

Luft- und Feuchtigkeitsausschluss

Standardapparatur

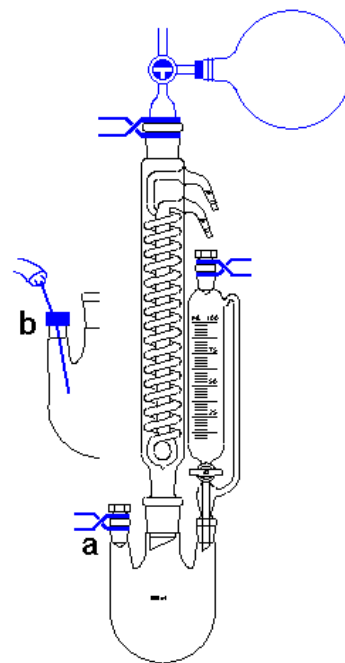
Argon hat Stickstoff als Schutzgas weitgehend verdrängt.

Argon ist etwas teurer als Stickstoff. Dies ist aber nur scheinbar ein ökonomischer Nachteil: Argon ist schwerer als Luft und lässt sich daher in Apparaturen quasi „hineingießen“. Man kommt deshalb mit deutlich weniger Schutzgaseinsatz aus, weil man mit Stickstoff beständig spülen müsste. Für den Einsatz von Argon hat sich die Ballontechnik bewährt, bei der die Apparatur durch einen teilweise mit dem Schutzgas aufgeblasenen Ballon verschlossen wird. Der Ballon übernimmt dabei folgende Aufgaben:

- Durch sein variables Volumen vermag er Änderungen des Gasvolumens in der Apparatur, die z.B. durch Aufsieden entstehen können, abzufangen.
- Er erzeugt in der Apparatur einen schwachen Überdruck von etwa 20 mbar. Durch etwaige Leckagen kann dadurch keine Luft eindringen sondern nur umgekehrt das Schutzgas entweichen.
- Entweichendes Schutzgas signalisiert der Ballon durch Schrumpfen. Man kann also am Ballon erkennen, ob eine Apparatur dicht ist.

Für das Arbeiten unter Argon-Schutzgas wird die **Standardreaktionsapparatur** um die blau eingezeichneten Bauteile erweitert. Wegen des Überdrucks müssen die Stopfen mit Schliffverbindungsklemmen gesichert werden. (Zur Fixierung von Kühler und Tropftrichter lesen Sie bitte in der Anleitung für die **Standardreaktionsapparatur**) Der Tropftrichter ist demgegenüber schwer genug, um von dem Ballondruck nicht aus dem Schliff herausgehoben zu werden¹.

Die Vorgehensweise zum Verdrängen der Luft aus der Apparatur will sorgfältig überlegt sein. Sie können z.B. im Dreihalskolben Substrat und Lösemittel vorlegen und über den linken Seitenhals Argon einleiten. Lassen Sie den Stopfen auf dem Tropftrichter und den Ballon zunächst weg, so dass das schwere Argon die Luft der Apparatur durch Kühler und Tropftrichter hindurch nach oben hinausschieben kann. Ist genug gespült, können Sie den Ablasshahn des Tropftrichters schließen und den Reaktand in den Tropftrichter im Gegenstrom² einfüllen. Danach wird der Tropftrichter verschlossen und nach weiterem kurzen Spülen mit Argon der Ballon aufgesetzt und weiter Argon in die Apparatur hineingedrückt, bis der Ballon etwa zur Hälfte aufgeblasen ist.



Problem:

Sie können jetzt nicht so einfach die Gaseinleitung entfernen und den in der Abbildung eingezeichneten Stopfen (a) aufsetzen, weil sich in diesem Augenblick der Ballon schlagartig entleeren würde. Der Ballon ist deshalb über einen Hahn an die Apparatur angeschlossen. Sie

¹ Rechnen hilft: Der Ballonüberdruck von etwa 20 mbar vermag aus einem NS14-Schliff wegen des kleineren Querschnitts nur Gegenstände bis zu ca. 30 g Eigengewicht herauszudrücken. Bei dem größeren NS29-Schliff sind es dagegen schon etwa 130 g. Der Tropftrichter hat ein Eigengewicht in der Größenordnung von 100 g, kann also aus dem NS-14-Schliff nicht herausgehoben werden. Dimroth-Kühler mit NS-29-Schliff wiegen mehrere Hundert Gramm, ruhen also gegen den Ballondruck ebenfalls fest im Schliff.

² „Gegenstrom“ bedeutet, dass Sie das Argon-Gas weiterhin durch die Apparatur strömen lassen, welches also durch die Öffnung des Tropftrichters austritt - dem eingefüllten Reaktanden also „entgegen strömt“.

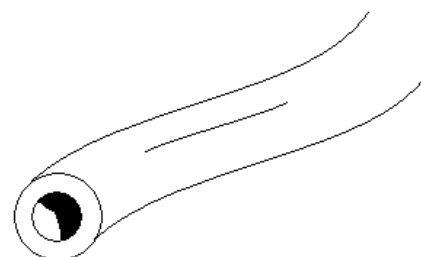
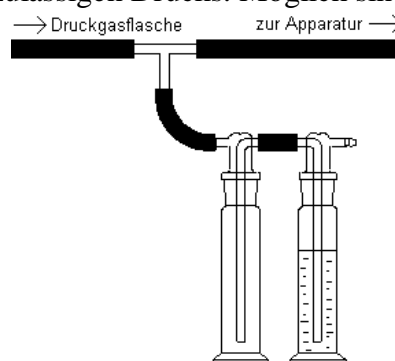
müssen also den Ballon bei dieser Operation kurzzeitig mit dem Hahn von der Apparatur trennen. Wenn Sie rasch handeln, haben sie beim Tausch keinen nennenswerten Lufteinbruch in der Apparatur.

Es bleibt aber ein Nachteil, dass Sie auch bei laufender Reaktion die Apparatur nicht so einfach öffnen können und deshalb nur schwer Zugriff auf den Reaktionsinhalt haben, z.B. um eine Probe zu entnehmen und auf Vollständigkeit der Reaktion zu prüfen. Besser ist es daher, den Seitenhals nicht mit einem Stopfen, sondern z.B. mit einem Septum (b) zu verschließen. Durch das Septum können mehrfach **Kanülen hindurchgestochen** werden, durch die wahlweise Inertgas eingeleitet oder Proben entnommen werden können. Die Einstichöffnung schließt sich nach dem Herausziehen der Kanüle diverse Male lang gasdicht. Bei kleinen Ansätzen können Sie sogar den Tropftrichter ganz einsparen und den Reaktanden ebenfalls mit einer Spritze über das Septum in die Reaktionsmischung hineintropfen lassen.

Geht es darum, den Ballon mit dem Inertgas neu „aufzuladen“, können Sie das auch über den Dreiwegehahn erledigen, mit dem der Ballon an die Apparatur angeschlossen ist. (Überlegen Sie selbst, wie der Dreiwegehahn dazu zu verstellen ist!)

Was Sie falsch machen können

- Leiten Sie das Gas mit dem geringstmöglichen Druck ein. $\frac{1}{2}$ Bar Überdruck sollte nicht überschritten werden. Stehen keine Druckminderventile zur Verfügung, mit denen Sie den maximalen Gasdruck entsprechend begrenzen können, brauchen Sie Sicherheitsmaßnahmen gegen eine Überschreitung des zulässigen Drucks. Möglich sind:
 - Eine **Sicherheitstauchung**. Sie können dazu z.B. eine Waschflasche verwenden. Vorteil: Durch Wahl der Flüssigkeit und durch die Eintauchtiefe des Einleitungsrohres ist der Ansprechdruck genau berechenbar. Nachteil: Mit einer Waschflasche können Sie nur einen kleinen Überdruck realisieren. In der Regel muss außerdem mit einer Sicherheitswaschflasche gegen das Zurücksteigen abgesichert werden³.
 - Ein Bunsenventil. Dieses besteht aus einem 2 - 3 cm längs eingeschnittenen Stück Gummischlauch. So lange in dem Schlauch kein Überdruck herrscht, bleibt der Schnitt durch die elastischen Schnittkanten verschlossen. Bei Überdruck weitet sich der Schnitt und das Gas kann entweichen. Vorteil: Einfacher Aufbau, keine Probleme durch Zurücksteigen. Nachteil: Der Druck, bei dem das Ventil auslöst, ist u.a. von der Länge des Schnitts abhängig und kann deshalb schwer vorhergesehen oder beeinflusst werden. Die Druckbegrenzung mittels Bunsenventil ist selbstverständlich nur bei Inertgasen und nicht bei Reaktandgasen möglich

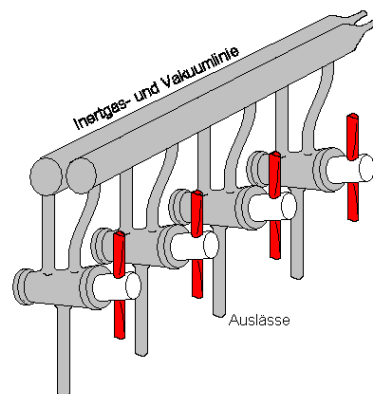


³ Das Zurücksteigen geht schneller als Sie vielleicht denken: Stellen Sie sich vor, sie hätten Probleme mit Ihrer Apparatur, weil Sie mittendrin feststellen, dass sich ein am Apparaturauslass aufgesetztes Trockenrohr zugesetzt hat. Das Lösemittel siedet gerade. Sie wollen das Problem beseitigen und senken erst einmal das Heizbad ab. Das Sieden hört auf aber nun kondensiert im gesamten Gasraum der Lösemitteldampf. Da das Trockenrohr ja dicht ist und das Inertgas - jedenfalls bei sachgerechter Einleitung - nicht schnell genug nachströmt, gibt es kurzzeitig Unterdruck in der Apparatur und der Waschflascheninhalt wird angesaugt.

- Wenn Sie Feuchtigkeit ausschließen sollen, macht es überhaupt keinen Sinn, wenn Sie für die Gaseinleitung Schläuche verwenden, die schon mal als Kühlwasserschläuche verwendet wurden - Das Gas ist hinter solchen Schläuchen auf jeden Fall mit Wasser gesättigt.
- Leiten Sie das Argongas immer so durch die Apparatur, dass es von unten nach oben durch die Apparatur strömt und dabei die vorhandene leichtere Luft vor sich herschiebend nach oben herausschieben kann.

Fortgeschrittene Inertisierungstechniken

Eine andere Methode des Inertisierens ist das mehrmalige abwechselnde Evakuieren eines Reaktionsgefäßes und anschließendes Füllen mit Inertgas. Diese Methode stellt auch die Inertisierung hinterster toter Winkel in der Apparatur sicher. Besonders einfach geht das wahlweise Evakuieren und Befüllen mit Inertgas unter Verwendung sogenannter „Rechen“, die im Prinzip aus mehreren Gasauslässen bestehen, die durch jeweils einen Hahn entweder mit einer Vakuum- oder einer Inertgaslinie verbunden werden können. (Siehe nebenstehende Abbildung.) „Rechen“ sind die Grundlage einer Technik, mit der verschiedene Gefäße gleichzeitig unabhängig voneinander evakuiert oder unter Inertgasüberdruck gesetzt werden können. Das ermöglicht zum Beispiel das Umfüllen von Flüssigkeiten, ohne dass diese dabei Kontakt mit der Luft haben. Die damit verbundene Spritzen-/Septentechnik zählt zu den fortgeschrittenen Labortechniken und ist in einschlägigen Lehrbüchern beschrieben. Sie ist nicht Gegenstand dieser Einführungshinweise.



Käufliche Gasqualitäten

Die Reinheit von Gasen wird mit einer zweistelligen Zahl angegeben. Die erste Ziffer gibt die Anzahl von „Neunen“ an, die man bei einer Gehaltsangabe in Prozent formuliert. Die zweite Ziffer ist identisch mit der ersten Zahlenangabe hinter den „Neunen“.

Beispiele:

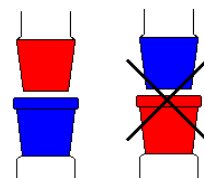
Reinheit 4.6 entspricht: 99,996 % (4 Neunen und dann eine sechs)
 Reinheit 6.0 entspricht: 99,99990 % (6 Neunen und dann eine Null)

Ausschluss von Luftfeuchtigkeit

Nachfolgende Anleitungen gehen davon aus, dass bereits bekannt ist, dass Wasser in der organischen Chemie oft ein Störfaktor ist und dass man daher grundsätzlich z.B. nicht den Rückflusskühler schnell noch mal mit Wasser ausspült, bevor man ihn auf die Apparatur aufsetzt, die z.B. Toluol als Lösemittel enthält.

Wird unter Wasserausschluss gearbeitet, erfordert das in der Regel auch das Arbeiten mit absolutierten Lösemitteln und Reagentien. Feuchtigkeitsfilme auf der hydrophilen Glasoberfläche werden durch Ausheizen beseitigt, wozu es mehrere Wege gibt.

- Ausheizen der Einzelteile im Trockenschrank (z.B. 2 Stunden bei 120 °C). Anschließend wird so heiß wie möglich zusammengebaut.
 Obacht:
 - Keine lösemittelfeuchten Teile („Spülo!“) in nicht explosionsgeschützte Trockenschränke stellen!



- Auch Glas dehnt sich in der Wärme aus. Steckt man einen schon ausgekühlten Schliffkern in eine noch heiße Schliffhülse, fressen beide Schliffe untrennbar fest⁴. Da man normalerweise die Apparatur von unten nach oben aufbaut, macht man es in der Regel automatisch richtig und steckt heißere Schliffkerne in bereits abgekühlte Schliffhülsen.
- Abflammen oder Anblasen mit Heißluft einer bereits fertig aufgebauten Apparatur. Zweckmäßig wird dabei mehrmals evakuiert und mit trockenem Inertgas belüftet. Auch hierbei kann der oben beschriebene Rechen die Arbeit sehr erleichtern.

Kleine Wiederholung: Gummischläuche sind innen **immer** nass! Es sei denn, Sie haben sie gerade frisch von der Materialverwaltung geholt.

⁴ Autobastler wissen, dass man aus dem gleichen Grund keine kalte Zündkerze in einen noch heißen Motor schraubt.