

Manual for PHIPPol 1

This is the online version of the manual that should be constantly updated.

Chemicals in use

The following chemicals are used for hydrogenation, precipitation and cleaning:

- Acetylenedicarboxylic Acid ($C_4H_2O_4$): [MSDS EN](#), [MSDS DE](#)
- Acetylenedicarboxylic Acid Monopotassium Salt (C_4HKO_4): [MSDS EN](#) [MSDS DE](#)
- Sodium sulfite (Na_2SO_3): [MSDS EN](#) [MSDS DE](#)
- Tris(acetonitrile)pentamethylcyclopentadienylruthenium(II) hexafluorophosphate ($C_{11}H_{14}N_3RuPF_6$): [MSDS EN](#) [MSDS DE](#)
- Hydrochloric acid (HCl): [MSDS EN](#) [MSDS DE](#)
- Sodium hydroxide ($NaOH$): [MSDS EN](#) [MSDS DE](#)

These chemicals are used in amounts of 0.1 to 5 g and are stored in the chemical fume hood in the Polarizer Lab in O27/0213.

German version from the safety documents

Betriebsanleitung PHIP-Polarisator

Beschreibung Polarisationsprozess

In dem PHIP-Polarisator wird Parawasserstoff verwendet um Kernspins in organischen Molekülen zu polarisieren. Hierfür wird der Parawasserstoff mittels einer Hydrier-Reaktion in ein ungesättigtes organisches Molekül eingebracht. Anschließend wird die Spinordnung der Parawasserstoff-Kerne mittels Modulation eines Magnetfeldes in Magnetisierung eines oder mehrerer Spins des Edukts umgewandelt. Der Parawasserstoff wird von einer externen Quelle erzeugt und mittels Gasdruckflaschen bei Drücken von bis zu 60 bar zugeführt.

Ablauf der Polarisation

1. Vorbereiten der Anlage:
 1. Entfernen aller Zündquellen aus der Umgebung der Anlage
 2. Einschalten und Überprüfung der Gaswarnanlage
 3. Einschalten der Ventilsteuerung und aller sonstigen Steuergeräte
 4. Überprüfung der Absaugeinrichtung an der Anlage und des Funktionierens der Laborlüftung
 5. Installation des Reaktorgefäßes mit den zu polarisierenden organischen Molekülen
 6. Überprüfung aller Gasverbindungen auf Dichtheit und aller Schraubverbindungen auf

- feste Verschraubung
- 7. Funktions- und Dichtigkeitstest des Betriebsablaufes mittels eines Inert Gases, inklusive Tests aller Abfluss Geschwindigkeiten
- 2. Anschließen der Parawasserstoffquelle in verschiedenen Konfigurationen:
 - 1. Direkter Anschluss eines Generators von Parawasserstoff. In diesem Fall ist eine getrennte Gefährdungsbeurteilung und ein getrenntes Explosionsschutzdokument für den Parawasserstoffgenerator nötig.
 - 2. Direkter Anschluss einer Druckgasflasche mit einem Volumen, welches 2,5l nicht überschreitet.
 - 3. Anschluss einer Druckgasflasche mit einem Volumen von größer 2,5l. In diesem Falle hat die Lagerung der Druckgasflaschen in einem dafür geeigneten Sicherheitsschrank zu erfolgen. Die entsprechenden Vorschriften sind dem Dokument TRGS 510 zu entnehmen.
- 3. Spülen der Anlage:
 - 1. Einstellung des Nadelventil zur Entlüftung überprüfen
 - 2. Alle Einlass-Ventile schließen
 - 3. Gesamtsystem mit Inertgas spülen
 - 4. Inertgas ablassen
 - 5. Gasventil an der Druckgasflasche öffnen
 - 6. Gasventil zur Entlüftung in die Absaugung für 10s öffnen
 - 7. Gasventil zur Entlüftung schließen
 - 8. Gasventil an der Druckgasflasche schließen
- 4. Polarisation der organischen Moleküle:
 - 1. Gasventil an der Druckgasflasche für den Parawasserstoff öffnen
 - 2. Systemdruck von Parawasserstoff und Inertgas überprüfen
 - 3. Polarisation der organischen Moleküle im Reaktorgefäß durch Ventilsteuerung
 - 4. Ablassen des Wasserstoffs in die Absaugeinrichtung
 - 5. Fluten des Gesamtsystems mit mindestens 10 bar Inertgas
 - 6. Ablassen des Inertgases in die Absauganlage.
 - 7. Fluten des Gesamtsystems mit mindestens 10 bar Inertgas
 - 8. Alle Gasventile schließen
 - 9. Pneumatische Entnahme der Reaktionslösung mittels Inertgas-Überdruck
- 5. Ausschalten der Anlage:
 - 1. Überprüfung, dass alle Gasventile an den Zuführungen und Auslässen sowie an den Druckgasflaschen selbst geschlossen sind
 - 2. Ablassen allen von verbleibendem Gas in die Absauganlage
 - 3. Fluten des Gesamtsystems mit mindestens 10 bar Inertgas
 - 4. Ablassen des Inertgases in die Absauganlage.
 - 5. Fluten des Gesamtsystems mit mindestens 10 bar Inertgas
 - 6. Entfernen der Wasserstoff-Druckgasflaschen
 - 7. Abschalten der Ventilsteuerung und aller sonstigen Steuergeräte
 - 8. Abschalten der Gaswarnanlage

Druckprüfung der Anlage

Nach jeder baulichen Veränderung an den Teilen des PHIP-Polarisators, welche mit Wasserstoff in Berührung kommen können, ist eine Druckprüfung durchzuführen. Hierzu wird die gesamte Anlage mit einem inerten Gase unter Druck gesetzt und es wird überprüft ob der Druck im System gehalten wird. Als Gas wird entweder Stickstoff oder Helium bei dem maximalen Arbeitsdruck der Anlage (65 bar) verwendet. Die Auslass- und Spül-Ventile müssen geschlossen sein, während die internen Ventile

der Anlage geöffnet sein müssen. Zusätzlich ist bei der ersten Inbetriebnahme nach der Druckprüfung der Aufbau mit einem Gasdetektor an allen Verbindungen und Ventilen zu überprüfen. Sollten Lecks gefunden werden, sind diese erst komplett zu verschließen, bevor die Anlage in Betrieb genommen werden darf.

From:

<https://wiki.nvision-imaging.com/> - **NVision Wiki**

Permanent link:

https://wiki.nvision-imaging.com/doku.php?id=setup_log:phippol1:h2_safety>manual

Last update: **2020/12/16 09:58**

