

Betriebsanweisung Lösungsmittel- Destillationsanlagen

erstellt am 20.07.2021 von Dr. Jan Freudenberg

Unterschrift des / der Bereichsverantwortlichen:

Anwendungsbereich

Destillen ab einem Kolbenvolumen von 1 Liter, die dauerhaft oder zeitweise aufgebaut sind und keiner regelmäßigen Kontrolle unterliegen

Gefahren für Mensch und Umwelt



- Gesundheitsgefährdung durch eingesetzte Gefahrstoffe.
- Gefährdung durch Brände und Explosionen (durch eingesetzte Gefahrstoffe).
- Gefährdung durch heiße Anlagenteile / Wärmeträger.
- Gefährdung durch elektrische Betriebsmittel und elektrostatische Entladungen.

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln



- Die Kenntnis der Stoffeigenschaften aller eingesetzten Stoffe ist erforderlich. Jede Destille ist gemäß den Vorgaben der Gefahrstoffverordnung zu beschriften und zu kennzeichnen.
- Jede Apparatur ist so aufzubauen, dass die verwendete Heizquelle (Ölbad, Heizpilz) im Bedarfsfall jederzeit entfernt werden kann.
- Die verwendete Heizquelle muss eine exakt ansteuerbare Temperatur- oder Leistungsregelung besitzen (Ölbadsteuerung über Kontaktthermometer, Heizpilzleistungsregelung über Potentiometer).
- Ölgefüllte Glasschalen auf heizbaren Magnetrührern / Heizplatten sind nicht zulässig.
- Jede Destille ist vorn und seitlich mit Schutzscheiben o.ä. abzuschirmen, sofern sie nicht innerhalb eines Abzugs aufgebaut ist.
- Der Rückflusskühler jeder Destille (Kühlschlange möglichst aus Edelstahl) benötigt an seinem oberen Ende zwei Ausgänge mit Schliff, von denen der in gerader Linie nach oben zeigende Ausgang (mit einem nicht gesicherten Stopfen verschlossen) als Überdruck-Notventil dient. Auf den seitlichen Ausgang ist ein Trockenrohr mit nichtklumpendem Trockenmittel (z.B. Orangegel) oder ein quecksilberfreier Überdruckblubber aufzustecken, an den die ggf. notwendige Schutzgaszu- und -abführung angeschlossen werden kann.
- Der elektrische Anschluss einer Destille darf nur über ein Kontrollgerät vorgenommen werden, das ausreichenden Kühlwasserfluss, voreingestellte Sumpftemperatur im Kolben, möglichen Dampfdurchbruch im Kühler (bei Tiefsiedern mit Sdp. < 50 °C) kontinuierlich überwacht. Bei Betriebsstörung muss das Kontrollgerät den Destillationsvorgang irreversibel beenden.
- Jede Destille ist vom Arbeitsgruppenleiter einer bestimmten und für sie verantwortlichen Person zuzuordnen; für die verantwortliche Person ist eine Stellvertretung zu benennen.
- Eine Inbetriebnahme der Destille darf nur nach vorheriger Rücksprache mit dem Verantwortlichen erfolgen. Jeder Destillationsvorgang ist zu protokollieren (Benutzerliste).
- Die maximale Größe des Destillationskolbens von 4 Litern darf nur nach Rücksprache mit der Abteilung Arbeitssicherheit im Einzelfall überschritten werden.
- Alle zur Trocknung über reaktiven Trockenmitteln (K, Na, Na/K, LiAlH etc.) vorgesehenen Lösungsmittel müssen ausreichend vorgetrocknet sein.
- Die am Destillationsparameter-Überwachungsgerät voreinzustellende maximale Sumpftemperatur darf höchstens 10 °C über die Siedetemperatur des verwendeten Lösungsmittels eingestellt werden.
- Bei verstärkter Sumpfbildung oder ungleichmäßigem Sieden ist der Destillationskolben nach Abdestillieren des Lösungsmittels zu reinigen, keinesfalls darf neues Trockenmittel oder Lösungsmittel nachgefüllt werden.
- Die Temperatur eines zur Heizung eingesetzten Ölbad darf die Siedetemperatur des verwendeten Lösungsmittels höchstens um 30 °C, beim Betrieb einer Kolonne um 40 °C, und eine Höchsttemperatur von 180 °C nicht überschreiten.

Verhalten bei Störungen

- Bei Störungen Betriebsmittel abstellen.
- Kühlung muss nach Abschaltung solange wirken, bis die Verdampfung beendet ist.
- Für Brandfälle Löschmittel (CO₂, Pulver, ggf. Sand) in ausreichender Menge bereithalten

Erste Hilfe



Notruf 112

- Unfallstelle sichern. Ersthelfer verständigen, ggf. Notarzt rufen. Eintreffendes Hilfspersonal auf eventuell bestehende Gefahren hinweisen.
- Maßnahmen je nach Verletzung einleiten. Informationen über die Eigenschaften der eingesetzten Stoffe für Arzt und Helfer bereithalten (Gefahrstoff-Betriebsanweisungen, Sicherheitsdatenblätter).

Instandhaltung

- Instandhaltung, Wartung und Reparaturen nur durch sachkundiges Personal.

