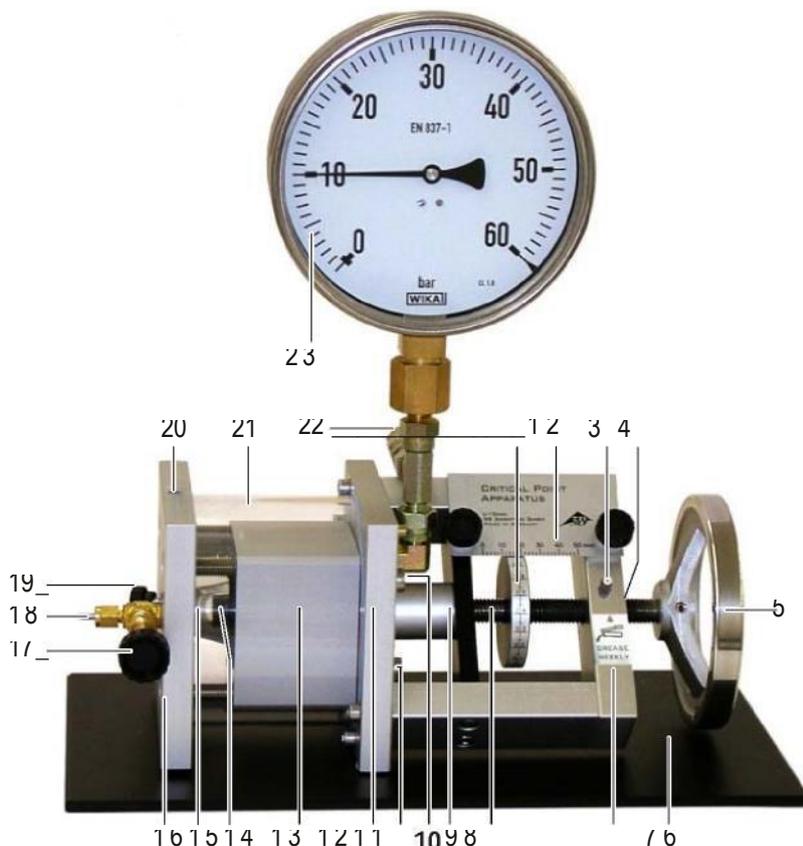


Apparatur zum kritischen Punkt 1002670

Bedienungsanleitung

01/13 MH/JS



- 1 Mitdrehende Skala
- 2 Feststehende Skala
- 3 Schmiernippel
- 4 Gewindebuchse
- 5 Handrad
- 6 Grundplatte
- 7 Bügel
- 8 Gewindestange mit Kolben
- 9 Kolbenschutz
- 10 Abfluss für Temperiermedium
- 11 Zufluss für Temperiermedium
- 12 Basisplatte
- 13 Zylinder
- 14 Hutdichtung
- 15 Messzelle
- 16 Ventilplatte
- 17 Regulierventil
- 18 Gasanschlussstutzen 1/8"
(für Minican®-Gaskanister)
- 19 Spülventil
- 20 Bohrung für Temperaturfühler
- 21 Temperiermantel
- 22 Sicherheitsventil
- 23 Manometer (Überdruckanzeige)

1. Inhalt der Bedienungsanleitung

Die Apparatur zum kritischen Punkt ist bei Auslieferung mit Hydrauliköl jedoch nicht mit Testgas gefüllt.

Vor der Befüllung mit Testgas sollte eine Volumenkalibrierung gemäß Abschnitt 6 mit Luft als idealem Gas durchgeführt werden.

Die Befüllung mit Testgas selbst ist in Abschnitt 7 beschrieben.

Experimentelle Untersuchungen sind in Abschnitt 8 erläutert.

Hinweise zur Einlagerung bei längeren Pausen gibt Abschnitt 9.

Wegen der unvermeidlichen Diffusion des Testgases durch die Hutdichtung ist nach längeren Standzeiten und vor einer geplanten testgasfreien Einlagerung der Apparatur das Hydrauliköl entsprechend Abschnitt 10 zu entgasen.

Die Gewindebuchse im Bügel muss regelmäßig gefettet und in größeren Abständen überprüft werden. Dies ist in Abschnitt 11 beschrieben.

Die in Abschnitt 12 beschriebenen Wartungsarbeiten sind erst dann erforderlich, wenn die Gummitteile durch Alterung in ihrer Funktion beeinträchtigt sind.

2. Sicherheitshinweise

Bei bestimmungsgemäßem Gebrauch ist der Umgang mit der Apparatur zum kritischen Punkt ungefährlich, da Experimentator und Apparatur durch ein Sicherheitsventil geschützt werden. Dennoch sind einige Vorsichtsregeln unbedingt zu beachten:

- Gesamte Bedienungsanleitung sorgfältig lesen und beachten.
- Maximal zulässige Werte für Druck und Temperatur (60 bar und 10–60°C) nicht überschreiten.
- Apparatur nur unter Aufsicht betreiben.
- Schutzbrille tragen.

Eine Temperaturerhöhung darf nur bei geringem Druck und möglichst bei reiner Gasphase in der Messzelle vorgenommen werden.

- Vor einer Temperaturerhöhung das Handrad möglichst bis zum maximalen Volumen herausdrehen.

Während des Einstellens darf das Sicherheitsventil nicht in die Richtung von Personen oder Gegenständen zeigen, die durch ein Herausschießen der Ventilkappe verletzt bzw. zerstört werden könnten. Auch beim normalen Experimentieren ist auf die Ausrichtung des Sicherheitsventils zu achten:

- Apparatur grundsätzlich so aufstellen, dass das Sicherheitsventil nicht in die Richtung von Personen oder zu schützenden Gegenständen zeigt.
- Zur Einstellung des Sicherheitsventils mit den Armen von vorne um die Apparatur herum nach hinten zum Sicherheitsventil greifen.

Die Hutmichtung wird bei Überlastung zerstört:

- Niemals bei offenem Regulierventil oder Spülventil, d.h. ohne Gasgedrückt in der Messzelle, einen Druck über 5 bar einstellen.
- Niemals bei geschlossenen Ventilen durch Zurückdrehen des Handrades einen Unterdruck erzeugen.

Im Bügel befindet sich eine Gewindebuchse, die als sicherheitsrelevantes Bauteil einzustufen ist (siehe Abschnitt 9).

- Gewindebuchse alle 100 Zyklen schmieren.
- Gewindebuchse einmal jährlich prüfen.

Um Korrosionsschäden im Gerät zu vermeiden,

- Gemisch aus Wasser und Kühlerschutzmittel im Verhältnis 2:1 als Temperiermedium verwenden.

Nur für SF₆ als reales Gas und Stickstoff als ideales Gas.

3. Beschreibung

Die Apparatur zum kritischen Punkt ermöglicht die Untersuchung von Kompressibilität und Verflüssigung eines Gases, die Bestimmung des kritischen Punktes und die Aufnahme der Isothermen des p-V-Diagramms (Clapeyron-Diagramm). Als Testgas wird Schwefelhexafluorid (SF₆) eingesetzt, das mit einer kritischen Temperatur von 318,6 K (45,5°C) und einem kritischen Druck von 3,76 MPa (37,6 bar) einen einfachen Aufbau ermöglicht.

Die Apparatur enthält eine durchsichtige Messzelle in besonders dichter und druckfester Ausführung. Das Volumen in der Messzelle wird durch fein dosierbare Drehung eines Handrades verändert, wobei die Volumenänderung mittels einer feststehenden und einer mitdrehenden Skala mit einer Genauigkeit von einem 1/1000 des Maximalvolumens abgelesen werden kann. Der Druckaufbau erfolgt durch ein Hydrauliksystem mit Rizinusöl in einer für medizinische Anwendungen zugelassenen Qualität. Messzelle und Hydrauliksystem sind durch eine Hutmichtung getrennt, die sich bei einer Volumenvergrößerung einrollt. Durch diese Konstruktion ist die Druckdifferenz zwischen Messzelle und Ölraum praktisch vernachlässigbar. Ein Manometer misst anstelle des Gasdruckes den Öldruck, ohne ein Totvolumen in der Messzelle zu beanspruchen. Bei der Beobachtung der Übergänge von der gasförmigen in die flüssige Phase und umgekehrt kann daher sowohl die Entstehung des ersten Flüssigkeitstropfens wie auch das Verschwinden der letzten Gasblase beobachtet werden.

Die Messzelle ist von einer transparenten Wasserkammer umhüllt. Über einen Umwälzthermostaten lässt sich somit eine konstante Temperatur mit hoher Genauigkeit einstellen, wobei die Temperatur über ein Thermometer abgelesen und kontrolliert werden kann.

Die guten Ablesemöglichkeiten von Volumen, Druck und Temperatur erlauben die Aufnahme von p-V- oder pV-p-Diagrammen ohne großen Aufwand mit qualitativ richtigen Ergebnissen. Mit einer druck- und temperaturabhängigen Volumenkorrektur lassen sich auch quantitativ richtige Ergebnisse erzielen, die einem Vergleich mit Literaturwerten standhalten.

4. Lieferumfang

1 Apparatur zum kritischen Punkt, gefüllt mit Hydrauliköl (Rizinusöl) jedoch ohne Testgas (SF₆), mit montiertem Gasanschlussstutzen für MINICAN®-Gaskanister und Schutz für Gasanschluss

1 Öl-Befüll-Vorrichtung

1 Sechskant-Winkelschraubendreher 1,3 mm (für Madenschraube der mitdrehenden Skala)

1 Kunststoffschlauch, 3 mm Innendurchmesser
1 Rohrverschraubung für 1/8" (SW 11)

1 Fettpresse

5. Technische Daten

Schwefelhexafluorid:	
Kritische Temperatur:	318,6 K (45,5°C)
Kritischer Druck:	3,76 MPa (37,6 bar)
Kritisches Volumen:	197,4 cm ³ /Mol
Kritische Dichte:	0,74 g/Mol
Maximalwerte:	
Temperaturbereich:	10–60°C
Maximaldruck:	6,0 MPa (60 bar)
Schwellwert des Sicherheitsventils: 6,3 MPa (63 bar)	
Theoretische Dauerfestigkeit:	7,0 MPa (70 bar)
Theoretischer Berstdruck:	>20,0 MPa (200 bar)
Materialien:	
Probegas:	Schwefelhexafluorid
Hydrauliköl:	Rizinusöl
Messzelle:	Acrylglas
Temperiermantel:	Acrylglas
Empf. Temperiermedium:	Gemisch aus Wasser und Kühlerschutzmittel im Verhältnis 2:1
Volumenbestimmung:	
Kolbendurchmesser:	20,0 mm
Kolbenfläche:	3,14 cm ²
Verstelltes Volumen:	3,14 cm ² x Verstellweg
Maximalvolumen:	15,7 cm ³
Skalenteilung für Verstellweg:	0,05 mm
Maximaler Verstellweg: 50 mm	
Druckbestimmung:	
Manometer:	Klasse 1.0 (max. 1% Abweichung vom Skalenendwert)
Messgröße:	Überdruck
Anzeige:	bis 60 bar
Manometerdurchmesser: 160 mm	
Anschlüsse:	
Bohrung für Temperaturfühler:	6 mm Ø
Anschlüsse für Temperiermittel:	7 mm Ø
Anschluss des Reduzierventils:	1/8 Zoll Ø
Gasanschluss:	1/8" (3,17 mm) Ø (bei Auslieferung)
Allgemeine Daten:	
Abmessungen:	380 x 200 x 400 mm ³
Masse:	ca. 7 kg

6. Volumenkalibrierung

6.1 Vorbemerkung:

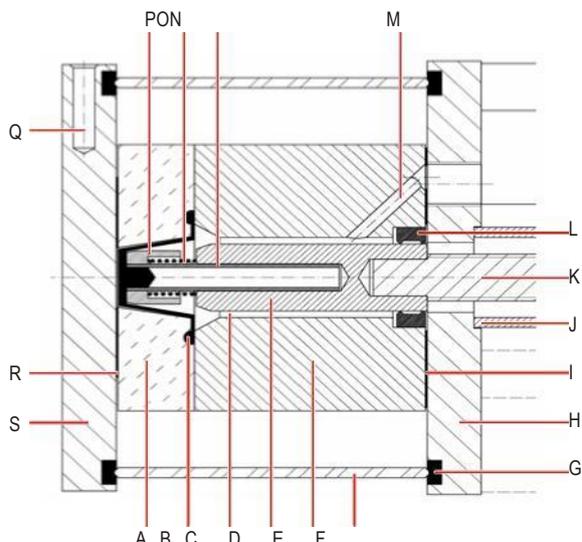


Fig. 1: Schnitt durch die Apparatur mit Messzelle (A), Hutdichtung (B), Ölraum (C), Kolben (D), Zylinder (E), Temperiermantel (F), Silikondichtung (G), Basisplatte (H), quadratische Gummidichtung (I), Kolbenschutz (J), Gewindestange (K), Dichtring (L), Manometeranschluss (M), Führungsrohr (N), Feder (O), Hülse (P), Bohrung für Temperaturfühler (Q), runde Gummidichtung (R) und Ventilplatte (S)

Eine Drehung am Handrad dreht den Kolben über die Gewindestange in den Zylinder hinein oder heraus, wodurch sich das Volumen im Ölraum ändert (siehe Fig. 1). Da Öl nahezu inkompressibel ist und bis auf die Hutdichtung alle anderen Teile nahezu starr sind, bewirkt die Volumenänderung im Ölraum eine Deformation der Hutdichtung und damit eine nahezu gleich große Volumenänderung AV_G in der Messzelle.

Für AV_G gilt also in erster Näherung:

$$AV_G = A \cdot \Delta s \quad (1)$$

mit $A = 3,14 \text{ cm}^2$ und $\Delta s =$ Verstellweg des Kolbens.

Der Kolbenweg wird in Schritten von 2 mm auf der feststehenden Skala angezeigt, Zwischenwerte können auf der mitdrehenden Skala in Schritten von 0,05 mm abgelesen werden.

Die feststehende Skala kann nach Lösen der beiden Rändelschrauben verschoben, die mitdrehende Skala nach Lösen der (zwischen den Skalenpositionen 0 9 und 1 0 angeordneten) Madenschraube verschoben sowie um die Gewindestange gedreht werden.

6.2 Nullpunktkalibrierung:

Der Nullpunkt der Volumenskala muss durch eine Kalibrierung ermittelt werden.

Hierzu bedient man sich der Tatsache, dass sich Luft im Druckbereich von 1–50 bar und im Temperaturbereich von 270–340 K wie ein ideales Gas verhält (der Realgasfaktor weicht um weniger als 1% von 1 ab). Daher gilt bei konstanter Temperatur (z.B. bei Raumtemperatur) für zwei Kolbenwege s_0 und s_1 sowie die zugehörigen Drücke p_0 und p_1 der eingeschlossenen Luft

$$p_0 \cdot s_0 = p_1 \cdot s_1 \quad (2)$$

Mit $s_0 = s_1 + \Delta s$ ergibt sich nach Umstellung:

$$s = \frac{p_0}{p_1} \cdot \frac{\Delta s}{s} \quad (3)$$

Grobjustierung der Skalen:

- Regulierventil weit öffnen.
- Madenschraube der mitdrehenden Skala um eine halbe Umdrehung lösen (die Skala lässt sich jetzt auf der Gewindestange leicht verdrehen, ohne das Handrad zu bewegen; dem selbstständigen Verdrehen wirkt aber noch ein federndes Druckstück entgegen).
- Handrad bis zum merklichen Widerstand herausdrehen.
- Ohne das Handrad zu bewegen, mitdrehende Skala auf der Gewindestange verdrehen, bis die 0,0-Markierung oben ist und auf der feststehenden Skala ca. 48 mm angezeigt werden.
- Rändelschrauben der feststehenden Skala lösen und die Skala seitlich verschieben, bis der Strich bei 48 mm exakt über der Mittellinie der mitdrehenden Skala liegt (siehe Fig. 2).
- Rändelschrauben wieder anziehen; dabei darauf achten, dass die feste Skala nicht auf die mitdrehende Skala drückt.

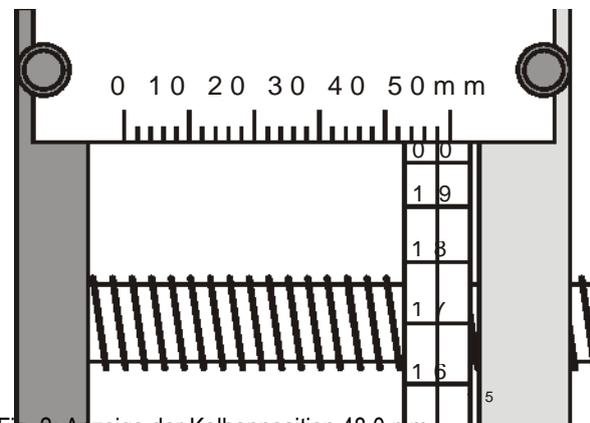


Fig. 2: Anzeige der Kolbenposition 48,0 mm

Nullpunktkorrektur:

- Regulierventil schließen (der Druck in der Messzelle entspricht jetzt dem Umgebungsdruck $p_0 = 1$ bar; das Manometer zeigt im Rahmen der Messgenauigkeit den Überdruck 0 bar an).
- Handrad hineindrehen, bis 15 bar Überdruck angezeigt werden (Absolutdruck $p_1 = 16$ bar).
- Kolbenposition s_1 ablesen und daraus den Verstellweg $\Delta s = s_0 - s_1$ berechnen.
- Nullpunktkorrigierte Kolbenposition $s_{1, \text{korrr}}$ nach Gl. 3 berechnen.
- Mitdrehende Skala auf den korrigierten Wert einstellen und ggf. die feststehende Skala nochmals verschieben.
- Handrad ggf. etwas herausdrehen und die mitdrehende Skala mit der Madenschraube fixieren.

Messbeispiel:

$p_0 = 1$ bar, $p_1 = 16$ bar, $p_1 - p_0 = 15$ bar $s_0 = 48,0$ mm, $s_1 = 3,5$ mm, $\Delta s = 44,5$ mm das ergibt $s_{1, \text{korrr}} = 2,97$ mm.

Die mitdrehende Skala ist daher so zu verstellen, dass anstelle von 3,50 mm nun 2,97 mm angezeigt wird.

Hinweis:

Nach dieser Nullpunktkalibrierung erhält man bereits qualitativ richtige Messwerte. Bezüglich T und p werden die Isothermen im zweiphasigen Bereich bis zum kritischen Punkt auch quantitativ richtig erfasst. Allerdings sind besonders im flüssigen Bereich die gemessenen Isothermen etwas zu weit gespreizt.

6.3 Ausführliche Kalibrierung:

Der genaue Zusammenhang zwischen dem Volumen V_G in der Messzelle und der Skalenanzeige s ist von der eingefüllten Ölmenge im Ölraum abhängig. Außerdem dehnt sich der Ölraum proportional zum Druck geringfügig aus, was auf die Rohrfeder im Manometer zurückzuführen ist. Zusätzlich dehnt sich Rizinusöl bei einer Temperaturerhöhung stärker aus, als der Rest der Apparatur, wodurch der Druck mit zunehmender Temperatur leicht übermäßig ansteigt. All diese Effekte können nach einer entsprechenden Kalibrierung mit Luft als idealem Gas herausgerechnet werden.

Die ideale Gasgleichung lautet:

$$\frac{p \cdot V}{T} = n \cdot R \quad (4)$$

$$\text{mit } R = 8,314 \frac{\text{J}}{\text{Kmol}}$$

Dabei lässt sich der Absolutdruck gemäß

$$p = p_e + 1 \text{ bar} \quad (6)$$

aus dem abgelesenen Überdruck p_e berechnen. Für die absolute Temperatur gilt:

$$T = \nabla + \nabla_0 \text{ mit } \nabla_0 = 273,15^\circ\text{C} \quad (7)$$

Das Volumen berechnet sich gemäß

$$V_G = A \oplus s \quad (8)$$

mit $A=3,14 \text{ cm}^2$ und dem „wirksamen“ Kolbenweg s .

Der wirksame Kolbenweg ergibt sich aus dem abgelesenen Kolbenweg s_e wie folgt:

$$s = s_e + s_0 + \textcircled{R}_p + p \textcircled{R}_\nabla + \nabla \quad (9)$$

Einsetzen in Gl. 4 ergibt:

$$p \left(\frac{s_e + s_0 + \textcircled{R}_p + p \textcircled{R}_\nabla + \nabla}{\nabla + \nabla_0} \right) \oplus A \quad (10)$$

Nimmt man mehrere Messpunkte bei verschiedenen Temperaturen und Drücken auf, so ist der Term

$$Q = \sum_{i=1}^n \frac{p_i \left(\frac{s_{e,i} + s_0 + \textcircled{R}_p + p_i \textcircled{R}_\nabla + \nabla_i}{\nabla_i + \nabla_0} \right) \oplus A}{\nabla_i + \nabla_0} \quad (11)$$

zu berechnen und die freien Parametern s_0 , \textcircled{R}_p , \textcircled{R}_∇ und n so zu wählen, dass Q minimal wird.

Zusätzlich erforderlich (vgl. Abschnitt 8):

- 1 Kompressor oder Fahrradluftpumpe und Fahrradventil
- 1 Bad-/Umwälzthermostat 1008653/1008654
- 1 Digital-Sekunden-Taschenthermometer 1002803
- 1 Tauchfühler NiCr-Ni Typ K, -65°C bis 550°C 1002804
- 2 Silikonschläuche, 1 m 1002622
- 1 l Kühlerschutzmittel mit Korrosionsschutz-Additiven für Aluminium-Motoren (z.B. Glysantin® G30 der Fa. BASF)

Durchführung der Kalibrierung:

- Umwälzthermostat wie in Abschnitt 8 beschriebenen anschließen und mit Wasser-Kühlerschutz-Gemisch füllen.
- Kunststoffschlauch mit Innendurchmesser 3 mm auf den Gasanschlussstutzen 1/8" stecken.
- Regulierventil öffnen.
- Kolben mit dem Handrad z.B. bis zur Position 46,0 mm herausdrehen.
- Mit Kompressor oder einer Fahrrad-Luftpumpe einen Luft-Überdruck von ca. 3–8 bar in der Messzelle erzeugen.
- Regulierventil schließen.

- Zur Aufnahme einiger Messwerte das Volumen in der Messzelle oder die Temperatur am Thermostat variieren, Einstellung des stationären Gleichgewichts abwarten und Druck ablesen.
- Mit einer geeigneten Anpassungssoftware die Parameter s_0 , \textcircled{R}_p , \textcircled{R}_∇ und n so bestimmen, dass die Fehlerquadratsumme Q minimal wird (vgl. Gl. 11).
- Falls gewünscht die mitdrehende Skala um den Wert s_0 verdrehen, wodurch diese Korrektur herausfällt.

Mit den so bestimmten Parametern wird gemäß Gl. 9 aus der abgelesenen Kolbenposition s_e die „wirksame“ Kolbenposition s berechnet und daraus gemäß Gl. 8 das kalibrierte Messzellenvolumen.

Messbeispiel:

Tab. 1: Messwerte zur Kalibrierung

i	s_e / mm	∇	p / bar
1	40,0	20,0°C	6,6
2	20,0	20,0°C	12,4
3	10,0	20,0°C	23,3
4	5,0	20,0°C	41,8
5	3,5	20,0°C	53,9
6	5,0	20,0°C	41,8
7	5,0	10,0°C	38,9
8	5,0	30,0°C	45,3
9	5,0	40,0°C	49,0
10	5,0	50,0°C	53,5

Es ergeben sich folgende Parameterwerte:

$$s_0 = 0,19 \text{ mm}, \textcircled{R}_p = 0,023 \frac{\text{mm}}{\text{bar}}, \textcircled{R}_\nabla = 0,034 \frac{\text{mm}}{\text{grad}} \text{ und } n = 0,00288 \text{ mol.}$$

7. Befüllung mit Testgas

7.1 Umgang mit Schwefelhexafluorid:

Schwefelhexafluorid (SF_6) ist ungiftig und für den Menschen vollkommen ungefährlich. Der MAK-Wert, bei dem Ersticken durch Sauerstoffverdrängung droht, beträgt 1000 ppm. Das entspricht ca. 6 Messzellen-Füllungen pro 1 m^3 Luft.

Allerdings ist SF_6 sehr umweltschädlich und weist einen 24.000-mal stärkeren Treibhauseffekt auf als CO_2 . Daher sollten nicht größere Mengen in die Umwelt freigesetzt werden.

7.2 Gasanschluss über eine feste Rohrleitung:

Zusätzlich erforderlich:

1 SF_6 -Gasflasche mit einer vom Gashersteller bzw. –vertreiber empfohlenen Gasarmatur, z.B. Gasflasche SH ILB und Regulierventil Y11 L215DLB180 von Fa. Airgas (www.airgas.com)

1 Rohrleitung mit Außendurchmesser 1/8" und ggf. Reduzierstücke, z.B. von Fa. Swagelok (www.swagelok.com)

1 Maulschlüssel SW 13, 1 Maulschlüssel SW 11

Gemäß den Grundsätzen einer „guten Laborpraxis“ ist insbesondere bei regelmäßiger Nutzung der Apparatur zum kritischen Punkt der Gasanschluss über eine feste Rohrleitung zu empfehlen.

Eine Befüllung beginnt mit mehreren Spülvorgängen zum Herausspülen der Luft aus der Rohrleitung. Die Zahl der Spülvorgänge hängt ab von der Rohrleitungs-länge (genauer vom Verhältnis Leitungsvolumen/ Messzellenvolumen). Vom Treibhausgas SF_6 sollte dabei möglichst wenig in die Umwelt freigesetzt werden.

Anschluss der festen Rohrleitung:

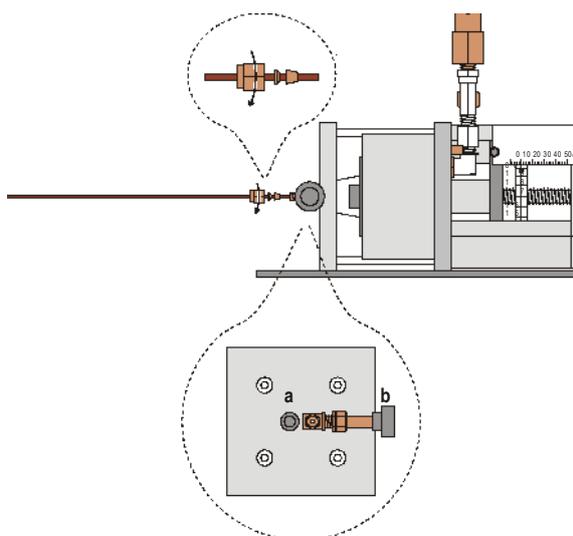


Fig. 3: Anschluss der festen Rohrleitung
(a) Spülventil, (b) Regulierventil

- Ggf. Schutz für Gasanschluss abziehen und Gasanschlusstutzen 1/8" durch Lösen der Überwurfmutter (SW 11) entfernen.
- Rohrleitung (ggf. mit Reduzierstücken) an die Gasarmatur anschließen.
- Mitgelieferte Rohrverschraubung beginnend mit der Überwurfmutter auf die Rohrleitung schieben (siehe Fig. 3, Reihenfolge und Ausrichtung wie mit dem Kabelbinder vorgegeben!).
- Rohrleitung in das Regulierventil stecken und die Überwurfmutter soweit festziehen, bis sich die Rohrleitung gerade nicht mehr mit den Fingern verschieben lässt.
- Regulierventil mit einem Maulschlüssel (SW 13) kontern und Überwurfmutter um weitere 270° festdrehen.

Nun ist die Verbindung gasdicht. Beim späteren Lösen der Überwurfmutter ist das Regulierventil ebenfalls mit einem Maulschlüssel zu kontern.

Herausspülen der Luft:

- Kolben mit Handrad auf Position 10 mm stellen.
- Regulierventil langsam öffnen und SF_6 einströmen lassen, bis ca. 10 bar angezeigt werden.
- Regulierventil schließen.
- Spülventil wenig öffnen, bis die Druckanzeige auf fast 0 bar abgesunken ist.
- Spülventil schließen.

Befüllung mit Testgas:

- Nach mindestens vier Spülvorgängen das Regulierventil öffnen, bis wiederum 10 bar angezeigt werden.
- Regulierventil schließen.
- Kolben mit Handrad auf z.B. 46 mm zurückdrehen.
- Regulierventil langsam öffnen und bei Erreichen von 10 bar wieder schließen.

7.3 Gasbefüllung aus einer MINICAN®:

Zusätzlich erforderlich:

1 MINICAN®-Gaskanister mit SF_6 , z.B. von Fa. Westfalen (www.westfalen-ag.de)

Bei gelegentlicher Nutzung der Apparatur, ist es günstiger, das Testgas aus einem MINICAN®-Gaskanister zu entnehmen. Der Gasanschluss einer MINICAN® ist ähnlich aufgebaut wie ein Ventil an einer handelsüblichen Sprühdose, d.h. es öffnet, wenn die MINICAN® direkt auf den Gasanschlusstutzen gedrückt wird.

Auch hier beginnt eine Befüllung mit mehreren Spülvorgängen zum Herausspülen der Luft.

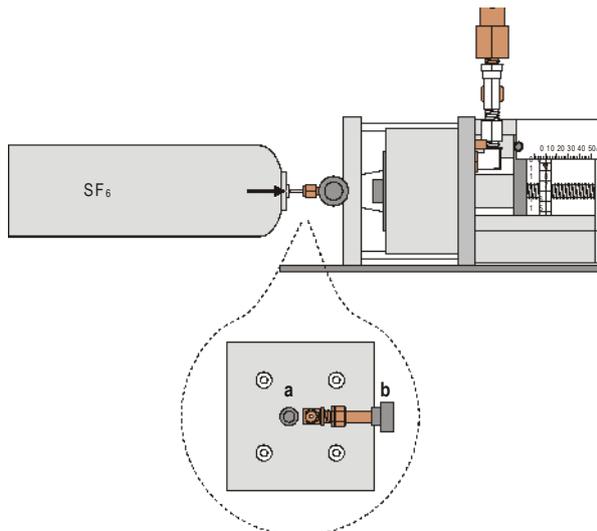


Fig. 4: Einfüllen des Testgases aus einem MINICAN®-Gaskanister (a) Spülventil, (b) Regulierventil

Herausspülen der Luft:

- Ggf. Schutz für Gasanschluss abziehen
- Kolben mit Handrad auf Position 10 mm stellen.
- MINICAN® mit SF₆ nach Entfernen der Schutzkappe an den Gasanschlusssutzen ansetzen.
- MINICAN® anpressen, Regulierventil (b) langsam öffnen und SF₆ einströmen lassen, bis ca. 10 bar angezeigt werden.
- Regulierventil schließen.
- Spülventil wenig öffnen, bis die Druckanzeige auf fast 0 bar abgesunken ist.
- Spülventil schließen.

Befüllung mit Testgas:

- Nach mindestens vier Spülvorgängen MINICAN® anpressen, Regulierventil langsam öffnen und SF₆ einströmen lassen, bis ca. 10 bar angezeigt werden.
- Regulierventil schließen.
- Kolben mit Handrad auf z.B. 46 mm zurückdrehen.
- MINICAN® anpressen, Regulierventil langsam öffnen und bei Erreichen von 10 bar wieder schließen.

7.4 Empfehlung für kurze Unterbrechungen:

Die Gasfüllung kann einige Tage in der Messzelle verbleiben.

Wenn keine Experimente durchgeführt werden, sollte der Kolben mit dem Handrad in eine möglichst druckarme Position - also z.B. auf 46 mm - zurückgedreht werden.

Nach Möglichkeit sollte die Apparatur immer mit dem Temperiermedium gefüllt bleiben.

8. Experimente

8.1 Experimenteller Aufbau:

Zusätzlich erforderlich:

- | | |
|--|-----------------|
| 1 Bad-/Umwälzthermostat | 1008653/1008654 |
| 1 Digital-Sekunden-Taschenthermometer | 1002803 |
| 1 Tauchfühler | |
| NiCr-Ni Typ K, -65°C bis 550°C | 1002804 |
| 2 Silikonschläuche, 1 m | 1002622 |
| 1 Kühlerschutzmittel mit Korrosionsschutz-Additiven für Aluminium-Motoren (z.B. Glysantin® G30 der Fa. BASF) | |

- Apparatur in zur Beobachtung der Messzelle gut geeigneter Höhe aufstellen und so ausrichten, dass das Sicherheitsventil nicht auf Personen oder zu schützende Gegenstände gerichtet ist.
- Silikonschläuche vom Ausfluss des Umwälzthermostaten zum Zufluss des Temperiermantels und vom Ausfluss des Temperiermantels zum Zufluss des Umwälzthermostaten anschließen.
- Temperiermedium aus 2 Volumenteilen Wasser und 1 Volumenteil Kühlerschutzmittel herstellen.
- Umwälzthermostat füllen. **8.2**

Qualitative Beobachtungen:

Flüssiger und gasförmiger Zustand, dynamischer Zustand beim Phasenübergang, Ausbildung der Übergangspunkte bei verschiedenen Temperaturen.

- Volumen durch Drehen am Handrad und Temperatur am Thermostaten unter Beachtung der Sicherheitshinweise variieren.
- Zur leichteren Beobachtung der Grenzfläche zwischen Flüssigkeit und Gas vorsichtig am Aufbau wackeln.

In der Nähe des kritischen Punktes kann auch die kritische Opaleszenz beobachtet werden: Durch einen ständigen Wechsel zwischen flüssigem und gasförmigen Zustand in kleinen Bereichen der Messzelle entsteht eine Art „Nebel“ und das Schwefelhexafluorid erscheint trübe.

8.3 Messung von Isothermen im p-V-Diagramm:

- Bei maximalem Volumen die gewünschte Temperatur am Umwälzthermostaten einstellen.
- Schrittweise das Volumen in der Messzelle bis zur Kolbenposition 10 mm verkleinern, Einstellung des stationären Gleichgewichts abwarten und Druck ablesen.
- Anschließend bei möglichst kleinem Volumen beginnend das Volumen schrittweise bis zur gleichen Kolbenposition 10 mm vergrößern, Einstellung des stationären Gleichgewichts abwarten und Druck ablesen.
- Überdrücke in Absolutdrücke und die Kolbenpositi-

onen gemäß Abschnitt 6 in Volumina umrechnen.

Im Bereich kleiner Volumina wird das stationäre Gleichgewicht schneller beim Übergang von hohen Drücken zu niedrigen Drücken – also vom kleineren zum größeren Volumen – erreicht, da die Phasengrenzfläche des Phasenübergang von flüssig nach gasförmig auch durch Dampfblasen überall in der Flüssigkeit gebildet wird. Die Gleichgewichtseinstellung dauert dann etwa 1–5 min, wobei die Messpunkte am Rand des zweiphasigen Gebietes die längste Zeit benötigen.

Der empfohlene Grenzwert von 10 mm bezieht sich auf einen Einfülldruck von 10 bar. Im erlaubten Temperaturbereich liegt oberhalb dieses Wertes sicher noch keine Flüssigphase vor. Der Grenzwert wandert bei höheren Einfülldrücken nach „rechts“.

8.4 Messung von Isochoren im p - T -Diagramm:

- Gewünschte Ausgangstemperatur und anschließend gewünschtes Volumen einstellen.
- Temperatur schrittweise absinken lassen.
- Einstellung des stationären Gleichgewichts abwarten und Druck ablesen.

Im zweiphasigen Bereich bilden die so gemessenen Messpunkte die Dampfdruckkurve.

Die Gleichgewichtseinstellung dauert nach jeder Temperaturänderung bis zu 20 min, da zunächst das Wasserbad und die Messzelle die gewünschte Temperatur erreichen müssen.

8.5 Bestimmung der Gasmasse:

Ausblasen des Gases aus der Messzelle in eine gasdichte Plastiktüte und anschließende Wägung:

- Ggf. Rohrleitung entfernen und Gasanschlusstutzen montieren.
- Handrad weit herausdrehen, z.B. auf 46 mm.
- Regulierventil wenig öffnen und das Gas über den Gasabschlusstutzen in die Plastiktüte entlassen.
- Regulierventil schließen.
- Masse des ausgeblasenen Gases bestimmen, dabei Leergewicht der Tüte und Luftauftrieb beachten.
- Volumen der Messzelle verkleinern, bis der Druck in der Messzelle wieder den ursprünglichen Wert erreicht hat.
- Aus der Volumendifferenz vor und nach der Entleerung und dem noch vorhandenen Volumen in der Messzelle die ursprünglich vorhandene Gasmasse berechnen.

Abgleich mit Literaturwerten:

Mit Hilfe von Tabellenwerken, z.B. Clegg et al. [4], wird alternativ aus Messwerten ϑ , p und V die Gasmasse in der Messzelle berechnet.

8.6 Auswertung:

In Fig. 5 ist zu erkennen, dass mit der relativ einfachen Apparatur Messwerte erzielt werden können, die einen Vergleich mit den auch im Diagramm eingezeichneten Literaturwerten nicht zu scheuen brauchen.

8.7 Literatur:

- [1,2] Sulphur Hexafluoride, Firmenschrift S.27[1],30[2] und Solvay Fluor und Derivate GmbH, Hannover, Germany, 2000
- [3] Otto und Thomas, in: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971
- [4] Clegg et al., in: Landolt-Börnstein - Zahlenwerte und Funktionen, II Band, 1. Teil, Springer-Verlag, Berlin, 1971
- [5] Din, F.: Thermodynamic Functions of Gases, Vol. 2, Butterworths Scientific Publications, London, 1956
- [6] Vargaftik, N. B.: Handbook of Physical Properties of Liquids and Gases, 2nd ed., Hemisphere Publishing Corporation, Washington, 1983
- [7] Nelder, J. und Mead, R.: Comp. J., Vol. 7, S. 308, 1965

9. Einlagerung für längere Unterbrechungen

Wenn über einen längeren Zeitraum keine Experimente geplant sind, wird das Testgas abgelassen und der Kolben in die „Ruheposition“ gedreht, in der der konische Teil der Huldichtung minimal eingebeult ist und nicht gegen die Messzelle drückt.

- Ggf. Apparatur abkühlen lassen und Kolben mit dem Handrad in eine möglichst druckarme Position drehen.
- Testgas über das Spülventil ablassen.
- Kolben mit dem Handrad in die „Ruheposition“ bei etwa 5 mm drehen.
- Spülventil wieder schließen.
- Vor der endgültigen Einlagerung unbedingt das Hydrauliköl gemäß Abschnitt 10 entgasen, falls die Apparatur vorher lange Zeit in Betrieb war.
- Bei der Einlagerung direkte Sonneneinstrahlung vermeiden.
- Das Temperiermedium sollte in der Apparatur verbleiben, da die Additive Korrosion und Ausblühungen durch elektrochemische Spannungen zwischen den verschiedenen Materialien verhindern. Alternativ kann die Apparatur mit entionisiertem Wasser gespült und anschließend mit Pressluft (ölfrei, max. 1,1 bar) getrocknet werden.

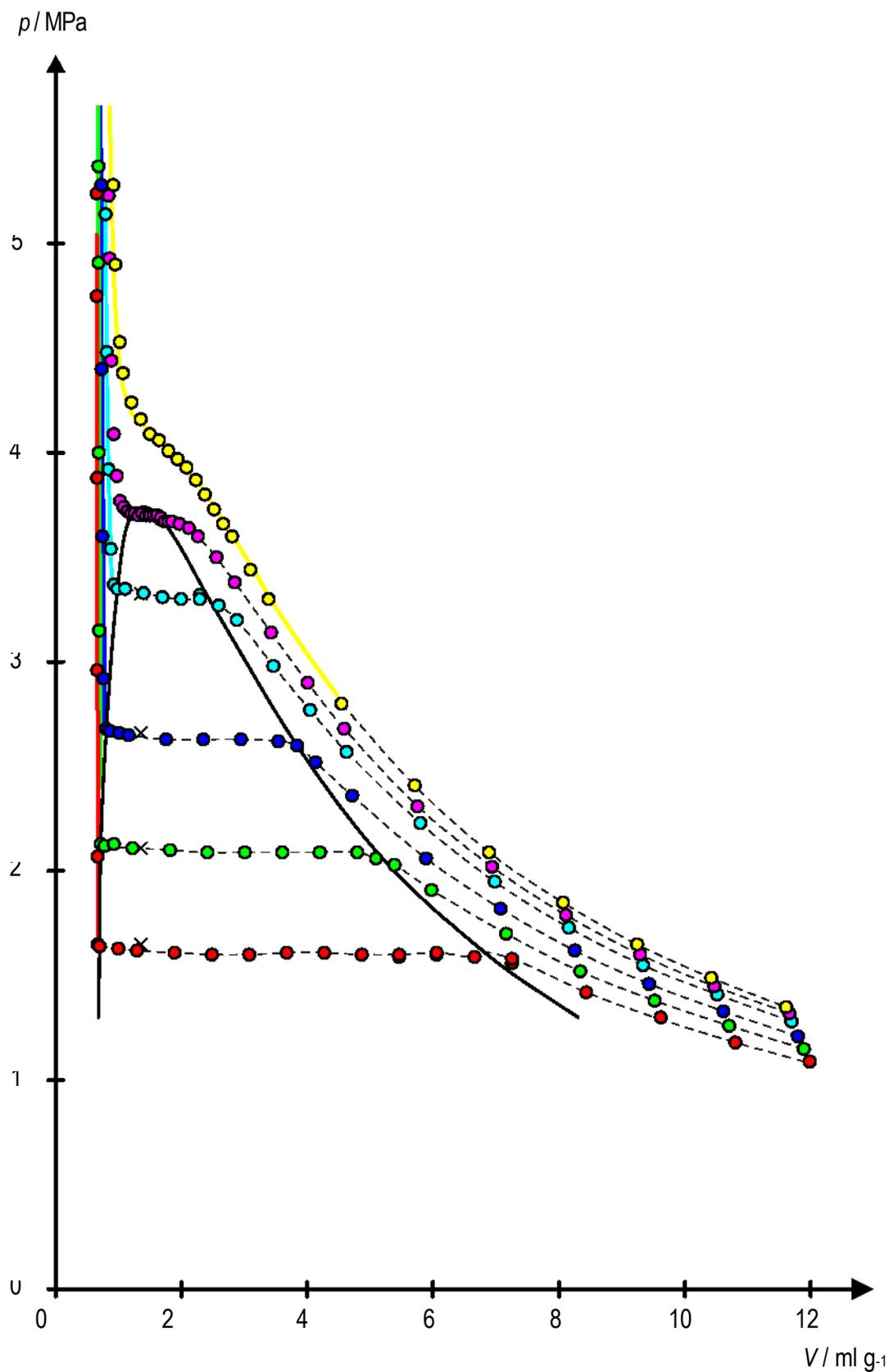


Fig. 5 pV -Diagramm von SF₆, gemessen mit der Apparatur zum kritischen Punkt
 Messwerte bei 10°C (●), 20°C (○), 30°C (◐), 40°C (◑), 45°C (◒) und 50°C (◓),
 (—) Grenzlinie des Flüssig-Gas-Gemisches, (---) Literaturwerte aus [1] für Dampfdruck,
 Literaturwerte aus [2] für Flüssigkeitsdruck bei 10°C (●), 20°C (○), 30°C (◐), 40°C (◑)
 und 50°C (◓)

10. Entgasen des Hydrauliköls

Durch die unvermeidliche Diffusion des Testgases durch die Hutmichtung sinkt der Druck in der Messzelle über einen längeren Zeitraum langsam ab. Das durch die Hutmichtung diffundierende Gas wird zunächst im Hydrauliköl gelöst und hat keinen nennenswerten Einfluss auf die Messungen.

Wenn jedoch das Testgas zur Lagerung der Apparatur abgelassen wird und entsprechend der Druck im Hydrauliköl auf den Umgebungsdruck fällt, dann entweicht Testgas gemäß dem Henryschen Gesetzes aus dem Hydrauliköl und führt zu einem langsamen Druckanstieg im Ölraum, der ohne Gasgegendruck in der Messzelle unbedingt zu vermeiden ist. Aus diesem Grund sollte vor der Einlagerung das Hydrauliköl entgast werden.

Zum Entgasen wird das Hydrauliköl unter Vakuum zum Sieden gebracht. Da der Druckunterschied zu beiden Seiten der Hutmichtung nicht zu groß werden darf, wird dafür gesorgt, dass auf der Gasseite möglichst der gleiche Unterdruck herrscht.

Zusätzlich erforderlich:

- 1 Rizinusöl in DAB-Qualität z.B. 1002671
- 1 Vakuumschlauch, 6 mm Innendurchmesser
- 1 Absperrhahn (bzw. Dosierventil)
- 1 Drehschieberpumpe
- 1 Maulschlüssel SW 14, 1 Pinzette
- saugfähiges Papier, Schachtel

Lagerung der Apparatur:

- Ggf. Apparatur abkühlen lassen und Kolben mit dem Handrad in eine möglichst druckarme Position drehen.
- Testgas über das Spülventil ablassen und Spülventil schließen.
- Ggf. Gas-Rohrleitung demontieren und Gasanschlussstutzen montieren.
- Mitdrehende Skala lösen.
- Regulierventil öffnen.
- Kolben mit Handrad soweit hineindrehen, bis 1 bar Überdruck erreicht ist.
- Regulierventil schließen.
- Handrad zwei Umdrehungen zurückdrehen.
- Apparatur mit der Manometer-Skala nach unten auf den Arbeitsplatz legen, wobei das Manometer mit einer ca. 6 cm dicken Unterlage gestützt wird (siehe Fig. 6).

Achtung: Der Kolben darf keinesfalls weiter als 25 mm herausgedreht werden, da andernfalls bei den folgenden Arbeiten das Führungsrohr aus dem Kolben herausrutschen kann.

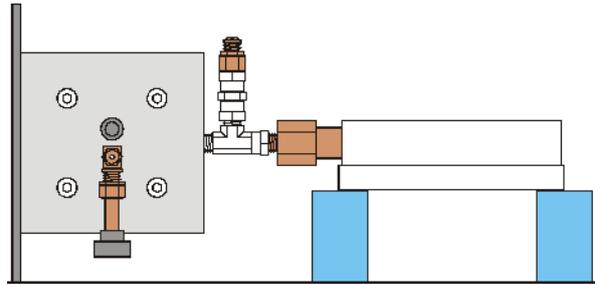


Fig. 6: Lagerung der Apparatur für die Ölbefüllung.

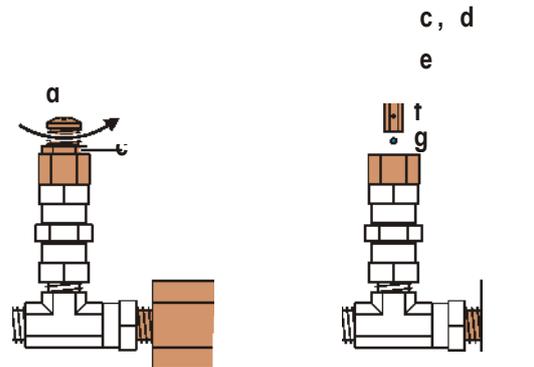


Fig. 7: Ausbau des Sicherheitsventils.

- (c) Kontermutter, (d) Ventilkappe, (e) Druckfeder, (f) Sechskantstempel, (g) Stahlkugel

Ausbau des Sicherheitsventils:

- Kontermutter (SW 14) des Sicherheitsventils lösen und Ventilkappe mit einem Schraubendreher herausdrehen (siehe Fig. 7).
- Nacheinander die Druckfeder, den Sechskantstempel und die Stahlkugel mit einer Pinzette entnehmen und z.B. in einer Schachtel ablegen.

Montage der Öl-Befüll-Vorrichtung:

- Überwurfmutter der Öl-Befüll-Vorrichtung lösen, Aufsatz abnehmen und Überwurfmutter über das Sicherheitsventil legen (siehe Fig. 8).
- Öl-Behälter nicht zu fest einschrauben (der O-Ring darf nicht herausquetschen).
- Regulierventil öffnen.
- Handrad zunächst ganz bis zum Anschlag am Bügel hineindrehen (ggf. mitdrehende Skala lösen) und danach das Handrad um 3 Umdrehungen herausdrehen.
- Saugfähiges Papier unterlegen und Öl-Behälter bis maximal zur Hälfte mit Rizinusöl befüllen.
- Aufsatz der Öl-Befüll-Vorrichtung mit der Überwurfmutter verschrauben.

Anschluss der Vakuumpumpe:

- Kunststoffschlauch mit 3 mm Innendurchmesser auf den Gasanschlussstutzen der Apparatur und den kleineren Stutzen der Öl-Befüll-Vorrichtung stecken.
- Zum Anschluss der Vakuumpumpe einen Vaku-

umschlauch mit 6 mm Innendurchmesser über einen Absperrhahn oder besser über ein Dosierventil an den größeren Stutzen der Öl-Befüll-Vorrichtung anschließen.

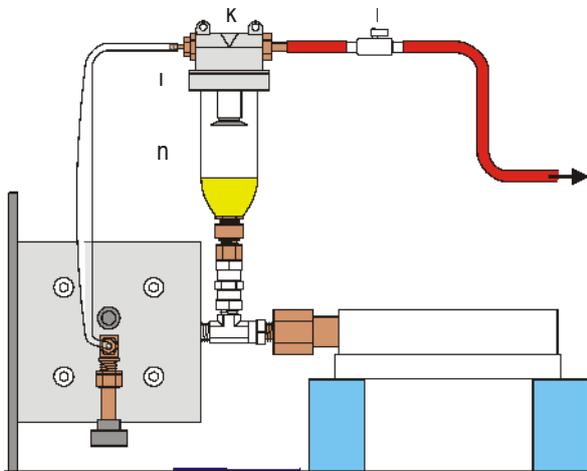


Fig. 8: Montage der Öl-Befüll-Vorrichtung und Anschluss der Vakuumpumpe (h) Ölbehälter, (i) Überwurfmutter, (k) Aufsatz, (l) Absperrhahn (bzw. Dosierventil)

Entgasen:

- Kontrollieren, ob das Regulierventil offen und das Spülventil geschlossen ist.
- Vakuumpumpe einschalten, Absperrhahn wenig öffnen und dabei die Schaumbildung im Rizinusöl beobachten.

Der Abpumpvorgang ist durch Schließen des Absperrhahns zu unterbrechen, wenn die Schaumbildung so stark ist, dass der am Aufsatz angebrachte Filter erreicht wird. Erst nachdem der Schaum zerfallen ist, wird der Absperrhahn wieder geöffnet.

Nach mehreren Minuten (abhängig vom Saugvermögen der angeschlossenen Vakuumpumpe) wird der Dampfdruck des Rizinusöls erreicht und es beginnt zu siedeln. Dies ist daran zu erkennen, dass „aus dem Nichts“ Dampfblasen entstehen, die sich auf ihrem Weg durch das Öl schnell vergrößern.

Jetzt ist das Öl ausreichend entgast.

- Regulierventil und Absperrhahn schließen.

Abbau:

- Vakuumschlauch vom Absperrhahn abziehen (das Schlauchstück mit dem Hahn verbleibt noch an der Öl-Befüll-Vorrichtung).
- Zur Vermeidung eines Druckstoßes den Absperrhahn langsam öffnen und den Druckausgleich abwarten.
- Schläuche von beiden Stutzen der Öl-Befüll-Vorrichtung abziehen.
- Behälter aus dem Sicherheitsventil herausschrauben.

Da das Rizinusöl relativ dickflüssig ist, läuft es nur sehr langsam aus dem Behälter und dieser Arbeitsgang kann problemlos durchgeführt werden. Ein

Putztuch (Küchenpapier), das direkt nach dem Herausdrehen unter den Behälter gehalten wird verhindert jegliche Tropfenbildung.

- Mit einem Putztuch das überschüssige Öl aus dem Sicherheitsventil entfernen und danach das Handrad minimal hineindrehen, bis sich der Ölspiegel im Ventil genau auf der Höhe der Auflagekante der Stahlkugel befindet.
- Stahlkugel einlegen, den Sechskantstempel mit der kurzen Bohrung auf die Kugel stellen (Pinzette) und die Druckfeder in die längere Bohrung stecken.
- Ventilkappe vorsichtig (nicht zu fest) bis zum Anschlag einschrauben und 2 Umdrehungen lösen.

Sicherheitsventil einstellen:

- Apparatur aufrichten und so aufstellen, dass das Sicherheitsventil nicht in die Richtung von Personen oder zu schützenden Gegenständen zeigt.
- Regulierventil öffnen, Handrad ganz herausdrehen und Regulierventil wieder schließen.
- Handrad hineindrehen bis ca. 65 bar Überdruck erreicht werden.
- Mit den Armen von vorne um die Apparatur herum nach hinten zum Sicherheitsventil greifen und Ventilkappe des Sicherheitsventils langsam herausschrauben, bis der Druck auf ca. 63 bar abfällt.
- Kontermutter (SW 14) festziehen.

Ruheposition

- Handrad zurückdrehen, bis der Druck auf max. 10 bar gefallen ist.
- Regulierventil öffnen und das Handrad in die „Ruheposition“ bei ca. 5 mm drehen.
- Regulierventil schließen.

Nach diesen Arbeiten kann die Apparatur eingelagert oder erneut mit Testgas befüllt werden.

11. Pflege und Wartung der Gewindebuchse

11.1 Gewindebuchse fetten

Etwa alle 100 Zyklen (bestehend aus einer Druckerhöhung von 10 auf 60 bar und der nachfolgenden Entspannung auf 10 bar) bzw. einmal wöchentlich sollte die Gewindebuchse im Bügel zur Verminderung des Verschleißes gefettet werden. Das Abschmieren dauert ca. 1 min und verlängert die Buchsen-Lebensdauer beträchtlich! Zur Abschmierung eignet sich ein helles Mehrzweckfett ohne Graphit oder ähnliche Zusätze.

Hierzu:

- Einen vollen Kolbenhub Fett aus einer handelsüblichen Fettpresse durch den Schmiernippel am Bügel in die Gewindebuchse pressen.

- Das überschüssige, aus der Buchse austretende Fett abwischen.

Das austretende Fett enthält auch etwas Kunststoffabrieb, der auf diese Weise entfernt wird.

11.2 Gewindebuchse prüfen.

Die Gewindebuchse im Bügel unterliegt einem langsamen aber stetigen Verschleiß und ist daher einmal jährlich hinsichtlich des Axialspiels zu prüfen:

- Druck aus der Messzelle ablassen und den Kolben auf Position 10 mm einstellen.
- Mit einer Schieblehre den minimalen und den maximalen Abstand zwischen Handrad-Flansch und Bügel bestimmen; dazu gegen das Handrad drücken und anschließend am Handrad ziehen.

Wenn die Differenz der beiden Abstände größer als 0,3 mm ist, muss die Buchse ausgetauscht werden.

11.3 Gewindebuchse austauschen

Zusätzlich erforderlich:

1 Gewindebuchse aus Dichtungssatz (1002672)

Nach 10 Jahren ist die Gewindebuchse in jedem Fall auszutauschen, auch wenn die Verschleißgrenze nicht erreicht ist (bei Prüfstandsversuchen konnte nach 1000 Zyklen kein messbarer Verschleiß [$<0,05$ mm] festgestellt werden), da bisher keine verlässlichen Daten zur Langzeitstabilität des verwendeten Kunststoffes (POM-C) verfügbar sind.

- Druck aus der Messzelle ablassen.
- Feststehende Skala abschrauben.
- Gewindestift im Handradflansch lösen und Handrad abziehen.
- Die vier Schrauben in der Querstrebe des Bügels lösen und die Querstrebe mit der Gewindebuchse von der Gewindestange herunterdrehen.
- Schmiernippel abschrauben (SW 7) und mit einem 3-mm-Innensechskantschlüssel den quer in die Gewindebuchse eingeschraubten Gewindestift um 4 Umdrehungen lösen.
- Mit einem geeigneten Dorn die Gewindebuchse von der Handrad-Seite aus ausschlagen. Oder alternativ eine Schraube M14 lose in die Buchse eindrehen und die Buchse durch Schläge auf den Schraubenkopf austreiben.
- Neue Buchse so ansetzen, dass die Querbohrung mit dem Schmiernippel fluchtet.
- Buchse im Schraubstock (mit Planbacken oder geeigneter Beilage) einpressen.
- Gewindestift einschrauben (min. 6,0 mm versenkt) und Schmiernippel einschrauben.

Buchsenmaterial: POM-C = Polyoxymethylen Copolymer
Übermaß (Presspassung): 0,05 – 0,1 mm.

12. Dichtungswechsel

Zusätzlich erforderlich:

1 Sechskant-Winkelschraubendreher (SW 6)
1 Dichtungssatz zu 1002670 1002672
bestehend aus
1 hutförmige Gummidichtung, 1
runde Gummidichtung,
1 Gummidichtung 78x78 mm², 4
Kupferdichtscheiben
1 Gewindebuchse

Insbesondere wenn die Apparatur direkter Sonneneinstrahlung ausgesetzt ist, kann es nach einiger Zeit erforderlich werden, die Hutmichtung oder andere Dichtungen zu wechseln.

12.1 Zerlegen der Apparatur:

- Ggf. Apparatur abkühlen lassen und Kolben mit dem Handrad in eine möglichst druckarme Position drehen.
- Testgas über das Spülventil ablassen und Spülventil schließen.
- Ggf. Gas-Rohrleitung demontieren.
- Regulierventil öffnen.
- Handrad auf Position 25 mm herausdrehen.
- Apparatur nach rechts kippen und auf einer geeigneten Unterlage auf das Handrad und die Kante der Grundplatte stellen.
- Mit einem Sechskant-Winkelschraubendreher (SW 6) die vier Schrauben in der Ventilplatte gleichmäßig über Kreuz jeweils 1/8 Umdrehung lösen, bis die Vorspannung abgebaut ist.
- Schrauben ganz herausdrehen und entnehmen.
- Kupferdichtscheiben ebenfalls entnehmen.
- Ventilplatte mit steigender Kraft links- und rechtsherum verdrehen, bis sich die Dichtungen lösen; dabei nicht am Regulierventil drehen.
- Ventilplatte abnehmen (ggf. klebt die Messzelle noch an der Platte).
- Wiederum durch Verdrehen die noch verbleibende Dichtung zwischen Messzelle und Zylinder oder zwischen Messzelle und Ventilplatte lösen.
- Führungsrohr durch Verdrehen von der Hutmichtung abziehen.

12.2 Reinigung der zerlegten Apparatur:

Rizinusöl lässt sich relativ gut mit Spiritus entfernen. Mantel und Messzelle aus Acrylglas werden jedoch durch Spiritus angegriffen. Fingerabdrücke und sonstige Verschmutzungen können in einer (milden) Spülmittel-Lösung entfernt werden. Auch die neuen Dichtungen sollten mit Spiritus und Spülmittel-Lösung gereinigt werden.

12.3 Zusammenbau der Apparatur:

Falls Rizinusöl aus dem Ölraum entfernt wurde:

- Neues Rizinusöl bis etwa 5 mm unter die Zylinder-Oberkante (Beginn der Senkung) einfüllen.
- Beide Silikondichtungen einlegen.
- Hutdichtung umstülpen und den Zapfen mit etwas Rizinusöl befeuchtet in das Führungsrohr eindrehen.
- Hutdichtung zurückstülpen, Feder auf den Kolben stellen und das Führungsrohr in den Kolben stecken.
- Messzelle auflegen und an den Kanten des Zylinders gleichmäßig ausrichten.
- Temperiermantel auf die untere Silikondichtung stellen und zentrieren.
- Runde Gummidichtung auflegen und mit Hilfe eines Lineals, das auf den Temperiermantel gelegt wird, parallel zum Zylinder ausrichten (vgl. Fig. 9, die halbmondförmigen Löcher müssen sich später unter den Ventilöffnungen befinden).

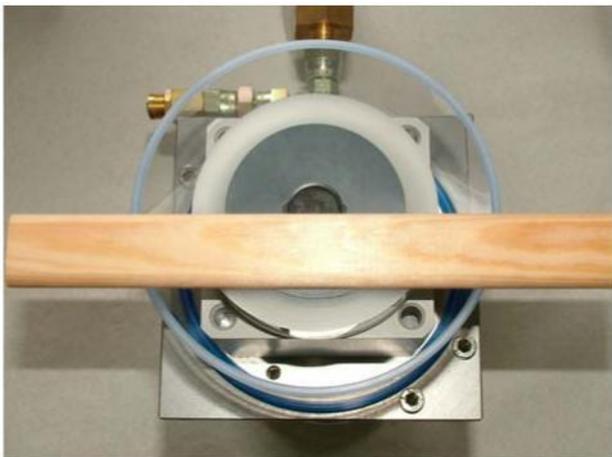


Fig. 9: Ausrichten der runden Gummidichtung

- Ventilplatte auflegen, zentrieren und parallel zur Basisplatte ausrichten.
- Schrauben M8×40 mit neuen Kupferdichtscheiben versehen und lose eindrehen.
- Schrauben über Kreuz festziehen; dabei die gleichmäßige Pressung der runden Gummidichtung kontrollieren (im Bereich hoher Pressung zeichnet sich die Gummidichtung auf dem Acrylglas der Messzelle grau ab, während Bereiche mit geringer Pressung milchig erscheinen).

12.4 Wiederinbetriebnahme:

- Hydrauliköl entgasen und Öl einfüllen (siehe Abschnitt 10).
- Sicherheitsventil einstellen (siehe Abschnitt 10).
- Volumenkalibrierung neu durchführen (siehe Abschnitt 6).

