

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT Oberhausen-Holtent, 30. Oktober 1943

Pat. Abt. F8/Kx  
R 694

Automatische Gas-Dauerprobenahme-Apparatur mit regelbarer  
Dosierung.

Bei der Durchführung von unter Gas- oder Dampf- bildung verlaufenden Umsetzungen, die über längere Zeit durchgeführt werden, ist es erforderlich, den Verlauf der Umsetzung durch ständige Entnahme von Proben der gebildeten Gase oder Dämpfe zu überwachen. Die bisher benutzten Probenahmeapparaturen bedürfen einer sorgfältigen Überwachung, da im Laufe längerer Zeit leicht Ungleichmäßigkeiten in der Mengenabnahme sowie Verkrustungen oder Verstopfungen aufzutreten vermögen. Ferner muß zu jeder Probenahme eine Apparatur mit meist großen Gefäßen angewandt werden. Die Probenahme hängt zudem von der Verlässlichkeit der beauftragten Person ab. Bei dem heutigen großen Personalmangel muß man sich im allgemeinen auf eine zweimalige Probenahme im Laufe von 24 Stunden beschränken. Es liegt auf der Hand, daß ein klarer Einblick in die durch verschiedene Umstände bedingten Schwankungen bei der Durchführung der Arbeit auf diese Weise nicht erhalten werden kann. Außerdem ist es natürlich erwünscht, die Probenahme von sämtlichen Zufälligkeiten in der Bedienung unabhängig zu machen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist nun eine automatische Gas-Dauerprobenahme-Apparatur mit regelbarer Dosierung, durch deren Verwendung die genannten Nachteile ausgeschaltet sind. In ihr erfolgt in regelbaren Zeitabständen mit einer mittels einer Gasuhr oder einer ähnlichen Zufuhrregelvorrichtung bedienten Flüssigkeitsverdängungspumpe über abwechselnd von der Sperrflüssigkeit gefüllte und geleerte Meßräume eine Gasabgabe an Sammelflaschen. Hierbei können Vorrichtungen zur automatischen Ein- und Ausschaltung zu Beginn bzw. bei Beendigung von beliebigen Reaktionsabschnitten vorgesehen sein, wodurch eine absolut sichere, von allen Zufälligkeiten unabhängige Probenahme in beliebigen Abschnitten erreicht wird.

Nachstehend wird anhand der beigegebenen Zeichnung eine Ausführung der erfindungsgemäßen Apparatur im Drillingsbau erläutert.

Als Antrieb dient eine gebrauchte Gasuhr, die mittels Luft oder eines beliebigen anderen, beispielsweise eines inerten Gases über einen Haupthahn 8 und ein Feineinstellventil 9 beliebig eingestellt werden kann. Die mit der Uhr durch Hubstange 10 und Hebel 11 verbundene Verdrängungspumpe 12, die beispielsweise mit Quecksilber arbeitet, saugt bei der gewählten Drillingsausführung das Gas aus drei getrennten Gasquellen an und drückt es über eine Quecksilber-Rückflußsperre 13 in die Gassammelflaschen A, B und C. Die Abmessungen werden beispielsweise so gewählt, daß die Pumpe bei einer Antriebsumdrehung je Hub 4 - 6 ccm Gas ansaugt und drückt. Je Reaktionsstunde findet somit alle 7 1/2 Minuten eine Probenahme statt. Dieses entspricht einer Förderung von rd. 40 ccm/Stunde aus jeder der drei Gasquellen. Bei Einstellung der Apparatur auf vier Umdrehungen, wobei jede Viertelstunde eine Probenahme erfolgt, fallen im Wochendurchschnitt auf 80 Reaktionsstunden 2 Liter Dauerprobegas an. Hierbei kann die Pumpe zweckmäßig zu Beginn jeder Reaktionsstunde oder auch eines beliebigen anderen Zeitabschnitts ein- und bei Beendigung desselben automatisch ausgeschaltet werden, wenn die Schaltung zur Pumpe a und die Schaltung zur Förderung des Einsatzproduktes b durch den Kombinationsschalter 14 mechanisch gekoppelt wird.

Die Arbeitsweise der Apparatur ergibt sich aus der nachstehenden Erläuterung.

Nachdem die Gasspeicherflaschen A, B und C mit Sperrflüssigkeit gefüllt sind, werden die Hähne bzw. Schraubklemmen 1, 3 und 4 geschlossen. Hahn 6 für Entlüftung und Hahn 5 für die gemeinsame Ableitung bleiben geöffnet. Bei Inbetriebnahme der Apparatur werden die Hähne 2 sowie der Wechselhahn 8 und das Feineinstellventil 9 geöffnet. Der Wechselhahn und das Feineinstellventil bleiben über die ganze Dauer der Probenahme geöffnet, da diesen ein Haageventil 15 vorgeschaltet ist, das mit dem Kombinationsschalter 14 jeweils ein- und ausgeschaltet wird. Wenn der Kolben der Hg-Pumpe hochgezogen wird, fällt der Hg-Spiegel und das Gas wird in die 3 Meßpipetten 7 eingesaugt. Beim Senken des Kolbens wird das Hg hochgedrückt, überträgt sich kommunizierend auf die Meßpipetten und das Gas wird über die Hg-Rückflußsperren 13 in die Speicherflaschen gedrückt.

Nachdem durch Ausschalten der Reaktion auch der Antrieb der Apparatur unterbrochen ist, kann mit der Entnahme

der Durchschnittssammelprobe aus Flasche A, B und C zum Zwecke der Gasanalyse begonnen werden. Die Flasche D dient zur Aufnahme der aus den Vorratsflaschen zurücklaufenden Sperrflüssigkeit. Die Hähne 2 und 5 werden geschlossen. An das Entlüftungsrrohr wird bei geöffnetem Hahn 6 ein Druckball 16 angesetzt, Schraubklemme 3 geöffnet und die Sperrflüssigkeit aus Flasche D in die Gasvorratsflasche A gedrückt. Nachdem eine Gasmaus an das Abfüllrohr der Flasche A mit Hahn 1 angesetzt ist, wird Hahn 1 geöffnet, ebenso die Hähne der Gasmäuse selbst. Ist das Überfüllen in die Gasmäuse beendet, so wird die Vorratsflasche mit der Sperrflüssigkeit ganz gefüllt, worauf Hahn 1 und Schraubklemme <sup>3</sup>wieder geschlossen werden. Der gleiche Vorgang vollzieht sich auch bei den nächsten Flaschen B und C. Ist das Gas von allen drei Gassammelflaschen abgezogen, so wird der Druckball abgenommen und Hahn 5 wieder geöffnet. Die Hähne 2 werden zweckmäßig erst bei weiterer Inbetriebsetzung der Apparatur geöffnet.

Bei Entnahme der Gasproben ist darauf zu achten, daß die Flaschen immer unter geringem Überdruck stehen, um zu verhüten, daß Luft in die Gasmaus kommt.

Bei Anwendung der erfindungsgemäßen Apparatur ergeben sich eine Reihe von wesentlichen Vorteilen. Bei der Überwachung von unter Gas- bzw. Dampfbildung verlaufenden Reaktionen können automatisch eine beliebige Reihe von Proben gezogen werden. Mit der Apparatur kann dem weiteren eine beliebige Zahl nebeneinander ausgeführter Reaktionen überwacht werden. So kann anstelle der beispielsweise geschilderten Drillingsausführung naturgemäß auch eine Vierlings-, Fünflings- usw. Ausführung gewählt werden. Die Zahl der Probenahmen aus dem Ablauf einer Reaktion kann weitgehend gesteigert werden und ist einzig von der Leistungsfähigkeit der jeweils benutzten Zufuhrregelvorrichtung abhängig. Die erzielten Vorteile ergeben sich insbesondere aus den nachstehenden Angaben. Zur Auswertung eines Versuches brauchte man bisher mindestens 2 Gasmäuse täglich, um einen nur einigermaßen befriedigenden Wochendurchschnitt zu erhalten. Bei Verwendung von 4 Öfen mit 3 Reaktionsrohren sind daher täglich 24 Gasmäuse oder wöchentlich 192 Gasmäuse erforderlich. Unter Verwendung der geschilderten Drillingsausführung wird bei einer viermaligen Probenahme in

- 4 -

der Stunde eine Einsparung im Verhältnis von 14:1 bzw. 84:6 Arbeitsstunden für Analyse erzielt. Dabei wird der weitere Vorteil erhalten, daß die mit der erfindungsgemäßen Apparatur gezogene Probe ein wesentlich getreueres Abbild von dem Gesamtverlauf der Umsetzung ergibt.

#### Patentanspruch

Automatische Gas-Dauerprobenahme-Apparatur mit regelbarer Dosierung, in der durch eine mittels einer Gasuhr oder einer ähnlichen Zufuhrregelvorrichtung bediente Flüssigkeitsverdrängungspumpe über abwechselnd von der Sperrflüssigkeit gefüllte und geleerte Meßräume eine in regelbaren Zeitabständen stattfindende Gasabgabe an Sammelflaschen erfolgt, wobei Vorrichtungen zur automatischen Ein- und Ausschaltung zu Beginn bzw. bei Beendigung von beliebigen Reaktionsabschnitten vorgesehen sein können.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

# Autom. Gas-Dauerprobenahme-Apparatur

2657

