

# Konstruktion einer Schlenk-Vakuuml Linie

Text und Bilder Joseph Gregar, übersetzt von Klaus Paris

Anlässlich der VDG-Tagung hat Joe Gregar einen sehr detaillierten, englischen Vortrag über den Bau einer Schlenk-Vakuuml Linie gehalten. Er enthielt ebenfalls Hintergrund und Geschichte über Wilhelm Johann Schlenk, seinem Erfinder und Namensvetter. Auf Grund limitierter Seitenzahl in den VDG-N finden Sie hier eine Zusammenfassung, der ausführliche Artikel mit dem englischen Original wird zum Download auf der VDG-website angeboten.

## Was ist ein Schlenk-Verteiler?

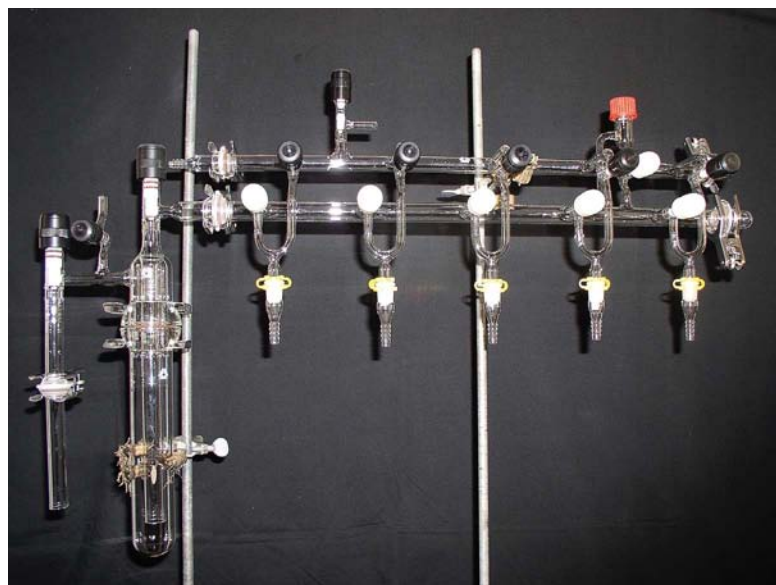
Die Schlenk-Leitung, die auch als Vakuum- / Gasverteiler bekannt ist, ist eine weit verbreitete chemische Apparatur. Es besteht aus zwei Sammelleitungen, die mit mehreren Anschlüssen (Ventilen oder Hähnen) verbunden sind. Eine Leitung ist mit gereinigtem Inertgas und die andere mit einer Vakuumpumpe verbunden. Das Inertgas wird durch einen Öl-Blubberer geleitet und Lösungsmitteldämpfe und gasförmige Reaktionsprodukte werden durch eine Kühlfalle geleitet, um die Vakuumpumpe mit flüssigem Stickstoff oder Trockeneis und Aceton zu schützen. Spezielle Absperrhähne oder Teflon Hähne ermöglichen die Wahl von Vakuum oder Inertgas, ohne dass die Probe an einer separaten Leitung platziert werden muss. Schlenk-Linien sind nützlich, um luftempfindliche Verbindungen sicher und erfolgreich zu bearbeiten, insbesondere die Substanzen, die schneller oxidieren, sich entzünden oder explodieren oder zerfallen und unbrauchbar gemacht werden könnten.

## Warum eine Schlenk Line benutzen?

Schlenk-Linien sind nützlich, um luftempfindliche Verbindungen sicher und erfolgreich zu bearbeiten. Das Vakuum wird auch häufig verwendet, um die letzten Spuren von Lösungsmittel aus einer Probe zu entfernen. Vakuum- und Gasverteiler haben oft viele Anschlüsse und Leitungen und mit Sorgfalt können mehrere Reaktionen oder Operationen gleichzeitig ausgeführt werden. Wenn die Reagenzien sehr oxidationsanfällig sind, können Spuren von Sauerstoff ein Problem darstellen. Dann muss das Inertgas zur Entfernung von Sauerstoff unterhalb der ppm-Konzentration gereinigt werden, indem es durch einen Reduktionskatalysator geleitet wird. Dies ist üblicherweise eine Säule aus Kupfer (I) - oder Mangan (II) -oxid, die mit in dem Inertgas vorhandenen Sauerstoffspuren reagiert.

## Das Gregar Design

Das Gregar-Design ist sehr kompakt und standardisiert, mit allen Ventilen in einer Richtung. Die Verteiler sind mit Teflon-Hochvakuumventilen mit relativ kurzen Ansatzrohren verbunden. Der Schlenk-Verteiler enthält ein Doppelverteilersystem, einen Verteiler für Vakuum und einen zweiten Verteiler für Inertgas. Diese werden durch Hochvakuumventile miteinander verbunden.



Schlenkline – Gregar-Design

## Vorbereitungen

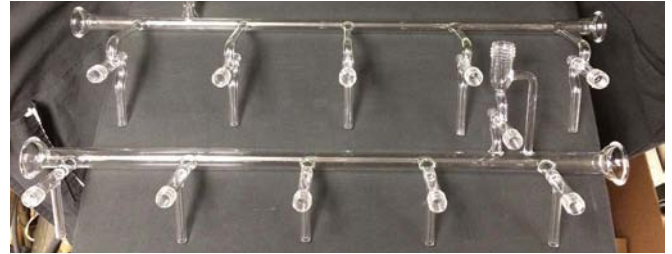
Bereiten Sie alle Teile vor dem Zusammenbau vor. Eine Zeichnung in voller Größe von beiden Leitungen, die alle Ansätze zeigt, ist hilfreich für den Überblick. Alle Rohre und Bauteile werden vor Gebrauch gereinigt. An allen Enden der Rohre werden die Messermarken mit der Flamme entfernt, bevor die Enden feuerpoliert und aufgetrieben werden, um sie an die Verteilerleitungen anzuschmelzen. Die Leitungsteile werden auf die Zeichnung gelegt und alle Ansatzpunkte mit einem Permanentmarker und dann mit einem kleinen Diamantkugelschreiber (z.B. einem Dremel) markiert.

Diese kleine Markierung wird entfernt, wenn das Loch für das Ansatzrohr hergestellt wird.

### Schutzgasleitung

Ich bevorzuge polierte O-Ring-Kugelschliffe für die Enden meiner Verteiler. Durch die Verwendung von Kugelschliffen erreiche ich eine optimale Dichtigkeit und die Möglichkeit, Reinigungsbürsten einsetzen zu können. Für die Schutzgasleitung verwende ich Teflon-Hochvakkumventile mit 4 mm Bohrung. Die Ausrichtung des Ventilsitzes ist sehr wichtig. Der Ventilsitz soll der Vakuumquelle zugewandt sein. Die Ansatzrohre werden gemäß Zeichnung auf Länge geschnitten. Die Ventile werden auf der Oberseite der Leitungen an den geritzten Markierungen angeschmolzen und im Ofen getempert.

Die einzelnen, zusammengebauten Vakuum- und Schutzgasverteilerleitungen wurden vor dem Zusammenbau im Ofen getempert um ein Verziehen, der kompletten (verspannten) Anlage zu vermeiden.



Getemperte Verteilerrohre



Joe Gregar beim Bau der Schutzgasleitung

### Bau des Vakuumverteilerrohres

Bereiten Sie die 90-Grad-Ventile für den Vakuumverteiler vor. Der Ventilsitz muss zur Vakuumquelle zeigen. Der Gewinde-Vakuumadapter wird an der Oberseite eines Ventils angesetzt, ein Stab als Stütze angefügt. Alle Ventile werden an das Vakuumverteilerrohr angesetzt und im Ofen getempert.

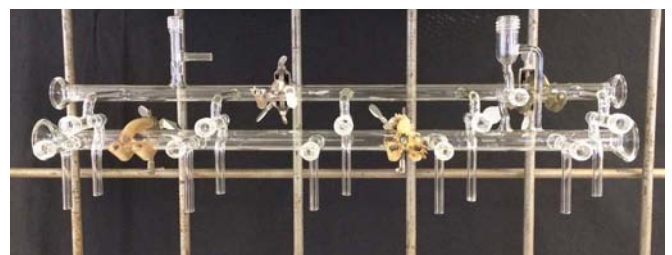


### Montage

Montieren Sie Schutzgas- und Vakuumleitung an einem Stativ. Seien Sie sehr genau in der Ausrichtung der beiden Verteiler vor Beginn des Verbindens der beiden Leitungen. Stellen Sie sicher, dass sie gerade und parallel zueinander sind, der Abstand zwischen ihnen gibt die richtige Ausrichtung für die Platzierung und Höhe der Ventile.



Ventile für die Vakuumleitung



Ausrichtung der Verteilerrohre

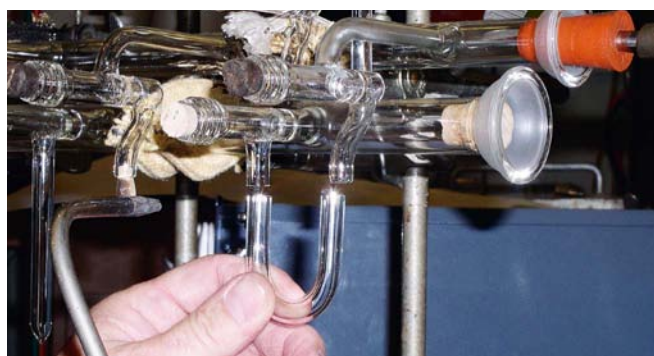
Die beiden Verteiler werden miteinander verbunden, indem U-Rohre als Verbinder verwendet werden. Mittelwandiges Rohr mit AD 9 mm zu U-Rohren für die Verbindungsstücke biegen. Der Abstand oder die Breite zwischen den Rohrenden muss mit dem Abstand zwischen den Gas- und Vakuumventilrohren übereinstimmen. Sie können das U-Rohr mittig mit Schlaucholiven, Schliffen oder Flanschen ergänzen. Halten Sie deren Länge auf ein vernünftiges Minimum, um das Volumen zu reduzieren. Schneiden Sie die U-Rohre auf die passende Länge.



U-Rohre mit Ansätzen

### Führen Sie eine Übung vor dem Verschmelzen durch

Halten Sie das U-Rohr an seinem Platz und benutzen Sie den Handbrenner ohne Flamme zum Üben. Wenn Sie diese Übung durchführen, können Sie feststellen, wo Sie möglicherweise Stellen haben, die Sie mit Ihrem Handbrenner nicht erreichen können. Stellen Sie sicher, dass Sie in der Lage sind, das Rohr für eine vollständige Verschmelzung zu erhitzen. Es sollte kein Bereich nur teilweise verschmolzen sein, es könnte zu einem Leck führen. Sie können auch feststellen, wo Sie versehentlich andere Teile des Verteilers mit der Flamme treffen können. Dies könnte Spannungsrisse erzeugen. Wenn Sie wissen, wo sich die Problemstellen befinden, können Sie diese vorwärmen und während der Bearbeitung besonders aufmerksam beobachten.



„kalte“ Übung vor dem Ansetzen

### Zusätzliche Bauteile für die Schlenkline

Es gibt ein paar Bauteile, die Sie in ein gutes Schlenk-Vakuumverteilersystem integrieren können. Eine Flüssig-Stickstoff-Kühlfalle, um Gase zu kondensieren, damit sie die Vakuumpumpe nicht erreichen. Ein weiteres ist ein Öl-Blubberer, um den Fluss des Inertgases durch das System visuell zu messen. Beachten Sie, dass dieser Blubberer ein Rückschlagventil hat, um zu verhindern, dass Mineralöl in Ihr System fließt, wenn es den Gasdruck verliert.

### Fazit

Die vorgestellte Version erlaubt Ihnen, alle Teile vorher zusammenzubauen und sich anschließend nur um das Verschmelzen der kleinen Rohre zu sorgen, die an den Ventilen oder den Hähnen angebracht werden. Dies verhindert das Einbringen von Spannung in die Gas-Verteiler. Ich hoffe, Sie werden diese Techniken, die ich hier geteilt habe, ausprobieren und Ihre nächste Schlenk-Anlage auf diese Weise gestalten. Sie werden feststellen, dass die Arbeit sehr viel stressfreier ist.



Kühlfalle und Blubberer

### Danksagung

Ich möchte Kevin Moeller für die fotografische Arbeit danken, die mit dieser Arbeit verbunden ist und James Hodgson für die Empfehlung, das Rückschlagventil in den Blubberer zu geben, um damit die Möglichkeit von Ölrückstau in das System zu vermeiden.