

Nicht im Handel

Sonderabdruck aus Band XXXIV, Heft 3, 1949, der
MIKROCHEMIE vereinigt mit **MIKROCHIMICA ACTA**

Schriftleitung:

A. A. Benedetti-Pichler, New York, *F. Schneider*, New York, und *M. K. Zacherl*, Wien
Springer-Verlag in Wien Alle Rechte vorbehalten

Aus dem Medizinisch-chemischen Institut der Universität Graz.

Ein Autoklav für kleine Flüssigkeitsmengen.

Von

W. Schöniger.

Mit 2 Abbildungen.

(Eingelangt am 23. Mai 1949.)

Bei organisch-präparativen Arbeiten, die unter Druck und bei Temperaturen über dem Siedepunkt des Reaktionsgemisches durchgeführt werden müssen, stehen meistens nur Autoklaven mit so großem Fassungsraum zur Verfügung, daß sie für Mengen unter 50 ccm Flüssigkeit nicht verwendbar sind. Für kleine Substanz- und Flüssigkeitsmengen wird am häufigsten ein verschmolzenes, starkwandiges Glasrohr, ein „Bombenrohr“ verwendet. Während diese Methode bei analytischen Arbeiten, z. B. für die Bestimmung der Halogene nach *Carius* ausgezeichnet verwendbar ist, ist sie für präparatives Arbeiten weniger geeignet. Um nämlich das Reaktionsgemisch nach beendeter Umsetzung der Weiterverarbeitung möglichst quantitativ zuzuführen, müssen zum vollständigen Ausspülen des langen engen Rohres zu große Mengen Lösungsmittel verwendet werden. Dabei wird aber das zu verarbeitende Volumen meistens so groß, daß man auf die Vorteile, welche das Arbeiten mit geringen Substanzmengen bietet, verzichten muß.

Daher ergab sich bei unseren Versuchen zur Darstellung organischer Präparate unter Verwendung von wenigen Gramm Substanz die Notwendigkeit, einen Autoklaven zu bauen, der für 5 bis 30 ccm Flüssigkeit brauchbar ist.

Als Heizmantel dient ein Aluminiumblock. Es ist dies ein zylindrischer Gußkörper von 95 mm Gesamtlänge und 77 mm Durchmesser. Am oberen Ende ist er in einer Länge von 15 mm auf einen Durchmesser von 107 mm ringförmig erweitert. In diese sind sechs Bohrungen von 6 mm Durchmesser angebracht, die zur Aufnahme von gehärteten Schrauben dienen, mit welchen der Deckel angezogen wird. Diese Schrauben sind durch in den Aluminiumblock eingeschraubte Stifte

(St) vor dem Herausfallen geschützt. Der Aluminiumblock ist mit einer 65 mm tiefen Bohrung von 35 mm Durchmesser versehen, welche oben in einer Höhe von 4 mm auf 43 mm Durchmesser erweitert ist. 20 mm von unten gemessen ist eine schräg abwärts führende Bohrung angebracht, die zur Aufnahme des Thermometers dient und 15 mm unter der Mitte der Ausbohrung des Blockes endet. In der oberen Fläche des Heizmantels ist eine 4 mm breite, 2 mm tiefe ringförmige Nute (N), in welche eine entsprechende Leiste des Deckels paßt, als Dichtungsring angebracht. Der Block ist so dimensioniert, daß er auf das Universal-Heizstativ von G. Gorbach¹ aufgesetzt werden kann. Selbstverständlich kann auch jede andere elektrische Heizplatte verwendet werden. Die Temperatureinstellung erfolgt in bekannter Weise durch Vorschalten eines Schiebewiderstandes, den man sich ein für allemal für verschiedene Temperaturen einstellt. An dieser Stelle sei auf die schon von verschiedenen Seiten erwähnten Vorteile hingewiesen, welche das Arbeiten mit niedergespanntem Strom im Laboratorium bietet.

Der Stahleinsatz ist innen und außen verchromt. Er paßt gleitend in die Bohrung des Heizmantels und hat mit einem Innendurchmesser von 30 mm und einer Tiefe von 60 mm 42 ccm Inhalt. Er ist oben ringförmig erweitert. In diesen Stahleinsatz können fallweise kleine Gefäße gestellt werden.

Der Deckel ist eine 9 mm starke, runde Stahlplatte von 107 mm Durchmesser, welche ebenfalls sechs Bohrungen hat und verchromt ist. In der Mitte hat der Deckel unten einen 4 mm hohen Ansatz. Dieser hat einen Durchmesser von 30 mm und paßt in den Stahleinsatz. Eine Bohrung von 0,9 mm Durchmesser, die oben konisch erweitert ist, dient zum Ablassen eines eventuellen Überdruckes nach beendeter Reaktion.

Der aus der Zeichnung ersichtliche obere Aufsatz des Deckels dient zur Führung einer Schraube (S), deren Ansatz in die konische Erweiterung

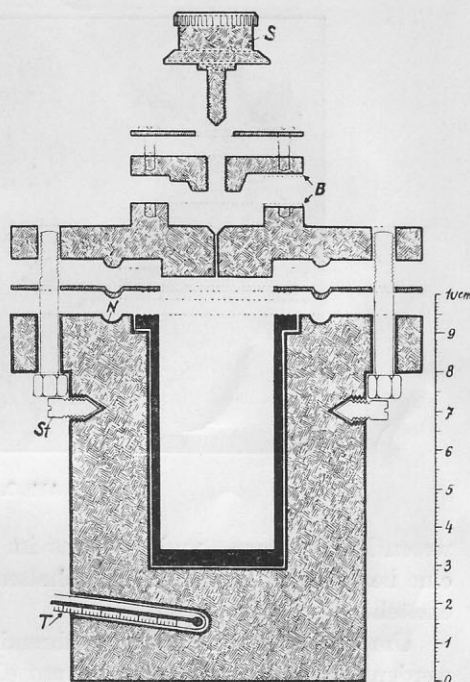


Abb. 1.

der zentralen Deckelbohrung eingeschliffen wurde. Eine seitliche Bohrung (B) von 4 mm Durchmesser ermöglicht das Entweichen des Dampfes.

Die Dichtung wird durch Dazwischenlegen einer entsprechend durchbrochenen Bleiplatte gewährleistet.

Von der Anbringung einer Vorrichtung zur Druckmessung wurde aus zwei Gründen abgesehen. Erstens hätte dies die Herstellungskosten

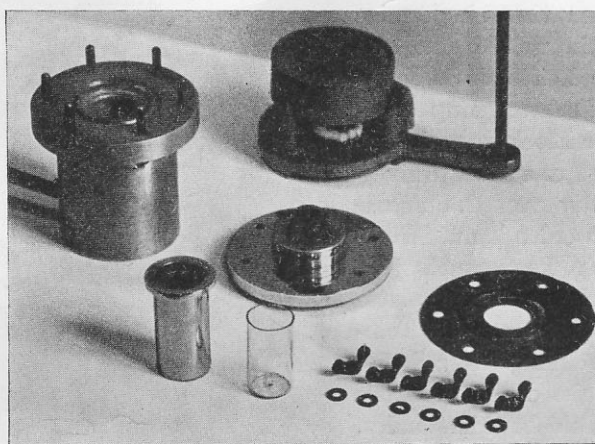


Abb. 2.

wesentlich verteuert und zweitens ist bei den meisten Reaktionen nur eine bestimmte Temperatur einzuhalten, da sich der Druck ja von selbst einstellt.

Um das Reaktionsgemisch während der Umsetzung durchzumischen, werden Heizplatte und Autoklav auf einer gewöhnlichen Laboratoriumsschüttelmaschine befestigt.

Nach beendeter Reaktion kann der Aluminiumblock rasch durch Aufstellen auf einen Steinfußboden oder durch Eintauchen in kaltes Wasser gekühlt werden. Nach dem Öffnen wird der Stahleinsatz herausgenommen und das Reaktionsgemisch der Weiterverarbeitung zugeführt. Da der Einsatz genügend weit ist, kann er leicht mit geringen Mengen Lösungsmittel ausgespült werden, so daß man in der einmal gewählten Dimension weiterarbeiten kann.

Der Autoklav wurde mit Wasser gefüllt bei einer Temperatur von 310°C (entspricht einem Druck von 100 Atm.) auf seine Festigkeit geprüft. Er wurde vom Institutsmechaniker *K. Doppelhofer* angefertigt.

Literatur.

- ¹ *G. Gorbach*, *Mikrochemie* **31**, 116 (1943).