

Dr. W/Ks. 1396

BAG Target

Krefeld-Uerdingen, den 15.11.1944

3414 30/4.17

Anordnung zur selbsttätigen Messung des Erweichungspunktes nach
Krämer-Sarnow-Nagel.

Der Erweichungspunkt harzartiger Stoffe wird bekanntlich nach Krämer-Sarnow-Nagel in der Weise bestimmt, dass ein gläsernes Messröhrchen mit festgelegten Dimensionen durch Bintauchen, Giessen oder Pressen mit dem zu prüfenden Stoff an seinem unteren Ende durch das zu prüfende Harz verschlossen wird. Das so gefüllte Röhrchen wird dann in geeigneter Weise in das Innere eines Becherglases eingeführt, welches in ein weiteres gläsernes Gefäss eingetaucht ist. Dieses Gefäss ist mit einer klardurchsichtigen Heizflüssigkeit, z.B. Paraffinöl, gefüllt, während das Becherglas als Luftbad dient. Auf die Harzschicht des Messröhrchens gibt man 5 g Quecksilber und steigert die Temperatur des Luftbades, z.B. mittels eines Bunsenbrenners, um $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, bis die Harzschicht unter dem Druck des Quecksilbers durchbricht und das Quecksilber ausfließt. Die sodann am Thermometer abgelesene Temperatur des Luftbades gilt als Erweichungspunkt.

Es liegt auf der Hand, dass diese Bestimmungsmethode ausserordentlich zeitraubend ist. Hinzu kommt, dass die zur Erzielung übereinstimmender Resultate unbedingt erforderliche genaue Einhaltung der vorgeschriebenen linearen Temperatursteigerung ($1^{\circ}\text{C}/\text{min}$) von Hand ermüdend ist und infolgedessen die Gefahr einer ungenauen Ausführung besteht.

Gegenstand dieser Erfindung ist eine Vorrichtung, die es gestattet, die Messung des Erweichungspunktes nach der Methode von Krämer-Sarnow-Nagel automatisch durchzuführen. Die Vorrichtung besteht aus einem Aggregat von Messröhrchen, von denen in der Abb. 1 zwei Stück (1) abgebildet sind. Diese Messröhrchen befinden sich in einer Haltevorrichtung (4), welche auf einen Metallbecher (7) aufgesetzt wird. Dieser ist in den Deckel eines Thermostaten, z.B. eines Höppler-Thermostaten (8), eingeführt. Die Temperatur des Heizbades (5) wird in an sich bekannter Weise selbsttätig, z.B. mit Hilfe einer elektrischen Heizung (6) und eines Quecksilber-Kontaktthermometers (9) geregelt, dessen Verstellmagnet (10) durch einen Synchronmotor mit Getriebe (11) die Kontaktstellung des Thermometers um $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ steigert.

Auf die Haltevorrichtung für die Messröhrchen wird ein Kopfstück (12) aufgesetzt, welches eine Anzahl von Elektrodenpaaren (13), denen Widerstände von verschiedenen Grössen parallel geschaltet sind, und ein Widerstandsthermometer (14) trägt. Dieses Kopfstück wird in der Weise auf die Haltevorrichtung aufgesetzt, dass die Elektroden in das auf die Harzstopfen (2) der Messröhrchen geschichtete Quecksilber (3) eintauchen und das Widerstandsthermometer sich in dem Luftraum des Metallbeckers befindet.

Die Temperaturmessung des Luftbades erfolgt über das Widerstandsthermometer (Abb.2, 14) mit Hilfe einer Registriervorrichtung (15), vorzugsweise eines Mehrfarbenschreibers, die mit einem synchronmotorisch angetriebenen Meßstellenumschalter (16) verbunden ist, der alle Meßstellen periodisch nacheinander einschaltet.

Die Temperaturmessung des Luftbades erfolgt nun über sämtliche Meßstellen des Schreibers mit Hilfe des erwähnten Umschalters (16). Der vom Gleichrichter (17) gelieferte Gleichstrom fliesst bei der in Abb.2 gezeichneten Umschalterstellung durch die Platinwicklung des Widerstandsthermometers über die Quecksilberbrücke des Röhrchens c (zu einem geringen Teil über den Parallelwiderstand 18), über die Meßstelle c' des Umschalters (16) zum Schreiber (15), durch dessen Schreibmechanismus somit die Temperatur des Luftbades registriert wird. Schaltet jetzt der Umschalter von c' auf d', so wird die Temperatur über das Röhrchen d gemessen usw., sodass, wenn z.B. ein Sechsfarbenschreiber benutzt wird, sechs Proben gleichzeitig gemessen werden können.

Fliesst nun durch Erweichen der Harzprobe das Quecksilber z.B. aus dem Röhrchen c aus, so registriert der Schreiber, wenn der Umschalter die Meßstelle c' eingeschaltet hat, eine Messpunktfolge, welche der wirklichen Temperaturgeraden parallel läuft. Es wird nämlich durch den Meßstrom nicht mehr der Widerstand des Platinthermometers allein, sondern die Summe der Widerstände Platin + Widerstand (18) gemessen. Da wir den verschiedenen Widerständen (18, 19 usw.) abgestufte Werte gaben, entsteht eine Registrierung, wie sie Abb.3 zeigt. Die linear mit einer Steigung von $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ wachsende Temperatur wird zunächst über alle Meßstellen als Kurvenstück (20) registriert, ist sodann wegen Erweichens, z.B. der Harzprobe im Röhrchen c, das Quecksilber ausgeflossen, so springt jedesmal, wenn der Umschalter diese Meßstelle einschaltet, die Anzeige (und somit die Registrierung) um ein Stück nach rechts und sieht die Kurve 22, weil sich zum Platinwiderstand der Widerstand 18 addiert. Die anderen Proben sind noch nicht erweicht.

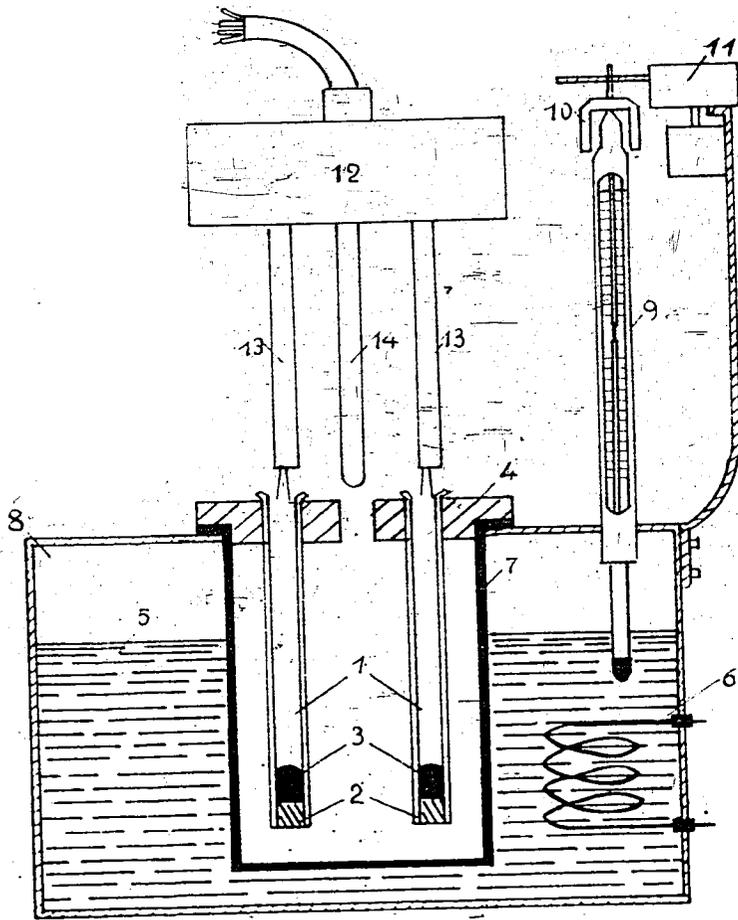
Über ihre Quecksilberbrücken wird der Temperaturverlauf des Luftbades als Kurvenstück 21 weitergeschrieben. Dann erweicht z.B. Probe d. Da der Widerstand 19 einen grösseren Wert als Widerstand 18 hat, springt die Anzeige bei periodischer Einschaltung der Meßstelle d⁺ zum Kurvenstück 23 usw.

Man kann also, ohne die Apparatur während der Messung warten zu müssen, nachträglich aus der Registrierung die Erweichungspunkte der gemessenen Proben ablesen. Nach dem angenommenen Beispiel hat Probe c den Erweichungspunkt 85°C und Probe d den Erweichungspunkt 105°C.

Patentanspruch:

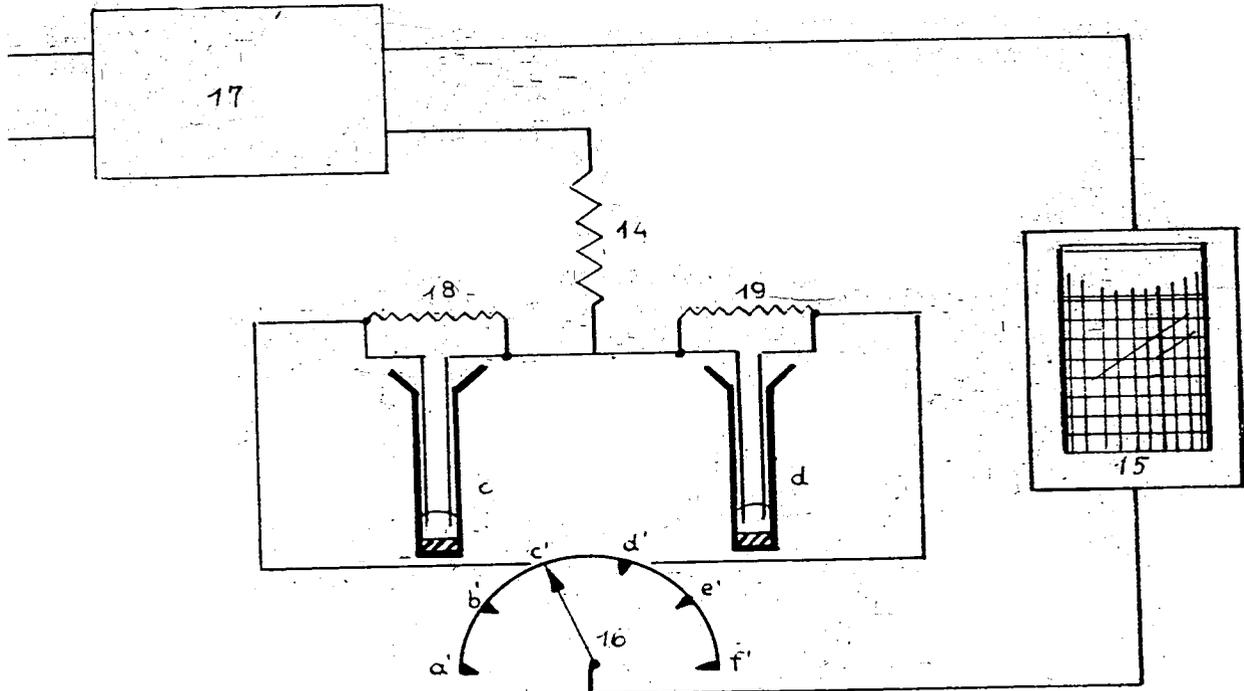
Anordnung zur selbsttätigen Messung des Erweichungspunktes nach Krämer-Sarnow-Nagel, gekennzeichnet durch eine an sich bekannte Vorrichtung zur selbsttätigen Steigerung der Messtemperatur und eine zur selbsttätigen Registrierung des Erweichungspunktes dienende elektrische Messvorrichtung, die aus in das Quecksilber der Messröhrchen eintauchenden Elektroden (13), diesen parallel geschalteten Widerständen (18,19), einem Widerstandsthermometer (14), einem Meßstellenumschalter (16) und einer Registriervorrichtung (15) besteht.

Abb. 1



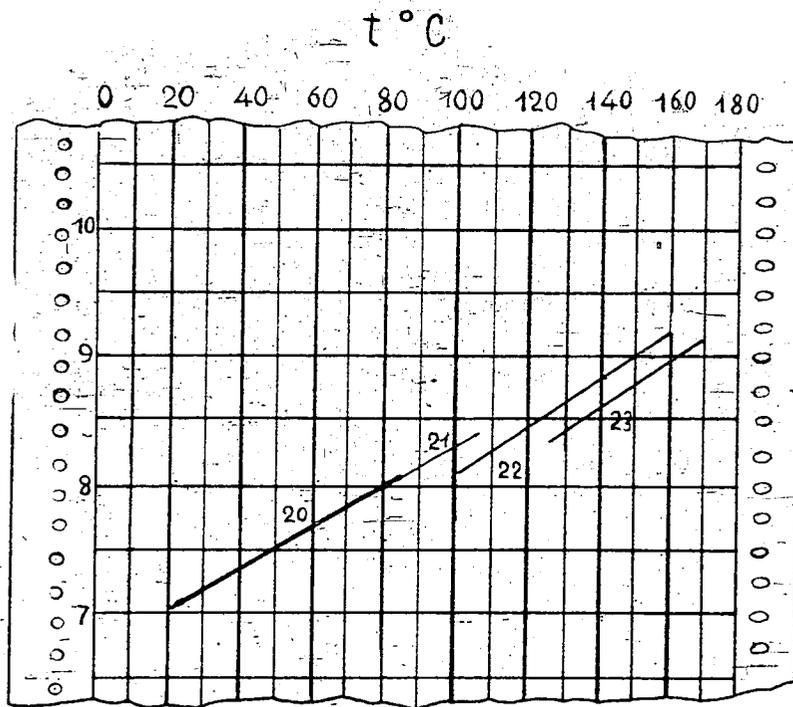
JG Farbenindustrie Aktiengesellschaft

Abb. 2



IG Farbenindustrie Aktiengesellschaft

Abb 3



JG Farbenindustrie Aktiengesellschaft