

Oberhausen-Holteln, 10. Juli 1943

7082

Automatische Apparatur zur Förderung kleiner und  
kleinster Flüssigkeitsmengen

Die Förderung kleiner und kleinster Flüssigkeitsmengen, wie sie beispielsweise für die Durchführung von Umsetzungen flüssiger Körper benötigt wird, erfolgt mit kleinen Kolben- oder Membranpumpen. Ihre Benutzung hat bisher eine gleichmäßige Zuführung der zu fördernden Flüssigkeitsmengen nicht ermöglicht. Fehlerquellen sind vor allem durch das unvermeidliche Verkleben und Verschmutzen der kleinen Kugel- oder Federventile gegeben. Auch läßt sich die erforderliche genaue Einstellung auf die Zuführung kleiner Flüssigkeitsmengen, besonders für längere Förderzeit, stets nur schwierig durchführen. Ueberhaupt ist eine exakte Durchführung von Forschungsversuchen, die eine unverändert gleichmäßige Zuführung von Reaktionsflüssigkeiten zur Voraussetzung haben, bei Verwendung der genannten Apparaturen mit erheblichen Schwierigkeiten verknüpft.

Gegenstand der Erfindung ist eine neuartige automatische Apparatur, in der zum Fördern kleiner und kleinster Flüssigkeitsmengen anstelle von Kolben- oder Membranpumpen über die ganze Versuchsdauer gleichmäßig elektrolytisch entwickeltes Sauerstoff- und/oder Wasserstoffgas dient. Die Apparatur enthält ein Elektrolysegefäß zur Entwicklung von  $H_2$  und/oder  $O_2$  aus verdünnten Säuren oder Alkalien. Dieses steht mit einer Meßvorrichtung in Verbindung, der die abzumessende Flüssigkeitsmenge aus einem Vorratsgefäß zugeführt und aus der die abgemessene Flüssigkeit nach Unterbrechung der Verbindung mit dem Vorratsgefäß durch das sich im Elektrolysegefäß entwickelnde Gas an den Bestimmungsort gedrückt wird. Die Meßvorrichtung enthält eine ins Freie führende Gasableitung.

- 2 -

Eine beispielsweise Ausführung der Apparatur wird durch die Abbildung erläutert.

Ein zweckmäßig als Meßbürette ausgebildetes und mit dem Füllstutzen 2 über den Hahn 15 verbundenes Elektrolysegefäß 1 steht durch das Kapillarrohr 3 mit der Meßvorrichtung 4 in Verbindung. In diese tritt das Zuleitungsrohr 5, das die zu fördernde Flüssigkeit aus dem Vorratsgefäß 6 zuführt. Sie enthält weiter das Gasableitungsrohr 7. Die Rohre 5 und 7 werden durch den Wechselhahn 8 bedient. Am unteren Ende ist die Meßvorrichtung 4 durch das Kapillarrohr 9, das die kapillaren Fortführungen 10 und 11 aufweist, mit dem Verbrauchsgefäß, beispielsweise einem Reaktionsrohr 12, verbunden. Die kapillare Fortführung 10 schließt mit dem unteren Meßstrich der Vorrichtung 4 ab. Die kapillare Fortführung 11 dient als Tropfer.

Die Ausbildung des Elektrolysegefäßes 1 und der Meßvorrichtung 4 und ihre Verbindung mit dem Vorratsgefäß 6 kann auch in der in Abb. 2 bezeichneten Weise erfolgen. Hier dient das Zuleitungsrohr für das Gefäß 1 gleichzeitig als Gasableitungsrohr, während die Meßvorrichtung mit dem Vorratsgefäß über das Rohr 18 verbunden ist. Das untere Ende des Rohres 18 liegt in gleicher Höhe mit dem oberen Rand der Kapillarenfortführung 10.

Der Gebrauch der Apparatur möge am Beispiel einer Benutzung für die ungestörte Durchführung einer katalytischen Umwandlung von Kohlenwasserstoffen beschrieben werden.

Vor Beginn der Reaktion wird die Meßvorrichtung 4, die beispielsweise zum Überleiten von  $25 \text{ cm}^3$  in einer Schaltperiode bestimmt ist, unter restloser Vertreibung der Gasreste aus der Vorratsflasche 6 gefüllt, worauf durch

Drehung des Wechselhahns 8 die Verbindung mit dem Vorratsgefäß unterbrochen wird. Aus der in der Elektrolysezelle 1 befindlichen Schwefelsäure, die durch den Füllstutzen 2 eingebracht ist, wird durch Erzeugung eines Stroms durch eine an die Pole 13 und 14 angeschlossene Batterie eine gleichmäßige Erzeugung von  $H_2$  und  $O_2$  bewirkt. Der erzeugte Gasstrom treibt den in der Meßvorrichtung 4 befindlichen Kohlenwasserstoff gleichmäßig durch das Kapillarrohr 9 in das Reaktionsrohr 11, wo der Kohlenwasserstoff zur Umsetzung gebracht wird. Wenn die Meßvorrichtung bis zum unteren, mit dem Ende der kapillaren Fortsetzung 10 auf der gleichen Höhe liegenden Meßstrich entleert ist, wird die Stromzuführung zur Elektrolysezelle unterbrochen, worauf die Förderung der Kohlenwasserstoffe aufhört. Außerdem wird der den Zufluß aus dem Vorratsgefäß regelnde Absperrhahn umgeschaltet. Es kann nun gegebenenfalls der Kontakt regeneriert werden, worauf die weitere Zuführung des Kohlenwasserstoffs in der obengeschilderten Weise geschieht. Bei Benutzung einer Apparatur, in der die Ausbildung der Gefäßteile 1 und 4 und ihre Verbindung mit dem Vorratsgefäß 6 in der in Abb. 2 wiedergegebenen Weise erfolgt ist, wird, kurz bevor die Flüssigkeit im Gefäß 4 den unteren Meßstrich erreicht hat, nach Schließen des Hahnes 17 und Öffnen der Hähne 15 und 16 das Gas aus dem Gefäß 4 über das Zuführungsrohr für das Gefäß 1 entleert, worauf nach Schließen der Hähne 15 und 16 und Öffnen des Hahnes 17 der Kohlenwasserstoff wiederum dem Reaktionsgefäß zugeführt wird.

Die erfindungsgemäße Apparatur gestattet eine völlig gleichmäßige, störungsfreie Zuführung von kleinen und kleinsten Flüssigkeitsmengen. Sie besitzt besondere Vorteile für die gleichmäßige Durchführung von Umsetzungen von flüssigen Körpern,

beispielsweise von Kohlenwasserstoffen. Eine Störung der Zuführung durch Verschmutzung und Verkleben von Ventilen vermag nicht einzutreten. Sämtliche Teile können aus Glas hergestellt werden. Abgesehen von der Metalleinsparnis, die durch den Fortfall z.B. von Messing- und Kupfertteilen, wie sie bei Pumpen gebraucht werden, gegeben ist, kann die Umsetzung auf dem ganzen Wege verfolgt werden. Der Stromverbrauch der Elektrolysezelle ist gering. Als Stromquelle dienen zweckmäßig Akkumulatoren. Man kann aber auch beispielsweise den Strom direkt oder nach Heruntertransformieren aus dem Netz entnehmen. Etwaige Störungen im Reaktionsablauf sind daher unmittelbar zu erkennen und abzustellen. Durch Anwendung der Apparatur konnte die exakte Durchführung von Kohlenwasserstoffumsetzungen im kleinsten Maßstabe über viele Monate sichergestellt werden.

#### Patentanspruch

Automatische Apparatur zur Förderung kleiner und kleinster Flüssigkeitsmengen, enthaltend ein Elektrolysiergefäß zur Entwicklung von  $H_2$  und/oder  $O_2$  aus verdünnten Säuren oder Alkalien, das mit einem Meßgefäß in Verbindung steht, dem die zu fördernde Flüssigkeit aus einem Vorratsgefäß zugeführt wird und aus dem die abgemessene Flüssigkeit nach Unterbrechung der Verbindung mit dem Vorratsgefäß durch das sich im Elektrolysiergefäß entwickelnde Gas an seinen Bestimmungsort geleitet wird.