

Die Chemische Fabrik

1449—1460 u. P. 149—152

Inhaltsverzeichnis: Siehe Anzeigenteil S. 13

1. Dezember 1927

Ein neues einfaches Viscosimeter und Stagonometer.

Von J. TRAUBE und J. MAGASANIK.

Mitteilung aus dem kolloid-chemischen Laboratorium der Technischen Hochschule Berlin-Charlottenburg.

Vor mehreren Jahrzehnten wurde der eine von uns (Traube) von dem verstorbenen Direktor des Materialprüfungsamts, Herrn Professor Martens, auf die Unzulänglichkeit des Englerschen Viscosimeters für Öluntersuchungen aufmerksam gemacht und gebeten, ein Viscosimeter herzustellen, welches genauere Feststellungen ermöglicht. Dies ist geschehen, und der damals angegebene Apparat wird noch heute im Materialprüfungsamt in veränderter Form benutzt.

Nach der Theorie von Poiseuille ist es unmöglich, genauere Viscositätsbestimmungen herbeizuführen, wenn man etwa die Viscosität eines zäheren Öles auf Wasser bezieht und in derselben Röhre einmal Wasser, das andere Mal das Öl durchströmen läßt. Es wurde von Traube darauf hingewiesen, daß eine Kombination von Röhren verschiedener Weite, mindestens drei Röhren, erforderlich sei. Die engste Röhre wird in der Weise geeicht, daß man bei gleichem Druck und gleicher Temperatur Wasser und beispielsweise 25%iges wäßriges Glycerin hindurchströmen läßt, die zweite Röhre eicht man durch eine Bestimmung des Verhältnisses der Durchflußgeschwindigkeiten von 25%igem und 50%igem Glycerin usw. Die Multiplikation der so erlangten Quotienten liefert uns schließlich die spezifische Zähigkeit beispielsweise von 100%igem Glycerin bezogen auf Wasser, und wenn man nunmehr ein Öl untersuchen will, so sucht man die für das betreffende Öl geeignete Röhre und kann dann leicht mit Hilfe der geeichten Röhren die Umrechnung vornehmen, welche für die Berechnung der spezifischen Zähigkeit erforderlich ist.

Diese hier im Prinzip erörterte Methode kann nun abgeändert in sehr einfacher Weise zur Ausführung gelangen:

In Abb. 1 ist eine kapillare Röhre abgebildet, welche an beiden Enden erweitert ist und an dem einen Ende im rechten oder stumpfen Winkel umgebogen ist. An der Röhre befinden sich — zweckmäßig im Abstände von etwa 60—70 cm — zwei Marken, so daß man die Durchflußgeschwindigkeit einer bestimmten Flüssigkeitsmenge bestimmen kann.

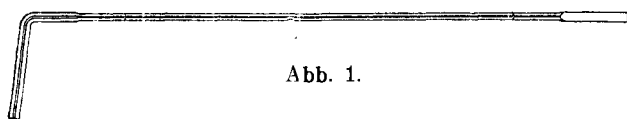


Abb. 1.

Man spannt die Röhre mit einer geeigneten Klammer fest an ein Stativ unter einem bestimmten Winkel gegen die horizontale Ebene, den man mit Hilfe eines halbkreisförmigen Winkelmessers, welcher dem Apparat beigegeben wird, abliest. Je größer die Zähigkeit der zu messenden Flüssigkeit ist, um so größer wird man den Winkel wählen, um so schräger wird man die Röhre einspannen. Man kann auf diese Weise mit denselben Rohre, in dem man etwa Wasser mit 25%igem Glycerin, 25%iges Glycerin mit 50%igem Glycerin, 50%iges Glycerin mit 75%igem Glycerin und

75%iges Glycerin mit 85%igem Glycerin bei verschiedenen Winkelstellungen vergleicht, leicht Viscositäten von der Größenordnung des Wassers mit derjenigen von etwa 85%igem Glycerin vergleichen, für zähere Flüssigkeiten verwendet man dann zweckmäßig eine zweite derartige Röhre mit größerer Kapillarweite. Die Röhren werden¹⁾ so gewählt, daß bei dem genannten Markenabstände die Ausflußzeit für Wasser bei Zimmertemperatur bei den engsten Röhren etwa 75 bis 85 Sekunden, bei den weiteren Röhren etwa 50 bis 60 Sekunden beträgt. Für zäheste Flüssigkeiten kann noch eine dritte Röhre auf Verlangen beigegeben werden.

Da durch die Oberflächenspannung des sich lösenden Tropfens die Ausflußzeit und somit die Viscosität beeinflußt wird, so hat es sich als erforderlich herausgestellt, daß man die Tropfenbildung vermeidet, indem man das betreffende Rohrende zweckmäßig genau auf die Oberfläche einer Flüssigkeitsmenge einstellt, welche sich in einem kleinen Schälchen befindet. Wegen des erheblichen Temperatureinflusses auf die Viscosität wird dem Viscosimeter eine Liebig'sche cylindrische Röhre mit Thermometer beigegeben, welche zur Umhüllung des längeren Rohrteiles dienen und mit durchströmender Flüssigkeit oder mit Dampf geheizt werden kann.

Der Flüssigkeitsfaden muß natürlich ungeteilt sein, Luftbläschen in der Röhre müssen vermieden werden.

Da Zähigkeitsmessungen bei gleichen Drucken erfolgen müssen, so werden die auf Wasser bezogenen Werte noch mit dem Quotienten der spezifischen Gewichte von Wasser und der betreffenden Flüssigkeit multipliziert.

Von den zahlreichen Versuchen, welche ausgeführt wurden, um die Brauchbarkeit dieser neuen höchst einfachen Methode zu zeigen, seien nur die folgenden erwähnt:

Es wurde Wasser sowie wäßrige Glycerinlösung (Glycerin N. R. A. T.) von 25, 50, 75 und 85 Vol.-% (cm^3 Glycerin in 100 cm^3 Lösung) verwandt.

In der engsten Röhre betrug die Ausflußzeit für Wasser bei 18° im Mittel = 80", sofern der Neigungswinkel zur Horizontalebene 3 bis 5° betrug. Je geringer dieser Neigungswinkel für den Wasserwert ist, um so größer ist der Spielraum, um welchen man das Rohr später neigen kann. Bei fester Einklemmung wurde zunächst Wasser mit 25%igem Glycerin verglichen, dann wurde der Neigungswinkel gegen die Horizontalebene vergrößert und nun verglich man 25%iges mit 50%igem Glycerin usw. Prinzipiell kommt es nur darauf an, die Röhren so einzustellen, daß das Wasser nicht zu schnell ausfließt. Wasser und hochprozentiges Glycerin darf man aber nicht in demselben Rohre vergleichen. Im übrigen ist der Grad der Winkелеinstellung nicht so wesentlich, wie die folgende Tabelle zeigt, welche für verschiedene Winkelstellungen die Quotienten der Ausflußgeschwindigkeit für 85 und 75%iges Glycerin angibt

¹⁾ D. R. P. angem., C. Gerhardt, Bonn.

Winkel gegen die Horizontalebene	Relat. Ausflußgeschwindigkeit v. 85- u. 75%igem Glyc.
5°	1,553
10°	1,542
20°	1,531
40°	1,561

Die größte Abweichung beträgt 2,1% und ist zum Teil auf Temperaturdifferenzen zurückzuführen.

Bei diesen Versuchen wurde die Tropfenbildung verhindert; ließ man dagegen Tropfen sich bilden, so betrug die größte Differenz 7,4%.

Der Quotient der Ausflußzeiten zweier in bezug auf die Viscosität nicht sehr verschiedener Flüssigkeiten, gemessen bei beliebiger Neigung des Rohres, ist somit annähernd konstant.

Die folgende Tabelle enthält für ein Rohr A, in welchem die Ausflußzeit für Wasser bei 18° bei einer Winkelstellung von 5° gegen die Horizontalebene gleich 78,6" war, die Quotienten der Ausflußzeiten für Wasser und verschiedene Glycerin-Wassermischungen bis 85 Vol.-% und dem ist beigefügt der Quotient der Ausflußzeiten für 100%iges und 85%iges Glycerin, gemessen in einem Rohr B, in welchem Wasser bei einer Neigung von 5° gegen die Horizontalebene bei 18° in 55" ausfloß.

Neig.- Winkel gegen Horiz.- Ebene	Ausflußzeiten in Sekunden					
	25% Glyc. Wasser	50% Glyc. 25% Glyc.	75% Glyc. 50% Glyc.	85% Glyc. 75% Glyc.	100% Glyc. 85% Glyc.	
5°	118,5 78,6	230,16 118,5	2,018	--	--	--
9°	--	--	322,2 90,25	= 3,247	382,5 201,35	= 1,900
50°	--	--	--	--	652,5 172,5	= 3,780

Das Produkt 1,508 . 2,018 . 3,247 . 1,900 . 3,780 = 70,97 ist somit die auf Wasser bezogene spezifische Zähigkeit des Glycerins. Das Verhältnis der Ausflußzeiten von 100%igem zu 85%igem Glycerin wurde auch bei einem Neigungswinkel von 5° gegen die Horizontalebene in einer dritten Röhre mit weiterem Durchmesser gemessen und hier $= \frac{394,2}{100,75} = 3,813$ gefunden. Das Produkt 1,508 . 2,018 . 3,247 . 1,900 . 3,813 ist = 71,59. Die Feststellung der Quotienten der Durchflußgeschwindigkeiten von

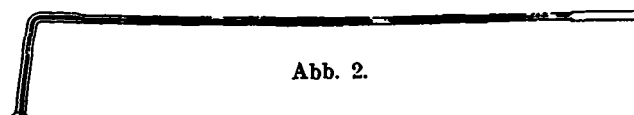
25% Glyc. 50% Glyc. 75% Glyc. 85% Glyc. 100% Glyc.
Wasser 25% Glyc. 50% Glyc. 75% Glyc. 85% Glyc.
einer Röhre B bei anderen Neigungswinkeln wie oben,

führte zu dem Produkte 1,560 . 2,017 . 3,042 . 1,991 . 3,780 = 72,03, und eine Kombination der Versuche in zwei bzw. drei Röhren ergab die spezifischen Zähigkeiten zu 69,69 und 70,30.

Als man bei derselben Winkelneigung 50%iges Glycerin auf Wasser bezog und 85%iges Glycerin auf 50%iges Glycerin, erhielt man die Produkte der Quotienten

$$\frac{50\% \text{ Glyc.}}{\text{Wasser}} \cdot \frac{85\% \text{ Glyc.}}{50\% \text{ Glyc.}} \cdot \frac{100\% \text{ Glyc.}}{85\% \text{ Glyc.}} = 69,50 \text{ und } 69,26.$$

Die größten Abweichungen der sämtlichen gefundenen Werte sind annähernd = 4%. Da die Bestimmungen ohne Temperaturmantel ausgeführt wurden, so dürften bei sorgfältiger Regulierung der Temperatur die Abweichungen noch geringer werden. Mit Apparaten, wie denjenigen von Engler, kann man natürlich nicht im entferntesten eine ähnliche Genauigkeit erreichen, die für die meisten industriellen sowie auch biologischen und sonstigen wissenschaftlichen Zwecke ausreicht.



Der hier beschriebene Apparat kann aber in der einfachen Form Abb. II auch in vorteilhaftester Weise als Stagonometer zur Bestimmung der Oberflächenspannung benutzt werden. Es ist nur nötig, eine kreisrunde Abtropffläche in den bekannten Dimensionen anzubringen, sowie zwischen den oben genannten Marken eine Skala, so daß man die Anzahl Teilstriche bestimmen kann, welche einem Tropfen entsprechen.

Die Röhre muß zu diesem Zwecke sehr gleichmäßig kalibriert sein. Der erhebliche Vorteil, welchen diese Stagonometer vor den bisher hergestellten Stagonometern mit senkrecht stehender Kapillarröhre bieten, besteht darin, daß man durch die Winkelstellung die Abtropfgeschwindigkeit beliebig regulieren kann und durch Messung der Tropfengröße bei verschiedenen Abtropfgeschwindigkeiten und einer kleineren Extrapolation nicht nur die dynamische, sondern auch die statische Oberflächenspannung annähernd berechnen kann.

Beiträge zur Bestimmung der Kornzusammensetzung von Stauben und Mehlen.

VON DR. WALTER BALTRUSCH, Mülheim a. d. Ruhr.

II.*) Die Bestimmung der Zusammensetzung des Unterkorns von Stauben und Mehlen durch stufenweise Sedimentation in einer viscosen Lösung und Herstellung eines Films aus dieser.

Zur Durchführung dieses Verfahrens wird das Unterkorn, worunter der Durchgang durch ein 10 000-Maschensieb verstanden sei, in einer viscosen Lösung von Celluloid in wasserfreiem Aceton, mehrmals hintereinander, also stufenweise sedimentiert. Bei geeigneter Viscosität, welche sich nach dem zu untersuchenden Material richtet, tritt der Unterschied des spezifischen Gewichtes gegenüber der Korngröße, also der Masse zurück, so daß eine scharfe Trennung der Teilchen nach der Größe erzielt werden kann, besonders wenn die Sedimentation mehrmals hintereinander vorgenommen wird. Durch Anpassung der Viscosität an das Material wird das Absinken der Teilchen derart verlangsamt,

daß schon bei der ersten Stufe eine gewisse Trennung erfolgt. Diese Trennung nimmt von Stufe zu Stufe an Schärfe zu und kann bei weiterem Ausbau der Apparatur bis zu einer theoretischen Größenanordnung der Teilchen getrieben werden. Ein aus der mit den nach der Korngröße getrennten Teilchen behafteten Lösung hergestellter Film gibt die Möglichkeit, mit Hilfe des Mikroskopes die Korngrößen auszumessen und sie bei einer beliebigen Teilchengröße zu trennen.

Man benutzt den in der Abb. dargestellten Sedimentationsapparat. Diese Vorrichtung besteht aus einem Glasrohr, welches durch vier Schliffhähne in verschiedenen lange Abschnitte geteilt ist. Das obere, erweiterte Ende der Röhre ist mit einem Korkstopfen, in dessen Durch-

*) Vgl. Ztschr. angew. Chem. 40 [1927], S. 1340, Chemfa S. 48.