

## Gasumlaufpumpe für Laboratorien\*.

Von

**F. Pass und A. Schram<sup>1</sup>.**

Aus dem Institut für organisch-chemische Technologie der Technischen Hochschule Wien.

Mit 2 Abbildungen.

(Eingelangt am 15. April 1954.)

Es wird über eine vereinfachte Apparatur für die Zirkulationsabsorption von Gasen und deren wesentlichsten Bestandteil, eine neue Laboratoriumsumlaufpumpe aus Glas, berichtet.

Für eine Reihe von Arbeiten über die Sauerstoffaufnahme von organischen Verbindungen und Gemischen war es notwendig, eine Zirkulationsapparatur zu verwenden. Wir konnten leider keine der in der Literatur<sup>2, 3</sup> für ähnliche Zwecke bereits vorgeschlagenen Apparaturen benützen, da der Kostenaufwand zu hoch gewesen wäre. Um dennoch zum Ziele zu kommen, wählten wir eine Anordnung ähnlich jener von *Dornste*<sup>3</sup>, wobei wir auf eine automatische Registrierung verzichteten.

Der wesentlichste, apparative Bestandteil einer solchen Zirkulationsapparatur ist eine Umlaufpumpe, welche gasdicht sein muß, um den Verlauf der Gasaufnahme messend verfolgen zu können. Erschwerend in unserem Falle war, daß wir Dichtungen in Berührung mit dem zirkulierenden Gas vermeiden mußten. In der uns zugänglichen Literatur war keine befriedigende Lösung zu finden und wir mußten uns daher

---

\* Herrn Prof. Dr. L. Ebert zum 60. Geburtstag gewidmet.

<sup>1</sup> Derzeitige Adresse: Deutsche Erdöl A. G., Hamburg, Zentrallaboratorium.

<sup>2</sup> M. R. Fenske, C. E. Stevenson, R. A. Rusk, N. D. Lawson, M. R. Cannon und E. F. Koch, Ind. Eng. Chem., Analyt. Ed. **13**, 51 (1941). — R. G. Larsen, R. E. Thorpe und F. A. Armfield, Ind. Eng. Chem. **34**, 183 (1942). — C. Kröger und A. Kaller, Öl und Kohle **39**, 669 (1943). — G. H. von Fuchs und H. Diamond, Ind. Eng. Chem. **34**, 927 (1942).

<sup>3</sup> R. W. Dornste, Ind. Eng. Chem. **28**, 26 (1936).

eine Pumpe nach eigenem Entwurf anfertigen. Diese ist bei Reaktionen, in denen die Gasaufnahme messend verfolgt werden soll, universell anwendbar und wir möchten sie in dieser Art empfehlen.

In Abb. 1 ist die Umlaufpumpe abgebildet, welche als Verdrängungspumpe angesehen werden kann. Ihre Größe ist dem erwünschten Hubraum, damit auch der Fördermenge Gas je Zeiteinheit anzupassen. In einem U-förmig gebogenen, starkwandigen Gefäß, welches zur Hälfte mit Flüssigkeit, am vorteilhaftesten Quecksilber, gefüllt ist, wird durch

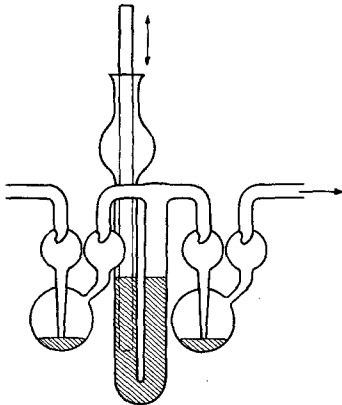


Abb. 1. Gasumlaufpumpe.

einen kleinen Motor über ein Getriebe und eine Exzentrerscheibe ein Tauchkörper periodisch eingetaucht. Durch Kommunikation wird in dem zweiten Schenkel des U-Rohres eine Pumpwirkung erreicht und die beiden angeschmolzenen, wie Blasenähler geformten Gefäße bewirken als Ventile eine Gasförderung in einer Richtung. Tropfenfänger und Überlaufgefäß verhindern ein Verspritzen und Überlaufen des Quecksilbers. Durch einen Feinregulierhahn kann aus den einzelnen Pumpenstößen ein kontinuierlicher Gasstrom erhalten werden. Hubraum und Anzahl der Pumpenstöße bestimmen die zirkulierende Gasmenge in der Zeit-

einheit. Diese ist daher in ziemlich weiten Grenzen den Anforderungen anzupassen, auch geringer Gegendruck kann mit der Pumpe überwunden werden. Die abgebildete Ausführung der Pumpe und die Größenverhältnisse der Teile hat sich in monatelangem Betrieb am besten bewährt.

Die Vorteile der Pumpe liegen in der absoluten Gasdichtheit, was besonders für Messungen vorteilhaft ist und in ihrem störungsfreien Betrieb. Es sind keine Dichtungen erforderlich, das Quecksilber wirkt gleichzeitig als Dichtung und Kolben, die Gasdichtheit ist gegeben, wenn sich das zirkulierende Gas in der Flüssigkeit nicht löst.

Die Zirkulationsapparatur ist in Abb. 2 schematisch vereinfacht dargestellt. Sie besteht aus der Pumpe, der ein Absorptionsgefäß nachgeschaltet ist, um Quecksilberdämpfe aufzufangen. Ein Glashahn mit Schlitz erlaubt die Feinregulierung und damit einen kontinuierlichen Gasstrom. Der Gasstrom gelangt in das Reaktionsgefäß, welches meistens in einem Thermostaten untergebracht sein wird. Gerade diese Anordnung mit unbewegtem Reaktionsgefäß erlaubt die Anwendung verschiedenster Bedingungen bei geringem Raumbedarf. Anschließend sind in unserem Falle, den entstehenden Reaktionsprodukten angepaßt, ein Kühler und Absorptionsgefäße mit verschiedener Füllung oder ein Absorptionsrohr

mit Schichtfüllung angeordnet. Über ein T-Stück wird der Kreislauf mit der Gasbürette verbunden. Ein Einlaßhahn erlaubt die Spülung der Gesamtapparatur.

Zuletzt sollen noch einige Hinweise für die praktische Aufstellung der Apparatur gegeben werden. Auf eine starke Basisplatte aus Holz werden in den Ecken Rundstäbe aus Metall senkrecht zur Platte montiert, die in etwa 50 bis 60 cm Höhe durch ebensolche Stäbe verbunden werden. Motor,

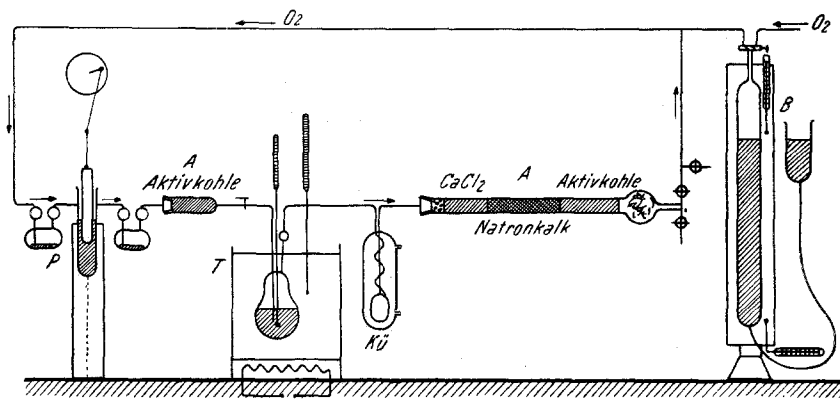


Abb. 2. Zirkulationsapparatur zur Bestimmung der Sauerstoffabsorption.

T... Thermostat	P... Gasumlaufpumpe
K .. Kolben	B .. Gasbürette
Kü . Kühler	B... Absorptionsrohr, gefüllt mit Calciumchlorid, Natronkalk und Aktivkohle

Getriebe und Thermostat werden auf die Basisplatte gestellt, die Gasbürette an einem Eckstab befestigt. Triebsscheibe, Achse und Exzenter mit Tauchkörper werden an den oberen Verbindungsstäben befestigt. Die Pumpe ist infolge der Füllung und wegen der auf sie wirkenden, mechanischen Bewegung mit Klammern schwer zu fixieren. Es hat sich bewährt, sie in einen längs durchgeschnittenen, massiven Holzblock mit Paraffin einzubetten. Alle übrigen Glasteile der Apparatur, vor allem die Verbindungsleitungen, wurden mit weichem Aluminiumband an den oberen Verbindungsstäben hängend befestigt. Diese Art der Anbringung vermeidet manchen Bruch.

Die Absorptionsapparatur und im besonderen die beschriebene Umlaufpumpe sind mit niedrigsten Kosten und mit eigenen Mitteln in jedem Laboratorium aufzustellen. Sie sind in ihrer Anwendung nicht auf Arbeiten ähnlich unseren beschränkt, sondern allgemein für viele kinetische Arbeiten bei Gasreaktionen unter verschiedensten Bedingungen brauchbar. Neben Sauerstoff können Wasserstoff, Kohlenmonoxyd oder andere Inertgase zirkuliert werden, mit geeigneten Sperrflüssigkeiten selbst korrosive Gase.