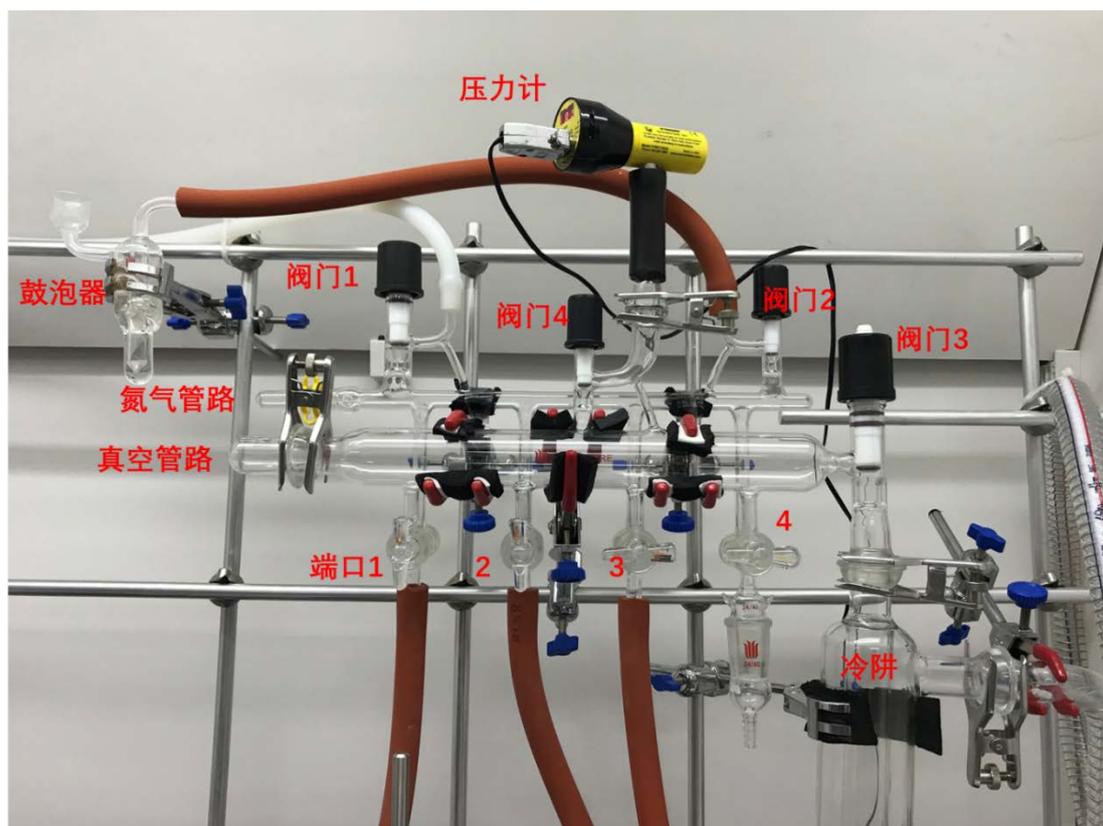


Schlenk Line SOP

一 概述及组成

使用 Schlenk line 可以进行对空气和/或水敏感的反应，可以配置成可输送任何气体的管道，最常使用氩气和氮气为惰性反应提供惰性气氛。Schlenk line 由两个独立的玻璃管组成，顶部管是惰性气体管路，而底部管是真空管路（如下图 1）。



1 氮气管路

氮气通过白色硅胶管由通风柜壁输送入 Schlenk line，可以通过打开管路中的阀门 1（部分旋开底部塞子）将其导入玻璃管，打开管路中的阀门 2，氮气通过红棕色橡胶管路继续通向硅油鼓泡器。鼓泡器隔绝氮气管路与通风柜周围含氧气氛。鼓泡器还可以指示管路中建立的压力平衡。当氮气运行时，如果鼓泡器中无气泡冒出，说明管路中的压力正在增加并可能爆炸。进入鼓泡器的气体流量可通过调节通风柜壁上氮气开关、减压阀及管路中阀门 1、2 进行调整。

2 真空管路

真空管路从真空泵开始，真空泵将气体从真空管路中清除并排出。可以通过阀 3 将泵与真空管路隔离，阀门 3 下面为溶剂阱（冷阱）。真空管路继续经过几个端口 1-4，端口通过红棕色橡胶管与反应瓶连接，可以通过分别打开这些端口将相应反应瓶暴露于真空中。真空管路通过阀门 4 连接一个压力计，测量真空管路内的压力，以便运行真空时对其进行监视，一般要求压力值 <100 mTorr。

3 Schlenk 玻璃器

Schlenk 玻璃器皿是专门制造的，可以承受与 Schlenk 程序相关的温度和压力波动，特别是可以承受高真空而不会爆裂。使用前，应检查玻璃器皿是否有裂纹和缺陷。例如多颈烧瓶，蒸馏头等。

4 杜瓦瓶

杜瓦瓶用于容纳液氮冷却剂，在真空过程中冷却溶剂阱。由特殊类型的玻璃制成，并包含一个真空室，杜瓦瓶应小心安放，防止掉落摔碎，存放在远离过道及壁架的安全区域。

4 真空润滑脂

实验室中使用真空润滑脂（Dow Corning）密封玻璃器皿设置中的所有接缝，以改善阻气性，保持密封。

二 常见安全问题

1 保持压力平衡

正确使用氮气管路时，要保持每个反应瓶与管路内部之间的压力相等，并且与周围环境相比要保持略微的正压（避免氧气进入）。这可以通过调节氮气管路中各个位置的流量阀来实现。**请检查确保有气体从硅油鼓泡器中排出，如果不是，则打开整个管路中的流量调节阀，直到看到气体为止。**没有这种排气，管路中会形成氮气压力，并可能导致玻璃器皿设置

中的塞子，隔垫等爆炸或弹出。如果关闭或减少硅油起泡器的输出，请确保系统中具有替代排气，以免发生危险！注意，如果在同一 Schlenk line 上发生多个反应，则反应瓶的顶部空间会混合，请勿在同一条线上同时运行不兼容的反应。

2 真空泵

真空泵用于在 Schlenk line 产生高真空，主要的安全问题是定期维护，泵油应定期更换，以减轻有机溶剂蒸气的分解。如果泵排出浓烟或难闻的气味，或者泵的性能比平常差，则应立即更换泵油。真空泵应能够在未安装冷却阱的情况下抽出约 70-80 mTorr 的真空，而在安装冷却阱的情况下最多可抽出 30-40 mTorr 的真空。**严禁使用腐蚀性的溶剂（酸，亚硫酸酐，卤素等）和低沸点溶剂。**

3 玻璃器皿破裂

反应所需玻璃器皿在清洁过程中避免使用试管刷，**防止产生划痕**，星形裂纹和细线裂纹会导致玻璃器皿无法正常处理。这些缺陷会削弱玻璃的结构，使其在高压/低压（真空）情况下爆裂。在使用玻璃器皿之前，应仔细检查这些缺陷。

4 加热/冷冻瓶

加热时，必须要有排气装置，以确保反应瓶中的压力不会升高到很高或降低到很低的水平。很少需要对封闭的系统进行加热/冻结，如果有的话，应该非常小心地进行！

5 液氮：液氮是一种低温冷却剂，用于防止有机溶剂进入泵油。其温度为-196 °C，因此应避免皮肤接触。接触可能会导致灼伤和水泡。处理和倒入液氮时，应使用绝热手套。

6 冷凝氧 (Never Open The Vacuum Line To The Air When The Cold Trap Is In Place)

这是与 Schlenk line 使用相关的最危险的危害。当来自周围环境的空气通过真空管路吸入然后由冷阱中的液氮冷却时，液态氧会沉积到冷阱中。液态氧极易反应，不但可能会与冷阱中的有机溶剂发生爆炸性反应，而且由于正常加热而导致的气体膨胀会在 Schlenk line

内积聚压力并引起爆炸。

Schlenk line 使用过程中冷凝氧的产生有三种途径：(1) 使用结束后，先关闭真空泵、后移除杜瓦瓶，则空气会在冷阱中凝结。(2) 使用开始前，先用液氮冷却冷阱，再打开真空泵。(3) 真空管路中有泄漏，则氧气会在使用过程中可能会凝结，所以要时刻关注压力计的变化，如果压力突然上升，请尽快关闭管线。**因此，使用时先开真空泵，待压力降至 100mTorr 后再用液氮冷却冷阱，使用结束后务必先移除杜瓦瓶再关闭真空泵。**

液态氧具有非常明显的淡蓝色。如果怀疑有氧气凝结，请立即移除杜瓦瓶，关闭真空，将系统联通大气，关闭通风柜门，警告其他实验人员存在爆炸危险。等杜瓦瓶中的氮气消散时，系统缓慢升温，恢复到室温后，认为仍然很危险，因为可能会形成过氧化物。用水将冷阱冲洗干净，可用过氧化物试纸测试洗液，如果存在过氧化物，在处理废物之前，先用硫代硫酸钠或亚硫酸钠中和。只有不正确的使用 Schlenk line 才会发生 O_2 冷凝，在操作之前，请先进行思考和仔细检查。

三 典型的无氧操作步骤

1 清洁并干燥玻璃器皿。清洁的玻璃器皿及磁子在转移到 Schlenk line 之前应放置在干燥箱中 $60\sim 80\text{ }^\circ\text{C}$ 至少 30 分钟。在等待时，可以执行第 2-4 步。

2 一般情况下管路上阀门 1-4 为打开状态，端口 1-4 关闭，启动真空泵，压力计上的值应迅速减小。如果气压值不低于 100 mTorr，请关闭真空泵，检查溶剂阱和所有检修口上的 O 形圈或在端口 1-4 或其他玻璃接口处涂抹真空脂。如果确定管路没有问题，检查泵油。

3 打开 N_2 调节阀，确保有气体通过鼓泡器。

4 用液态 N_2 冷却阱。最安全的方法是用液态 N_2 填充两个适当大小的杜瓦瓶（约 $1/3$ ）。将杜瓦瓶升到冷阱上并用夹具固定。第三个杜瓦瓶充满液态 N_2 ，小心地将液态 N_2 倒入夹紧的杜瓦瓶中，直到充满为止。将毛巾缠在顶部，塞入陷阱夹中固定。压力表读数应小于 40

mTorr。

5 戴上防热手套,从烘箱中取出玻璃器皿。组装玻璃器皿时,用真空油脂润滑所有接头。用力推动并扭转接头,以确保良好的密封(完全密封后,能够看到油脂完全覆盖了接头)。完成后,使用红棕色橡胶管将反应瓶连接到 Schlenk line。如果玻璃器皿仍然很热,可调节端口将其暴露在真空中,直到玻璃器皿冷却至室温。这会消除粘附在玻璃内部的表面水。避免同一时间让多个反应体系暴露在真空中,这不仅会导致气体污染,而且还会导致不可靠的压力读数,此外还会更加难以寻找泄漏点。

6 真空压力表 $< \sim 60$ mTorr 时可关闭真空入口,缓慢打开氮气入口,这一过程称为回填。一般抽空并回填三遍以确保全氮环境,然后保持氮气状态。

7 反应过程中如果需要添加试剂的情况: a: 添加固体试剂: 确保系统处于强氮气流下,打开最方便的通道(比如塞子),然后添加固体试剂。 b: 添加液体试剂: 如果需要最小化暴露,可以将溶剂通过注射器转移到反应瓶中。

8 如果必须加热或冷却系统,请确保已采取适当的压力预防措施。

如果反应时间很长,并且不再使用真空管路,则可取下并解冻冷阱,关闭真空泵,释放压力。如果反应时间很长,并且涉及真空管路,请确保定期用氮气填充杜瓦瓶。另一个常见的现象是,当从真空管路上抽出溶剂时,管路中的压力会增加。这是因为冷阱太满了。

如果抽真空时间很长, N_2 也需保持开启状态,维持系统正压,防止空气进入系统。

9 反应结束,关闭所有端口及氮气。移除杜瓦瓶,再关闭真空。若冷阱中有溶剂,解冻后,将被捕集的溶剂倒入废液中,然后用丙酮和氮气流清洗冷阱。