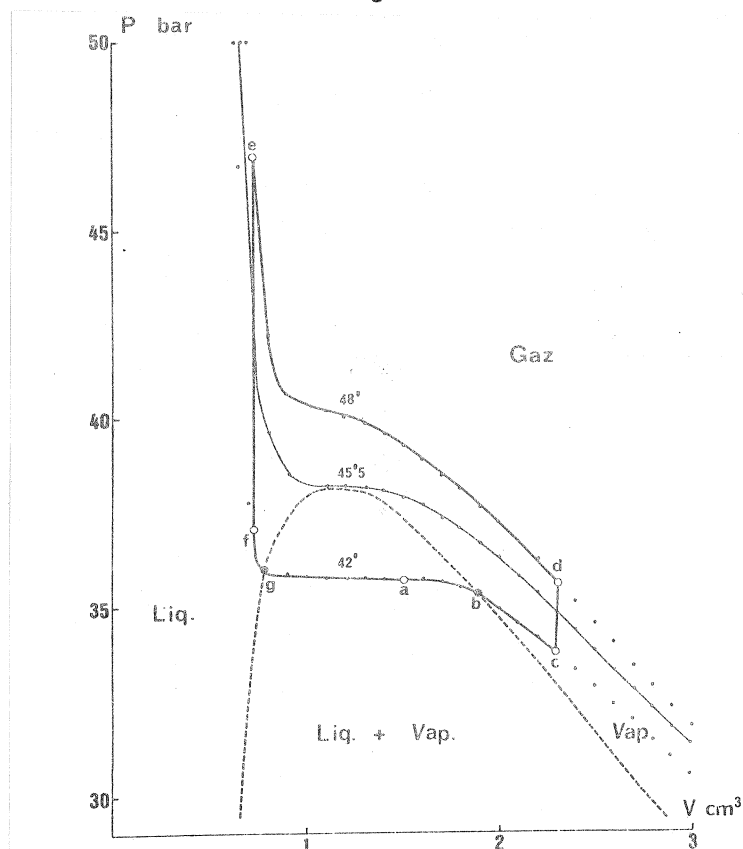


Figure 14. Continuité de l'état liquide et de l'état gazeux.

## ANHANG

### Berechnung der Verdampfungswärme L(T):

$$J \cdot L(T) = T (V_g - V_l) \frac{dP}{dT}$$

Hierin sind:

L molare Verdampfungswärme des Medium

V<sub>g</sub> Molvolumen des gesättigten Dampfes

V<sub>l</sub> Molvolumen der gesättigten Flüssigkeit

Als Beispiel für eine numerische Anwendung zeigen wir, daß die vorhergehenden experimentelle Resultate es erlauben, einen angenäherten Wert für L(T) zu bestimmen.

Aus der Literatur kann man für Äthan bei T = 300 K einen Wert für die Molwärme L = 982,4 K<sub>cal</sub>/K<sub>mol</sub> entnehmen.

Ref. Landolt-Bernstein IV Band, Technik Teil 4  
Wärmetechnik Band Teil 2  
Seite 342

Thermodynamische Eigenschaften von Gasen.

Um dieses Ergebnis experimentell zu erhalten, bestimmen wir nacheinander:

a) die Verdampfungsenergie, welche der Masse des untersuchten Gases entspricht

$$J \cdot l = T (v_l - v_g) \frac{dP}{dT}$$

b) Die Anzahl der Mole, die in diesem Gas enthalten sind.

Zu a) Berechnung von J l

Auf der Isothermen (26,9 C ± 0,2) in Figur 5 (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>) entsprechen die Endpunkte der Verflüssigungsgeraden jeweils Werten von

$$v_l = 0,4 \text{ cm}^3 \quad v_g = 1,2 \text{ cm}^3$$

Auf dem dampfseitigen Teil der Kurve haben wir um den 27 Grad-punkt:

$$\frac{dP}{dT} = 1 \text{ Bar/Grad} = 10^5 \text{ Pa/d}^0$$

$$\begin{array}{l} 25^0 \rightarrow 42 \text{ Bar} \\ 29^0 \rightarrow 46 \text{ Bar} \end{array}$$

$$\begin{aligned} \text{Daraus ergibt sich } J l &= T (v_l - v_g) \frac{dP}{dT} \\ &= 300 \text{ K} \cdot 0,8 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3 \cdot 10^5 \text{ Pa/d}^0 \\ &= 24 \text{ Joule.} \end{aligned}$$

## Zusammenfassung

Der hier vorgestellte Apparat zur Untersuchung des kritischen Punktes erlaubt es, qualitativ und quantitativ die thermoelastischen Eigenschaften von Medien in der Nachbarschaft ihres kritischen Punktes.

## Bibliographie

1. DEGUIN A., GAUTHIER J.P., MESNARD G., MICHEL P.,  
Bull. Un. Phys., 1973, 559, 157-175.
2. WENTORF R.H.,  
J. Chem. Phys., 1956, 24, 607-615.
3. REAMER H.H., SAGE B.H.,  
Am. J. Phys., 1957, 27, 58-63
4. SORINA G.A., EFREMOVA G.D.,  
Russ. J. Phys. Chem. 1966, 40, 143-145
5. H. YAMADA,  
Rev. Sc. Instr., 1974, 45, 640-642.
6. "Handbook of Chemistry and Physics"  
5<sup>th</sup> édition (1970-1971), Chemical Rubber Compagny,  
Ed., Cleveland (Ohio).
7. INSTITUT NATIONAL DE SECURITE (France),  
C.D.U., 613-63, Note 538-47-67
8. MEARS W.H., ROSENTHAL E., SINKA J.V.,  
J. Phys. Chem., 1969, 73, 2254-2261.
9. RAZNJEVIC K.,  
"Tables et diagrammes thermodynamiques",  
Eyrolles, Paris, 1970.
10. GUGGENHEIM E.A.,  
J. Chem. Phys., 1945, 13, 253-261

Zu b) Berechnung der Anzahl der Mole, welche in der benutzten Äthanmasse enthalten sind

---

Zu dieser Bestimmung benutzen wir die Entwicklung nach Virialkoeffizienten, welche zur Gleichung des flüssigen Zustandes gehören.

$$P \cdot V = n \cdot R \cdot T \left( 1 + \frac{B}{V} + \frac{C}{V^2} + \dots \right)$$

In dieser Entwicklung ergibt sich  $\lim_{1/V \rightarrow 0} P \cdot V \rightarrow 0$  zu  $n \cdot R \cdot T$ .

In der Folge findet man  $n \cdot R \cdot T$  durch Extrapolation der Kurve  $P \cdot v = f(1/v)$  bis zur Achse  $1/v = 0$ . Die Figur 9 zeigt für diesen Fall:  $\lim_{1/v \rightarrow 0} P \cdot v = 11,3$  Joule.

$$n = \frac{11,3 \text{ Joule}}{R \cdot T} = \frac{11,3}{300 \text{ K} \cdot 8,32 \text{ Joule/d}^0 \text{ Mol}} = 4,52 \cdot 10^{-3} \text{ Mol}$$

Vereinigt man die Resultate aus a und b, so ergibt sich:

$$JL = \frac{Jl}{n} = \frac{24 \text{ Joule}}{4,52 \cdot 10^{-3}} = 5310 \text{ Joule/Mol} \text{ oder } L = 1270 \text{ cal/Mol}$$

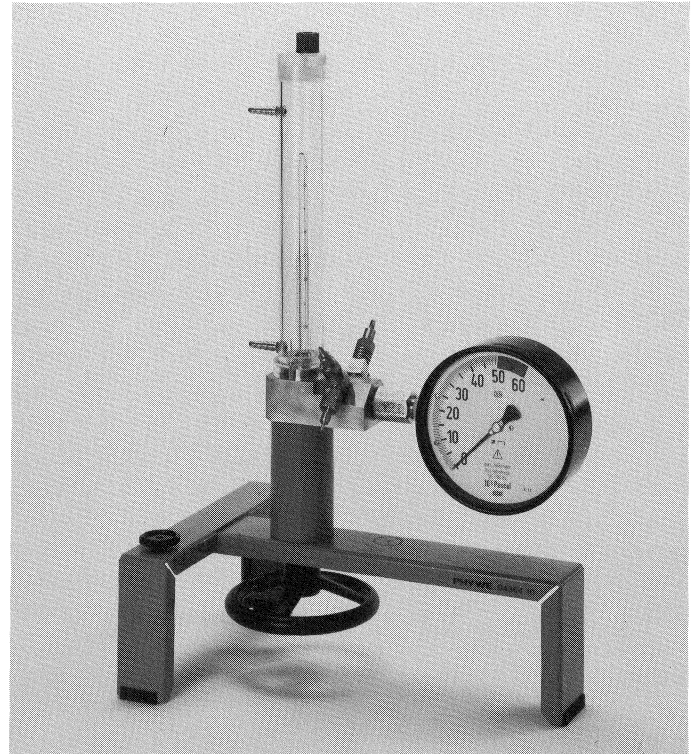
Dieser experimentelle Wert ist in der Größenordnung des Wertes, der aus der Literatur entnommen wird (982,4 cal/Mol).

## INHALT

1. Zweck und charakteristische Eigenschaften
2. Meßprinzip
3. Beschreibung
4. Handhabung
  - 4.1 Erste Inbetriebnahme
  - 4.2 Das Einfüllen von Gas
  - 4.3 Hinweise zu den Messungen
5. Sicherheitshinweise
6. Technische Daten
7. Experimentierliteratur
8. Garantiehinweis
9. Geräteliste

### 1. ZWECK UND CHARAKTERISTISCHE EIGENSCHAFTEN

Das Gerät zum kritischen Punkt (Abb. 1) gestattet eine demonstrative, quantitative Behandlung der wichtigsten bei realen Gasen und Dämpfen auftretenden Erscheinungen. Es dient insbesondere zur experimentellen Bestimmung der kritischen Daten verschiedener Gase sowie zur Messung der Dampfdruckkurven, der van-der-Waals-Koeffizienten, der molaren Verdampfungswärmen und zur Bestimmung molarer Massen. Die Unterscheidung von idealen und realen Gasen wird bei verschiedenen Zustandsänderungen und unterschiedlichen Darstellungsarten (Diagramme nach Clapeyron bzw. Amagat) besonders prägnant. Die Phasenübergänge zwischen Flüssigkeit und Gas sind aufgrund der transparenten Meßanordnung sichtbar.



### 2. MESSPRINZIP

Aus der Druckkammer wird Quecksilber in eine einseitig verschmolzene Kapillare gepreßt. Hierbei wird in der Kapillare eine Gasmenge eingeschlossen und durch hydraulische Druckübertragung komprimiert. Die thermodynamischen Größen Druck  $p$ , Temperatur  $T$  und Volumen  $V$  lassen sich in einem weiten, physikalisch interessanten Bereich vorgeben, z.B. Drücke bis  $50 \cdot 10^5$  Pa. Das Gas kann leicht ausgetauscht werden.

### 3. BESCHREIBUNG

Das auf einem stand- und rutschfesten Dreibein montierte Gerät zum kritischen Punkt besitzt als wesentliche Bestandteile

- eine transparente, volumenkalibrierte Kompressionskapillare
- ein Druckerzeugungssystem mit Manometer
- zwei Ventile zum schnellen Austausch der zu untersuchenden Gase.

Die Kompressions- und Meßkapillare besteht aus äußerst widerstandsfähigem Spezialglas: jede ausgelieferte Kapillare wurde einer Prüfung mit  $75 \cdot 10^5$  Pa bei  $60^\circ\text{C}$  unterzogen; der obere Betriebsdruck für das Gerät liegt bei  $50 \cdot 10^5$  Pa.

Zur Volumenablesung ist die Kapillare mit einer Skale 0...4 ml (Teilung 0,05 ml) versehen; als Meßmarke dient die im Betriebszustand das Meßvolumen begrenzende Quecksilbersäule (unterer Meniskusrand).

Die Meßkapillare ist von einem transparenten Behälter umgeben (Rundrohr aus Plexiglas). Der Behälter ermöglicht es, die Kapillare auf konstanter Temperatur zu halten (Temperaturmessung durch Öffnung im Deckel). Zum Schlauchanschluß eines Umwälzthermostaten besitzt der Behälter zwei Schlauchtüllen (Durchmesser 8...10 mm). Der Wasserzulauf erfolgt zweckmäßigerweise über die obere Schlauchtülle, der Abfluß über die untere Schlauchtülle.

Die Druckkammer aus rostfreiem Stahl ist mit ca. 360 g Quecksilber gefüllt und bildet mit der Meßkapillare ein druckdichtes System. In der Druckkammer kann mit einem Handrad über einen Spindeltrieb ein Kolben bewegt werden. Die Drehung des Handrades im Uhrzeigersinn bewirkt einen Kolbenhub und damit eine Volumenverkleinerung. Das Einstellen des Volumens kann sehr feinfühlig erfolgen (max. 16 Umdrehungen für den gesamten Kolbenhub). Der zugehörige Druck wird von einem großen Manometer angezeigt (Meßbereich 0...50 10 Pa, Teilung 0,5 10 Pa).

Die Ventile ermöglichen es, das Gerät (bei abgesenktem Quecksilberspiegel) mit Gas zu beschicken. Die Betätigung der Ventile erfolgt mit einem (im Lieferumfang enthaltenen) Handgriff, der hierzu vorübergehend auf die jeweilige Ventilspindel aufzustecken ist (Schutz vor unbeabsichtigtem Öffnen des Ventils). Das Einlaßventil besitzt einen Gewindeanschluß (R 1/8") für Gasdruckdosen. Das Auslaßventil besitzt eine Schlauchtülle zum Schlauchanschluß einer Vakuumanapparatur.

## 4. HANDHABUNG

### 4.1 Erste Inbetriebnahme

Aus transporttechnischen Gründen wird das Gerät teilweise zerlegt geliefert: die Meßkapillare und der Wasserbehälter sind gesondert verpackt beigelegt.

Die Druckkammer, die bereits das Quecksilber enthält, ist mit einem Gummistopfen verschlossen und durch eine Metallplatte gesichert; zum Entfernen sind drei Innensechskantschrauben zu lösen (3-mm-Stiftschlüssel).

### 4.1.1 Zusammenbau des Gerätes

Hierbei ist sorgfältig auf Sauberkeit zu achten, insbesondere sind Staub und Fett bei den druckdichtenden Teilen unbedingt zu vermeiden; diese Teile sollten mit einem alkoholgetränkten Lappen gereinigt werden.

Zum Montieren der Meßkapillare wird in die Nut ihres Metallflansches der zugehörige O-Dichtungsring gelegt und die Kapillare mit den drei Schrauben so auf der Kammeröffnung befestigt, daß die Graduierung von vorn ablesbar ist. Dann wird der Wasserbehälter mit seinem Ansatzstück über den Kapillarenflansch geschoben und angeschraubt; die Passung kann mit etwas Fett gangbar gemacht werden.

### 4.1.2 Prüfung auf Dichtigkeit

Hierzu wird die im Meßraum befindliche Luft verwendet. Der Wasserbehälter, dessen untere Schlauchtülle verschlossen werden muß (kurzes Stück Gummischlauch mit aufgesetzter Schlauchklemme), ist mit Wasser zu füllen. Beide Ventile des Hahnsystems müssen geschlossen sein. Durch Hochschrauben des Handrades im Uhrzeigersinn wird der Druck langsam bis zum Maximaldruck von  $50 \cdot 10^5$  Pa erhöht. Der Druck muß nach erfolgtem Temperatenausgleich (1-2 Minuten) stabil bleiben. Nach der Prüfung - und ganz allgemein nach jedem Experiment - ist der Kolben langsam und vorsichtig wieder bis zum Anschlag abzusenken.

Achtung! Der untere Anschlag für die Kolbenabsenkung ist deutlich fühlbar und darf nicht mit Gewalt überdreht werden.

## 4.2 Das Einfüllen von Gas

Der Quecksilberspiegel muß unbedingt unterhalb der inneren Öffnungen der Ventile liegen; deshalb muß das Handrad entgegen dem Uhrzeigersinn vorsichtig bis zum unteren Anschlag gedreht sein.

Vor dem Einbringen eines neuen Gases müssen alle Restgase (auch Luft) sorgfältig

aus der Druckkammer entfernt werden. Dazu sollte die Druckkammer mindestens 30 Minuten lang evakuiert werden, so daß auch im Quecksilber gelöste Gase abgepumpt werden. Damit in die Pumpe keinesfalls Quecksilber gelangen kann, schaltet man eine Woulffsche Flasche dazwischen. Zur Erhöhung der Standfestigkeit empfiehlt es sich, die Flasche per Universalklemme und Doppelmuffe am Dreibein des Gerätes zu befestigen.

Damit beim Anschluß der Gasdruckdose keine Restluft in Bereich zwischen Einlaßventil und Gasdruckdose verbleibt, wird das Auslaßventil geschlossen, dann die Gasdruckdose an das Einlaßventil angeschraubt und dieses ein wenig geöffnet, um die Restluft "herauszuspülen". Anschließend wird das Einlaßventil wieder geschlossen und die Druckkammer erneut evakuiert. Nach einer Pumpzeit von etwa 2 Minuten wird das Auslaßventil abgesperrt und mit dem Einlaßventil so viel Gas in die Kammer gelassen, bis sich ein Betriebsdruck von  $3 \cdot 10^5$  bis  $5 \cdot 10^5$  Pa einstellt. Nun können Vakuumapparatur und Gasdruckdose entfernt werden; das Gerät ist betriebsbereit.

#### Anschrauben der Gasdruckdosen

Die Gasdruckdosen besitzen ein Innenventil, das durch Anschrauben an den Gewindeanschluß des Einlaßventils außer Betrieb gesetzt wird. Damit das aus Kunststoff bestehende Innenventil nicht beschädigt wird, darf die Dose beim Anschrauben nicht verkantet werden. Wird die Dose vom Gewindeanschluß abgeschraubt, übernimmt wieder das Innenventil den Verschuß der Dose. Um unnötiges Gasverströmen zu vermeiden, sollte das Abschrauben zügig erfolgen.

#### 4.3 Hinweise zu den Messungen

Für qualitative Beobachtungen genügt es, kaltes oder warmes Wasser in den Wasserbehälter zu gießen; zuvor ist die untere Schlauchtülle durch ein kurzes Stück Gummischlauch mit Schlauchklemme zu verschließen.

Für quantitative Messungen muß ein Umwälzthermostat verwendet werden. Nach einer Temperaturänderung ist mit dem Ablesen der Temperatur einige Minuten zu warten, bis ein Temperaturnausgleich zwischen Wasserbad und eingeschlossener Gasmenge stattgefunden hat.

Durch Drehen des Handrades wird das eingefüllte Gas so lange komprimiert, bis die Quecksilbersäule in der Meßkapillare

sichtbar wird. Bei weiterer Kompression kann bei geeigneten Gasen oberhalb der Quecksilbersäule der zunehmende Flüssiganteil des Gases beobachtet werden.

Die Druckablesung am Manometer wird genauer, wenn man dessen Reibung durch leichtes Beklopfen herabsetzt. Durch Variation von Druck  $p$ , Volumen  $V$  und Temperatur  $\bar{T}$  sind eine Vielzahl von quantitativen Experimenten möglich, vgl. hierzu Kap. 7, Experimentierliteratur.

Als Gase eignen sich

- Kohlendioxid

$$(p_c = 73,8 \cdot 10^5 \text{ Pa}; t_c = 31 \text{ }^\circ\text{C})$$

- Ethan

$$(p_c = 49 \cdot 10^5 \text{ Pa}; t_c = 32 \text{ }^\circ\text{C})$$

- Freon 13

$$(p_c = 38 \cdot 10^5 \text{ Pa}; t_c = 29 \text{ }^\circ\text{C})$$

- Freon 23

$$(p_c = 48 \cdot 10^5 \text{ Pa}; t_c = 26 \text{ }^\circ\text{C})$$

- Schwefelhexafluorid

$$(p_c = 38 \cdot 10^5 \text{ Pa}; t_c = 45 \text{ }^\circ\text{C})$$

( $p_c$  = kritischer Druck,  $t_c$  = kritische Temperatur); bei Kohlendioxid liegt  $p_c$  über dem im Gerät zulässigen Höchstdruck!)

Umrechnung der bei den Messungen benutzten Celsiusstemperatur  $t$  in die absolute Temperatur  $\bar{T}$  (Einheit K):

$$\bar{T} = t + 273,2 \text{ K.}$$

Der Druck wird häufig in bar statt in Pa angegeben:  $1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$ .

#### 5. SICHERHEITSHINWEISE

Die maximalen Betriebsarten ( $50 \cdot 10^5 \text{ Pa}$ ;  $55 \text{ }^\circ\text{C}$ ) sollten nicht überschritten werden; ein Arbeiten bei Temperaturen unter  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  ist ebenfalls unzulässig.

Die Meßkapillare darf keinen äußeren mechanischen Belastungen ausgesetzt werden; sie darf keine Kratzer oder sonstigen Beschädigungen aufweisen, da sie sonst durch den im Betrieb auftretenden hohen Druck bersten kann. Thermoschocks sind zu vermeiden, d.h. heißes oder kaltes Wasser darf nicht unmittelbar nacheinander in den Wasserbehälter eingefüllt werden.

Während des Betriebs muß der Wasserbehälter gefüllt sein. Selbst bei unsachgemäßer Behandlung stellt die Meßkapillare dann trotz der hohen Drücke keine Gefahrenquelle dar. - Nach Beendigung des Be-



triebessoll das Wasser wieder aus dem Wasserbehälter entfernt werden.

Es sind die üblichen Sicherheitsvorkehrungen für das Arbeiten mit Quecksilber zu treffen, vgl. das Merkblatt am Schluß der Bedienungsanleitung. Zusätzlich sind beim Arbeiten mit dem Gerät zum kritischen Punkt noch folgende Hinweise zu beachten:

- Vor dem Evakuieren den Druckkolben immer an den unteren Anschlag bringen (Handrad im Gegenuhrzeigersinn drehen).
- Beim Evakuieren eine Woulffsche Flasche verwenden, damit in keinem Fall Quecksilber in die Pumpe gelangen kann.
- Die Abluft der Vakuumpumpe ins Freie leiten; sie enthält Quecksilberdämpfe.
- Die Ventile nur bei heruntergedrehtem Druckkolben öffnen. Einem versehentlichen Öffnen der Ventile kann vorgebeugt werden, wenn man den Ventilgriff nicht aufgesteckt läßt.
- Nach dem Betrieb immer den Druckkolben herunterdrehen.

## 6. TECHNISCHE DATEN

### Grenzdaten

Druck  $50 \cdot 10^5 \text{ Pa}$   
 Temperatur max.  $55^\circ\text{C}$ , min  $0^\circ\text{C}$

### Betriebsdaten

Druck  $0 \dots 50 \cdot 10^5 \text{ Pa}$   
 Temperatur  $0 \dots 55^\circ\text{C}$

### Ablesbarer Volumenbereich

$0 \dots 4 \text{ ml}$   
 (Teilung  $0,05 \text{ ml}$ )

### Manometer

$0 \dots 50 \cdot 10^5 \text{ Pa}$ ;  
 Teilung  $0,5 \cdot 10^5 \text{ Pa}$

### Gewindeanschluß für

Gasdruckdosen R  $1/8''$   
 Ventilspindeln Vierkant  $4,5 \text{ mm}$   
 Quecksilberfüllung ca.  $360 \text{ g}$   
 Masse des Gerätes  $10,5 \text{ kg}$

# Achtung:

## Vermeidung von Unfällen beim Experimentieren!

Unter diesem Thema wird auf Unfallmöglichkeiten hingewiesen, die aus der Praxis des naturwissenschaftlichen Unterrichts bekannt wurden.

### Vorsicht beim Umgang mit Quecksilber

#### Vorgang

Bei einem Chemieassistenten traten im Abstand von etwa acht Wochen plötzlich Magenkrämpfe auf. Der zeitliche Abstand des Auftretens der Magenkrämpfe verringerte sich immer mehr. Durch ärztliche Untersuchungen und Aufenthalt in Spezialkliniken konnte nach einiger Zeit die Ursache der plötzlich auftretenden Schmerzen ermittelt werden. Es handelte sich um eine Quecksilbervergiftung. Beim Auswecheln des Parkettfußbodens im Arbeitsraum des Assistenten wurde, unternommen, dem Boden verteilt, Quecksilber gefunden. Niemand wußte, wie dies dazugekommen war.

Wenn auch im Bereich der Schulchemie das Arbeiten mit Quecksilber und Quecksilberverbindungen in größeren Mengen nicht üblich ist, so soll der aufgeführte Vorgang daran erinnern, daß man grundsätzlich beim Umgang mit Quecksilber und Quecksilberverbindungen äußerste Vorsicht walten lassen muß.

#### Steckbrief des Quecksilbers

(Hg = Hydrargyrum)  
 Quecksilber ist ein Element und das einzige bei Zimmertemperatur flüssige Metall.  
 Festpunkt F =  $-38,84^{\circ}\text{C}$   
 Siedepunkt Sdp =  $356,95^{\circ}\text{C}$   
 Dichte D =  $13,546$  bei  $20^{\circ}\text{C}$

Wegen seiner hohen Dichte dient Quecksilber zum Füllen von Barometern (Abb. 1) und Manometern.

Der Sättigungsdruck des Quecksilbers beträgt bei Zimmertemperatur nur  $0,0013$  mm.

Immerhin enthält aber eine mit Quecksilberdampf gesättigte Luft hiernach etwa  $15$  mg Hg pro  $\text{m}^3$ . Die Oberflächen-

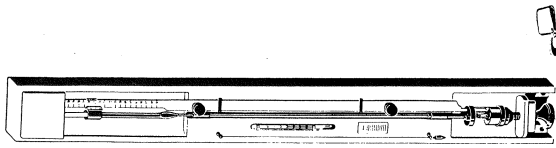


Abb. 1

# Achtung:

## Vermeidung von Unfällen beim Experimentieren!

Unter diesem Thema wird auf Unfallmöglichkeiten hingewiesen, die aus der Praxis des naturwissenschaftlichen Unterrichts bekannt wurden.

**Gefahrenverhütung**  
 1. Bevor mit Quecksilber oder Quecksilberverbindungen gearbeitet wird muß gewährleistet sein, daß der Experimentierende über die Gefahren beim Umgang mit diesen Stoffen orientiert ist.

2. Es ist nur soviel von der Substanz bereitzustellen, wie für das durchzuführende Experiment unbedingt benötigt wird.  
 3. Die Aufbewahrungsgefäße, die deutlich beschriftet und mit dem Gefahrenhinweis versehen sind, werden nur zur Entnahme der Substanz kurzfristig geöffnet. Die entnommene Substanz ist sofort in die vorgesehene Apparatur zu bringen.

4. Beim Arbeiten mit Quecksilber oder Quecksilberverbindungen ist ein Ver-schütten sorgfältig zu vermeiden.  
 5. Alle Arbeiten mit Quecksilber sind über einer fugelosen Wanne durchzuführen.

6. Auch ein fugeloser Fußboden ist am leichtesten sauber zu halten.  
 7. Daß nach Umgang mit Chemikalien die Hände gründlich mit Wasser und Seife zu reinigen sind, gilt ganz besonders für Quecksilber und Quecksilberverbindungen.

8. Auf keinen Fall dürfen Quecksilberreste in den Ausguß gelangen, da metallische Anschlußstutzen und Abwasserleitungen (Blei) durch Amalgambildung zerstört werden.

9. Das Tragen von goldenen Gegenständen (Schmuck, Uhren) beim Arbeiten mit Quecksilber ist zu unterlassen, da sich Gold sehr leicht mit Quecksilber legiert und brüchig wird.

10. Sollte Quecksilber verspritzt sein, so kehrt man die verstreuten Kügelchen mit einem Pinsel zusammen. Die zusammengekehrten Tropfen werden mit einer Quecksilberzange (Abb. 2) aufgenommen und in einer Flasche gesammelt.

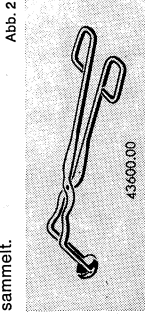


Abb. 2

43-600.00

Auf keinen Fall soll das aufgesammete Quecksilber in die Vorratsflasche zurückgegeben werden. Es muß erst von Verunreinigungen befreit werden. Oft genügt zur Reinigung das Filtrieren. Vorteilhaft läßt sich verspritztes Quecksilber mit Hilfe einer Wasserstrahlpumpe aufsammeln, vor allem dann, wenn es aus Ritzen und Fugen geholt werden muß.

Hierzu nimmt man eine Waschflasche, schließt das kurze, rechtwinklig gebogene Glasröhrchen 1 an die Wasserstrahlpumpe. An das lange, rechtwinklig gebogene Glasröhrchen 2 wird ein Glasröhrchen mit Spitze 3 geschlossen. Die Spitze des Glasröhrchens 3 ist bei saugender Pumpe an das aufzusammelnde Quecksilber zu halten (Abb. 3).

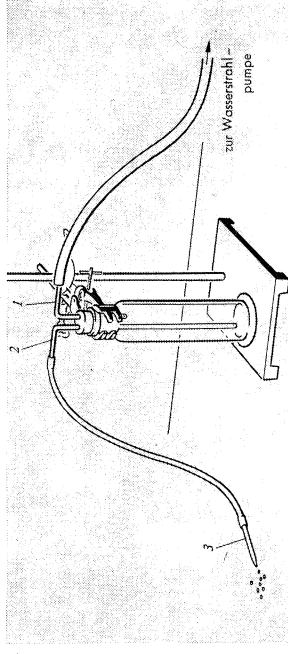


Abb. 3

11. Zur Reinigung von Gefäßen, denen noch Quecksilberspuren anhaften, wird Salpetersäure verwendet. Diese löst Quecksilber auf.

12. Reste von verspritztem Quecksilber unschädlich zu machen, gelingt durch Bestreuen mit Jodkohle oder durch Amalgamieren mit Zink (Pulver) oder Kupfer (Pulver).

#### Nachweis von Quecksilberdampf

Um die Bildung von Quecksilberdampf zu veranschaulichen, gibt man etwas Quecksilber in ein 50-ml-Becherglas. Auf die Öffnung dieses Becherglases wird ein mit Palladium(II)-chlorid-lösung getränkter Rundfilter gelegt. Über das Ganze ist ein 250-ml-Becherglas zu stützen (Abb. 4). Nach einigen Stunden (ca. 4 Stunden) ist auf dem

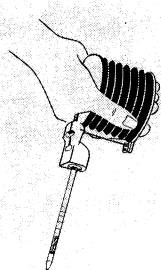


Abb. 5

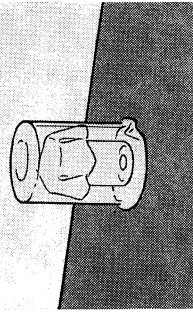


Abb. 4

Rundfilter deutlich ein grauer Belag zu erkennen.

Mit Hilfe des Gasspürgerätes  $64200,00$  ( $\text{Hg}^{2+} + \text{Pd}^{2+} \rightarrow \text{Hg}^{2+} + \text{Pd}^0$ ) (Abb. 5) und dem entsprechenden Prüfröhrchen  $64200,06$ , läßt sich Quecksilberdampf in der Raumluft quantitativ bestimmen.

Die maximale Arbeitsplatz-Konzentration (MAK) beträgt für Quecksilber und seine anorganischen Verbindungen in der Bundesrepublik =  $0,1$  mg/ $\text{m}^3$  Luft.



PHYWE Aktiengesellschaft  
Postfach 30 44  
3400 Göttingen  
Telefon (05 51) 604-1 · Telex 9 6 808 phywe d

Druck-Nr. P 1284080