

(19)



REPUBLIK
ÖSTERREICH
Patentamt

(10) Nummer: **AT 409 596 B**

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: A 344/2001
(22) Anmeldetag: 06.03.2001
(42) Beginn der Patentdauer: 15.02.2002
(45) Ausgabetag: 25.09.2002

(51) Int. Cl.⁷: **B01J 3/04**
B01J 19/02, 19/10

(73) Patentinhaber:
KNAPP GÜNTER DIPL.ING. DR.
A-8047 GRAZ, STEIERMARK (AT).
(72) Erfinder:
KNAPP GÜNTER DIPL.ING. DR.
GRAZ, STEIERMARK (AT).

(54) VORRICHTUNG ZUR DURCHFÜHRUNG VON EXTRAKTIONEN BZW. CHEMISCHEN REAKTIONEN BEI ERHÖHTER TEMPERATUR UND ERHÖHTEM DRUCK

AT 409 596 B

(57) Vorrichtung zur Durchführung von fest-flüssig Extraktionen bzw. chemischen Reaktionen in offenen Reaktionsgefäßen (9) unter Druck und bei erhöhter Temperatur umfassend einen mit einem Deckel (2) verschließbaren und von außen gekühlten Druckbehälter (1), wobei eine zentral vom Boden (1a) des Druckbehälters (1) aufragende Heizpatrone (6) und ein vom Boden (1a) aufragender Temperatursensor (7) vorgesehen sind, wobei der Ringspalt zwischen Heizpatrone (6) und Wandung des Druckbehälters (1) mit einer zur Wärmeübertragung geeigneten Flüssigkeit (8), wie z.B. Wasser gefüllt ist, in welche Flüssigkeit die Reaktionsgefäße (9) eintauchen und in den Druckbehälter (1) ein Innenbehälter (5) aus chemisch resistentem und temperaturbeständigem Kunststoff, beispielsweise PTFE-Teflon oder PFA-Teflon, eingepaßt ist, der in seinem Boden (5a) Öffnungen aufweist, durch welche die Heizpatrone (6) und der Temperatursensor (7) in den Druckbehälter-Innenraum ragen.

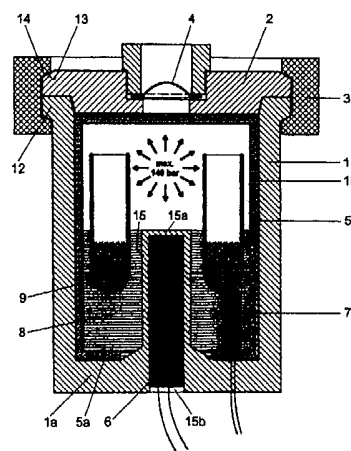


Fig.1

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Durchführung von fest-flüssig Extraktionen bzw. chemischen Reaktionen in offenen Reaktionsgefäßen unter Druck und bei erhöhter Temperatur umfassend einen mit einem Deckel verschließbaren und von außen gekühlten Druckbehälter, wobei eine zentral vom Boden des Druckbehälters aufragende Heizpatrone und ein vom Boden aufragender Temperatursensor vorgesehen sind.

Nach bisher bekanntem Stand der Technik werden zur Übertragung der über die Heizpatrone zugeführten Wärme auf die Reaktionsgefäße gasförmige Medien, wie z.B. Luft, oder Metallblöcke mit Öffnungen, in die die Reaktionsgefäße eintauchen, verwendet. In beiden Fällen ist der Wärmeübergang von der zentral angeordneten Heizpatrone auf die Reaktionsgefäße nicht sehr effizient und ungleichmäßig. Bei Autoklaven mit von außen gekühlten Druckbehältern ergibt sich zusätzlich dazu das Problem, daß das im Innenraum des Druckbehälters befindliche Wärmeübertragungsmedium beim In-Kontakt-Kommen mit der gekühlten Außenwand abgekühlt wird und solcherart nicht unbeachtliche Wärmeverluste entstehen.

Es ist Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Vorrichtung der eingangs angeführten Art anzugeben, bei welcher diese Nachteile nicht auftreten, sondern bei welcher die Wärmeübertragung von der zentralen Heizpatrone auf die Reaktionsgefäße besonders effizient und gleichmäßig, sowie unter weitgehender Vermeidung von Wärmeverlusten erfolgt.

Erfindungsgemäß wird dies dadurch erreicht, daß der Ringspalt zwischen Heizpatrone und Wandung des Druckbehälters mit einer zur Wärmeübertragung geeigneten Flüssigkeit, wie z.B. Wasser gefüllt ist, in welche Flüssigkeit die Reaktionsgefäße eintauchen und daß in den Druckbehälter ein Innenbehälter aus chemisch resistentem und temperaturbeständigem Kunststoff, beispielsweise PTFE-Teflon oder PFA-Teflon, eingepaßt ist, der in seinem Boden Öffnungen aufweist, durch welche die Heizpatrone und der Temperatursensor in den Druckbehälter-Innenraum ragen.

Für einen effiziente und gleichmäßige Wärmeübertragung von der zentralen Heizpatrone auf die darum angeordneten Reaktionsgefäße sind Flüssigkeiten weit besser geeignet als gasförmige Medien oder Metallblöcke. Der erfindungsgemäße Innenbehälter isoliert die Flüssigkeit thermisch von der gekühlten Außenwand des Druckbehälters, sodaß die Flüssigkeit nicht in Kontakt mit dieser Außenwand kommen kann, wodurch Wärmeverluste über die Außenwand stark reduziert werden. Die in erfindungsgemäßer Weise aufgebaute Vorrichtung umfassend eine gekühlte Druckgefäß-Außenwand hat gegenüber allseitig beheizten Autoklaven den Vorteil, daß eine starke Konvektion in der Weise stattfindet, daß die Flüssigkeit innen an der Heizpatrone aufsteigt, oben nach außen strömt, an der Außenwand nach unten und am Boden wieder zur Mitte Richtung Heizpatrone fließt. Dadurch ist ein besonders guter und gleichmäßiger Wärmeaustausch zwischen den Reaktionsgefäßen und der Flüssigkeit gewährleistet.

In Weiterbildung der Erfindung kann vorgesehen sein, daß in den mit der Flüssigkeit gefüllten Ringspalt ein oder mehrere Ultraschallsonden ragen.

Zur Übertragung von Wärme geeignete Flüssigkeiten sind auch zur Übertragung von Ultraschallenergie sehr gut geeignet, sodaß sich mit dieser Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung den Reaktionsgefäßen zusätzliche Energie -eben Ultraschallenergie- sehr effizient zuführen läßt.

Die Erfindung wird unter Bezugnahme auf die beigeschlossenen Zeichnungen, in welchen besonders bevorzugte Ausführungsbeispiele dargestellt sind, näher beschrieben. Dabei zeigt:

Fig.1 einen vertikal geführten Schnitt durch eine erste Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung und

Fig.2 einen vertikal geführten Schnitt durch eine zweite Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung von fest-flüssig Extraktionen bzw. chemischen Reaktionen in offenen Reaktionsgefäßen 9 unter Druck und bei erhöhter Temperatur weist einen Autoklaven auf, dessen Druckbehälter 1 ebenso wie der ihn abschließende Deckel 2 aus einem druckbeständigen Material, vorzugsweise aus Edelstahl, gefertigt ist. Der Deckel 2 wird auf den Behälter 1 über einen an sich bekannten Schnellverschluß 3 angedrückt. Hierfür trägt der Behälter 1 einen konischen Flansch 12, der im wesentlichen den gleichen Steigungswinkel aufweist, wie der konische Rand 13 des Deckels 2 und der Innenkonus 14 des Schnellverschlusses 3, der als zweiteiliger Ring ausgeführt ist. Die schrägen Flächen sind derart angewinkelt, daß der sich ergebende flanschförmige Rand außen eine geringere Dicke aufweist, als innen am Behälter.

Wenn sich der Deckel 2 auf dem Behälter 1 befindet, so wird der zweigeteilte Schnellverschluß 3 auf den sich nach außen verjüngenden Rand aufgesetzt und über -an sich bekannte und in den beigeschlossenen Figuren nicht eingezeichnete- Spannvorrichtungen zusammengezogen.

Im Deckel 2 ist eine an sich bekannte Berstscheibe 4 eingebracht, welche die Funktion eines Überdruckventils hat und spontan im Druckbehälter-Innenraum auftretende, unzulässig hohe Überdrücke nach außen ableitet.

Im Innenraum des Druckbehälters 1 befindet sich eine Heizpatrone 6, die zentral vom Boden 1a aufragt. Diese Heizpatrone 6 könnte durch eine Durchbrechung des Bodens 1a hindurchgesteckt sein. Bei der in den Zeichnungen dargestellten bevorzugten Ausführungsform ist jedoch an den Boden 1a des Druckbehälters 1 ein Hohlkörper 15 angeformt, dessen behälterinnenseitiges Ende 15a geschlossen und dessen behälteraußenseitiges Ende 15b offen ist. Die Heizpatrone 6 ist in diesen Hohlkörper 15 eingesetzt. Weiters ist ein Temperatursensor 7 vorgesehen, der ebenfalls vom Boden 1a aufragend angeordnet ist und zur Erfassung der aktuell im Behälter-Innenraum herrschenden Temperatur dient, insbesondere um diese durch Veränderung der mit der Heizpatrone 6 erzeugten Wärmeenergie an eine zu erreichende Soll-Temperatur anzunähern.

Der sich zwischen der Heizpatrone 6 und der Innenwandung des Druckbehälters 1 ergebende Ringspalt ist mit einer zur Wärmeübertragung geeigneten Flüssigkeit 8, im einfachsten Fall mit Wasser, gefüllt. Die Reaktionsgefäße 9, die mit dem zu behandelnden Material und einer Extraktions- oder Reaktionsflüssigkeit gefüllt sind, sind in diese Flüssigkeit 8 eintauchend angeordnet, womit die Flüssigkeit 8 zur Übertragung der von der Heizpatrone 6 erzeugten Wärme auf die Reaktionsgefäße 9 verwendet wird.

Wichtiger Bestandteil der vorliegenden Erfindung ist der in den Zeichnungsfiguren mit 5 bezeichnete Innenbehälter. Dieser ist aus chemisch resistentem und temperaturbeständigem Kunststoff, beispielsweise PTFE-Teflon oder PFA-Teflon, gebildet und in den Druckbehälter 1 eingepaßt, d.h. an die Innenwandung des Druckbehälters 1 dicht angelegt. In seinem Boden 5a weist dieser Innenbehälter 5 Öffnungen auf, durch welche die Heizpatrone 6 und der Temperatursensor 7 in den Druckbehälter-Innenraum ragen.

Dieser Innenbehälter 5 isoliert die Flüssigkeit 8 thermisch von der zylindrischen Innenwand 1b des Druckbehälters 1, welcher entweder mit Luft oder einer Flüssigkeit gekühlt ist.

Zur Durchführung von Extraktionen bzw. chemischen Reaktionen in einer erfindungsgemäßen Vorrichtung werden die Reaktionsgefäße 9 mit dem zu behandelnden Material und einer Extraktions- oder Reaktionsflüssigkeit gefüllt und -wie erörtert- in die Flüssigkeit 8 eintauchend in den Druckbehälter 1 eingebracht. Danach wird der Druckbehälter 1 mit dem Deckel 2 verschlossen und der Autoklav mit Gas (Luft, Stickstoff, Argon od. dgl.) unter den für die beabsichtigte Extraktion bzw. chemische Reaktion notwendigen Druck gesetzt. Dieser Überdruck im Autoklav kann je nach Bedarf von weniger als 10bar bis über 100bar betragen und dient dazu, ein Sieden der Flüssigkeit 8 und des Gemisches in den Reaktionsgefäßen 9 bei den angewendeten Reaktionstemperaturen zu vermeiden.

Die zum Erreichen der notwendigen Reaktionstemperaturen notwendige Wärmeenergie wird mittels der Heizpatrone 6 erzeugt und über die Flüssigkeit 8 auf die Reaktionsgefäße 9 übertragen. Aufgrund der vom erfindungsgemäß vorgesehenen Innenbehälter 5 bewirkten thermischen Isolierung der Flüssigkeit 8 von der gekühlten Druckbehälter-Innenwand 1b kann die Flüssigkeit 8 dabei bis auf maximal 320°C aufgeheizt werden.

Diese Anordnung hat gegenüber einem allseitig beheizten Autoklav den Vorteil, daß im gegenständlichen Autoklav eine starke Konvektion der Flüssigkeit stattfindet, die einen weit besseren Wärmeaustausch zwischen den Reaktionsgefäßen 9 und der Flüssigkeit 8 gewährleistet.

Zur besseren Durchmischung von festen Proben und flüssigen Reagenzien bzw. Extraktionsmitteln in den Reaktionsgefäßen 9 kann diesen Ultraschallenergie zugeführt werden. Es werden dazu, wie in Fig.2 dargestellt, eine oder mehrere Ultraschallsonden 10 in den Autoklav eingebaut. Die Ultraschallsonde(n) 10 werden dabei so angeordnet, daß sie in die Flüssigkeit 8 hineinragen, sodaß die Ultraschallenergie ebenfalls mittels der Flüssigkeit 8 auf die Reaktionsgefäße 9 übertragen werden kann. Beispielsweise kann die Ultraschallsonde 10 dazu durch eine in den Druckbehälter-Boden 1a eingearbeitete Durchbrechung hindurch gesteckt sein. Der erfindungsgemäße Innenbehälter 5 weist dabei ebenfalls eine Öffnung auf, durch welche die Ultraschallsonde 10 hindurch geführt ist.

Folgende Prozesse können unter anderem mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung vorteilhafterweise in den Reaktionsgefäßen 9 durchgeführt werden:

1. Auslaugen von festen Proben mit Säuren,
2. Auflösen von festen Proben,
- 5 3. Aufschließen von organischen Proben mit oxidierenden Reagenzien,
4. Extrahieren, von festen Proben mit organischen Lösungsmitteln.

PATENTANSPRÜCHE:

10

15

20

25

1. Vorrichtung zur Durchführung von fest-flüssig Extraktionen bzw. chemischen Reaktionen in offenen Reaktionsgefäßen (9) unter Druck und bei erhöhter Temperatur umfassend einen mit einem Deckel (2) verschließbaren und von außen gekühlten Druckbehälter (1), wobei eine zentral vom Boden (1a) des Druckbehälters (1) aufragende Heizpatrone (6) und ein vom Boden (1a) aufragender Temperatursensor (7) vorgesehen sind, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Ringspalt zwischen Heizpatrone (6) und Wandung des Druckbehälters (1) mit einer zur Wärmeübertragung geeigneten Flüssigkeit (8), wie z.B. Wasser gefüllt ist, in welche Flüssigkeit die Reaktionsgefäße (9) eintauchen und daß in den Druckbehälter (1) ein Innenbehälter (5) aus chemisch resistentem und temperaturbeständigem Kunststoff, beispielsweise PTFE-Teflon oder PFA-Teflon, eingepaßt ist, der in seinem Boden (5a) Öffnungen aufweist, durch welche die Heizpatrone (6) und der Temperatursensor (7) in den Druckbehälter-Innenraum ragen.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß in den mit der Flüssigkeit (8) gefüllten Ringspalt ein oder mehrere Ultraschallsonden (10) ragen.

HIEZU 2 BLATT ZEICHNUNGEN

30

35

40

45

50

55

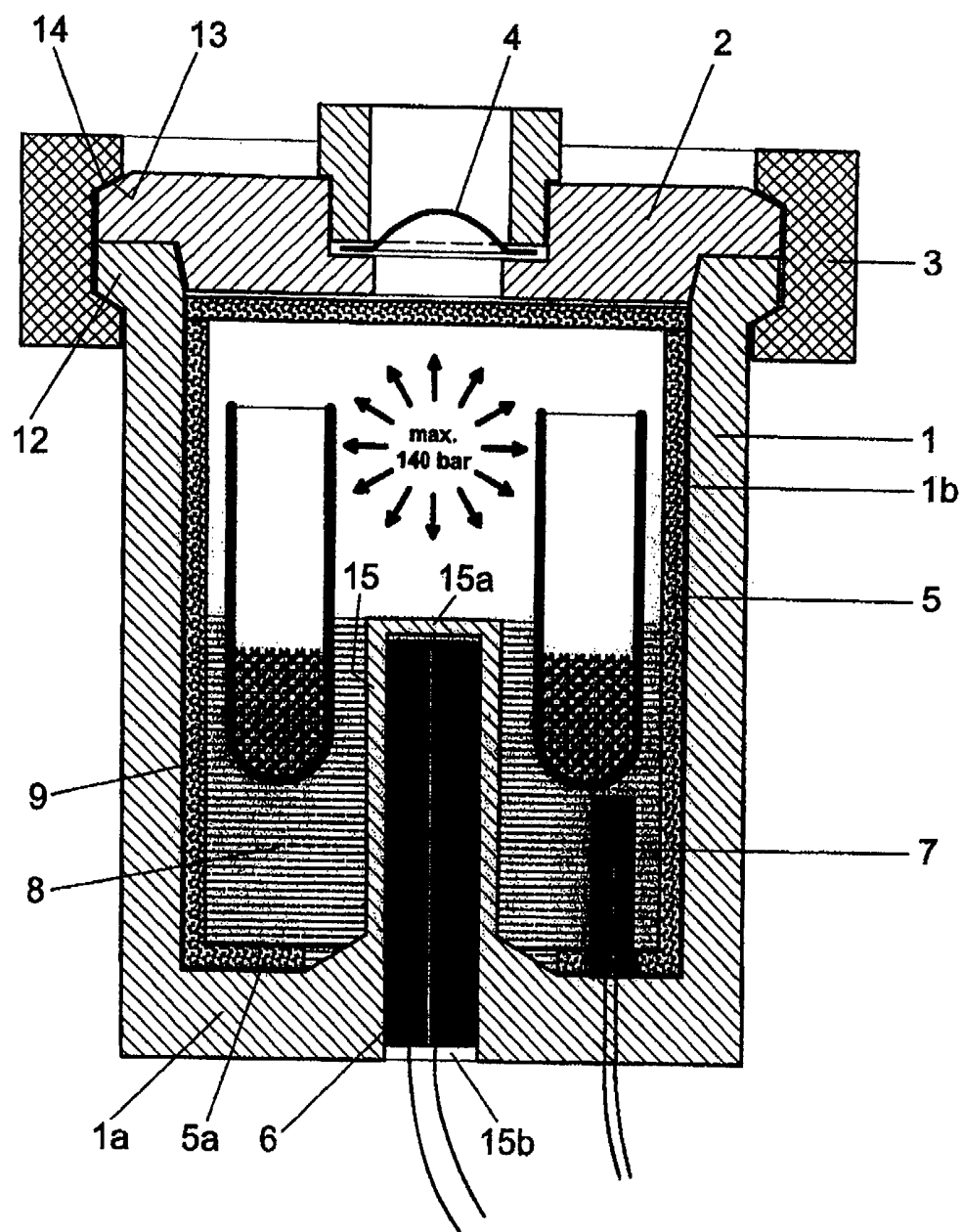


Fig.1

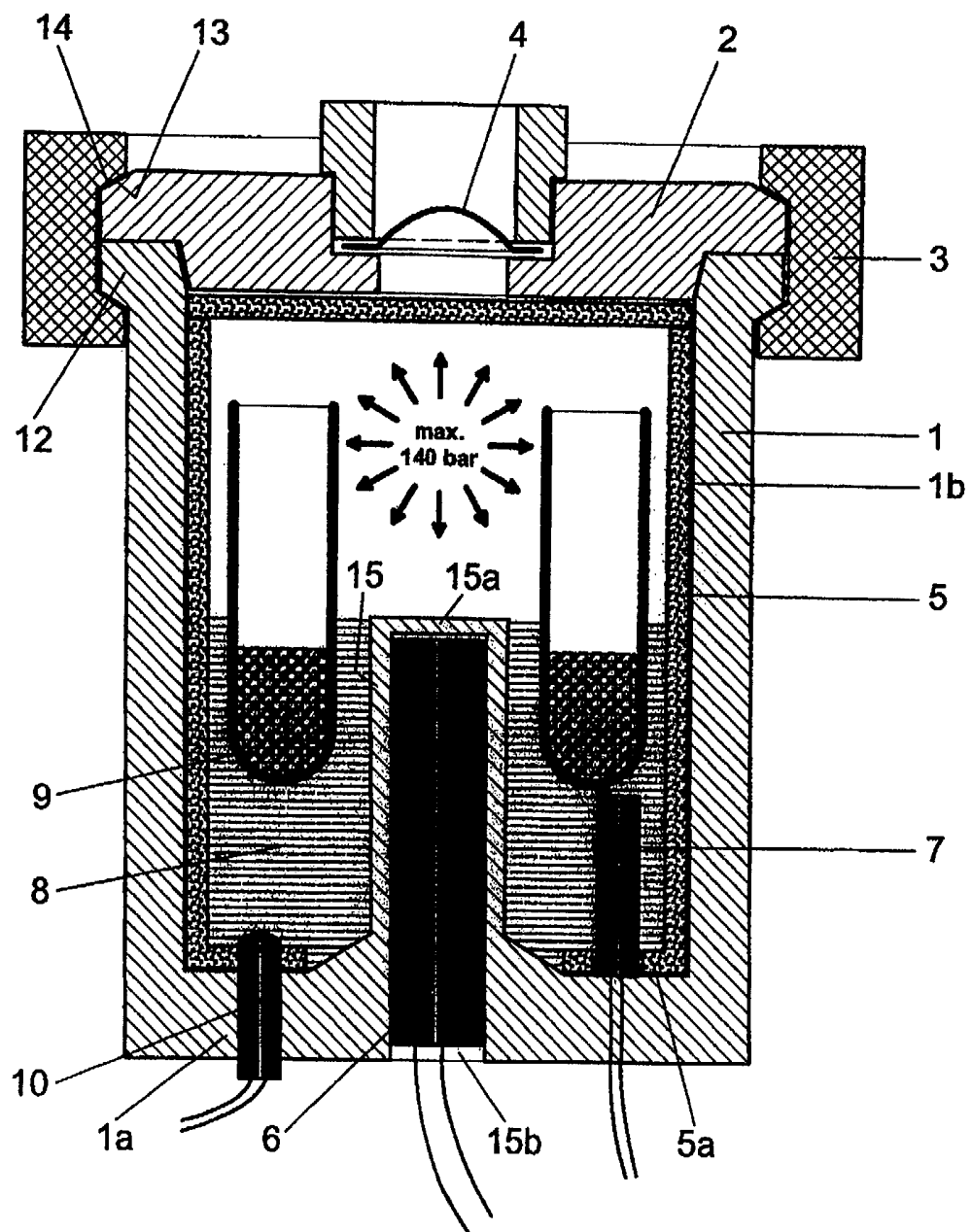


Fig.2