

001760

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann
Dr. Volde
Dipl.-Ing. Clar
Dr. Schriber
Wischermann

100488

Über eine neuartige Apparatur zur automatischen Förderung kleiner
und kleinster Flüssigkeitsmengen bei Normaldruck und geringem
Überdruck.

Die automatische Zuführung kleiner Flüssigkeitsmengen, wie sie bei Versuchen im Labormaßstab dauernd vorkommt, ist von jeher ein schwieriges Problem gewesen, vor allem, wenn man an die Zuverlässigkeit der Pumpe bzw. eine stets gleichmäßige Förderung, an eine möglichst einfache Konstruktion, die vor allem leicht zu bedienen sein muß und im Verhältnis zu dem Reaktionsapparat nicht zu groß sein soll, hohe Ansprüche stellt. Fast alle bisher bekannten Vorrichtungen, die dem genannten Zweck dienen sollen, weisen sehr oder minder große Mängel auf, die im Einzelnen hier nicht näher diskutiert werden sollen. Im Zuge der fortschreitenden Automatisierung gerade von Laboratoriumsapparaturen verbunden mit einer entsprechenden Leistungssteigerung des Bedienungspersonals, besonders in der heutigen Zeit, wurde von uns eine einfache Vorrichtung entwickelt, die bei Variieren der Einsatzmengen innerhalb weiter Grenzen eine stets völlig gleichmäßige Förderung gewährleistet, bei denkbar einfachem Aufbau und geringster Inanspruchnahme des Bedienungspersonals. Anhand der beigegebenen Zeichnung soll die Arbeitsweise nachstehend im Einzelnen erläutert werden.

Es sei noch kurz vorangeschickt, daß die Entwicklung dieser Pumpe im Rahmen unserer Aromatisierungsversuche erfolgte, worauf sich also auch die Größe bezieht. Diese Versuche werden zur Zeit in Al-Blocköfen durchgeführt, die einen äußeren Durchmesser von 100 mm bei einer Gesamtlänge von 1000 mm besitzen und aus vier Einzelsegmenten von 250 mm Länge bestehen, die durch Zapfen in entsprechenden Bohrungen geführt werden. Das Ganze wird von einer großen Eisenkammer gehalten, womit auch gleichzeitig der Ofen senkrecht an ein Winkelisen der notwendigen Stärke befestigt ist. Die auf einem Kreis von 60 mm Durchmesser und einem Winkelabstand von 120° befindlichen Bohrungen durch die ganze Ofenlänge dienen zur Aufnahme der Reaktionsrohre, die einen Durchmesser von 18 - 20 mm leicht besitzen und an Kontakt 250 ccm Volumen aufnehmen können. Zur Zeit beträgt die Kontaktbeaufschlagung unserer Versuche praktisch ausschließlich 10 g Flüssigeinsatz/Std., womit sich das in der Zeichnung angegebene Volumen der Meßbürette von 25 ccm ergibt. Ehe auf Einzelheiten des apparativen Aufbaus näher eingegangen wird, seien noch einige Hinweise auf das Prinzip der neuen Apparatur gegeben.

Ausgangspunkt zur Konstruktion der Vorrichtung war die Überlegung, daß eine Elektrolyse z.B. verdünnte Schwefelsäure bei konstanter Spannung und Stromstärke stets gleiche Mengen H₂ und O₂ zur Zeiteinheit liefert. Diese Gasmengen können also zur Verdrängung eines gleichen Volumens irgendeiner Flüssigkeit bei Normalbedingungen benutzt werden. Damit ist eigentlich schon alles gesagt, es bedarf

700488 001761

te die grundsätzliche Überlegung lediglich der konstruktiven Überarbeitung, über deren Ergebnis nunmehr berichtet werden soll.

Eine Vorratsflasche^x(3), die ein Volumen von ca. 3 l besitzt, enthält die für eine Woche ununterbrochener Betriebdauer notwendige Menge Einsatzprodukt. Die Schraubklemme (10) an der Pumpen-Verbindung ist normalerweise immer geöffnet und wird nur bei Abnahme der Flasche zum Zwecke der Wägung zu Beginn und bei Beendigung des Versuches geschlossen. Von hier wird die Benzineleitung mittels eines Normalschliffes (11) von 7 mm zur Meß- und Einstellbürette (2) geführt, in der vorliegenden Zeichnung mittels doppelt gewinkelten Glasrohres von 5 mm lichter Weite. Auf der Meßbürette befindet sich ein sogenannter Wechsellhahn (5), der zwei Wege gleichzeitig öffnet und schließt, im ersten Falle also Benzin einlaufen läßt, wobei gleichzeitig das bei der Elektrolyse entwickelte Gas aus der Einsatzbürette ins Freie entweichen kann. Es ist unbedingt darauf zu achten, daß beim Zulauflassen des Einsatzproduktes dieses nur bis zur Skalenmarke eingefüllt wird. Keinesfalls darf dieses über den Wechsellhahn des Gasablaßstutzens in das Überlaufrohr etc.igen, da sonst - besonders bei leichtflüchtigen Benzinen - unvermeidbare Verluste eintreten. Im zweiten Falle wird die Meßbürette gegen die Benzinzufuhr und Außenluft abgesperrt. Die Meßbürette trägt eine cem-Einteilung, die zeitlich ein genaues Verfolgen der Einsatzmengen gestattet, es kann auch neben der cem-Einteilung eine Minuteneinteilung angebracht werden. Die Maße in der vorliegenden Zeichnung sind - wie schon erwähnt - für die Einsatzmenge von 25 cem/Std. berechnet, an einem anderen Ofen, der ab und zu auch mit 50 cem/Std. beaufschlagt wird, ist an die Stelle der 25 cem-Bürette eine solche von 50 cem getreten, die bei letztem Einsatz die pro Stunde notwendige Menge enthält. Geht man nun auf 25 cem pro Stunde zurück, wäre es lästig, ein neues Aggregat einzubauen. Durch entsprechende Regelung des Widerstandes (8), über den noch zu sprechen sein wird, sowie eventuelles Uewechseln der Shure in der Elektrolysezelle (1) läßt es sich jedoch erreichen, daß nur 25 cem/Std. gefördert werden, wobei man zweckmäßig darauf achtet, daß jeweils nur die ersten 25 cem verbraucht werden, worauf man wieder Frischprodukt zulaufen läßt. Unvorteilhaft ist es dagegen, in der folgenden Reaktion, anstatt 25 cem Frischprodukt einzufüllen, die im unteren Teil des Meßgefäßes noch vorhandenen 25 cem zwischen Skalenteil 25 und 50 cem zu verbrauchen, da man eventuell kleine Fehler durch Vergrößerungen des Gas-Tot-Volumens (Temperaturschwankungen, Manometerchwankungen) auftreten können. Der am Ausgang der Meßbürette befindliche Sumpfstutzen ermöglicht ein exaktes Abmessen der Einsatzmenge und Beendigen der Reaktionszeit. Anstelle des Sumpfstutzens kann auch eine kleine Jenaer Glasfritte z.B. G 4-Fritte (lichter Durchmesser ca. 8 mm) eingeschmolzen werden.

Es wurde die Beobachtung gemacht, daß im Laufe der Zeit in dem toten Raum des Sumpfstutzens sich kleine Mengen Kondenswasser ansammeln, die aus der Schwefelsäureelektrolyse stammen. Daher kann erforderlichenfalls die Meßbürette nach Abbildung 2a geändert werden. Nämlich ist ein leichtes Ablassen etwa vorhandenen Kondenswassers möglich. Der Absperrhahn (6) bleibt, da wir z.Zt. noch die ursprünglichen Meßbüretten in Betrieb haben, helfen wir uns so, daß wir das Kondenswasser mittels Zeit ausgesetzt Glasröhrlösungen. Es macht dies keinerlei Schwierigkeiten.

x vergl. Zeichnung I

Die Zuleitung von der Meßbürette zum Reaktionsrohr ist im vorliegenden Falle kapillar ausgebildet (1 mm lichte Weite), endet in Form eines Tropfers (4) und kann mittels des Kapillarkahnes (6) abgesperrt werden. Die Zuleitung ist nicht völlig starr, zwischen Tropfer und Kapillarkahn sind zwei Rohrstücke, die mittels Eumanschlauch entsprechender Größe verbunden werden. Es hat sich als zweckmäßig herausgestellt, die Verbindung zwischen Reaktionsrohr und Meßbürette kapillar zu wählen, einmal um tote Räume zu vermeiden und ein schnelles Fördern des Einsatzproduktes unmittelbar nach dem Einschalten der Elektrolysezelle zu erreichen. Andererseits dient das Kapillarrohr gleichsam als Rückschlagventil, wenn sich im Reaktionsrohr ein Überdruck einstellen sollte, es kann also kein Reaktionsgas in die Meßbürette oder Elektrolysezelle zurückschlagen. Diese Angaben beziehen sich auf die zur Zeit gebräuchliche Einsatzmenge von 25 ccm/Std. Sollte diese Menge wesentlich höher sein, muß auch der Durchmesser der Kapillaren größer gewählt werden, da sich sonst der Widerstand in der Kapillaren zu stark auswirkt.

Die Elektrolysezelle (1) ist mit der Meßbürette durch eine Kapillare von 3 mm Licht verbunden, die Maße sind aus der Zeichnung zu entnehmen. Oben befindet sich ein Füllstutzen zum Nachfüllen von destilliertem Wasser und evtl. Schwefelsäure, unten ist ein Abflusshahn vorhanden. Es ist darauf zu achten, daß die Zelle stets bis 1 cm unterhalb des Füllstutzens mit verdünnter Schwefelsäure gefüllt ist, um auch hier das Totvolumen möglichst klein zu halten, zwei Platindrähte von 0,5 mm Durchmesser dienen der Stromzuführung.

Die Elektrolyse selbst erfolgt unter Verwendung von Gleichstrom 2 - 8 Volt - den man aus dem Netz über einen passenden Widerstand oder aus einer Akkubatterie entnimmt. Es wird s.t. nur Wechselstrom zur Verfügung haben - dies dürfte auch aus der Praxis der häufigste Fall sein - ist eine entsprechende Schaltung in der Zeichnung angegeben. Aus dem 220 Volt Wechselstromnetz geht die Zuleitung über einen Trockengleichrichter (Fabrikat Frako-Lemingen Typen 220 Volt Wechselstrom, 6 Volt 1,2 Amp.), ein Volt- und Amperemeter sowie über eine 6 Volt Starterbatterie (9), die als Pufferbatterie geschaltet ist, direkt zu dem Elektrolysegefäß. Ein Schalter (7) dient zur Unterbrechung des Stromes, der Widerstand (8) zur Feinregulierung der Strommenge für die Elektrolysezelle. Weiter sind verschiedene Stromverteilungsöglichkeiten angegeben. Wir hatten ursprünglich so geschaltet, daß aus einem 12 Volt Pufferaggregat für drei Elektrolysezellen je 4 Volt entnommen wurden, da wir unter den früheren Betriebsbedingungen pro Elektrolysezelle 4 Volt Spannung benötigten. (vergl. Zeichnung B) Allerdings besaßen unsere Akkus seinerzeit nur eine geringe Leistung. Nach dem Einbau von Batterien größerer Kapazität gingen wir zur Schaltung A über d.h. aus einer 4 Volt Zelle entsprechender Leistung werden 3 Elektrolysegefäße in Parallelschaltung betrieben, da der Stromverbrauch pro Elektrolysegefäß sehr gering ist. Er beträgt s.B. bei einer Leistung von 25 ccm/Std. je Zelle 0,05 Amp. Hingegen haben wir auch so geschaltet, daß 3 Elektrolysezellen hintereinander über ein Potentiometer oder einen Widerstand von einer Batterie gespeist, betrieben werden. Besonders bei dieser Schaltweise ist eine sehr gleichmäßige und konstante Förderung der Einsatzprodukte zu erreichen, wenn, wie es bei unseren Laboröfen s.t. der Fall ist, 3 Reaktionsrohre in gleichen Öfen unter denselben Bedingungen nur mit verschiedenen Kontakten in Betrieb

x eine etwas abgeänderte Kombination Elektrolysezelle - Meßbürette ist in der Zeichnung II rechts unten angegeben.

100487

sind. Ganz allgemein muß für ein gutes Ladegerät Sorge getragen werden, da die Akkus im Dauerbetrieb trotz relativ geringer Leistung nicht unerheblich beansprucht werden und um Spannungsdifferenzen und damit Schwankungen in den Elektrolysegeräten zu vermeiden. Am besten ist es, falls man keinen Gleichstrom zur Verfügung hat, einen Gleichrichter für Dauerbetrieb anzuwenden, allerdings sind hierzu Trockengleichrichter mit ihrer verhältnismäßig kleinen Leistung weniger geeignet.

Sehr wesentlich vor Inbetriebnahme der Apparatur ist die Überlegung welche Säurekonzentration ist zweckmäßig anzuwenden? (In der Praxis hat sich H_2SO_4 am besten bewährt.) Hierzu sind einige Hinweise in den beiliegenden Kurven angegeben. Bekannt ist stets die zu fördernde Menge, bekannt ist auch die zur Verfügung stehende Spannung. Betrachtet man nun Abb. 1, so erkennt man, daß grundsätzlich kleine Flüssigkeitsmengen bei niedrigen Säurekonz. in der Elektrolyse zelle am gleichmäßigsten gepumpt werden. Die Steilheit der 0,9 % H_2SO_4 Kurve besagt, daß eventuelle Spannungsschwankungen einen relativ geringen Einfluß besitzen, was für die Praxis sehr wesentlich ist. (z.B. 25 ccm 3,2 Volt, 30 ccm 3,5 Volt, demgegenüber bei 9 %iger H_2SO_4 3,2 Volt 110 ccm, 3,5 Volt 150 ccm.) Absolut und relativ ist die Differenz im lotaten Falle erheblich größer. Durch weitere Verringerung der Säurekonzentration läßt sich somit die Förderkonstante noch erhöhen, allerdings darf die Säurekonzentration nicht zu stark verringert werden, da sonst der Widerstand in der Elektrolyse zu hoch wird. In doppelt logarithmischem Maßstab aufgetragen erhält man übrigens Geraden. (vergl. Abb. 2)

Abb. 3 zeigt an einer Anzahl Kurven, daß große Mengen am besten bei höherer Säurekonzentration, im Anschluß an das eben Besagte und zwar noch aus einem anderen Grunde gefördert werden, denn die Spannung wird verhältnismäßig hoch, sobald 100 ccm und mehr/Std. zu bewältigen sind. z.B. erfordern 25 ccm/Std. bei 1 % Säuregehalt 3,2 Volt, 100 ccm schon 6,5 Volt und 250 ccm sogar 10 Volt. Wählt man dagegen eine 10 %ige Säure, so kann man 250 ccm ohne weiteres mit 4 Volt Spannung in der Stunde zum Einsatz bringen.

Hiermit dürften alle notwendigen Hinweise gegeben sein. Es wäre noch zu betonen, daß die Apparatur vor allem für den gleichmäßigen Einsatz kleiner Flüssigkeitsmengen entwickelt wurde, obwohl auch Versuche mit größeren Mengen völlig störungsfrei verliefen. Im allgemeinen werden jedoch für Mengen von 500 ccm/Std. und mehr Pumpenrichtungen zur Verfügung stehen, die auf anderen bekannten Prinzipien beruhen. Es sei noch darauf hingewiesen, daß die beschriebene Apparatur in ihrer Einfachheit, leichten Handhabung und Betriebssicherheit kaum übertroffen werden dürfte, bei Abschluß dieses Berichtes haben 15 Einzelaggregate monatelang störungsfrei gelaufen.

Hobbe

001764

Automatische Apparatur zur Förderung kleiner u. kleinster Benzinmengen.

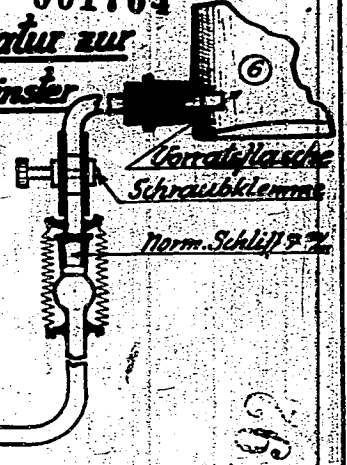
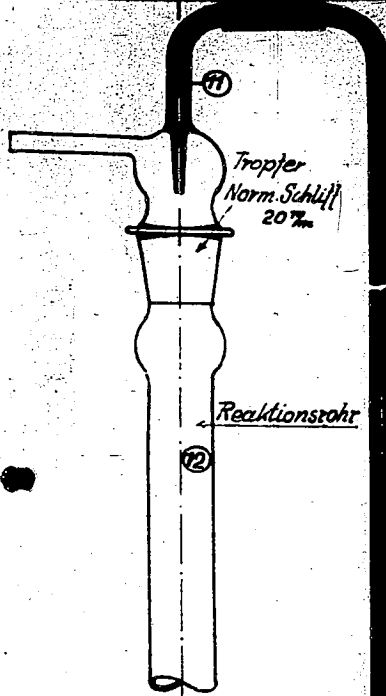
Benzinmengen.

Maßstab 1 : 2

Ausführung in Glas.

Kapill. Rohr $7/15 \text{ mm}$

Abb. 1



Zeichnung 2.

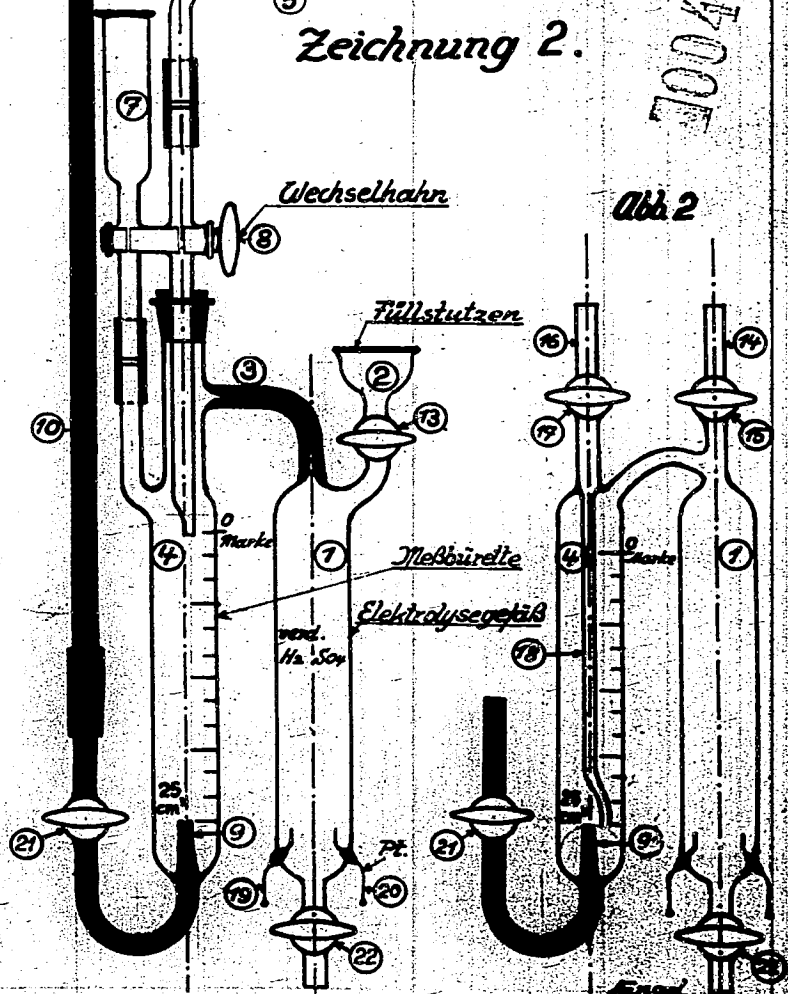
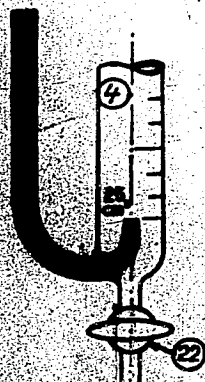


Abb. 2

Abb. 2a



65700E

001765
03/10/02

Abb. 2

log Volt

3.5

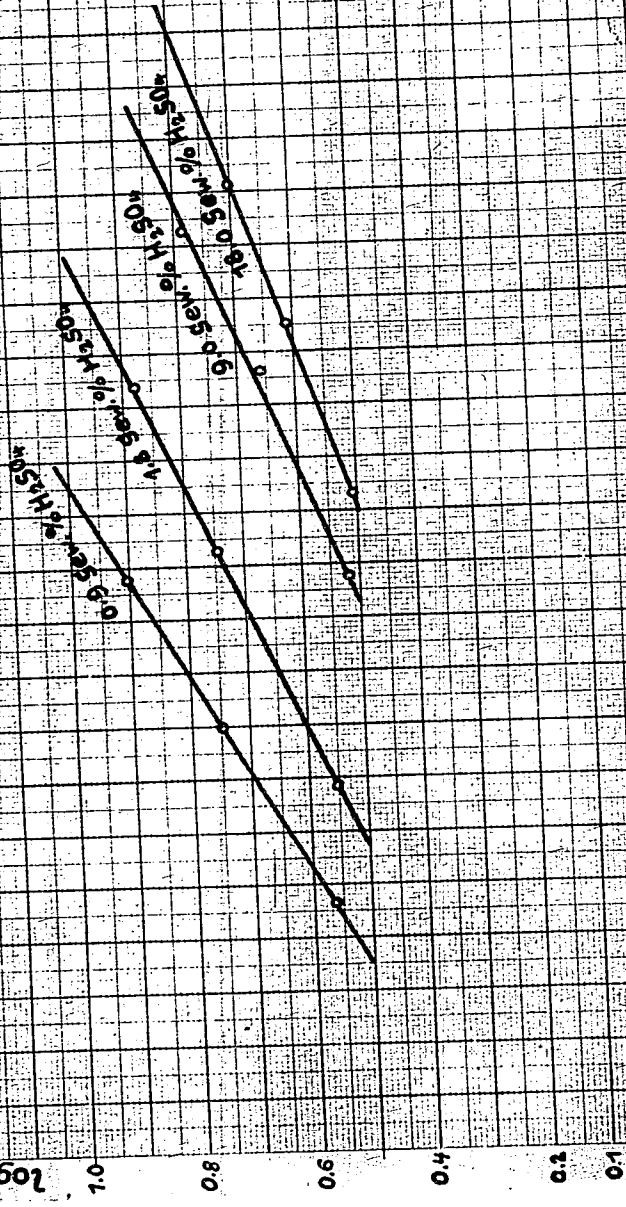
3.0

2.5

2.0

1.5

→ log. cm Einsalmenge



001766

Herrn Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann
Dr. Velde
Dipl.-Ing. Glar
Dr. Schrieber
Wischermann

Über eine neuartige Apparatur zur automatischen Förderung kleiner und kleinster Flüssigkeitsmengen bei Normaldruck und geringem Überdruck.

Die automatische Zuführung kleiner Flüssigkeitsmengen, wie sie bei Versuchen im Labormaßstab dauernd vorkommt, ist von jeher ein schwieriges Problem gewesen, vor allem, wenn man an die Zuverlässigkeit der Pumpe bzw. eine stets gleichmäßige Förderung, an eine möglichst einfache Konstruktion, die vor allem leicht zu bedienen sein muß und im Verhältnis zu dem Reaktionsaggregat nicht zu groß sein soll, hohe Ansprüche stellt. Fast alle bisher bekannten Vorrichtungen, die dem genannten Zweck dienen sollen, weisen mehr oder minder große Mängel auf, die im Einzelnen hier nicht näher diskutiert werden sollen. Im Zuge der fortschreitenden Automatisierung gerade von Laboratoriumsapparaturen verbunden mit einer entsprechenden Leistungssteigerung des Bedienungspersonals, besonders in der heutigen Zeit, wurde von uns eine einfache Vorrichtung entwickelt, die bei Variieren der Einsatzmengen innerhalb weiter Grenzen eine stets völlig gleichmäßige Förderung gewährleistet, bei denkbar einfachem Aufbau und geringster Inanspruchnahme des Bedienungspersonals. Anhand der beigegebenen Zeichnung soll die Arbeitsweise nachstehend im Einzelnen erläutert werden.

Es sei noch kurz vorausgeschickt, daß die Entwicklung dieser Pumpe im Rahmen unserer Aromatisierungsversuche erfolgte, vorauf sich also auch die Größe bezieht. Diese Versuche werden zur Zeit in Al-Blocköfen durchgeführt, die einen äußeren Durchmesser von 100 mm bei einer Gesamtlänge von 1000 mm besitzen und aus vier Einselementen von 250 mm Länge bestehen, die durch Zapfen in entsprechenden Bohrungen geführt werden. Das Ganze wird von einer großen Eisenklammer gehalten, womit auch gleichzeitig der Ofen senkrecht an ein Winkelisen der notwendigen Stärke befestigt ist. Die auf einem Kreis von 60 mm Durchmesser und einem Winkelabstand von 120° befindlichen Bohrungen durch die ganze Ofenlänge dienen zur Aufnahme der Reaktionsrohre, die einen Durchmesser von 18 - 20 mm leicht besitzen und an Kontakt 250 ccm Volumen aufnehmen können. Zur Zeit beträgt die Kontaktbeaufschlagung unserer Versuche praktisch ausschließlich 10 g Flüssigeinsatz/Std., womit sich das in der Zeichnung angegebenen Volumen der Messbürette von 25 ccm ergibt. Ehe auf Einzelheiten des apparativen Aufbaus näher eingegangen wird, seien noch einige Hinweise auf das Prinzip der neuen Apparatur gegeben.

Ausgangspunkt zur Konstruktion der Vorrichtung war die Überlegung, daß eine Elektrolyse z.B. verdünnte Schwefelsäure bei konstanter Spannung und Stromstärke stets gleiche Mengen H_2 und O_2 zur Seite liefert. Diese Gasgemenge können also zur Verdrängung eines gleichen Volumens irgendeiner Flüssigkeit bei Normalbedingungen benutzt werden. Damit ist eigentlich schon alles gesagt, es bedarf

te die grundsätzliche Überlegung lediglich der konstruktiven Überarbeitung, über deren Ergebnis nunmehr berichtet werden soll.

Eine Vorratsflasche^x (3), die ein Volumen von ca. 3 l besitzt, enthält die für eine Woche ununterbrochener Betriebsdauer notwendige Menge Einsatzprodukt. Die Schraubklemme (10) an der Pumpe-Verbindung ist normalerweise immer geöffnet und wird nur bei Abnahme der Flasche zum Zwecke der Wägung zu Beginn und bei Beendigung des Versuches geschlossen. Von hier wird die Benzineleitung mittels eines Normalschliffes (11) von 7 mm zur Meß- und Einsatzbürette (2) geführt, in der vorliegenden Zeichnung mittels doppelt gewinkelten Glasrohres von 5 mm lichter Weite. Auf der Meßbürette befindet sich ein sogenannter Wechselhahn (5), der zwei Wege gleichzeitig öffnet und schließt, im ersten Falle also Benzin einlaufen läßt, wobei gleichzeitig das bei der Elektrolyse entwickelte Gas aus der Einsatzbürette ins Freie entweichen kann. Es ist unbedingt darauf zu achten, daß beim Zulaufenlassen des Einsatzproduktes dieses nur bis zur Skalamarke eingefüllt wird. Keinesfalls darf dieses über den Wechselhahn des Gasablaßstutzens in das Überlaufrohr steigen, da sonst - besonders bei leichtflüchtigen Benzinen - unvermeidbare Verluste eintreten. Im zweiten Falle wird die Meßbürette gegen die Benzinszufuhr und Ausströmung abgesperrt. Die Meßbürette trägt eine cem-Einteilung, die seitlich ein genaues Verfolgen der Einsatzmengen gestattet, es kann auch neben der cem-Einteilung eine Minuteneinteilung angebracht werden. Die Maße in der vorliegenden Zeichnung sind - wie schon erwähnt - für die Einsatzmenge von 25 cem/Std. berechnet, an einem anderen Ofen, der ab und zu auch mit 50 cem/Std. beaufschlagt wird, ist an die Stelle der 25 cem-Bürette eine solche von 50 cem getreten, die bei letztem Einsatz die pro Stunde notwendige Menge enthält. Geht man nun auf 25 cem pro Stunde zurück, wäre es lästig, ein neues Aggregat einzubauen. Durch entsprechende Regelung des Widerstandes (8), über den noch zu sprechen sein wird, sowie eventuelles Auswechseln der Säure in der Elektrolysezelle (1) läßt es sich jedoch erreichen, daß nur 25 cem/Std. gefördert werden, wobei man zweckmäßig darauf achtet, daß jeweils nur die ersten 25 cem verbraucht werden, worauf man wieder Frischprodukt zulaufen läßt. Unvorteilhaft ist es dagegen, in der folgenden Reaktion, anstatt 25 cem Frischprodukt einzufüllen, die im unteren Teil des Meßgefäßes noch vorhandenen 25 cem zwischen Skalenteil 25 und 50 cem zu verbrauchen, da nun eventuell kleine Fehler durch Vergrößerungen des Gas-Tot-Volumens (Temperaturschwankungen, Barometerschwankungen) auftreten können. Der am Ausgang der Meßbürette befindliche Sumpfstutzen ermöglicht ein exaktes Abmessen der Einsatzmenge und Beendigen der Reaktionszeit. Anstelle des Sumpfstutzens kann auch eine kleine Jenaer Glasfritte z.B. G 4-Fritte (lichter Durchmesser ca. 8 mm) eingeschmolzen werden.

Es wurde die Beobachtung gemacht, daß im Laufe der Zeit in dem toten Raum des Sumpfstutzens sich kleine Mengen Kondenswasser ansammeln, die aus der Schwefelsäureelektrolyse stammen. Daher kann erforderlichenfalls die Meßbürette nach Abbildung 2a geändert werden. Nunmehr ist ein leichtes Ablassen etwa vorhandenen Kondenswassers möglich. Der Absperrhahn (6) bleibt. Da wir z.Zt. noch die ursprünglichen Meßbüretten in Betrieb haben, helfen wir uns so, daß wir das Kondenswasser mittels fein ausgezogener Glaskapillaren, die durch die Bohrung des Wechselhahns durchgeführt werden, ablassen. Es macht dies keinerlei Schwierigkeiten.

100496

Die Zuleitung von der Meßbürette zum Reaktionsrohr ist in vorliegender Falle kapillar ausgebildet (1 mm Lichtweite), endet in Form eines Tropfers (4) und kann mittels des Kapillarkahnes (6) abgesperrt werden. Die Zuleitung ist nicht völlig starr, zwischen Tropfer und Kapillarkahn sind zwei Rohrstöße, die mittels Lössschlauch entsprechender Größe verbunden werden. Es hat sich als zweckmäßig herausgestellt, die Verbindung zwischen Reaktionsrohr und Meßbürette kapillar zu wählen, einmal um tote Räume zu vermeiden und ein schnelles Fördern des Einsatzproduktes unmittelbar nach dem Einschalten der Elektrolysezelle zu erreichen. Andererseits dient das Kapillarrohr gleichsam als Rückschlagventil, wenn kein Reaktionsgas in die Meßbürette oder Elektrolysezelle zurückschlagen. Diese Angaben beziehen sich auf die zur Zeit gebräuchlichste Einsatzmenge von 25 ccm/Std. Sollte diese Menge wesentlich höher sein, muß auch der Durchmesser der Kapillaren größer gewählt werden, da sich sonst der Widerstand in der Kapillaren zu stark auswirkt.

Die Elektrolysezelle^x (1) ist mit der Meßbürette durch eine Kapillare von 3 mm Licht verbunden, die Nase sind aus der Zeichnung zu entnehmen. Oben befindet sich ein Füllstutzen zum Nachfüllen von destilliertem Wasser und evtl. Schwefelsäure, unten ist ein Abnahmehahn vorhanden. Es ist darauf zu achten, das die Zelle stets bis 1 cm unterhalb des Füllstutzens mit verdünnter Schwefelsäure gefüllt ist, um auch hier das Totvolumen möglichst klein zu halten; zwei Platindrähte von 0,5 mm Durchmesser dienen der Stromzuführung.

Die Elektrolyse selbst erfolgt unter Verwendung von Gleichstrom - 2 - 6 Volt - den man aus dem Netz über einen passenden Widerstand oder aus einer Akkubatterie entnimmt. Da wir u.St. nur Wechselstrom zur Verfügung haben - dies dürfte auch aus der Praxis der Zeichnung angegeben. Aus dem 220 Volt Wechselstromnetz geht die Zuleitung über einen Trockengleichrichter (Fabrikat Frank-Tommings Baden 220 Volt Wechselstrom, 6 Volt 1,2 Amp.) zum Volt- und Amperemeter sowie über eine 6 Volt Starterbatterie (9), die als Pufferbatterie geschaltet ist, direkt zu dem Elektrolysegefäß. Ein Schalter (7) dient zur Unterbrechung des Stromes, der Widerstand (8) zur Feinregulierung der Strommenge für die Elektrolysezelle. Weiter sind verschiedene Stromverteilungsmöglichkeiten angegeben. Wir hatten ursprünglich so geschaltet, das aus einem 12 Volt Pufferaggregat für drei Elektrolysezellen je 4 Volt entnommen werden, da wir unter den früheren Betriebsbedingungen pro Elektrolysezelle 4 Volt Spannung benötigten. (vergl. Zeichnung B) Allerdings besaßen unsere Akkus seinerzeit nur eine geringe Leistung. Nach dem Einbau von Batterien größerer Kapazitäten gingen wir zur Schaltung A über d.h. aus einer 4 Volt Zelle entsprechender Leistung werden 3 Elektrolysegefäße in Parallelschaltung betrieben, es trägt u.B. bei einer Leistung von 25 ccm/Std. je Zelle 0,05 Amp. der Stromverbrauch der Elektrolysegefäße sehr gering ist. Er neuerdings haben wir auch so geschaltet, das 3 Elektrolysezellen hintereinander über ein Potentiometer oder einen Widerstand von einer Batterie gespeist, betrieben werden. Besonders bei dieser Schaltungsweise ist eine sehr gleichmäßige und konstante Förderung der Einsatzprodukte zu erreichen, wenn, wie es bei unseren Laborversuchen u.St. der Fall ist, 3 Reaktionsrohre in gleichen oder unterschiedlichen Bedingungen nur mit verschiedenen Kontakten in Betrieb

x eine etwas abgeänderte Kombination Elektrolysezelle - Meßbürette
A u. B. siehe Zeichnung II rechts unten angegeben

sind. Ganz allgemein muß für ein gutes Ladegerät Sorge getragen werden, da die Akkus im Dauerbetrieb trotz relativ geringer Leistung nicht unerheblich beansprucht werden und um Spannungsdifferenzen und damit Schwankungen in den Elektrolysiergefäßen zu vermeiden. Am besten ist es, falls man keinen Gleichstrom zur Verfügung hat, einen Gleichrichter für Dauerbetrieb anzuwenden, allerdings sind hierzu Trockengleichrichter mit ihrer verhältnismäßig kleinen Leistung weniger geeignet.

Sehr wesentlich vor Inbetriebnahme der Apparatur ist die Überlegung welche Säurekonzentration ist zweckmäßig anzuwenden? (In der Praxis hat sich H_2SO_4 am besten bewährt.) Hierzu sind einige Hinweise in den beiliegenden Kurven angegeben. Bekannt ist stets die zu fördernde Menge, bekannt ist auch die zur Verfügung stehende Spannung. Betrachtet man nun Abb. 1, so erkennt man, daß grundsätzlich kleine Flüssigkeitsmengen bei niedrigen Säurekonz. in der Elektrolyse am gleichmäßigsten gepumpt werden. Die Steilheit der 0,9 % H_2SO_4 Kurve besagt, daß eventuelle Spannungsschwankungen einen relativ geringen Einfluß besitzen, was für die Praxis sehr wesentlich ist. (s.B. 25 cem 3,2 Volt, 30 cem 3,5 Volt, demgegenüber bei 9 figer H_2SO_4 3,2 Volt 110 cem, 3,5 Volt 150 cem.) Absolut und relativ ist die Differenz im letzten Falle erheblich größer. Durch weitere Verringerung der Säurekonzentration läßt sich somit die Förderkonstanz noch erhöhen, allerdings darf die Säurekonzentration nicht zu stark verringert werden, da sonst der Widerstand in der Elektrolyse zu hoch wird. In doppelt logarithmischem Maßstab aufgetragen erhält man übrigens Geraden. (vergl. Abb. 2)

Abb. 3 zeigt an einer Anzahl Kurven, daß große Mengen am besten bei höherer Säurekonzentration, im Anschluß an das oben besagte und zwar noch aus einem anderen Grunde gefördert werden, denn die Spannung wird verhältnismäßig hoch, sobald 100 cem und mehr/Std. zu bewältigen sind. Z.B. erfordern 25 cem/Std. bei 1 % Säuregehalt 3,2 Volt, 100 cem schon 6,5 Volt und 250 cem sogar 10 Volt. Wählt man dagegen eine 10 fige Säure, so kann man 250 cem ohne weiteres mit 4 Volt Spannung in der Stunde zum Einsatz bringen.

Hiermit dürften alle notwendigen Hinweise gegeben sein. Es wäre noch zu betonen, daß die Apparatur vor allem für den gleichmäßigen Einsatz kleiner Flüssigkeitsmengen entwickelt wurde, obwohl auch Versuche mit größeren Mengen völlig störungsfrei verliefen. Im allgemeinen werden jedoch für Mengen von 500 cem/Std. und mehr Pumpenrichtungen zur Verfügung stehen, die auf anderen bekannten Prinzipien beruhen. Es sei noch darauf hingewiesen, daß die beschriebene Apparatur in ihrer Einfachheit, leichten Handhabung und Betriebssicherheit kaum übertroffen werden dürfte, bei Abschluß dieses Berichtes haben 15 Einzelaggregate monatelang störungsfrei gelaufen.

Gony

Automatische Apparatur zur Förderung kleiner u. kleinster Benzinmengen.

201770

Maßstab 1:2

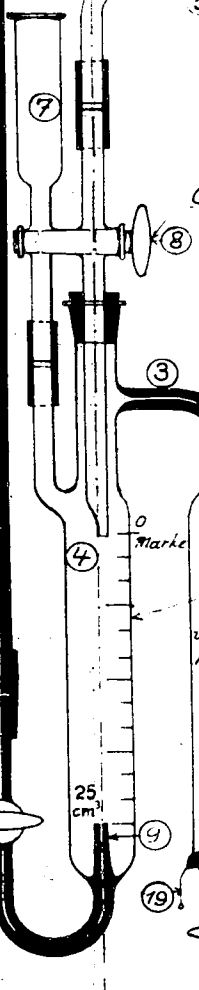
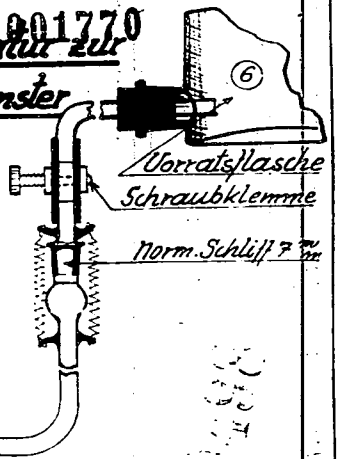
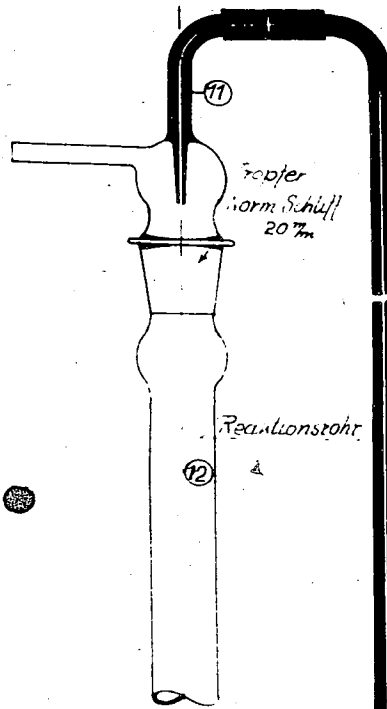
Ausführung in Glas.

Kapill. Rohr 7/1.5 mm

Abb. 1

Zeichnung 2.

Abb. 2



Wechselhahn

Füllstutzen

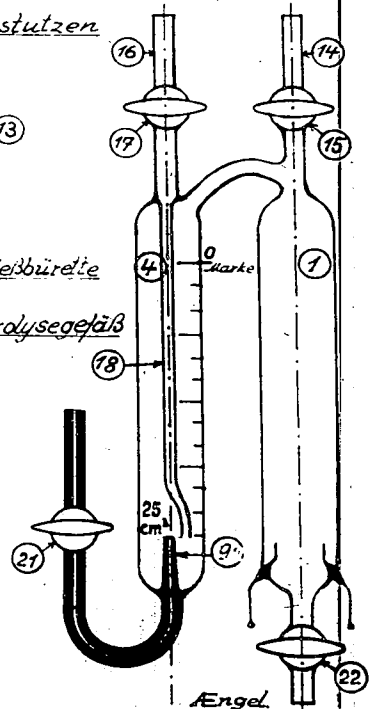
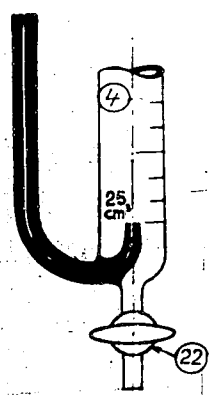
Mießbürette

Elektrolysegefäß

verd. H₂SO₄

Pt.

Abb. 2a



Engel

001771

Sitz 10/11

Abb. 1

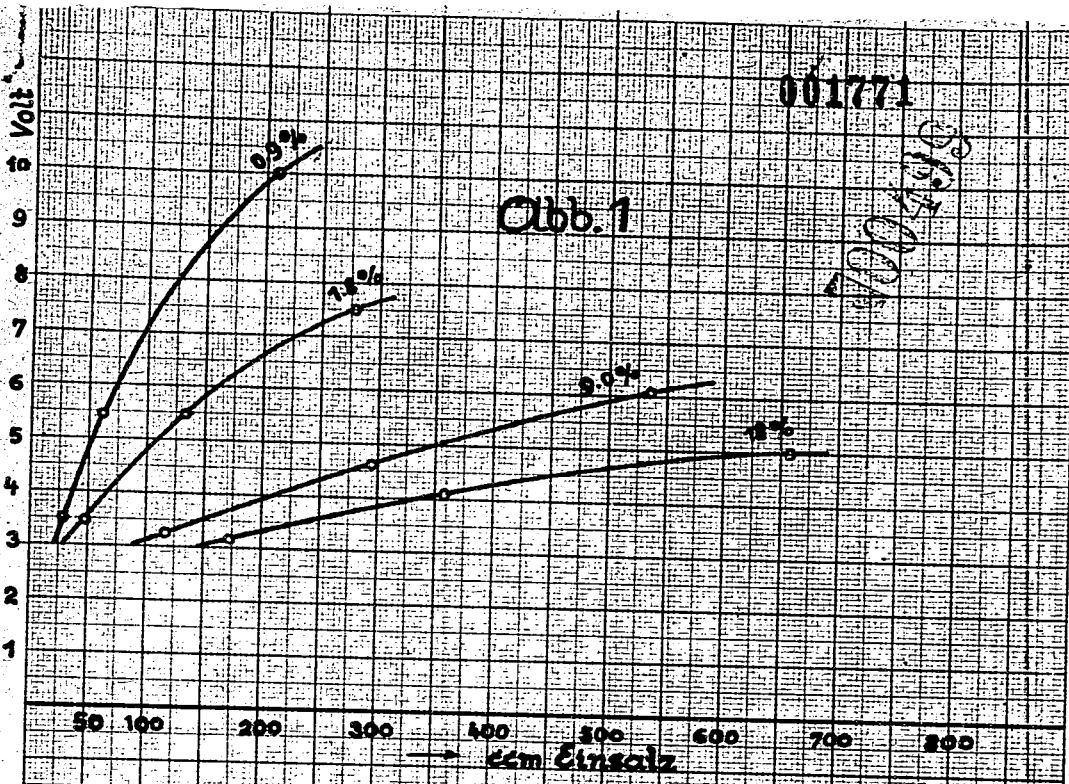


Abb. 3

