

LABORATORIJSKE BILJEŠKE

LABORATORY NOTES

CCA - 13

542.941.2

Aparatura za mikro- in semimikrohidrogeniranje

M. Tišler

Inštitut za organsko kemijo Tehniške fakultete, Univerza v Ljubljani

Sprejeto 31. decembra 1955.

Za določanje stopnje nenasičenosti v organskih spojinah se mnogo uporablja katalitsko hidrogeniranje. Metoda je natančna, zavisi pa seveda od eksperimentalnih pogojev, t. j. od temperature in pritiska pri hidrogeniranju, nadalje od čistote snovi, izbire topila in katalizatorja. Absorbcijo vodika lahko ugotavljamo volumetrično ali manometrično.

Z nekaj izjemami izvirajo vse v literaturi opisane aparature za hidrogeniranje iz klasične aparature, ki sestoji iz: bučke za hidrogeniranje, graduirane birete in priprave za niveliranje. Znane so mnoge modificirane aparature in natančnost metode je običajno okrog 1% (n. pr.: ref.^{1, 2}). Prednost nove aparature je predvsem v enostavnosti in v tem, da je istočasno uporabljiva za mikro- in semimikrohidrogeniranje. Tudi pri večini znanih aparaturn uporabljenost stresa je tu nadomeščeno z elektromagnetnim mešanjem.

Aparatura (slika 1.) je izdelana iz jenskega stekla in ima sledeče dele: občutljivi manometer (A), napolnjen z dibutilftalatom, primerjalno bučko (B), bučko za hidrogeniranje (C), graduirano mikro- (D) in semimikrobireto (F) (vsebnost 5 oziroma 50 ml.) s pripravama za niveliranje (E) in (G) ter manometer (H). Kot zaporna tekočina v biretah je živo srebro in tudi manometer (H) je do polovice napolnjen z živim srebrom. Bučka za hidrogeniranje ima stranski nastavek, v katerega vstavimo cevčico s substanco. Cevčica je na enem koncu zataljena, na odprtem koncu pa ima pritaljeno zanko iz platine, katero natakne na stekleni podaljšek vbrusene steklene zamaška. Vsi petelini in obrusi so namazani z Apiezon mastjo.

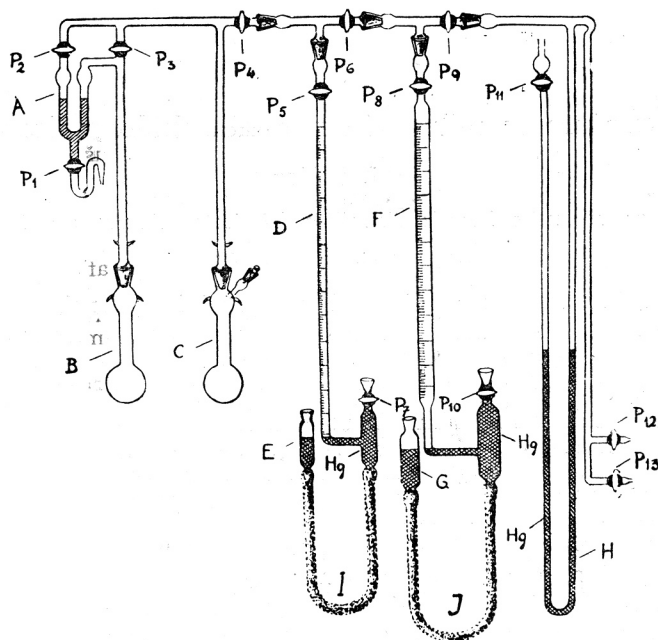
Topilo, katalizator in mešalo (železna palčka, zataljena v stekleni cevi) damo v bučko za hidrogeniranje (C) in enak volumen topila tudi v primerjalno bučko (B). V stranski nastavek bučke (C) namestimo cevčico z zatehtano substanco. Petelini P_2 , P_3 , P_4 , P_5 , P_6 , P_8 , P_9 , P_{11} in P_{12} so odprti, nivojski posodi (E) in (G) sta spuščeni nizko in spojni gumijasti cevi (I) in (J) zapremo s stiščkom, da se živo srebro ne more pretakati. Nato aparaturo počasi popolnoma evakuiramo skozi P_{12} . Ko je vzpostavljeno stacionarno stanje, zapremo P_{12} . Aparaturo, vključno birete, napolnimo preko P_{13} počasi s suhim, čistim vodikom, tako da je pritisk vodika v aparaturi enak zunanemu zračnemu pritisku (glej manometer (H)). P_{13} zapremo in odpremo stiščka na spojnih gumijastih ceveh (I) in (J). Živo srebro v biretah (D) in (F) naj se nahaja v spodnjem delu graduiranega dela biret. Odvečni vodik po potrebi previdno spustimo skozi P_{13} in zapremo sledeče peteline:

a) če uporabljamo pri hidrogeniranju mikrobireto: P_3 in P_6 ,

b) če uporabljamo pri hidrogeniranju semimikrobireto: P_3 , P_5 in P_9 .

Bučki (B) in (C) po potrebi namestimo v posodo z vodo sobne temperature ali pa v posodo dovajamo vodo iz termostata. Pod posodo namestimo magnetno mešalo, ga poženemo in popolnoma reduciramo katalizator. Prvotno kaže nivojska tekočina v (A) enaka nivoja, pri absorbciji vodika pa se začne dvigati nivo na strani, ki je

v zvezi s (C). Nivoja in s tem tudi pritisk izenačimo s stalnim dviganjem (E) ali (G) — kar je odvisno od tega, katero bireto uporabljamo. Ko je doseženo ravnotežje, ustavimo magnetno mešalo, odpremo P_3 in uravnamo nivoja (D)—(E) oziroma (F)—(G) s pomikom (E) ali (G) in odčitamo volumen v bireti. Nato zavrtimo zamašek v stranskem nastavku bučke (C), tako da pade v bučko vložek s substanco. To opra-



Slika 1. Aparatura za mikro- in semimikrohidrogeniranje
Fig. 1. Apparatus for Micro- and semimicrohydrogenation

vimo čim hitreje in tako, da čim manj časa držimo z roko vrat bučke. Potem zopet zapremo P_3 , poženemo magnetno mešalo in postopamo enako kot pri redukciji katalizatorja. Dosežena natančnost z uporabo te aparature je 1—2%.

Aparaturo je izdelala »Tovarna optičnih in steklopihaških izdelkov« v Ljubljani.

LITERATURA

1. Houben-Weyl, *Methoden der organischen Chemie*, Bd. II: *Analytische Methoden*. G. Thieme Verlag, Stuttgart, 1953, str. 292.
2. F. Wild, *Estimation of Organic Compounds*, Cambridge University Press, 1953, str. 2.

ABSTRACT

An Apparatus for Micro- and Semimicrohydrogenation

M. Tišler

A simple apparatus for micro- and semimicrohydrogenation is described. (Fig. 1). It has the advantage that it can be used both for hydrogenation on micro and semimicro scale, using a 5 ml. or 50 ml. calibrated burette. Stirring is electromagnetic. Precision is 1—2%.

INSTITUTE OF ORGANIC CHEMISTRY
TECHNICAL FACULTY, UNIVERSITY
OF LJUBLJANA, LJUBLJANA, SLOVENIA,
YUGOSLAVIA

Received December 31, 1955