



Betriebsanweisung Druckreaktoren und Hydrierapparat

Die 5 Druckreaktoren der Serie 4560 (Hersteller: PARR INSTRUMENT COMPANY) und der Hydrierapparat PARR 3911 dienen der sicheren Umsetzung von Substanzen, von denen mindestens eine unter Reaktionsbedingungen gasförmig und unter erhöhtem Druck vorliegt. Da in den Druckreaktoren der Serie 4560 vorwiegend und im Hydrierapparat PARR 3911 ausschließlich Wasserstoff als Gas umgesetzt wird, werden diese Geräte im Folgenden als Hydriertechnik bezeichnet. Für diese Hydriertechnik gelten die Druckbehälterverordnung, das Merkblatt "Wasserstoff" M 055 der BG d. chem. Industrie, diese Betriebsanweisung sowie die Betriebsanweisung nach § 20 der Gefahrstoffverordnung des Instituts für Organische Chemie "Allgemeine Laborordnung für Forschungslaboratorien und Studentenpraktika" und die Betriebsanweisung für die Räume der zentralen Gasversorgung und die Räume mit Entnahmestellen für Wasserstoff. Es gelten als Zusätze zu dieser Betriebsanweisung die PARR "4560 Series Instruction Manuals" für die Druckreaktoren und die PARR "Operating Instructions for Series 4840 Temperature Controllers", weiterhin die PARR "Operating Instructions for 3911 & 3921 Hydrogenation Apparatus" und ihre jeweiligen Übersetzungen in deutsch.

Diese Bestimmungen sind von allen die Hydriertechnik benutzenden Personen einzuhalten! Die Nutzung der Hydriertechnik ist Angehörigen bzw. Studierenden des Instituts für Organische Chemie nur gestattet, wenn sie vorher theoretisch und praktisch durch den Verantwortlichen für die Hydriertechnik unterwiesen wurden und die Kenntnis dieser Betriebsanweisung durch Unterschrift bestätigt haben. Die Nutzung der Hydriertechnik durch Personen, die nicht dem Institut für Organische Chemie angehören, bedarf der Zustimmung des Institutsdirektors und gegebenenfalls weiterer Festlegungen. Der Verantwortliche für die Hydriertechnik ist allen diese Technik nutzenden Personen gegenüber weisungsberechtigt. Er ist verantwortlich für den gesundheits-, arbeits- und brandschutzgerechten Zustand der gesamten Hydriertechnik. Regelmäßige Dichtheitsprüfungen aller H₂-Druckgasleitungen von der Gasversorgung zur Hydriertechnik, ihrer Verschraubungen, der Ventile und die Wartung der Druckreaktoren veranlasst bzw. kontrolliert der Verantwortliche für die Hydriertechnik oder führt sie selbst durch! Undichte Systeme sind sofort außer Betrieb zu nehmen und zu reparieren. Ihre weitere Nutzung ist erst nach erfolgter und bestandener Dichtheitsprüfung wieder erlaubt.

Institutsdirektor: Prof. Dr. P. Metz

Verantwortlicher für die Hydriertechnik: Dr. Yuzhou Wang (Lab. 104, Tel. 35518)

Wichtige Rufnummern:

Feuer: von jedem Telefon aus innerhalb der TU: 112

Unfall: von jedem Telefon aus innerhalb der TU: 112 ,
Rettungsleitstelle: 0/8042251

Technische Havarie: von jedem Telefon aus innerhalb der TU: 34515

Besonderheiten für die Nutzung der Hydriertechnik:

Die Hydriertechnik wird ausschließlich stationär in folgenden Räumen des Instituts genutzt:

- E44 Giftraum: Druckreaktor 4562M - Herst.-Nr. 21622 (Volumen 450 ml, zulässiger Betriebsdruck 203 bar, Baujahr 2000) und Druckreaktor 4565M - Herst.-Nr. 21623B (Volumen 100 ml, zulässiger Betriebsdruck 203 bar, Baujahr 2001). In diesen Reaktoren dürfen ausschließlich Substanzen hydriert bzw. umgesetzt werden, die keine Schwefel- oder Selenverbindungen sind und wo das gesamte Reaktionsgemisch frei von schwefel- oder selenhaltigen Verunreinigungen ist.
- 145 Hydrierraum: Druckreaktor 4562M - Herst.-Nr. 6059 (Volumen 450 ml, zulässiger Betriebsdruck 207 bar, Baujahr 1994) und Druckreaktor 4565M - Herst.-Nr. 6058 (Volumen 100 ml, zulässiger Betriebsdruck 207 bar, Baujahr 1994) und Hydrierapparat PARR 3911 - Herst.-Nr. 0901 (Volumen 250 oder 500 ml, zulässiger Betriebsdruck 4,14 bar = 60 psig, Baujahr 2000).
- 146 Giftraum: Druckreaktor 4565M - Herst.-Nr. 21623A (Volumen 100 ml, zulässiger Betriebsdruck 203 bar, Baujahr 2001).

Allgemeine Vorsichtsmaßnahmen beim Betrieb der Hydriertechnik:

- Die Hydriertechnik darf nur benutzt werden, wenn die Raumb- und -entlüftung mit voller Leistung läuft.
- Das Beschicken, Verschließen, Füllen, Aufheizen, Entspannen und Öffnen der Druckgefäße hat unter strikter Einhaltung der jeweiligen Bedienungsanleitungen zu erfolgen.
- Bei Verwendung sehr aktiver (pyrophorer) Hydrierkatalysatoren und brennbarer Lösungsmittel ist unter Schutzgas zuerst der Katalysator in das Druckgefäß zu geben und danach das Lösungsmittel. Nach dem Verschließen des Druckgefäßes sollte in diesen Fällen vor dem Füllen mit Wasserstoff der Druckreaktor nochmals mit Stickstoffschutzgas gespült werden.
- Bei der Beschickung mit Lösungsmitteln und Chemikalien ist unbedingt die Beständigkeit der Druckreaktormaterialien gegenüber diesen unter Reaktionsbedingungen (s. Bedienungsanleitung) zu beachten. Bei wässrigen Lösungen darf das eingefüllte Lösungsvolumen maximal 1/2, bei allen anderen Lösungsmitteln maximal 2/3 des Volumens des Druckreaktors betragen.
- Die Dichtfläche der PTFE-Dichtung im Druckreaktorkopf und die Edelstahldichtfläche am Druckreaktorkörper müssen vor dem Verschließen des Druckreaktors sauber und trocken sein. Diese Flächen dürfen keine Kratzer oder eingepresste Katalysatorpartikel aufweisen. Um die PTFE-Dichtung möglichst lange (mind. 30x Öffnen und Schließen) funktionstüchtig zu halten, sind die 6 Verschlusschrauben an den Klemmbacken beim Verschließen stets erst fingerfest und danach immer die gegenüberliegenden Verschlusschrauben mit dem Schraubenschlüssel mäßig fest (am besten mit einem Drehmomentschlüssel, s. Bedienungsanleitung) anzuziehen. (Beim Öffnen sind auch immer die gegenüberliegenden Verschlusschrauben mit dem Schraubenschlüssel zu lösen.)
- Der verschlossene, noch drucklose Druckreaktor ist behutsam in den Heizmantel bzw. Schutzmantel einzusetzen.
- Das Füllen des Druckreaktors mit Wasserstoff darf nur erfolgen, wenn über eine flexible Wendel aus einer Edelstahldruckkapillare oder einen flexiblen Druckschlauch eine sichere und dichte Verbindung zwischen der lokal nächsten H₂-Versorgungsarmatur und dem Druckreaktoreinlassventil hergestellt wurde und das Druckreaktorablassventil über einen Abgasschlauch mit der Schlauchtülle der Abgasleitung verbunden wurde.
- Der am Druckreglerventil der H₂-Versorgungsarmatur voreingestellte H₂-Druck darf nur vom Verantwortlichen für die Hydriertechnik oder von ihm beauftragten, speziell qualifizierten Personen verändert werden und darf nie 172,6 bar (zulässiger Maximaldruck für den flexiblen Druckschlauch A495HC) überschreiten.
- Der bei geschlossenem Entspannungsventil und leicht geöffnetem Füllventil der H₂-Versorgungsarmatur mit dem Druckreaktoreinlassventil eingestellte Ausgangsdruck muss so gewählt werden, dass der maximale Reaktionsdruck stets unter dem zulässigen Betriebsdruck bleibt! (Bei hohen Reaktionstemperaturen reduzieren sich die zulässigen Maximaldrücke, s. Betriebsanleitung.)
- Es ist verboten, unter Druck stehende Druckreaktoren aus der Apparatur zu entnehmen, sie zu bewegen oder zu transportieren!
- Ein relativ rascher Abfall des eingestellten Ausgangsdrucks, ohne dass der Rührer und die Reaktorheizung eingeschaltet wurden, weist auf eine Undichtheit des Druckreaktors hin. Wurde Undichtheit festgestellt (Gasleckspray oder aufgeschäumte Seifenlösung) ist der Druckreaktor

- sofort zu entspannen und die Undichtheit ist am drucklosen, entleerten Reaktor durch qualifiziertes Werkstattpersonal oder den Verantwortlichen für die Hydriertechnik zu beseitigen.
- Ein Nachspeisen von Wasserstoff aufgrund des reaktionsbedingten Druckabfalls, darf nur erfolgen, wenn gesichert ist, dass der Fülldruck an der H₂-Versorgungsarmatur höher als der Reaktionsdruck im Druckreaktor ist.
 - Wenn kein Nachspeisen von Wasserstoff vorgesehen ist, sollte die Verbindung zwischen der H₂-Versorgungsarmatur und dem Druckreaktoreinlassventil unmittelbar nach dem Füllen entspannt und am Druckreaktoreinlassventil gelöst werden. Zum Entspannen des Druckschlauchs oder der Druckkapillare sind das Füllventil der H₂-Versorgungsarmatur und das Druckreaktoreinlassventil zu schließen und das Entspannungsventil der H₂-Versorgungsarmatur sehr vorsichtig und langsam zu öffnen. Nachdem dieses Ventil völlig geöffnet ist, kann der Druckschlauch oder die Druckkapillare am Druckreaktoreinlassventil abgeschraubt werden.
 - Der Ausgang der am Druckreaktorkopf montierten Sicherheitseinrichtungen (Berst-scheiben, bzw. Sicherheitsventile) ist mit einem nach hinten unten weisenden Metallrohrkrümmer versehen, der nie entfernt werden darf. Wenn nicht mit großer Wahrscheinlichkeit durch die Reaktionsführung ausgeschlossen werden kann, dass die Sicherheitseinrichtung anspricht (Erreichen oder Überschreiten des zulässigen Betriebsdrucks), ist auf diesen Metallrohrkrümmer ein dickwandiger Schlauch aufzu-stecken, der in dem nächsten Abzug endet.
 - Bei kritischem, nicht vorhersehbarem Reaktionsverlauf (z. B. bei zu erwartender starker Exothermie) muss die gesamte Druckreaktorapparatur im Abzug aufgebaut werden, und die Reaktion ist bei geschlossener Frontscheibe des Abzugs durchzuführen.
 - Zum Schutz des Magnetantriebs ist dessen Kühlmantel ständig mit Kühlwasser über die Schlauchanschlüsse zu versorgen, sobald die Reaktionstemperaturen 100 °C überschreiten.
 - Nach dem Reaktionsende muss man den Reaktor auf Raumtemperatur abkühlen lassen, bevor entspannt werden darf!
 - Zum Entspannen wird das über einen Abgasschlauch mit der Schlauchtülle der Abgas-leitung verbunden Druckreaktorablassventil sehr vorsichtig und langsam geöffnet. Am durchsichtigen Abgasschlauch kontrolliert man, dass das Entspannen genügend langsam erfolgt: Es darf keine Flüssigkeit in die Abgasleitung gelangen. („Kotzen beim Entspannen“ ist zu vermeiden.)
 - Vor dem Öffnen ist nochmals zu prüfen, ob der Druckreaktor wirklich drucklos ist. Bei Hydrierungen mit pyrophoren Katalysatoren sollte der entspannte Druckreaktor vor dem und beim Entleeren mit Stickstoffschutzgas gespült werden.
 - Bei absehbarer längerer Nichtnutzung der H₂-Versorgungsarmaturen ist die unter 200 bar stehende Zuleitung zwischen der zentralen Gasversorgung und diesen H₂-Versorgungsarmaturen auf ca. 20 bar zu entspannen. Dazu wird das Hauptventil an der Druckgasflasche in der zentralen Gasversorgung geschlossen und die Zuleitung über eine H₂-Versorgungsarmatur entspannt, deren Anschluß zur Druckreaktorfüllung mit einem Verschlussstopfen zugeschraubt sein muß. Dann wird bei leicht geöffnetem Füllventil der H₂-Versorgungsarmatur das Entspannungsventil sehr vorsichtig und langsam geöffnet, so dass der ausströmende Wasserstoff von der Absaugung quantitativ abgeführt wird und ein Auslösen des H₂-Gasalarms für den Raum vermieden wird.

Dresden, am 23.04.2002

(Prof. Dr. P. Metz)
Institutsdirektor

