



Institut:

Arbeitsgruppe / -kreis:

BETRIEBSANWEISUNG

Tätigkeitsbezogen

Tätigkeit

Merkblatt: Lösungsmittel-Destillationsanlagen

(ab einem Destillationskolbenvolumen von 1 Liter, die nicht regelmäßig kontrolliert werden.)

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln

- Eine regelmäßige Kontrolle ist nur bei ständiger Anwesenheit fachkundigen Personals gewährleistet.
- Technische Voraussetzung**
- Jede Apparatur ist so aufzubauen, dass die verwendete Heizquelle (Ölbad, Heizpilz) im Bedarfsfall jederzeit nach unten entfernt werden kann.
 - Die verwendete Heizquelle muss eine exakt zu steuernde Temperatur- oder Leistungsregelung besitzen (Ölbadsteuerung über Kontaktthermometer, Heizpilzleistungsregelung über Potentiometer).
 - Die Verwendung ölgefüllter Glasschalen als Wärmeüberträger auf beheizten Magnetrührern oder auf Heizplatten ist 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 Schliffhülsen, von denen die senkrecht nach oben zeigende mit einem nicht gesicherten Stopfen zu verschließen ist; sie dient als Überdruck-Notventil.
 - Auf die nach der Seite gerichtete Hülse ist ein Trockenrohr mit nichtklumpendem Trockenmittel oder ein quecksilberfreier Überdruckblubber aufzustecken, an den im Bedarfsfall eine Schutzgaszu- und ableitung angeschlossen werden kann.
 - Der elektrische Anschluss einer Destille darf nur über ein Kontrollgerät vorgenommen werden, das folgende Betriebsparameter kontinuierlich überwacht: Kühlwasserfluss, Sumpftemperatur im Destillationskolben, Dampfdurchbruch im Kühler (bei tiefsiedenden Stoffen mit Sdp. < 50 °C).
 - Bei einer Betriebsstörung muss das Kontrollgerät den Destillationsvorgang irreversibel beenden.



Institut:

Arbeitsgruppe / -kreis:

Organisatorische Voraussetzung

- Vom Laborleiter müssen für jede im nicht regelmäßig kontrollierten Dauerbetrieb laufende Destillationsapparatur eine sachkundige Person sowie ein Stellvertreter benannt werden, die für die Organisation und Funktionsfähigkeit der gesamten Anlage zuständig sind.
- Soll die Apparatur von einer anderen Person betrieben werden, darf dies nur nach Absprache mit dem Zuständigen erfolgen.
- Dem Zuständigen müssen die fachliche Qualifikation und der Name des jeweiligen Betreibers bekannt sein.
- Für den Betrieb und die Handhabung jeder Destille ist eine Technische Betriebsanweisung zu erstellen, in der neben bereichsbezogenen Detailangaben und den in Betriebsanweisungen für Gefahrstoffe üblichen stoffspezifischen Punkten (Gefahrstoffbezeichnung, Gefahren für Mensch und Umwelt, Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln, Verhalten im Gefahrfall, Erste Hilfe, Sachgerechte Entsorgung) die exakte Handhabung für Inbetriebnahme und Kontrolle der Apparatur enthalten sind.
- Jede Destille ist gemäß den Vorgaben der Gefahrstoffverordnung zu beschriften und zu kennzeichnen.
- Jeder Destillationsvorgang ist zu protokollieren (Benutzerliste).
- Alle zur Absolutierung vorgesehenen Lösungsmittel müssen ausreichend vorgetrocknet sein.
- Die Sumpftemperatur ist zu überwachen. Sie darf höchstens 10 °C über der Siedetemperatur des verwendeten Lösungsmittels liegen.
- Bei ungleichmäßigem Sieden („Stoßen des Lösungsmittels“) muss der Destillationsvorgang abgebrochen und der Destillationskolben vom Sumpf befreit werden. Keinesfalls dürfen Siedehilfen oder Trockenmittel vor Entfernen des Sumpfes nachgelegt oder neues Lösungsmittel nachgefüllt werden.
- Die Temperatur eines zur Heizung eingesetzten Ölbad es 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.