



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³: B 01 J
B 01 J

13/00
4/00

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑪

644 033

②① Gesuchsnummer: 4836/80

⑦③ Inhaber:
CIBA-GEIGY AG, Basel

②② Anmeldungsdatum: 24.06.1980

③③ Priorität(en): 28.06.1979 GB 7922552

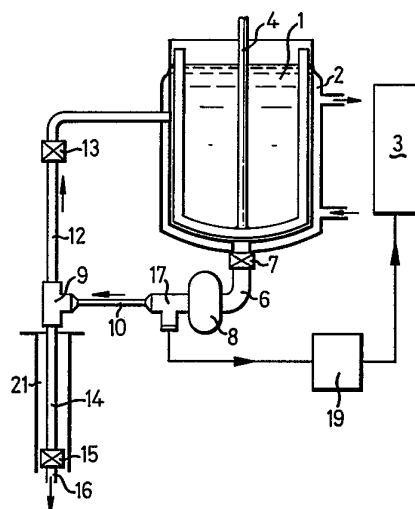
②④ Patent erteilt: 13.07.1984

⑦② Erfinder:
Robert George Jeffery, Southend-on-Sea/Essex
(GB)
David Neil Skinner, Hutton/Brentwood/Essex
(GB)

④⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 13.07.1984

⑤④ Verfahren und Vorrichtung zur Abgabe eines Sol-Gel-Systems.

⑤⑦ Um eine unkontrollierte Verfestigung des thermisch reversiblen Sol-Gel-System-Materials während der Abgabe aus einem Behälter (1) zu vermeiden, wird die Viskosität des Materials während der Abgabe laufend gemessen und über eine elektrische Steuerung (19) durch Wärmezufuhr auf einem konstanten, knapp über dem Übergangspunkt liegenden Wert gehalten. Die Materialabgabe aus dem Behälter (1) erfolgt nur, wenn die gemessene Viskosität nicht unter dem Übergangspunkt liegt. Die Messung der Viskosität erfolgt über ein Hagen-Poiseuille'sches Verengungsrohr (10) und einen an dieses angeschlossenen Druckwandler (19). Wenn das Material nicht abgegeben wird, wird es über eine Rückführleitung (12) in das Behältnis (1) rezirkuliert.



PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Abgabe eines thermisch reversiblen Sol-Gel-System-Materials, insbesondere eines solchen, das sich bei Umgebungstemperatur verfestigt, aus einem Gefäß, dadurch gekennzeichnet, dass man die Viskosität des Materials laufend misst und durch Zu- oder Abfuhr von Wärme auf einen konstanten, knapp über dem durch den Knickpunkt in einem Diagramm von logarithmischer Viskosität gegen reziproke absolute Temperatur definierten Übergangspunkt liegenden Wert einregelt und dort hält.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das Material nur abgibt, wenn es den gewünschten Viskositätswert aufweist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das sich bei Raumtemperatur verfestigende Material als Verfestigungsmittel Gelatine enthält.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als sich bei Raumtemperatur verfestigendes Material eine Silberhalogenid/Gelatine-Beschichtungslösung verwendet.

5. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch ein Materialaufnahmegefäß (1), eine Einrichtung (2) für einen Wärmeaustausch mit dem Material in dem Materialaufnahmegefäß (1), eine mit dem Gefäß (1) verbundene Dosierpumpe (8), die zu einer Flüssigkeitsabgabereinrichtung (16) führt, und eine Einrichtung (10, 17, 19) zur Bestimmung der Viskosität des das Aufnahmegefäß (1) verlassenden Materials, in Kombination mit einer Einrichtung (15), die nur die Zufuhr des Materials mit der gewünschten Viskosität zu der Flüssigkeitsabgabereinrichtung (16) gestattet.

6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Dosierpumpe eine kontinuierlich betreibbare Verdrängungs-Rotationsdosierpumpe ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 5, gekennzeichnet durch einen damit verbundenen Auslass (6, 7), der mit der konstant betreibbaren Verdrängungs-Dosierpumpe (8) verbunden ist, deren Auslassende mit einem Hagen-Poiseuille'schen Verengungsrohr (10) in Verbindung steht, dessen Auslassende mit einem Verzweigungsrohr (9) verbunden ist, dessen einer Zweig (12) über ein Ventil (13) zu dem Gefäß (1) zurückführt und dessen anderer Zweig (14) über ein Ventil (15) mit der Flüssigkeitsabgabereinrichtung (16) verbunden ist; einen Druckwandler (17), der zwischen dem Verengungsrohr (10) und der Dosierpumpe (8) angeordnet ist, dessen Ausgangssignal einer Wärme-Zufuhr/Abfuhr-Steuerungseinrichtung (19) zugeführt wird, die den Wärmeinhalt des Materials in dem Materialaufnahmegefäß (1) derart steuert, dass der von dem Druckwandler (17) registrierte Druck auf einem vorbestimmten Wert gehalten wird, in Kombination mit einer Einrichtung, die die Öffnung des Ventils (15) der Flüssigkeitsabgabereinrichtung (16) nur dann gestattet, wenn der Druck einen vorbestimmten Wert übersteigt; eine Einrichtung zur Aufzeichnung der Anzahl der Umdrehungen der Dosierpumpe (8) bei geöffnetem Ventil (15) zur Flüssigkeitsabgabereinrichtung (16); eine Einrichtung zum Schliessen des Ventils (15) zu der Flüssigkeitsabgabereinrichtung (16) nach Erreichen einer vorbestimmten Anzahl solcher Umdrehungen; und eine Einrichtung zum Öffnen des Ventils (13) in dem in das Gefäß (1) zurückführenden Zweig (12) dann, wenn das Ventil (15) in dem zu der Flüssigkeitsabgabereinrichtung (16) führenden Zweig (14) geschlossen ist.

8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Materialaufnahmegefäß (1) eine Abstreifeinrichtung (4) aufweist.

9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Materialaufnahmegefäß (1) einen Flüssigkeitsrührer (4) aufweist.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Abgabe eines thermisch reversiblen Sol-Gel-System-Materials, das sich bei Umgebungstemperatur verfestigt, aus einem Gefäß.

Häufig ist es bei der Abgabe oder Ausgabe von Flüssigkeiten, die sich bei Umgebungstemperatur verfestigen oder die bei Umgebungstemperatur erstarren, erforderlich, dass sie möglichst in der Nähe ihres Verfestigungspunkts oder Erstarrungspunkts abgegeben oder ausgetragen werden. Dies dient dazu, sicherzustellen, dass sich die Flüssigkeit möglichst bald nach ihrer Abgabe verfestigt und als Feststoff gehandhabt werden kann. Es ist besonders erwünscht, den Flüssigkeiten, die sich bei Umgebungstemperatur verfestigen und die ein teilchenförmiges Material enthalten, möglichst bald nach ihrer Abgabe aus einem Vorratsgefäß in Form von Feststoffen gehandhabt werden können. Flüssigkeiten, die überwiegend in der flüssigen Phase vorliegen, und die ein teilchenförmiges Material enthalten, können durch Rühren homogen gehalten werden; sobald jedoch der Rührvorgang unterbrochen wird, neigen die Teilchen dazu, sich abzusetzen und Agglomerate zu bilden. Somit ist es erwünscht, Flüssigkeiten, die sich bei Umgebungstemperatur oder Raumtemperatur verfestigen und die ein teilchenförmiges Material enthalten, in Form von Flüssigkeiten, in denen die Teilchen homogen verteilt sind, abzugeben, auszugeben, auszutragen, abzumessen, zu dosieren und dergleichen und dass die Flüssigkeit möglichst bald nach ihrer Abgabe, Ausgabe, Dosierung, Abmessung uws. sich verfestigt und die Teilchen

vor dem Auftreten eines Sedimentationsvorgangs festlegt, so dass eine homogene Verteilung der Teilchen in der verfestigten oder erstarrten Masse erreicht wird.

Der Ausdruck «thermisch reversible Sol-Gel-System-Materialien, die sich bei Umgebungstemperatur verfestigen», steht für Flüssigkeiten, die ein Verfestigungsmittel oder ein Geliermittel enthalten und die bei Umgebungstemperatur unter Bildung einer gelartigen Masse erstarren, die jedoch bei höheren Temperaturen wie eine Flüssigkeit fließen. Das Geliermittel kann ein natürliches Polymeres, wie Gelatine oder Agar-Agar sein. Die Temperatur, bei der die Flüssigkeit zu fließen beginnt, hängt von dem vorhandenen Geliermittel und seiner Konzentration in der Flüssigkeit ab. Auch eine Flüssigkeit, die ein Verfestigungsmittel enthält, unterliegt einer graduellen Umwandlung von dem flüssigen Zustand in den verfestigten oder erstarrten Zustand und umgekehrt. Die meisten Flüssigkeiten, die ein Verfestigungsmittel bestimmter Art in einer gegebenen Konzentration enthalten, besitzen jedoch keine eindeutig definierte Verfestigungstemperatur, da die Verfestigungstemperatur davon abhängt, ob die Temperatur der Flüssigkeit gesteigert oder vermindert wird und davon, wie schnell diese Temperaturänderung erfolgt. Dies beruht darauf, dass die Flüssigkeit eine Art Erinnerungsvermögen besitzt, und auch darauf, dass der Verfestigungsprozess latente Energie in Form von Wärme freisetzt, die die Abkühlung bei der Verfestigung der Flüssigkeit verzögert. Somit ist es sehr schwierig, das Verhalten einer Flüssigkeit in der Nähe des Verfestigungspunkts oder Er-

starrungspunkts vorauszusagen, da bereits eine sehr geringe Temperaturänderung dazu führen kann, dass sich eine fließende Flüssigkeit in ein festes Gel umwandelt.

Weiterhin hängt die Temperatur, bei der diese Änderung erfolgt, von der Zusammensetzung der Flüssigkeit ab, d. h. der Qualität der darin verwendeten Gelatine und dem Mass, in dem die Flüssigkeit gerührt wird, für den Fall, dass sie thixotrope Eigenschaften aufweist. Es ergibt sich somit ein Temperaturbereich, in dem an irgendeiner Stelle der erwartete Verfestigungspunkt liegen kann. Dies erschwert die Abgabe einer Flüssigkeit in ein Lagerungsgefäß bei einer vorbestimmten Temperatur, die bei oder nur wenig oberhalb des Verfestigungspunkts liegt, da es schwierig ist, die Verfestigungstemperatur zu definieren, die als Anhaltspunkt herausgegriffen wird und in Abhängigkeit von der Temperatur der Flüssigkeit gesteuert wird.

Die Viskosität einer Flüssigkeit, die sich bei Raumtemperatur von dem vollständig flüssigen Zustand verfestigt, nimmt nach und nach zu, steigt dann schnell an und erreicht mit der Verfestigung der Flüssigkeit den Wert unendlich. Diese plötzliche Zunahme der Viskosität erfolgt dann, wenn die Flüssigkeit teilweise verfestigt ist. Der Temperaturbereich, in dem der plötzliche Viskositätsanstieg erfolgt, d. h. von dem Zustand, bei dem die Flüssigkeit in vollständig flüssigem Zustand vorliegt, bis zu dem Zustand, in dem sie verfestigt ist, ist sehr eng und kann weniger als 1 °C betragen. Weiterhin ist die tatsächliche Temperatur, bei der dieser plötzliche Viskositätsanstieg erfolgt, aus den oben angegebenen Gründen unbestimmt.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht nun darin, ein Verfahren und eine Vorrichtung anzugeben, mit denen es gelingt, sich bei Umgebungstemperatur verfestigende Flüssigkeiten abzugeben oder auszugeben.

Das erfindungsgemäße Verfahren und die zu seiner Durchführung geeignete erfindungsgemäße Vorrichtung sind in Patentanspruch 1 bzw. 5 beschrieben.

Die abhängigen Ansprüche betreffen besonders bevorzugte Ausführungsformen dieses Verfahrens bzw. der Vorrichtungen zur Durchführung dieses Verfahrens.

Die Erfindung sei im folgenden näher unter Bezugnahme auf die beigefügten Zeichnungen erläutert.

In den Zeichnungen zeigen:

Fig. A anhand von Kurven die Beziehung zwischen der Viskosität wässriger Gelatinelösungen mit unterschiedlichen Gelatinekonzentrationen und der Temperatur,

Fig. B die in Fig. A dargestellten Kurven unter Anwendung eines logarithmischen Aufzeichnungsmassstabs und

Fig. G eine schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Die Auswahl einer geeigneten Viskosität, bei der das Material erfindungsgemäss ausgegeben oder abgegeben werden soll, macht keine detaillierte Kenntnis der Eigenschaften des Materials erforderlich. Die Fig. A verdeutlicht die Abhängigkeit der Viskosität von wässrigen Gelatinelösungen unterschiedlicher Gelatinekonzentration (die als Gewichts-Prozentsatz angegeben ist) in Abhängigkeit von der Temperatur der Lösung. Es ist ersichtlich, dass bei Verminderung der Temperatur der Lösung die Viskosität sämtlicher Lösungen zunächst langsam und dann bei Annäherung an die Verfestigungstemperatur der Lösung sehr stark ansteigt. Die Verfestigungstemperaturen der verschiedenen dargestellten Lösungen variieren innerhalb eines Bereiches von etwa 20 bis 30 °C, wobei jedoch für die Gelatinequalität, auf die die Fig. A bezogen ist, sämtliche Lösungen mit einer Konzentration von 8 Gew.-% oder mehr Viskositäten von mehr als 100 mPas erreichen, bevor sie sich verfestigen. Es wäre daher geeignet, die Viskosität dieser Lösungen während ihrer Abgabe oder Ausgabe auf einen Wert von 125 mPas zu halten.

Wenn es erwünscht ist, die Viskosität, bei der der Abgabevorgang durchgeführt wird, auf einem Minimum zu halten, kann es erforderlich sein, Voruntersuchungen durchzuführen, um die Viskosität zu bestimmen, bei der der Übergang von dem vollständig flüssigen Zustand zu dem viskosen Zustand erfolgt, der mit dem Beginn der Verfestigung zu beobachten ist.

Die Fig. B verdeutlicht die in der Fig. A dargestellten Werte, wobei jedoch die Viskosität (in mPas) in logarithmischem Massstab gegen den Wert von 1000 dividiert durch die absolute Temperatur (°Kelvin) der Lösung aufgetragen ist. Wenn man die Werte in dieser Weise aufträgt, nähern sich die Eigenschaften einer jeden Lösung zwei geraden Linien an, nämlich einer ausgezogenen Linie, die den vollständig flüssigen Zustand repräsentiert, und eine gestrichelt dargestellte Linie, die den viskosen Zustand wiedergibt, der mit dem Beginn der Verfestigung verknüpft ist. Der Schnittpunkt dieser beiden Linien wird hierin als der «Übergangspunkt» bezeichnet.

Bei dem erfindungsgemässen Verfahren wird somit das Material bei einer Viskosität abgegeben oder ausgegeben, die auf einen Wert eingestellt ist, der oberhalb des Übergangspunkts liegt, wie er unter Bezugnahme auf die Fig. B verdeutlicht wurde.

Der Übergangspunkt kann experimentell bestimmt werden, indem man die Viskosität des Materials bei wenigstens vier verschiedenen Temperaturen misst, von denen zwei dem vollständig flüssigen Zustand und zwei dem viskosen Zustand, der mit dem Beginn der Verfestigung verknüpft ist, entsprechen.

Vorzugsweise wird das Material bei einer Viskosität abgegeben oder ausgegeben, die doppelt so gross ist wie die des Übergangspunkts.

Somit ist es trotz der Tatsache, dass die Viskosität sich stark mit der Temperatur ändert, wenn das viskose Material in teilweise verfestigtem Zustand vorliegt, möglich, eine Viskosität des Materials auszuwählen, bei der dieses in dem teilweise verfestigten Zustand vorliegt, und durch Änderung des Wärmeinhalts, d. h. durch geringfügiges Kühlen oder geringfügiges Erhitzen des Materials, währenddem dieses in einem Aufnahmegefäß vorliegt, die Viskosität des Materials auf der erforderlichen Viskosität zu halten. Es ist nicht möglich, das Material bei einer gesteuerten Temperatur abzugeben oder auszugeben, da sich die Viskosität zu schnell ändert, wenn versucht wird, lediglich die Temperatur des Materials zu steuern. Wenn man somit versucht, das Material bei einer gesteuerten Temperatur abzugeben oder auszugeben, ohne eine Steuerung der Viskosität des Materials zu erreichen, ist die abgegebene Flüssigkeit in gewissen Fällen zu flüssig und in anderen Fällen annähernd verfestigt, so dass es nicht möglich ist, einen gesteuerten Abgabevorgang durchzuführen.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist besonders geeignet für die Abgabe von gesteuerten Mengen eines Materials, das sich bei Umgebungstemperatur verfestigt, wobei man in diesem Falle eine Dosierpumpe dazu verwenden kann, ein vorbestimmtes Volumen des Materials abzugeben und wobei der Abgabevorgang lediglich dann erfolgt, wenn das Material die gewünschte Viskosität aufweist.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist besonders gut geeignet dann, wenn das Material, das sich bei Umgebungstemperatur verfestigt, eine Flüssigkeit ist, die als Verfestigungsmittel oder Geliermittel Gelatine enthält. Besonders gut geeignet ist das Verfahren dann, wenn die Gelatinelösung noch ein teilchenförmiges Material enthält. Ein Beispiel für eine solche Lösung ist eine Gelatine/Silberhalogenid-Emulsion, wie sie zur Beschichtung von photographischem Trägermaterial verwendet wird, unter Bildung von

Silberhalogenid-sensibilisiertem Material. Gelatine/Silberhalogenid-Emulsionen werden in Form von Flüssigkeiten hergestellt und auf die Substratmaterialien aufgetragen, werden jedoch üblicherweise in Form von gelierten Feststoffen aufbewahrt. Die Silberhalogenid-Kristalle stellen schwere Teilchen dar, die sich in einer Gelatinelösung sehr schnell absetzen und Agglomerate bilden, wenn man die Lösung nicht ständig rührt. Wenn man eine Gelatinelösung, die eine homogene Dispersion der Silberhalogenid-Kristalle enthält, schnell verfestigt, bildet sich eine gelierte Masse, in der die Silberhalogenid-Kristalle homogen dispergiert sind. Wenn eine Sedimentation oder Agglomeration der Silberhalogenid-Kristalle erfolgt ist, ist es häufig sehr schwierig, erneut eine homogene Verteilung der Kristalle in der Gelatinelösung zu erreichen, selbst wenn man die gelierte Masse erhitzt, um die Gelatinelösung wieder herzustellen. Wenn man eine Silberhalogenid/Gelatine-Lösung, in der die Silberhalogenid-Kristalle nicht homogen dispergiert sind, in Form einer Schicht auf das Substratmaterial aufträgt, kann man das beschichtete Material nicht als photographisches Material verwenden, da es zu viele Fehlstellen unterschiedlicher Empfindlichkeit aufweist.

Wie in der schematischen Darstellung der erfindungsgemässen Vorrichtung in der Fig. G dargestellt ist, umfasst die Vorrichtung ein Lösungsaufnahmegefäss 1, das einen Mantel 2 aufweist, durch das kaltes oder warmes Wasser aus einem Wasservorratsbehälter 3 zirkulieren kann. In dem Aufnahmegefäss 1 ist eine Abstreifvorrichtung 4 vorgesehen, die auch als Rührer für die Lösung wirkt.

Am Boden des Gefässes 1 befindet sich eine Auslassleitung 6 mit einem Ventil 7, die zu einer Verdrängungs-Dosierpumpe 8 führt. Die Pumpe 8 ist über ein Hagen-Poiseuille'sches Verengungsrohr 10 mit einem T-Stück 9 verbunden. Der obere Zweig 12 des T-Stücks 9 führt über ein Ventil 13 in das Gefäss 1 zurück. Der untere Zweig 14 des T-Stücks 9 führt über ein Ventil 15 zu einer Flüssigkeitsabgabedüse 16. Zwischen der Pumpe 8 und dem Verengungsrohr 10 ist ein Druckwandler 17 vorgesehen. Die Signale des Druckwandlers 17 werden einer Wassertemperatur-Steuerungseinrichtung 19 zugeführt, die die Temperatur des Wassers in dem Wasservorratsbehälter 3 steuert.

Die Ventile 13 und 15 sind mit Stellentrieben versehen und mechanisch miteinander verbunden, so dass ein Ventil geöffnet wird, wenn das andere geschlossen wird. Die Pumpe 8 ist mit einer Vorrichtung zur Zählung der Umdrehungen der Welle versehen, wobei jede Umdrehung einem bestimmten Flüssigkeitsvolumen entspricht.

Die Temperatur-Steuerungseinrichtung 19, die mit dem Signal des Druckwandlers 17 versorgt wird, besitzt eine Skala mit zwei Zeigern. Der eine Zeiger zeigt den gemessenen Druck und der andere den ausgewählten Verfestigungspunkt an. Die Druckskala kann in Viskositätseinheiten kalibriert werden. In dieser Weise wird es möglich, die abzugebende Flüssigkeit durch entsprechende Einstellung des Verfestigungspunktes-Zeigers auf einer beliebigen ausgewählten Viskosität zu halten.

Das Ausgangssignal des Druckwandlers 17 wird auch dazu verwendet, eine Sperre zu erzeugen, so dass das Ventil 15 nicht geöffnet werden kann, bis die Viskosität der Flüssigkeit dem auf der Steuerungseinrichtung 19 eingestellten vorbestimmten Wert entspricht.

Wenn die Ventile 13 und 15 nicht mechanisch miteinander verbunden sind, sind Einrichtungen vorgesehen, die sicherstellen, dass immer dann, wenn die Pumpe 8 in Betrieb ist, immer dann, wenn das Ventil 15 geschlossen ist, das Ventil 13 geöffnet wird, jedoch dann, wenn das Ventil 15 geöffnet wird, das Ventil 13 geschlossen wird.

Bevor mit der Massnahme der Flüssigkeitsabgabe begon-

nen wird, wird die Flüssigkeit untersucht, um eine geeignete Viskosität oberhalb des Übergangspunktes sicherzustellen. Diese Viskositätszahl wird auf der Skala der Steuerungseinrichtung 19 eingestellt. Die Flüssigkeit wird dann aus einem Flüssigkeitslagerbehälter, in dem sie bei einer Temperatur oberhalb des Verfestigungspunkts aufbewahrt worden ist, in das Gefäss 1 gegossen. Dann wird die Abstreif/Rühr-Vorrichtung 4 in Betrieb gesetzt. Anschliessend wird das Ventil 7 geöffnet und die Pumpe 8 in Gang gesetzt. Die Umdrehungszahl-Zähleinrichtung der Pumpe 8 wird derart eingestellt, dass das vorbestimmte Flüssigkeitsvolumen abgegeben wird. Dann wird ein Behälter zur Aufnahme der Flüssigkeit unter der Düse 16 angeordnet. Da es unwahrscheinlich ist, dass die Flüssigkeit die vorbestimmte Viskosität aufweist, bleibt das Ventil 15 geschlossen, währenddem das Ventil 13 geöffnet wird, so dass die Flüssigkeit über die Leitung 12 im Kreislauf zurückgeführt wird.

Der Druckwandler 17 registriert den Druck und steuert in Abhängigkeit von der Viskosität die Temperatur des Wassers in dem Wasserbehälter 3, das in dem Mantel 2 zirkuliert, der das Gefäss 1 umgibt. Sobald die durch das Verengungsrohr 10 geführte Flüssigkeit die gewünschte Viskosität erreicht, wird diese Tatsache über den Druckwandler 17 dem Umdrehungszähler der Pumpe 8 in Betrieb gesetzt wird.

Die Ausgangssignale des Umdrehungszählers mit hohem Auflösungsvermögen der Pumpe 8, der beispielsweise 100 Signale pro Umdrehung abgibt, werden einem Gruppenzähler zugeführt, der auf die gewünschte Anzahl von Umdrehungen eingestellt ist. Nach Erhalt eines Startsignals bewirkt der Gruppenzähler das Öffnen des Ventils 15, das Schliessen des Ventils 13 und setzt das Zählen der Umdrehungen der Pumpe fort. Nachdem die gesamte gezählte Umdrehungszahl der eingestellten Zahl entspricht, bewirkt der Gruppenzähler das Schliessen des Ventils 15, die Öffnung des Ventils 13 und stellt den Zähler auf Null, bis zum nächsten Startsignal. Diese Massnahmen werden fortgesetzt, bis entweder das Gefäss von der Flüssigkeit entleert oder eine ausreichende Anzahl von Behältern mit der Flüssigkeit gefüllt worden ist.

Der untere Leitungszweig 14 ist von einem Heizmantel umgeben, der dazu dient, die durch diese Leitung geführte Flüssigkeit bei einer Temperatur unmittelbar oberhalb ihres Verfestigungspunkts zu halten, um eine Verfestigung des Materials in diesem Zweig zu verhindern, wenn keine Flüssigkeitsabgabe erfolgt.

Es ist von wesentlicher Bedeutung, dass das Gefäss 1 und sämtliche Rohrleitungen und die Pumpe nach der Verwendung gespült und gewaschen werden, da das System durch die gelierte Flüssigkeit verstopft würde, wenn man das System abschalten und es sich abkühlen lassen würde.

Vorzugsweise sind sämtliche Leitungen und Bauteile mit einem elektrisch leitenden Band umwickelt, durch das ein Strom geführt werden kann, der eine Energieverteilung ermöglicht, die die bestehenden thermischen Verluste geringfügig übersteigt. Hierdurch wird das Produkt in sämtlichen Leitungen und Bestandteilen in flüssigem Zustand gehalten, ohne das Verhalten der zirkulierten Flüssigkeit wesentlich zu beeinträchtigen.

Der Druckabfall der Ventile 13 und 15 wird derart ausgewählt, dass er klein ist im Vergleich zu dem Druckabfall, der in dem Verengungsrohr 10 erfolgt, um signifikante momentane Druckänderungen, die von dem Druckwandler 17 aufgenommen werden, zu vermeiden, wenn die Ventile 13 und 15 geöffnet bzw. geschlossen werden. Vorzugsweise sollte der Druckabfall über den Zweig 12 und das Ventil 13 gleich dem Druckabfall über den Zweig 14 und das Ventil 15 sein.

Es ist ein besonderes Merkmal der erfindungsgemässen Vorrichtung, dass durch die Auswahl des Verfestigungs-

punkts an der Steuerungseinrichtung die Viskosität bestimmt wird, bei der die Flüssigkeit gehalten wird. Aufgrund dieser Tatsache wird die Dosierpumpe stets unter den gleichen Bedingungen im Hinblick auf den Abgabedruck und die Flüssigkeitsviskosität dieses bestimmten Verfestigungspunkts betrieben. Hierdurch wird sichergestellt, dass das Volumen der pro Umdrehung der Pumpe abgegebenen Flüssigkeit sehr gute reproduzierbar ist. Somit ist es mit Hilfe der erfindungsgemässen Vorrichtung möglich, vorbestimmte Flüssigkeitsvolumina mit sehr hoher Genauigkeit praktisch automatisch in Gefässe abzugeben oder abzufüllen. Weiterhin kann man die Viskosität der abgegebenen Flüssigkeit derart auswählen, dass sich die Flüssigkeit unmittelbar nach ihrer Abgabe in die Behälter zu einer gelierten Masse verfestigt.

5

10

15

Die Abgabe einer Flüssigkeit in der Nähe ihres Verfestigungspunkts bei hoher Viskosität besitzt den weiteren Vorteil, dass die Probleme, die bei der Abgabe oder Ausgabe von Flüssigkeiten mit niedrigerer Viskosität auftreten, wie das Spritzen, vermindert oder beseitigt werden, wodurch die Abgabegeschwindigkeiten stark erhöht werden können.

Die erfindungsgemässe Vorrichtung ist besonders geeignet für die Abgabe von vorbestimmten Volumina wässriger Gelatine/Silberhalogenid-Emulsionen in Behälter, in denen sie sich sehr schnell verfestigen, bevor irgendeine Sedimentation oder Agglomeration der in der Flüssigkeit vorhandenen Silberhalogenid-Kristalle erfolgen kann.

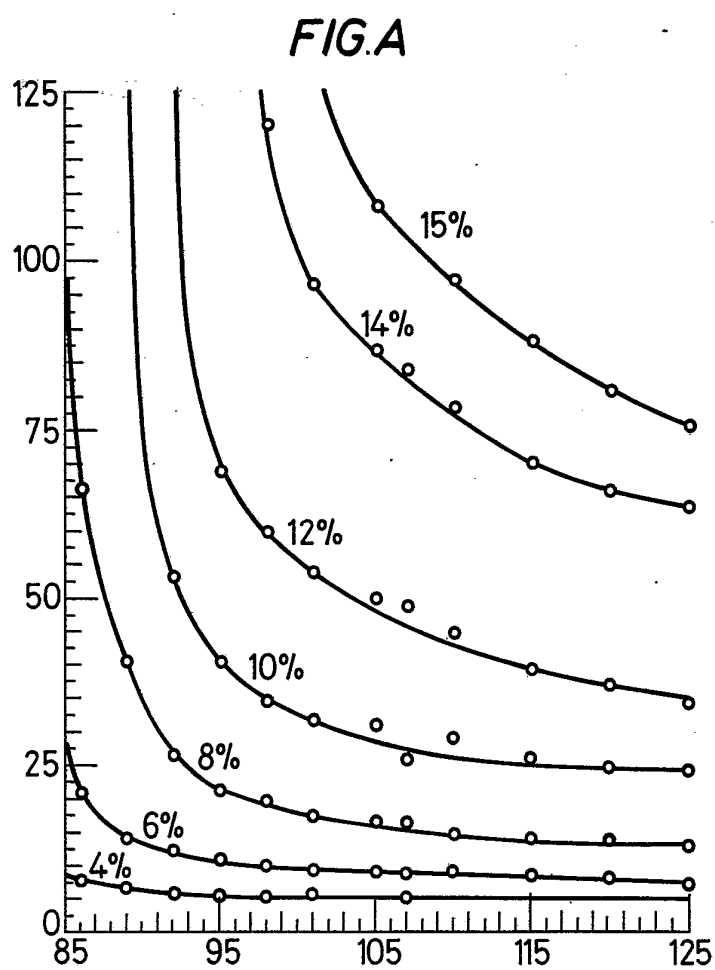


Figure 1 is a graph showing the dependence of the logarithm of the rate of polymerization ($\lg R_p$) on the logarithm of the concentration of the initiator ($\lg [I]$). The y-axis represents $\lg R_p$ and ranges from 0.5 to 2.5. The x-axis represents $\lg [I]$ and ranges from 3.1 to 3.3. Seven linear data series are plotted, labeled with percentages: 4%, 6%, 8%, 10%, 12%, 14%, and 15%. Each series shows a linear increase in $\lg R_p$ with $\lg [I]$ until a certain point, after which the rate increases more rapidly, indicated by dashed lines.

The diagram shows a tank (1) with a liquid level (2). A vertical pipe (4) is connected to the tank. A control valve (7) is located on the pipe (4) below the tank. A pump (8) is connected to the pipe (4) via a pipe (6). The pump (8) is driven by a motor (10) through a coupling (17). The pump (8) is connected to a reservoir (19) via a pipe (18). The reservoir (19) is connected to a vertical pipe (14) via a pipe (16). The vertical pipe (14) has a control valve (15) and a float valve (9). The float valve (9) is connected to a pipe (12) that leads to the tank (1) via a pipe (13). The float valve (9) is also connected to a pipe (10) that leads to the pump (8) via a pipe (17). The float valve (9) is also connected to a pipe (16) that leads to the reservoir (19) via a pipe (18).