

INDUSTRIAL REVIEW — AUS DER INDUSTRIE

DIE LAMPART BAUT GLASEMAILLIERTE STAHLAUTOKLAVEN IN 10 GRÖSSEN

In der chemischen Industrie verwendet man zur Durchführung von Reaktionen oft gasdicht verschließbare Gefäße mit Doppelmänteln, die Autoklaven. Im allgemeinen verlaufen die Reaktionen in den Autoklaven — in Anwesenheit korrosiver Wirkstoffe — unter erhöhtem Druck und bei hoher Temperatur. Bei den hohen Reinheitsansprüchen der Fabrikationsprozesse in der pharmazeutischen Industrie werden glasemaillierte Stahlautoklaven benötigt, die die Korrosionsfestigkeit des rostfreien Stahles um das Mehrfache übersteigen. Der schwankende Bedarf zwingt die pharmazeutische Industrie zu häufigen Umstellungen auf neue Produkte und damit natürlich auch auf neue in den Apparaten zur Verarbeitung gelangende Wirkstoffe, Druck- und Temperaturwerte, d.h. zur Umstellung des ganzen Verfahrens.

Angesichts der Vielfalt der Erfordernisse zielte die Konstruktion der glasemaillierten Lampart-Autoklaven darauf ab, einen universal verwendbaren Apparat zu schaffen.

Die glasemaillierten Stahlautoklaven der Lampart sind in der Größenserie von 30, 50, 100, 250, 500, 1000, 1250, 1600, 2000, 3000 und 6300 Liter erhältlich.

Die Autoklaven zu 30 bis 3000 Liter sind für einen Innendruck von 2,5 atü oder 6 atü, die Autoklaven der Serie 30 bis 500 Liter außerdem für 16 atü inneren Druck ausgelegt. Der Manteldruck beträgt bei sämtlichen Apparaten 6 atü. Natürlich eignen sich diese Autoklaven vorzüglich auch zum Betrieb unter Vakuum.

Autoklaven zu 30 bis 1250 Liter haben abnehmbaren Deckel, Autoklaven zu 1600 und 2000 Liter abmontierbaren und Monoblockdecke. Die Deckel der Autoklaven zu 3000 Liter sind mit dem Gerätekörper — in

Monoblockausführung — zusammengebaut. Die Deckelstutzen der Autoklaven eignen sich zum Anbringen sämtlicher Armaturen und Instrumente sowie zum Anschluß an weitere Geräte.

Die Autoklaven können — je nach der erforderlichen Technologie — mit Anker- oder Flügelrührern benützt werden, die bekanntlich über hervorragende Mischwirkung verfügen. Der mit dem Thermometerstutzen kombinierte Wellenbrecher erhöht die Mischwirkung noch zusätzlich.

Die Ausführung des Rührwerks hat eine verlässliche Stopfbüchsendichtung. Es wird über ein Zahnradreduziergetriebe von einem eigenen Elektromotor angetrieben. Seine Achse ist doppelt gelagert.

Die gesamte Innenfläche der Autoklaven, die mit den Reaktionsgemischen oder deren Dämpfen in Berührung kommt, ist mit hochkorrosionsfestem Lampart-Glasemail überzogen. Dieser Glasemailüberzug widersteht der Korrosionswirkung aller in der Praxis vorkommenden organischen oder anorganischen Säuren bzw. deren Dämpfen (mit Ausnahme von Fluorwasserstoff oder hochkonzentrierten Phosphaten bzw. Phosphorsäure). Für den universalen Charakter des Lampart-Glasemailüberzuges zeugt die Tatsache, daß seine Laugenbeständigkeit höher ist als die des Glases. Bis zu einer Temperatur von 100° C ist es bei einem $p_H = 13$ absolut widerstandsfähig, wobei sich der Widerstand mit sinkender Temperatur erhöht. So ist er etwa bei einer Temperatur von 50°C auch noch in einem Medium mit einem $p_H = 14$ korrosionsfest.

Autoklaven mit derart durchdachter Konstruktion und mit solchem Glasemailüberzug können tatsächlich auf den verschiedensten

Gebieten der chemischen und der pharmazeutischen Industrie universell angewendet werden, so zum Beispiel:

zur *Nitrieren* in der Flüssigkeitsphase, in saurem und dehydrierendem Medium und mit Nitriermitteln beliebiger Konzentration.

zur *Herstellung von Amininen* durch Reduktion der Stickstoffverbindungen mit Metallen in saurer Lösung;

zur *Diazotieren und zu Kupplungen* in saurem Medium;

zur *Durchführung der Friedel—Craftsschen Reaktion* auf den verschiedensten Anwendungsgebieten, besonders aber dann, wenn der Reaktion eine Hydrolyse folgt, die im Hauptreaktionsapparat durchgeführt werden soll;

zur *Entwicklung von Halogen-Wasserstoffen* mit Schwefelsäure aus Alkalihalogenen zur weiteren Verwendung;

zur *fraktionierten Sulfonieren* bei den großen Mengen schwer mischbarer, teigartiger oder viskoser Stoffe entstehen.

Außer zu den hier beispielsweise angeführten können die glasemaillierten Stahlautoklaven selbstverständlich auch noch zu einer ganzen Reihe sonstiger Arbeiten herangezogen werden, wie z.B. zur Chlorsulfonierung, zum Verestern, zu sauren Hydrolysen usw.

Nachstehend soll anhand einiger praktischer Beispiele die Verwendung der glasemaillierten Lampart-Stahlautoklaven auf den verschiedenen Gebieten der ungarischen chemischen und pharmazeutischen Industrie gezeigt werden. Diese Beispiele streben keineswegs nach Vollständigkeit, sie sollen vielmehr lediglich die extremen Fälle der Korrosionsfestigkeit der Lampart-Glasemailüberzüge demonstrieren.

Isatin, Sandmeyersche Synthese. Die glasemaillierten Autoklaven funktionieren in 90%iger Schwefelsäure bei 60° C seit zwei Jahren tadellos.

Barbituratsynthese. Bei der Herstellung von Malonsäureestern bei 100° C in stark salzsaurem Medium und bei 0,5 atü sind die Apparate seit zwei Jahren ununterbrochen in Betrieb.

Kondensation von Estern in saurem Medium (20%ige HCl oder 65%ige H₂SO₄) bei 85–110° C

seit vier Jahren in den gleichen Apparaten.

Monochloressigsäure-Fabrikation in konzentriertem HCl-Medium bei 80–90° C bei 0,5 atü oder

Chloral-Herstellung, wobei das Chlorieren in einem Medium, das aus Essigsäurehydroxyd + Eisessig besteht, 16 Tage lang dauert. In beiden Fällen arbeitet man seit drei Jahren ununterbrochen mit denselben Apparaten.

Bei der *p-Cl-benzol-trichlorid*-Herstellung wird bei 170° C chloriert. Die Reaktion geht in sechs Tagen vor sich. Der emaillierte Autoklav wird seit sechs Jahren benützt.

Amidazophen. Bei seiner Herstellung im Großbetrieb wird die ON-Antipyrin-Reduktion in 20%iger Schwefelsäure bei 100° C mit NaHSO₃ durchgeführt. Die glasemaillierten Apparate vertragen den Prozeß gut. Im Verlaufe des Arbeitsprozesses erfolgt die Dimethylierung mit Ameisensäure und Formaldehyd bei insgesamt 18stündigem Kochen. Auch dies vertragen die Glasemailoberflächen der Apparate gut.

Die Kondensation des Natriumäthylmalonsäureesters wird bei einem p_H = 9 unter ständigem Kochen durchgeführt. Der Autoklav ist zwei Stunden lang ständig in Betrieb, und das Endprodukt wird bei einem p_H = 3 auskristallisiert. Hier tritt auch eine starke mechanische korrosive Beanspruchung auf, die Reibwirkung der feinen Kristalle ist sehr stark. Der Glasemailüberzug verhindert jedoch alle schädlichen Einwirkungen.

Auch die Alkalibeständigkeit der emaillierten Einrichtungen ist ganz ausgezeichnet. Bei der Herstellung eines weltberühmten ungarischen Präparates vollzieht sich die Methylierung der Gallussäure bei einem p_H = 10. Die 10 Stunden dauernde Reaktion verläuft bei einer Temperatur von 60° C. Das gleiche Produkt wird in einer Phase aus salzsaurem-wäßrigem Medium bei einem p_H = 4 umkristallisiert. Selbst bei einer so außerordentlich starken Beanspruchung arbeiten die glasemaillierten Lampart-Autoklaven völlig störungsfrei.

Diese wenigen praktischen Beispiele beweisen überzeugend die universale Anwendbarkeit der glasemaillierten Stahlautoklaven der Marke Lampart.