

# Interferometrische Bestimmung der Ultraschallgeschwindigkeit in binären flüssigen Mischungen von Nichtelektrolyten

Von

W. Wratschko und F. Kohler\*

Aus dem Institut für Physikalische Chemie der Universität Wien

Mit 9 Abbildungen

(Eingegangen am 20. Oktober 1961)

Es werden die Schallgeschwindigkeiten bei etwa 2 MHz in den Systemen Anilin—Cyclohexan, Brombenzol—Cyclohexan und 1,2,4-Trichlorbenzol—n-Hexan bei 20° und 30° C mitgeteilt. Die Messungen erfolgten mit einem registrierenden Ultraschallinterferometer, das innerhalb eines Frequenzbereiches von 1700 bis 2300 kHz ( $\pm 0,1$  kHz) betrieben werden konnte. Dadurch war es möglich, jeweils diejenigen Frequenzen auszusuchen, bei welchen die Schwingung des Quarzes gleichförmig war und bei welchen die Rückwirkung der Flüssigkeitssäule Quarz—Reflektor auf den Quarz bei Variation der Reflektorstellung scharfe Extremwerte aufwies. Mit dieser Anordnung wurden Schallgeschwindigkeiten auf  $\pm 0,2$  m/sec genau bestimmt. Diese Genauigkeit gestattet die Feststellung schon geringer Abweichungen von dem zu erwartenden Verlauf der Schallgeschwindigkeit in den untersuchten Systemen. Diese Anomalien entsprechen dem schon früher festgestellten Verhalten anderer thermodynamischer Mischungsfunktionen bei überwiegender Konzentration der Komponente mit der größeren Kohäsionsenergie<sup>1</sup>.

Um frühere Untersuchungen über die thermodynamischen Eigenschaften der Mischungen<sup>1</sup> zu vervollständigen, haben wir die Schallgeschwindigkeit und ihre Temperaturabhängigkeit bei 2 MHz in den binären Systemen:

\* Derzeit als Gastprofessor an der University of Oklahoma, Norman, (Okla), USA.

<sup>1</sup> Vgl. die in den Fußnoten 1, 2 und 4 zitierte Literatur bei R. J. Munn und F. Kohler, *Mh. Chem.* **91**, 381 (1960) und ferner F. Kohler, H. Arnold und R. J. Munn, *Mh. Chem.* **92**, 888 (1961).

- A. Anilin(1)—Cyclohexan  
 B. Brombenzol(1)—Cyclohexan  
 C. 1,2,4-Trichlorbenzol(1)—n-Hexan

gemessen.

Besonderer Wert wurde auf die Reinheit der Komponenten gelegt.

Anilin wurde mehrfach im Stickstoffstrom fraktioniert destilliert (darunter ist hier und im folgenden verstanden, daß eine Kolonne von ca. 25 theoret. Böden verwendet wurde, daß das Rücklaufverhältnis ca. 20:1 betrug und daß die Siedetemp. unter 100° C gehalten wurde). Das gereinigte Anilin wurde unter Sauerstoffabschluß aufbewahrt. Die zur Messung benötigte Substanzmenge wurde mit Stickstoff in das Wägegglas gedrückt.

Cyclohexan wurde fraktioniert destilliert und über Na aufbewahrt.

Brombenzol wurde ebenfalls fraktioniert destilliert.

1,2,4-Trichlorbenzol wurde fraktioniert destilliert und dann mehrfach fraktioniert kristallisiert, wobei der Kristallisationsprozeß sehr langsam geführt wurde. Der Schmelzpunkt betrug 17,5° C.

n-Hexan der Firma Riedel-de Haën (chemisch rein) (Probe D der Tab. 1) wurde über Na aufbewahrt. In Tab. 1 ist ein Vergleich von Hexanen verschiedener Herkunft und Vorbehandlung gegeben, da gerade bei Hexan verschiedenartige Angaben über die Schallgeschwindigkeit in der Literatur zu finden sind. Die Angaben „aromatenfrei“ oder „Isomere“ stützen sich

Tabelle 1. Brechungsindex und Schallgeschwindigkeit von n-Hexan verschiedener Provenienz

Autor	Nähere Charakterisierung	$n_D^{20}$	$c_{20}^{20}$	$v_{20}$
<i>Timmermans</i>		1,3749		
		1,3751		
		1,3752		
<i>Neckel u. Kohler</i> <sup>2</sup>	—	1,3750	0,6598	
<i>Kohler und Rott</i> <sup>3</sup>	—	1,3752		1101,3
Diese Arbeit	A Hauptfraktion Rückstand	1,3759		1102,1
		1,3768		
	B aromatenfrei, aber Isomere	1,3756		1103,9
C —	1,3791		1112,5	
D aromatenfrei, geringster Isomeregehalt	1,3751		1101,5	
<i>Schaaffs</i> (1939) <sup>4</sup>	—			1116
<i>Schaaffs</i> (1944) <sup>5</sup>	Petroleum-Fraktion		0,654	1083

<sup>2</sup> *L. Bergmann*, Der Ultraschall, 6. Aufl. u. zw. S. 375; vgl. auch die dort zit. Literatur (Hirzel, Zürich 1954).

<sup>3</sup> *A. Neckel* und *F. Kohler*, Mh. Chem. **87**, 176 (1956).

<sup>4</sup> *F. Kohler* und *E. Rott*, Mh. Chem. **85**, 703 (1954).

<sup>5</sup> *W. Schaaffs*, Z. Physik **114**, 114 (1939).

auf spektroskopische Untersuchungen der Österreichischen Mineralölverwaltung<sup>6</sup>.

Berücksichtigt man, daß  $v_{20}$  von Benzol 1326, von Pentan 1008 beträgt, so erscheint es ganz plausibel, daß zu hohe  $v_{20}$ -Werte mit zu hohen Brechungsindizes gekoppelt sind, und daß der unserer Meinung nach zu niedrige Wert von *Schaaffs* mit einer zu niederen Dichte zusammengeht. Wir fanden  $v_{20} - v_{30} = 46,2$ , während der *Schaaffs*sche Wert unter 45 liegt (für Pentan ist 42 angegeben).

Als Kriterium für die Reinheit der Substanzen wurden die Brechungsindizes ( $n_D^{20}$ ) verwendet. Die Tab. 2 vergleicht die von uns gefundenen Werte mit jenen anderer Autoren:

Tabelle 2. Brechungsindizes der verwendeten Substanzen

Substanz	1	2	3
Anilin . . . . .	1,5855	1,5863	1,5858
Cyclohexan . . . . .	1,4262	1,4262	1,4262
Brombenzol . . . . .	1,5599	1,5602	1,5599
1,2,4-Trichlorbenzol . . . . .	1,5716	—	1,5716
n-Hexan . . . . .	1,3751	1,3749—1,3752	1,3747

1 diese Arbeit, 2 *Timmermans*, 3 *A. Neckel* und *F. Kohler*<sup>3</sup> und *L. Ebert*, *H. Tschamler* und *F. Kohler*<sup>7</sup>.

Die Mischungen wurden in einem Spezial-Wäageglas<sup>4</sup> eingewogen, das Fehlermöglichkeiten durch Verdampfung der flüchtigeren Komponente weitgehend vermeidet, und unter Überdruck in die Meßzelle gepumpt. Zur genauen Berechnung des Molenbruches wurden auch die im Dampfraum des Wäageglases verbliebenen Substanzmengen berücksichtigt<sup>8</sup>. So kann auch die vierte Stelle im Molenbruch mit Sicherheit angegeben werden. Die Resultate sind in Tab. 3 sowie in den Abb. 1, 2 und 3 dargestellt.

Für die Systeme A) und B) kann die Genauigkeit in  $v$  allgemein mit  $\pm 4 \cdot 10^{-2}\%$ , für die in den Kurven mit Pfeilen bezeichneten Punkte und für das System C) mit  $\pm 2 \cdot 10^{-2}\%$  angegeben werden, da bei diesen Messungen schon alle Erfahrungen, die zu genaueren Resultaten führen, berücksichtigt werden konnten.

Der Meßpunkt  $x_{An} = 0,44$  im System Anilin—Cyclohexan (in Abb. 1 als Kreis eingetragen) liegt im heterogenen Bereich. Er wurde durch Extrapolation von Meßpunkten gefunden, die zwischen 35° und 30° C — oberhalb des kritischen Punktes — ausgeführt wurden.

<sup>6</sup> Für die Überlassung dieser Angaben und einiger Hexan-Proben sind wir der Österreichischen Mineralölverwaltung zu Dank verpflichtet.

<sup>7</sup> *L. Ebert*, *H. Tschamler* und *F. Kohler*, *Mh. Chem.* **82**, 63 (1951).

<sup>8</sup> Die Einstellzeit des Gleichgewichtes im Dampfraum des Wäageglases wurde zur Anbringung der Dampfraumkorrektur gebührend berücksichtigt. Vgl. die Fußnote 5 der Arbeit von *R. J. Munn* und *F. Kohler*, *Mh. Chem.* **91**, 381 (1960).

Tabelle 3. Gemessene Schallgeschwindigkeiten bei 20° und 30° C und deren Abweichung von der Additivität, dividiert durch das Produkt der Molenbrüche

Molenbruch der Komponente mit höherer Verdampfungsenergie	$v_{20}$	$v_{30}$	$v_{20}-v_{30}$	$(v_{20}-v_{20,add})/x_1x_2$
A. Anilin—Cyclohexan (s. Abb. 1)				
0,0000	1280,5	1231,2	49,3	
0,0520	1286,8			276
0,0962	1292,4	1244,4	48,0	285
0,4397		$v_{32,0}=1314$	$v_{34,1}=1305$	(330)
0,8010	1533,1	1492,2	40,9	314
0,8612	1569,9			300
0,8906	1589,3			283
0,9242	1609,7	1571,4	38,3	284
0,9403	1620,0			276
0,9617	1632,9	1594,3	38,6	288
1	1658,2	1620,3	37,9	
B. Brombenzol—Cyclohexan (s. Abb. 2)				
0,0000	1280,5	1231,2	49,3	
0,0508	1264,0			212
0,0747	1259,0	1210,6	48,4	191
0,1218	1248,5	1201,0	47,5	173
0,1448	1242,0			181
0,2078	1228,8			174
0,3340	1208,4	1166,7	41,7	158
0,5190	1188,0	1150,2	37,8	141
0,6722	1177,4	1141,7	35,7	128
0,8212	1172,3			116
0,8617	1171,6			112
0,8852	1171,5	1139,0	32,5	106
0,9209	1171,3			97
0,9534	1171,1			83
0,9693	1170,2			94
1	1169,6	1138,6	31,0	
C. 1,2,4-Trichlorbenzol—n-Hexan (s. Abb. 3)				
0,0000	1101,5	1055,3	46,2	
0,0461	1105,1			114
0,1113	1110,3			122
0,1992	1121,0			112
0,3278	1135,7	1098,0	37,7	124
0,4955	1164,4	1129,2	35,2	120
0,6698	1203,0	1168,3	34,7	109
0,7028	1210,2	1176,5	33,7	111
0,8000	1235,5			100
0,8501	1249,0			93
0,8802	1257,4	1223,7	33,7	86
0,9158	1265,8	1233,0	32,8	96
0,9460	1273,6			104
1	1289,0	1256,7	32,3	

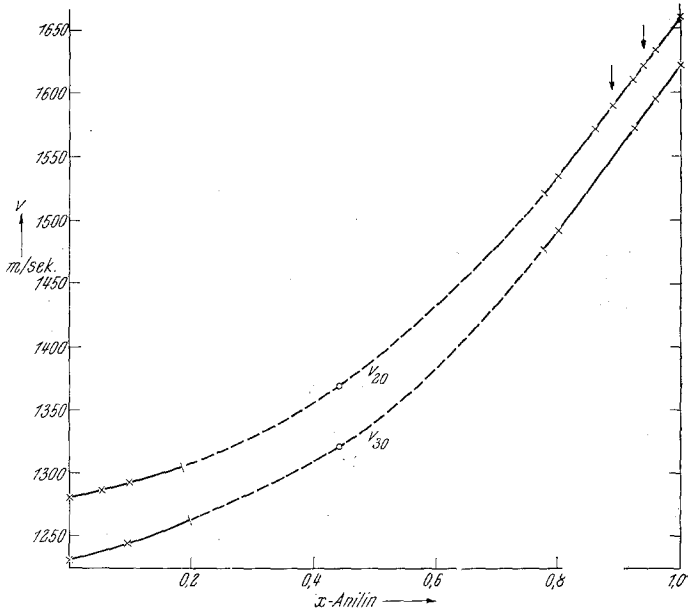


Abb. 1. Die Schallgeschwindigkeit im System Anilin(1)—Cyclohexan

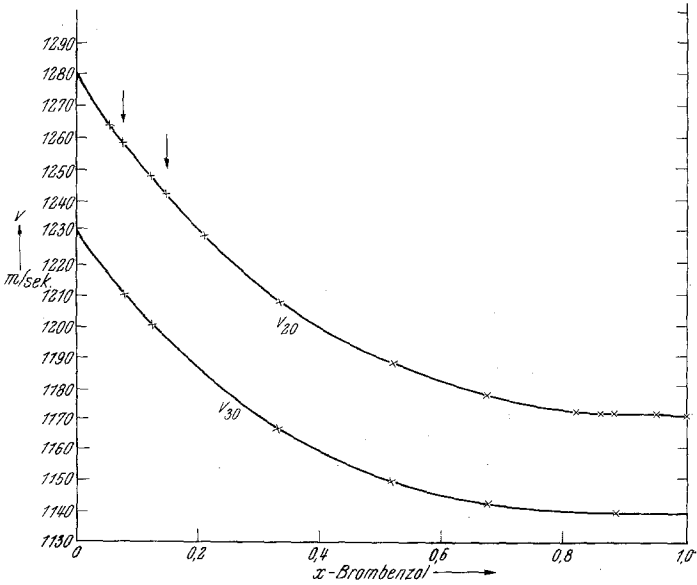


Abb. 2. Die Schallgeschwindigkeit im System Brombenzol(1)—Cyclohexan

Der Meßpunkt  $x_{\text{Bb}} = 0,12$  im System Brombenzol—Cyclohexan fällt in den Abb. 4 und 5 heraus und wurde daher in der graphischen Dar-

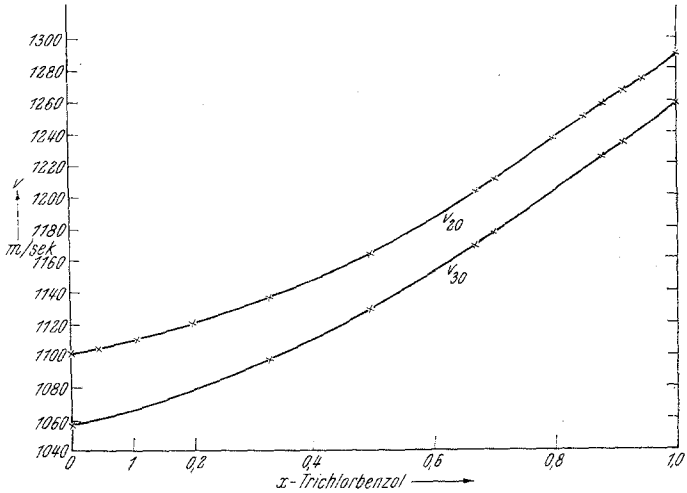


Abb. 3. Die Schallgeschwindigkeit im System 1,2,4-Trichlorbenzol(1)—n-Hexan

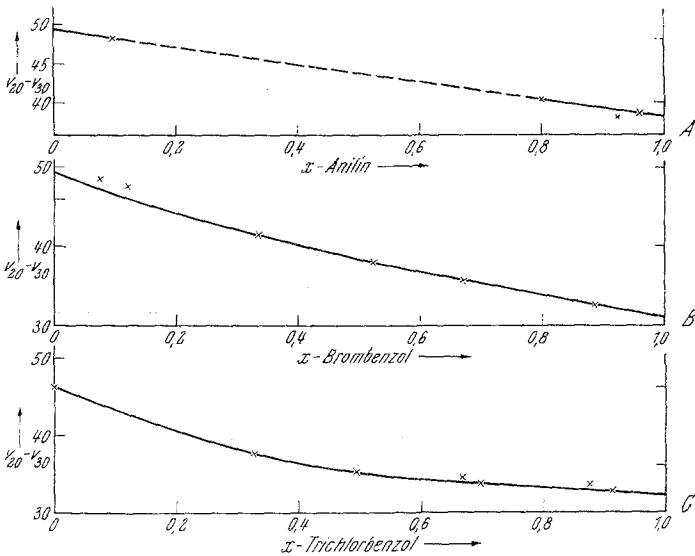


Abb. 4. Die Temperaturabhängigkeit der Schallgeschwindigkeit

stellung nicht berücksichtigt. Die übrigen Meßpunkte (ev. mit Ausnahme von  $x_{\text{Tr}} = 0,20$  in Trichlorbenzol—Hexan) entsprechen alle den angegebenen Fehlergrenzen.

Ein Vergleich der für die Reinstoffe gemessenen Werte der Schallgeschwindigkeit mit Literaturangaben zeigt Abweichungen bis zu 1%. Die

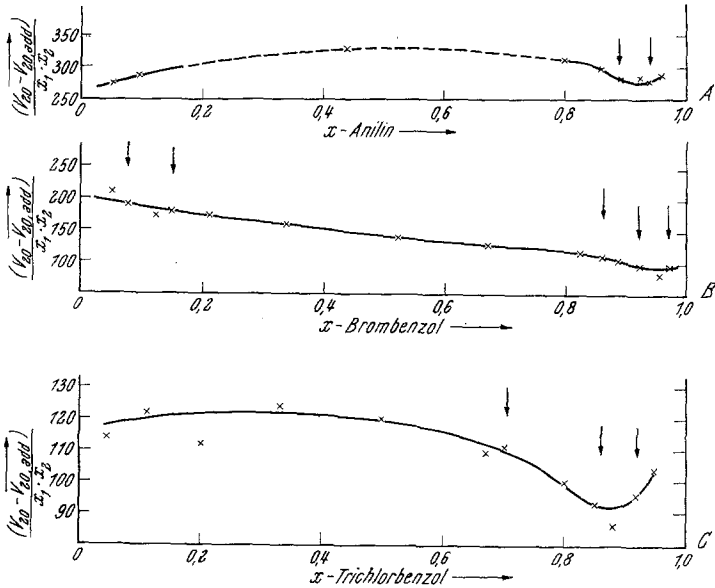


Abb. 5. Abweichungen der gemessenen Schallgeschwindigkeiten vom Additivwert, dividiert durch das Produkt der Molenbrüche

Literaturangaben sind von *W. Schaaffs* (zitiert nach *Bergmann*<sup>6</sup>), enthalten aber keine genauen Daten über die Reinheit der verwendeten Substanzen.

Tabelle 4. Die Schallgeschwindigkeit der verwendeten Reinstoffe

	$v_{20}$ (m/sec)		$\frac{dv}{dt}$ (m/sec · Grad)	
	1	2	1	2
Anilin .....	1658,2	1656	3,8	4,6
Cyclohexan .....	1280,5	1284	4,9	4,0
Brombenzol .....	1169,6	1162	3,1	—
1,2,4-Trichlorbenzol ..	1289,0	1301	3,2	—
n-Hexan .....	1101,5	1116—1083	4,6	4,5

(1 — diese Arbeit, 2 *Bergmann*<sup>6</sup>); die Angaben für  $\frac{dv}{dt}$  zeigen noch größere Differenzen, es sind aber nur mangelhafte Angaben über den gemessenen Temperaturbereich vorhanden.

Abb. 4 zeigt die Temperaturabhängigkeit der Schallgeschwindigkeit in den drei Systemen zwischen 20° und 30° C.

Da in früheren Arbeiten ein anormales Verhalten der freien Zusatzenthalpie bei hohen Konzentrationen der Komponente mit der höheren Verdampfungsenergie festgestellt werden konnte<sup>1</sup>, wurde dieser Konzentrationsbereich ausführlicher untersucht. Um die Streuungen vom systematischen Konzentrationsgang besser unterscheiden zu können, wurde in Abb. 5 (vgl. auch Tab. 3, letzte Spalte) an Stelle der Schallgeschwindigkeit deren Abweichung von der Additivität, dividiert durch das Produkt der Molenbrüche, aufgetragen. Dabei sind nachträglich gewonnene Kontrollpunkte, die eine größere Genauigkeit beanspruchen, mit Pfeilen markiert. Bei dieser Darstellung kommt der anormale Kurvenverlauf klar zum Ausdruck.

Zu einer genaueren Analyse dieses Verhaltens der Schallgeschwindigkeit im fraglichen Konzentrationsgebiet wäre eine Auswertung der Messungen nach der spezif. Wärme für konstantes Volumen  $c_v$  und der isothermen Kompressibilität  $X$

$$\begin{aligned} \text{mit} \quad & c_p - c_v = T \alpha^2 / X \rho \\ \text{und} \quad & v^2 = c_p / c_v \rho X^9 \end{aligned} \quad \rho = \text{Dichte}$$

wünschenswert. Die dazu notwendigen Messungen der spezifischen Wärme bei konstantem Druck  $c_p$  sind beabsichtigt.

### Experimentelle Methodik

#### A. Das Interferometer (s. Abb. 6)

Das Interferometer wurde nach dem Vorbild ähnlicher Geräte gebaut, die am 1. Physikalischen Institut der Universität Wien zur Messung der Schallgeschwindigkeit verwendet wurden<sup>10</sup>. Der Reflektor läßt sich dabei durch ein Gelenk streng parallel zur Oberfläche des Quarzes einstellen<sup>11</sup>. Störende Luftbläschen an der Reflektoroberfläche können durch ein Fenster beobachtet und durch Neigen des Interferometers entfernt werden. Der Dampfraum über der Flüssigkeit wurde möglichst klein gehalten und nach außen hin gut abgedichtet, um Verdampfungsverluste zu vermeiden. Es wurden verschiedene Quarzhalterungen erprobt, wobei sich eine Anordnung, die einer Halterung für Gasinterferometer der Fa. Steeg und Reuter entsprach, am besten bewährte<sup>12</sup>. Der Quarz befindet sich dabei in einer Dreipunkthalterung im Inneren der Flüssigkeit (Abb. 7.) Die Verwendung von Kitten und löslichen Werkstoffen, die gerade bei der Untersuchung von Lösungsmitteln zusätzliche

<sup>9</sup> L. Bergmann, Der Ultraschall, 5. Aufl., S. 233 (1949).

<sup>10</sup> F. Seidl und H. Fellner-Feldegg, Acta Physica Austr. 5, 504 (1952), Frau Prof. F. Seidl danken wir für die Erlaubnis zur Benützung der Einrichtungen ihres Institutes.

<sup>11</sup> A. L. Quirk und G. D. Rock, Rev. Sci. Inst. 6, 6 (1935).

<sup>12</sup> Vgl. den Prospekt über Quarzhalterungen der Fa. Steeg und Reuter, Bad Homburg, Deutschland.



Fehler bedingen können, wird bei dieser Anordnung vermieden. Die dem Interferometer über eine Koaxialkupplung zugeführte HF wird mit einem Messing-

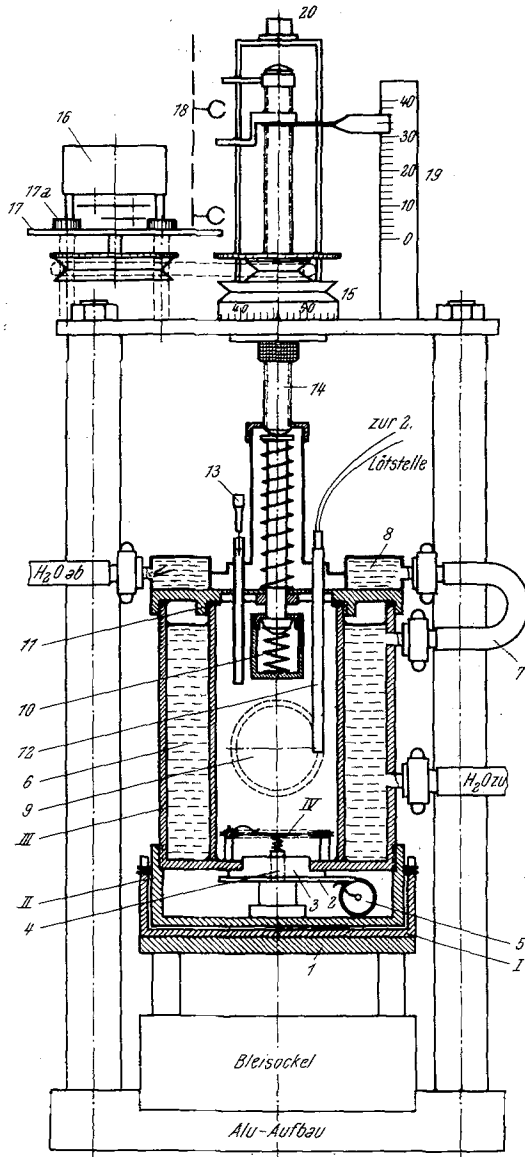


Abb. 6. Querschnitt durch das Interferometer (mit Beschreibung)

Beschreibung zu Abb. 6

- I Außentopf (enthält 5);
- II Einsatz durch 2 Schrauben in I gehalten;
- III Eigentliche Meßzelle, mit einem Feingewinde in II eingeschraubt;
- IV Quarz mit Halterung;
  - 1 Pertinaxplatte,
  - 2 Messingkontaktstück;
  - 3 Teflondurchführung
  - 4 Messingstift in 3 mit Feder zum Quarz verbunden;
  - 5 HF-Zuführung über Koaxialkabel;
  - 6 Wassermantel;
  - 7 Kühlwasserverbindung zu 8;
  - 8 Deckel mit Reflektor;
  - 9 Glasfenster zur Durchsicht;
  - 10 Reflektor mit Kugel und Feder
  - 11 Dichtungen (innen Teflon, außen Gummi);
  - 12 Thermoelement;
  - 13 Schliffdurchlaß mit Stopfen zum Einfüllen der Flüssigkeit;
  - 14 Gewindebolzen der Mikrometerschraube;
  - 15 Mikrometerschraube mit Riemenscheibe und Zahnrad;
  - 16 Antrieb (Verschiebbar durch 17);
  - 17 Platte, die Synchronmotor trägt;
  - 17a Rändelschraube dazu;
  - 18 Schaltkontakt für Antrieb
  - 19 Meßplatte;
  - 20 Druckknopf

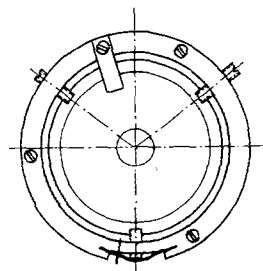


Abb. 7. Quarzhalterung (IV)

stift durch einen Teflonpfropfen in das Innere der Meßzelle und über eine Feder an die Quarzelektrode geführt. Die zweite Elektrode wird durch eine kleine elastische Zunge mit dem geerdeten Interferometergehäuse verbunden. Durch

eine strenge Anpassung des Teflonpfropfens und des Messingstiftes wurde eine ausreichende Abdichtung der Meßzelle erreicht. Sämtliche Teile im Inneren der Meßzelle wurden sorgfältig verchromt. Die Schwingquarze wurden von der Fa. Steeg und Reuter bezogen; es wurden nur Quarze (Durchmesser 25 mm) für 2 MHz verwendet. Durch Variation der Senderfrequenz konnten genaue Resonanzkurven der Quarze aufgenommen werden.

Zur Abdichtung des Dampftraumes wird zwischen Meßzelle und Deckel eine Teflondichtung verwendet. Über der Teilung der Mikrometerschraube ist eine Riemenscheibe und ein Zahnrad angebracht. Mit Hilfe des Synchronmotors kann so der Reflektor nach beiden Richtungen synchron zur Registrierung bewegt werden. Der Reflektor selbst ist im Durchmesser etwas kleiner als die obere Quarzelektrode, so daß sein Anpressen am Quarz nicht durch die Erdungszunge gestört wird. Der den Reflektor bewegende Synchronmotor kann durch zwei Zeiger, die auf der Verlängerung der Mikrometerschraube verstellbar angebracht sind, automatisch abgeschaltet werden, wenn der Reflektor eine bestimmte, vorgegebene Distanz durchlaufen hat. Wegen der geforderten Genauigkeit der Thermostatierung werden Meßzelle und Deckel thermostatiert. Das Thermostatwasser wird dem Interferometer über isolierte Schläuche zugeführt. Zur Temperaturkontrolle befindet sich im Wasserkreislauf gleich nach dem Interferometer in einem Dewar ein Glasgefäß mit einem Thermometer. Mit Hilfe eines Thermoelementes wird die bekannte Temperatur des Kühlwassers in diesem Glasgefäß mit der Temperatur der Meßsubstanz verglichen. So ist es möglich, die Temperatur in der Meßzelle mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,05^\circ \text{C}$  zu bestimmen.

#### B. Der Sender (s. Abb. 8)

Die Sendeanlage wurde nach Schaltplänen und unter Anleitung von Dipl.-Ing. K. Frank<sup>13</sup> aufgebaut<sup>14</sup>. Da die gesamte Meßanordnung im Hinblick auf eine spätere Verwendung sowohl für Schallgeschwindigkeits- als auch für Schallabsorptionsmessungen geplant wurde, mußte neben der Frequenzkonstanz auch großer Wert auf eine konstante Amplitude der HF gelegt werden.

In einem Wechselstromnetzgerät wird mit Hilfe von gleichstrom-vormagnetisierten Drosseln aus der Netzspannung (220 V) eine 110 V-Wechselspannung mit einer Spannungskonstanz von  $\pm 1\%$  (max. 2 A) gewonnen, die über Transformatoren sämtliche Röhren der Anlage heizt. In einem elektronisch stabilisierten Netzteil werden die notwendigen Gleichspannungen von  $2 \times 200 \text{ V} \pm 0,001\%$  (max. 200 mA) erzeugt.

Der Oszillatorteil sitzt in einem Thermostaten, der eine Veränderung der Oszillatorbauteile durch das Schwanken der Raumtemperatur verhindern soll. Über einen Trennverstärker wird die erzeugte HF entweder direkt, oder nach Vervielfachung in der Zusatzstufe einem Regelverstärker zugeführt. Am Trennverstärker ist auch eine Möglichkeit zur Abzapfung der Oszillatorspannung vorgesehen, um die Frequenz kontrollieren zu können. Der Regelverstärker bewirkt die geforderte Konstanz der HF-Amplitude am Ausgang des anschließenden Leistungsverstärkers mit  $22,5 \text{ V}_{\text{eff}} \pm 3 \cdot 10^{-4}\%$ .

Diese HF-Spannung wird dann wahlweise über veränderliche Widerstände oder Induktivitäten an den Abstimmkreis 'lose' angekoppelt. Parallel

<sup>13</sup> z. Zt. 450 Bonett Street, Aberdeen (Md.), USA. Herrn Dipl.-Ing. K. Frank danken wir für seine uneigennützigte Hilfe bei der Berechnung und beim Aufbau der Sendeanlage.

<sup>14</sup> s. auch W. Wratschko, Dissertation, Universität Wien 1961.

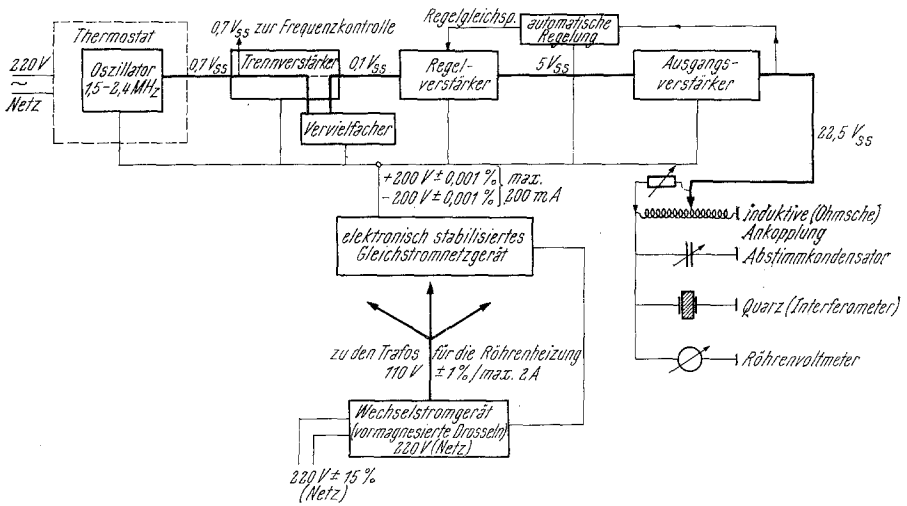


Abb. 8. Blockschaltbild der Sendeanlage

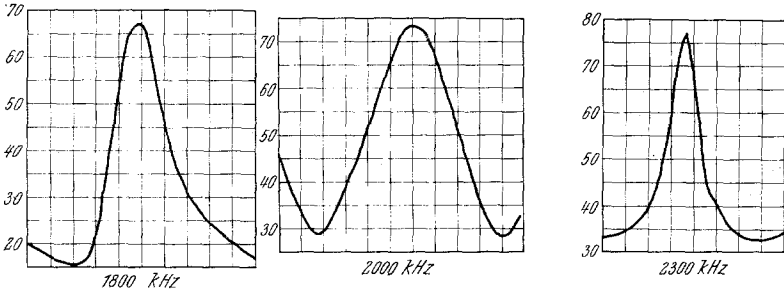


Abb. 9a. Abhängigkeit der Kurvenform von der Frequenz (Brombenzol 20°)

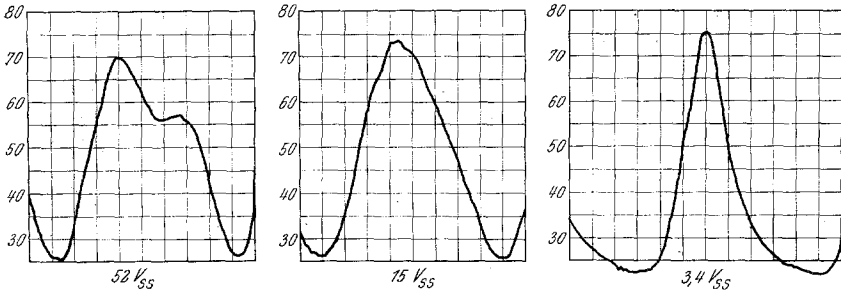


Abb. 9b. Abhängigkeit der Kurvenform von der Ankopplung (n-Hexan 20°)

zur Induktivität des Resonanzkreises liegen ein Abstimmkondensator, der Interferometerquarz und das Röhrenvoltmeter. Der besseren Übersicht wegen wurden die Massepunkte an der rechten Seite eingezeichnet. Die Eichung der Frequenzen wurde in der Radiotechnischen Abteilung des Technologischen Gewerbemuseums, Wien, vorgenommen<sup>15</sup>. Die Vergleichsfrequenzen wurden dem Frequenzspektrum der dort installierten Quarzuhr entnommen. Die eingestellten Frequenzen waren dabei mit einer Genauigkeit von  $\pm 100$  Hz während der Gesamtdauer der Messungen (ca. 10 Tage) reproduzierbar.

### C. Durchführung der Messungen

Zur Registrierung wurden die bei Verschiebung des Reflektors auftretenden, periodischen Spannungsschwankungen des Röhrenvoltmeters über ein Multiflexgalvanometer mit Hilfe eines photoelektrischen Nachlaufschreibers<sup>16</sup> aufgezeichnet. So konnte die Form der Minima und Maxima sehr genau beobachtet werden. Aus den verschiedenen Kurvenbildern konnten dann die für die Messung geeignetsten herausgesucht werden. Es zeigte sich, daß sowohl durch die Variation der HF-Spannung am Quarz als auch durch Variation der Frequenz die Form der Extremwerte verändert werden konnte. Gut reproduzierbare Ergebnisse konnten für sehr geringe HF-Spannungen ( $2-3 V_{ss}$ ) und Frequenzen, die um 10—15% unter der Resonanzfrequenz des Quarzes lagen, erzielt werden (Abb. 9). Die optimale Einstellung, die zu scharfen, satellitenfreien Minima führt, variiert aber von Probe zu Probe. Es zeigte sich, daß schon das Auftreten kleiner Satelliten die Genauigkeit der Ergebnisse beeinträchtigen kann. Wird mit der Messung zu nahe an der Quarzoberfläche begonnen, muß ebenfalls mit Störungen gerechnet werden (Interferenzfeld)<sup>17, 18</sup>. Zur Messung wurde daher das Schallfeld zwischen dem 30. und 130. Minimum herangezogen. Dabei wurde die Lage von 4 Minima (etwa das 30. bis 33.) am Beginn der Meßstrecke genau vermessen. Mit Hilfe eines Tasters wird der Synchronmotor am Interferometer kurzzeitig eingeschaltet, so daß bei jedem Tastendruck der Reflektor um 0,003 mm fortbewegt wird. Am Registrierstreifen entsteht so eine Treppenkurve, die eine sehr genaue Festlegung des Minimums gestattet. Hierauf wird die Zahl der Minima selbsttätig mit Hilfe einer Photozelle, die über ein Relais ein Zählwerk betätigt, ausgezählt. Zuletzt wird wieder das 130. bis 133. Minimum genau bestimmt. Berechnet man dann aus den verschiedenen Wertepaaren den Mittelwert für die Schallgeschwindigkeit, so liegen die erhaltenen Werte bei einer großen Anzahl von Messungen bei verschiedenen Frequenzen stets innerhalb einer Schwankungsbreite von 0,04%.

Finanziell wurde diese Arbeit durch ein „grant in aid“ der Society of the SIGMA XI sehr gefördert, wofür wir dieser Organisation herzlichst danken.

<sup>15</sup> Herrn Prof. Dipl.-Ing. K. Plankensteiner, Leiter der Versuchsanstalt für Radiotechnik am Technologischen Gewerbemuseum, danken wir für seine Hilfe bei der Eichung des Senders.

<sup>16</sup> Beide Geräte: Fa. Dr. B. Lange, Berlin.

<sup>17</sup> R. Fischer, Dissertation, Univ. Wien, z. Zt. in Arbeit.

<sup>18</sup> Vgl. auch L. Bergmann, Der Ultraschall, 6. Aufl., S. 460 (Zürich 1954).