



# ROTH Hochdruck-Laborautoklav Modell II

200 ml, 250 ml, 300 ml Arbeitsvolumen

**2098.1ff. / 2094.1ff. / 2108.1ff.**

## **Betriebsanleitung**

**Bitte vor Inbetriebnahme lesen!**

### **1. Beschreibung**

Bei den Laborautoklaven der Modellreihe II handelt es sich um Versuchsaufklaven aus V4A-Edelstahl für alle Reaktionen, bei denen man mit sogenannter Gasentwicklung und raschem Druckanstieg rechnen muß. Sie werden mit einer im Autoklavenkopf eingelassenen großen Berstscheibe betrieben und bieten deshalb ein besonders hohes Maß an Betriebssicherheit. Der 200 ml bzw. 300 ml Becher ist bis max. 100 bar Arbeitsdruck, der 250 ml Becher bis max. 200 bar Arbeitsdruck und max. 300 °C Arbeitstemperatur ausgelegt. Der Autoklav besteht aus einem zylindrischen Autoklavenbecher und einem aufschraubbaren Autoklavenkopf. Der Kopf ermöglicht oben die Aufnahme der Berstscheibenhalterung und seitlich durch drei G 1/4" Gewindeöffnungen die Aufnahme folgender Zubehörteile: Ventil, Reduzierschraubung für das Manometer, Schraubstopfen A zum Verschließen einer möglichen Öffnung, Temperaturfühler oder Berstscheibensicherung II beim Einsatz des Magnetrührkopfes MRK 10. Die Modellreihe II läßt sich sehr vielseitig einsetzen. Es besteht die Möglichkeit, über einen Temperaturfühler die Innentemperatur im Autoklavenbecher zu messen. Die Eingabe oder Entnahme gasförmiger oder flüssiger Proben erfolgt über ein Zwischenstück mit Tauchrohr.

**Die Abdichtung des Autoklaven erfolgt über Flachdichtungen aus PTFE (bis +180 °C Arbeitstemperatur) oder aus Feinsilber (bis +300 °C Arbeitstemperatur).**

### **2. Auspacken**

Bitte packen Sie die Einzelteile sorgfältig aus und achten Sie auf eventuelle Beschädigungen. Es ist wichtig, daß Transportschäden schon beim Auspacken erkannt werden. Gegebenenfalls ist eine sofortige Tatbestandaufnahme beim Transporteur (Post, Spedition oder Bahn) erforderlich.

**Es ist besonders darauf zu achten, daß keine Beschädigungen und Verunreinigungen an den Gewinden vorhanden sind.**

### 3. Aufbau und Betreiben

#### 3.1 Aufbauanleitung

**Achtung:** Gewinde vor dem Verschrauben mit **PTFE-Spray** (Best.-Nr. K007.1) einsprühen.  
Kein PTFE-Gewindeband verwenden!

Der Autoklavenkopf sollte als erstes, in folgender Reihenfolge, zusammengeschraubt werden.

**Achtung:** Bei Verwendung des Zwischenstücks mit Tauchrohr vor der Reihenfolge a - e das Zwischenstück einbauen (siehe 3.1 f).  
Bei Verwendung des Temperaturfühlers vor der Reihenfolge a - c den Fühler einbauen siehe (3.1 e).  
Bei Verwendung des Magnetrührkopfes vor der Reihenfolge a - c den Rührkopf einbauen siehe (3.1 g).  
In diesem Fall ist der Einbau eines Temperaturfühlers nicht möglich.

a. Berstscheibe

Zuerst legt man in die Öffnung die Feinsilberdichtung Nr. 40, darauf mit der Wölbung nach außen die entsprechende Berstscheibe. Es ist darauf zu achten, daß sie in der Mitte der Öffnung liegt. Danach wird die Halteschraube eingeschraubt, und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 50 und Nr. 55 (für den Kopf) mit voller Kraft festgezogen. Die Berstscheibe darf dabei nicht verrutschen.

b. Manometer

Als zweites die Dichtung Nr. 12 in eine der drei seitlichen Öffnungen einlegen, das Fixierstück und Reduzierstück (mit den entsprechenden Dichtungen, Nr. 12) für das Manometer einschrauben und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 19 bzw. Nr. 27 leicht festziehen. Danach in das Reduzierstück die Dichtung Nr. 18/20 einlegen, das Manometer einschrauben und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 22 leicht festziehen.

c. Ventil

Als drittes die Dichtung Nr. 12 in eine der seitlichen Öffnungen einlegen, den Gewindeadapter einschrauben und das Ventil, nach Montage der SWAGELOK-Schraubverbindung mit dem Schraubenschlüssel Nr. 14 festziehen.

#### Montage-Anleitung für SWAGELOK-Schraubverbindung

1. Führen Sie das Rohrstück (6 mm) des Gewindeadapters vollständig in die Swagelok-Rohrverschraubung ein.
2. Ziehen Sie die Verschraubung handfest an.
3. Die endgültige Fixierung erfolgt durch eine 1¼ Drehung der Schraubenmutter im Uhrzeigersinn.



- d. Schraubstopfen A, zum Verschließen der dritten seitlichen Öffnung  
Als viertes die Dichtung Nr. 12 in die dritte seitliche Öffnung einlegen, den Schraubstopfen einschrauben und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 19 leicht festziehen.

- e. Temperaturfühler

**Achtung:** Vor dem Einbau des Temperaturfühlers die Feststellschraube am Fühler lösen!

Kommt der Fühler zum Einsatz, wird der Schraubstopfen A zum Verschließen der dritten Öffnung nicht benötigt. Zuerst wird die Feinsilberdichtung Nr. 12 in die dritte seitliche Öffnung eingelegt und jetzt der Fühler durch die seitliche Öffnung geschoben. Durch leichtes Biegen des Fühlers nach unten, kann der gesamte Fühler nachgeschoben werden. Es darf nicht zu scharf gebogen werden, da sonst das eingebaute FeCuNi-Thermoelement brechen kann. Den Fühler einschrauben und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 17 festziehen. Aufgrund der relativ harten Silberdichtung muß der Fühler mit voller Kraft angezogen werden, um eine vollkommene Dichtigkeit zu erzielen. Zum Schluß wird die seitliche Feststellschraube am Fühler wieder festgezogen.

- f. Zwischenstück mit Tauchrohr

Bevor der Autoklavenkopf in der Reihenfolge a bis e zusammengebaut wird, muß das Zwischenstück mit Tauchrohr in den Kopf wie folgt eingebaut werden: Zuerst legt man in die obere Kopföffnung die Dichtung Nr. 40/42, danach wird das Zwischenstück eingeschraubt und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 55 festgezogen. Danach in der Reihenfolge a bis e vorgehen. Zuletzt wird in die seitliche Anschlußöffnung am Zwischenstück die Dichtung Nr. 12 eingelegt, das zweite Ventil (siehe 3.1 c) eingeschraubt/montiert und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 14 festgezogen.

- g. Magnetrührkopf MRK 10

Bevor der Autoklavenkopf zusammengebaut wird, muß der Magnetrührkopf in den Kopf wie folgt eingebaut werden. Zuerst legt man in die obere Kopföffnung die Dichtung Nr. 40/42, danach den Adapter für Magnetrührkopf (Übergangsstück für Rührer) einschrauben und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 50 kräftig festziehen. Vor dem Einbau des Rührkopfes muß der Begasungsrührer am Rührkopf mit dem beiliegenden Inbusschlüssel festgeschraubt werden. Jetzt wird der Magnetrührkopf mit der beiliegenden Dichtung eingeschraubt, und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 29 festgezogen.

- h. Berstscheibensicherung II

Da durch den Rührkopf die obere Öffnung für den Einbau der großen Berstscheibe nicht mehr zur Verfügung steht, muß eine Berstscheibensicherung seitlich in den Kopf wie folgt eingebaut werden. Zuerst legt man in die Öffnung der Berstscheibensicherung II die Feinsilberdichtung Nr. 15, darauf mit der Wölbung nach außen die Berstscheibe 8.100. Es ist darauf zu achten, daß sie in der Mitte der Öffnung liegt. Danach wird die Halteschraube eingeschraubt und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 19 und Nr. 27 mit voller Kraft festgezogen. Die Berstscheibe darf dabei nicht verrutschen.

In eine der drei seitlichen Öffnungen am Autoklavenkopf die Dichtung Nr. 12 einlegen und die Berstscheibensicherung II einschrauben und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 27 festziehen. Zum Schluß den Schutzkäfig der Berstscheibensicherung über die Berstscheibenhalterung schrauben.

Jetzt das Manometer und das Ventil nach Punkt b und c der Aufbauanleitung am Autoklavenkopf festschrauben.

Der Schraubstopfen A ist beim Einbau des Magnetrührkopfes überflüssig, da in die dritte Öffnung im Kopf die zusätzlich erforderliche Berstplattensicherung II eingeschraubt wird.

Zuletzt wird die große Dichtung Nr. 50/51 in den Autoklavendeckel eingelegt und jetzt der Kopf einschließlich Aufbau mit dem Autoklavenbecher zusammengeschraubt und mit dem Schraubenschlüssel Nr. 55 festgezogen.

Die Schemazeichnung zeigt den Aufbau des Autoklaven mit korrekter Lage der Dichtungen und der Berstscheibe. Die drei seitlichen G 1/4“ Öffnungen am Kopf sind für den Anschluß des Ventils, der Reduzierschraubung für das Manometer, den Schraubstopfen oder den Temperaturfühler oder die Berstplattensicherung II bei Einsatz des Magnetrührkopfes MRK 10.

### 3.2 Verschraubungen

#### a. Berstscheibe

Die Berstscheibe sollte aus Sicherheitsgründen immer mit einer Feinsilberdichtung unterlegt werden. Aufgrund der relativ harten Silberdichtung muß die Halteschraube für die Berstscheibe mit voller Kraft angezogen werden, um bei Druck ein Herausdrücken der Berstscheibe zu vermeiden. Die Berstscheibe ist naturgemäß sehr empfindlich und kann daher schon nach der geringsten Beschädigung nicht mehr verwendet werden. Beim Einbau ist darauf zu achten, daß die Wölbung mit der Druckrichtung gehen muß.

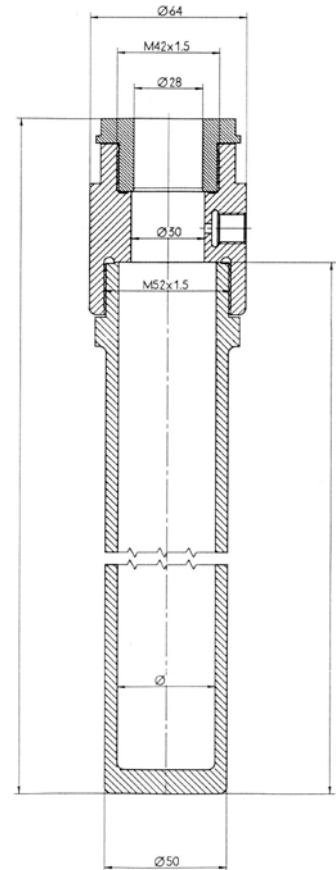
Bitte beachten: Berstscheibe muß nach voller Belastung ausgetauscht werden.

#### b. Reduzierschraubung

für Manometer, Ventil, Schraubstopfen, Temperaturfühler, Zwischenstück mit Tauchrohr, Adapter für Magnetrührkopf, Berstplattensicherung II, Autoklavenbecher und Kopf.

**Achtung:** Gewinde vor dem Verschrauben mit **PTFE-Spray** (Best.-Nr. K007.1) einsprühen. Beim Ansetzen der zu verschraubenden Teile ist darauf zu achten, daß die Gewinde nicht schräg eingeschraubt werden, was zum Festfressen (Kaltverschweissen) der Gewinde führen kann. Die Teile sind einzuschrauben und mit dem passenden Schraubenschlüssel bei Verwendung von PTFE-Dichtungen leicht anzuziehen. Es empfiehlt sich bei PTFE-Dichtungen nicht gleich mit voller Kraft zuzuschrauben. Sie bekommen sonst unnötig tiefe Pressrillen und sind nach relativ kurzer Zeit nicht mehr zu verwenden. Bei Verwendung von Feinsilberdichtungen ist es jedoch notwendig, aufgrund des relativ harten Feinsilbers, die verschraubbaren Teile mit voller Kraft anzuziehen, um eine vollkommene Dichtigkeit zu erzielen.

**Dichtungsränder und Gewinde dürfen auf keinen Fall beschädigt werden. Sie sind bei Verschmutzung immer wieder sorgfältig zu reinigen.**



c. Gaseinleitung

Die Gaseinleitung in den Autoklaven erfolgt direkt über das Ventil/Zwischenstück. Der PTFE-Hochdruckschlauch wird auf der einen Seite an das Ventil, auf der anderen Seite über eine Reduzierverschraubung an die Gasflasche angeschlossen.

### 3.3 Abdichten

Die Abdichtung des Autoklaven sowie einschraubbarer Zubehörteile wie Berstscheibe, Manometer, Ventil, Temperaturfühler, Schraubstopfen, Zwischenstück mit Tauchrohr, Adapter für Magnetrührkopf, Berstplattensicherung II, Autoklavenbecher und Kopf erfolgt über Flachdichtungen aus PTFE (bis +180 °C Arbeitstemperatur) oder aus Feinsilber (bis +300 °C Arbeitstemperatur).

**Die Berstscheibe muß aus sicherheitstechnischen Gründen mit einer Feinsilberdichtung abgedichtet werden.**

Durch die hohe Beanspruchung der Gewinde muss zur Schonung und Schmierung (Edelstahl auf Edelstahl läuft hart) bei der Verschraubung der einzelnen Teile PTFE-Spray verwendet werden. Das **PTFE-Spray** (Best.-Nr. K007.1) ist bis zu +260 °C einsetzbar.

Bei der Verwendung der relativ weichen PTFE-Flachdichtungen reicht es aus, wenn die verschraubbaren Teile mit dem passenden Schraubenschlüssel leicht angezogen werden. Bei Verwendung von Feinsilberdichtungen ist es jedoch notwendig, aufgrund des relativ harten Feinsilbers, die verschraubten Teile mit voller Kraft anzuziehen, um eine vollkommene Dichtigkeit zu erzielen.

Die Dichtungsränder und Gewinde dürfen auf keinen Fall beschädigt werden. Sie sind bei Verschmutzung immer wieder sorgfältig zu reinigen.

Sollten Sie den Laborautoklaven nicht dicht bekommen, bitte die undichte Stelle lokalisieren, die Lage der Dichtung sowie deren Zustand überprüfen und gegebenenfalls mit einem Schraubenschlüssel nachziehen.

#### **Hinweis zum Arbeiten mit Silberdichtungen**

Beim Arbeiten mit Silberdichtungen ist es notwendig, die Gewinde sehr fest anzuziehen um die notwendige Dichtigkeit zu erreichen. Wir empfehlen Silberdichtungen vorher bei ca. +850 °C auszuglühen. Dadurch werden die Dichtungen auch in erkaltetem Zustand weicher und dichten besser ab.

### 3.4 Sicherheit

Der Hochdruck-Laborautoklav wird gemäß der Druckbehälterverordnung gefertigt, geprüft und gekennzeichnet. Der Laborautoklav 200 ml bzw. 300 ml wird einer Druckprüfung von 300 bar, der 250 ml Autoklav einer Druckprüfung von 400 bar bei 20 °C unterzogen. Entsprechend der Technischen Regeln ist der Autoklav mit einer Berstsicherung, einem Ventil und einer Druckmesseinrichtung zu betreiben. Die genannten Sicherheitseinrichtungen werden direkt in den Autoklavenkopf eingebaut (Berstscheibe 28.100 bzw. 28.200) oder in eine der seitlichen G 1/4“ Anschlußöffnungen eingeschraubt. Das Aufheizen des Autoklaven erfolgt über die Heizhaube 20 S bzw. 30 S. Im Interesse einer optimalen Wärmeverteilung und -ausnutzung sind die Heizhauben genau den Abmessungen der Autoklaven angepaßt.

Der Laborautoklav bietet auf Grund seiner Konstruktion, der harten Prüfbedingungen und der im Autoklavenkopf eingeschlossenen großen Berstscheibe ein hohes Maß an Sicherheit. Trotzdem ist das Arbeiten bei hohem Druck niemals ganz ungefährlich. Deshalb muß der Laborautoklav so aufgestellt werden, daß bei brisanten Zersetzungen und Überdruck durch Überhitzung oder unvorhergesehenen Reaktionen kein Personenschaden entstehen kann. Es ist außerdem ratsam, die Bedienungselemente von elektrischen Zusatzgeräten so anzubringen, daß jederzeit abgeschaltet werden kann.

### 3.5 Betrieb

Versuchsautoklaven müssen nach jeder Verwendung von einem Sachkundigen geprüft werden.

Versuchsautoklaven müssen in besonderen Kammern oder hinter Schutzwänden aufgestellt sein, die so gestaltet sind, daß die Autoklaven gegen Einwirkung von außen und daß Beschäftigte oder Dritte beim Überlasten des Autoklaven geschützt sind. Die Beobachtung der Sicherheits- und Messeinrichtungen und die Bedienung müssen von sicherer Stelle erfolgen. Beim Betrieb von Versuchsautoklaven müssen entsprechend den sicherheitstechnischen Erfordernissen Druck und Temperatur laufend beobachtet und aufgeschrieben werden.

**Aus Sicherheitsgründen sollte der Autoklav, der Beanspruchung entsprechend, regelmäßig einer erneuten Druckprüfung unterzogen werden.**

#### **4. Heizen und Rühren**

Das Heizen des Hochdruck-Laborautoklaven erfolgt über eine eigens für den Autoklaven konstruierte Heizhaube. Die entsprechende Heizhaube ist genau den Abmessungen des Autoklaven angepaßt, um eine optimale Wärmeverteilung und -ausnutzung zu erhalten. Die Heizhaube verfügt über eine Temperaturregelung bis +300 °C.

Bei diesem Modell besteht die Möglichkeit, über einen Temperaturfühler, die Innentemperatur im Autoklavenbecher in Verbindung mit dem Temperaturregler WRX 2000 auf einer LCD-Anzeige anzuzeigen, zu messen und zu regeln.

Das Rühren im Autoklavenbecher erfolgt über ein in der Heizhaube eingebautes Magnetrührwerk. Dieses Rührwerk setzt über ein rotierendes Magnetfeld einen in den Autoklaven eingelegten PTFE-ummantelten Rührmagneten in Bewegung und bewirkt somit im geschlossenen Autoklaven ein stufenlos regulierbares Rühren ohne direkten Antrieb.

Für besondere Anforderungen steht ein separater Rührkopf mit permanenter Magnetkupplung und Begasungsrührer zur Verfügung. Geeignet für Viskositäten bis 60.000 cst.

#### **Hinweis:**

Carl Roth GmbH + Co. KG übernimmt keinerlei Haftung für Unfälle, Schäden oder Ausfälle, die aus der Verwendung anderer Heizquellen als der dafür vorgesehenen Autoklavenheizhauben (Best.-Nr. 2088.1, 0042.1, 2092.1 und 2158.1) resultieren.

#### **5. Wartung und Reinigung**

Der Hochdruck-Laborautoklav muß nach jeder Verwendung von einem Sachkundigen geprüft werden. Autoklavenbecher und Kopf sollten nicht im zusammengeschraubten Zustand gelagert werden, da auf Grund des Materials in Verbindung mit dem Gewinde ein Kaltverschweißen der Teile auftreten kann. Laborautoklaven aus V4A-Stahl können je nach Verschmutzung und eingesetzten Substanzen mit einem geeigneten Lösungsmittel oder mit dem Spezialreiniger RBS Neutral Best.-Nr. 0180.1 gereinigt werden. Das RBS Neutral Konzentrat hat eine hervorragende Reinigungswirkung und wird in einer Konzentration von 4-6 % in Wasser eingesetzt.

#### **6. Technische Daten**

	200 ml Becher	300 ml Becher	250 ml Becher
Leerraum:	265 ml	350 ml	320 ml
Arbeitsvolumen:	200 ml	300 ml	250 ml
Höhe:	220 mm	300 mm	300 mm
Gewicht:	1400 g	1900 g	2250 g
Werkstoff: V4A-Edelstahl	1.4571	1.4571	1.4571
Arbeitstemperatur:	+ 300 °C	+ 300 °C	+ 300 °C
Arbeitsdruck:	max. 100 bar	max. 100 bar	max. 200 bar
Prüfdruck:	300 bar	300 bar	400 bar
Außendurchmesser am Becher:	50 mm	50 mm	50 mm
Innendurchmesser am Becher:	40 mm	40 mm	37 mm
Außendurchmesser am Kopf:	64 mm	64 mm	64 mm
Bodenform: außen und innen	flach	flach	flach

## Technische Daten Autoklavenkopf II

Gewicht:	ca. 1250 g
Werkstoff: V4A-Edelstahl	1.4571
Arbeitstemperatur:	+ 300 °C
Arbeitsdruck:	max. 200 bar
Außendurchmesser:	64 mm
Anschlußöffnungen am Kopf:	obere Kopföffnung für Berstscheibe 28.100 / 28.200 oder Zwischenstück mit Tauchrohr oder Adapter für Magnetrührkopf MRK 10. Seitlich drei Öffnungen mit G 1/4“ Gewinde.

## **7. Garantieleistungen**

Der Hochdruck-Laborautoklav wurde mit größter Sorgfalt hergestellt und einer Druckprüfung unterzogen.

Die Garantiefrist beträgt 6 Monate gemäß nachstehenden Bedingungen.

Innerhalb der Garantiezeit beseitigen wir unentgeltlich Mängel des Laborautoklaven und der Zubehörteile, die auf Material- oder Herstellungsfehlern beruhen, nach unserer Wahl durch Reparatur oder Austausch von Teilen oder Umtausch. Ausgetauschte Teile oder Geräte gehen in unser Eigentum über. Die Garantie erstreckt sich nicht auf Schäden, die durch unsachgemäßen Gebrauch oder unsachgemäße Handhabung entstehen, und auf Mängel, die den Wert oder die Gebrauchstauglichkeit des Gerätes nur unerheblich beeinflussen.

Die Garantie erlischt bei Eingriffen oder Veränderungen von Stellen, die nicht von uns autorisiert sind, oder bei Verwendung nicht originaler Ersatz- und Zubehörteile. Durch Garantieleistungen wird die Garantiefrist nicht beeinflusst. Die Garantie für ausgetauschte Teile endet mit Ablauf der Garantiefrist für diesen Laborautoklaven.

Im Garantiefall senden Sie bitte den Laborautoklaven oder das beanstandete Zubehörteil mit genauer Beschreibung der Beanstandung unter Angabe der Rechnungsnummer und Rechnungsdatum an uns ein. Jede weitergehende Mängelhaftung sowie andere Schadensersatzansprüche sind ausgeschlossen, soweit unsere Haftung nicht zwingend vorgeschrieben ist.