

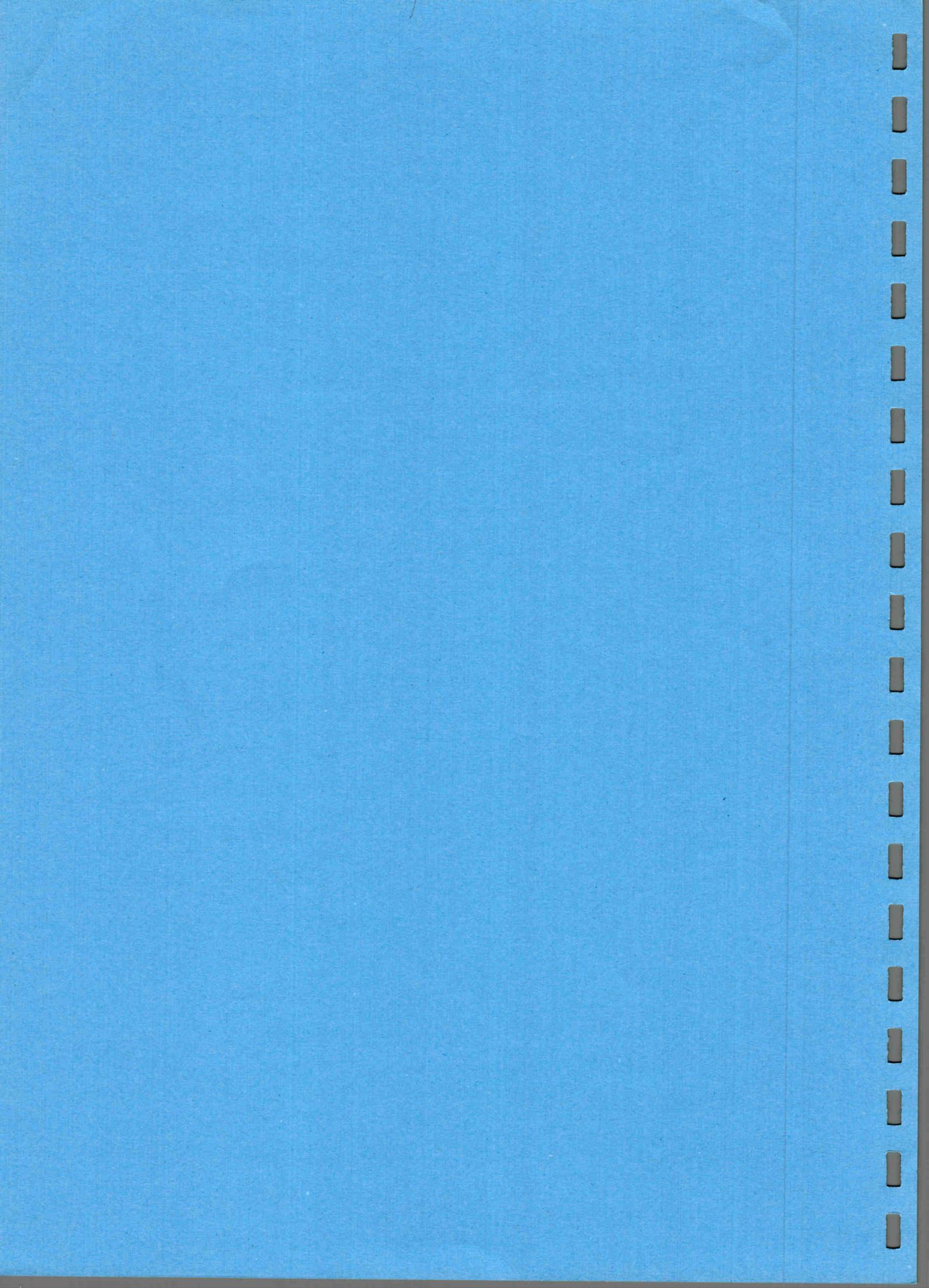
**VERFAHREN ZUR VORBEHANDLUNG
VON LABORRÜCKSTÄNDEN**

Zusammenstellung und Aufbereitung ausgewählter Quellen

Teilprojekt im Rahmen des Forschungsverbundes
"Abfallvermeidung in Hochschulen. Umgestaltung chemischer Praktika"

HIS Hochschul-Informationssystem GmbH
Goseriede 9
30159 Hannover

Oktober 1995



VERFAHREN ZUR VORBEHANDLUNG VON LABORRÜCKSTÄNDEN

Zusammenstellung und Aufbereitung ausgewählter Quellen

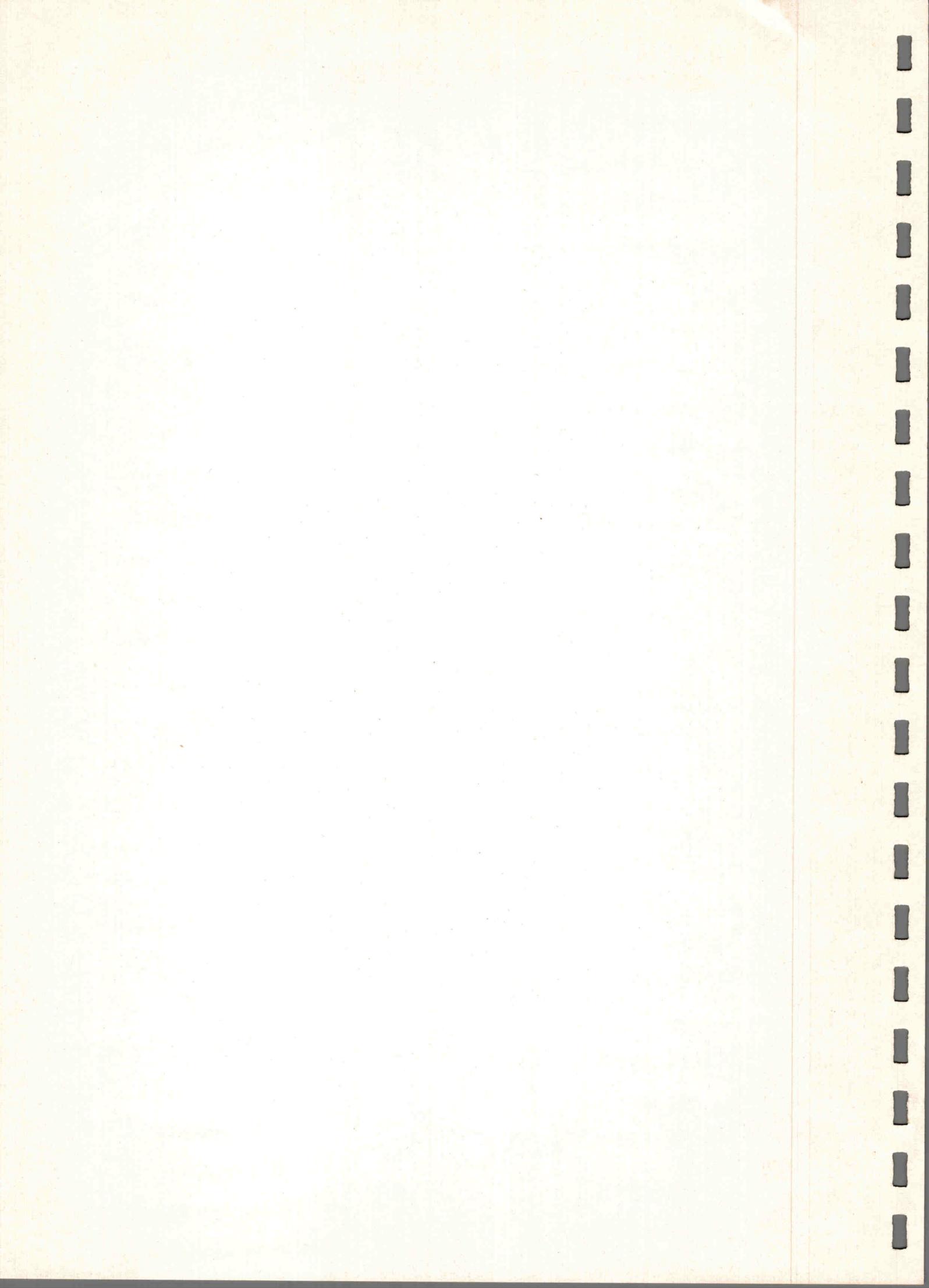
Teilprojekt im Rahmen des Forschungsverbundes
"Abfallvermeidung in Hochschulen. Umgestaltung chemischer Praktika"

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministers für Bildung, Wissenschaft, Forschung und Technologie (BMBF, vormals BMFT) unter dem Förderkennzeichen FKZ 1470832 gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt beim Autor.

Bearbeiter: Werner Schmidt

HIS Hochschul-Informationen-System GmbH
Goseriede 9
30159 Hannover

Oktober 1995



TEIL A GRUNDLAGEN

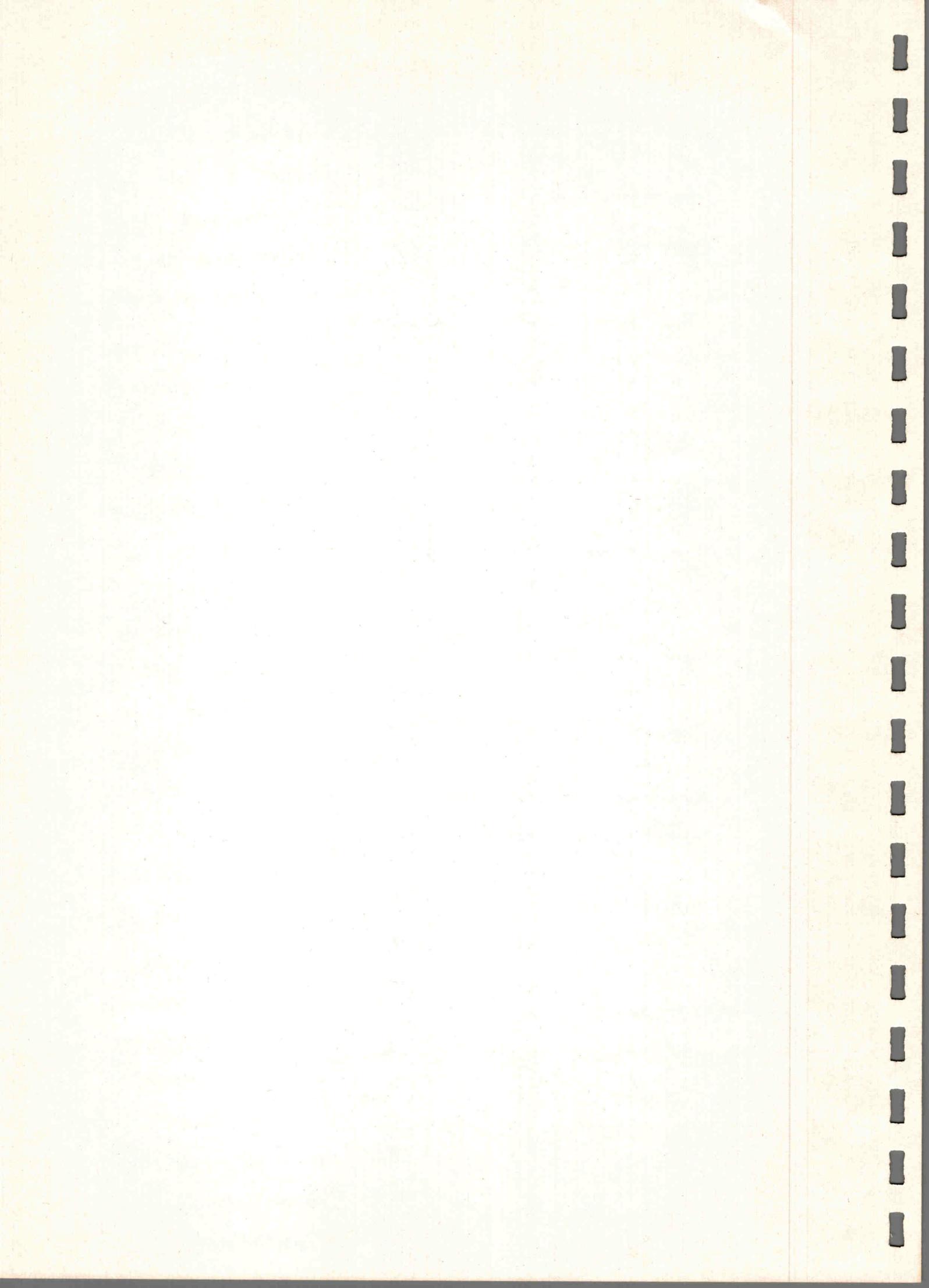
1	EINLEITUNG	I
	1.1 Anlaß und Zielsetzung	I
	1.2 Begriffliche Definition "Vorbehandlung"	II
	1.3 Anlässe für Vorbehandlungen von Laborrückständen in Hochschulen	III
2	ANFORDERUNGEN AN BEHANDLUNGSVERFAHREN FÜR LABORRÜCKSTÄNDE IN HOCHSCHULEN	III
3	QUELLEN	VII
	3.1 Auswahl der Quellen und der Sekundärliteratur	VII
	3.2 Verwendete Quellen	VIII
	3.3 Sammelkonzepte für Laborrückstände	IX
	3.4 Ausgewählte Literaturhinweise	XII

TEIL B VERFAHREN

1	BEHANDLUNGSVERFAHREN FÜR LABORRÜCKSTÄNDE	1
2	VERFAHREN ZUR DEHALOGENIERUNG VON HALOGENORGANISCHEN LABORRÜCKSTÄNDEN	43
3	SUCHBEGRIFFE	50

ANHANG

Formblätter für Beiträge



TEIL A GRUNDLAGEN

1 EINLEITUNG

1.1 Anlaß und Zielsetzung

Seit 1.8.1993 führen das Institut für Organische Chemie der Universität-Gesamthochschule Essen und das Institut für Anorganische Chemie der Universität Rostock ein vom Bundesministerium für Bildung, Wissenschaft und Technologie gefördertes Forschungsprojekt zum Thema "Abfallvermeidung in Hochschulen, Umgestaltung chemischer Praktika" durch. Ziel ist es, für das jeweilige Grundpraktikum der Organischen und Anorganischen Chemie ein Konzept zur Umgestaltung zu erarbeiten und zu erproben. Wichtige Teilziele der Umgestaltung sind dabei:

- Erlernen eines eigenständigen und sachkundigen Umgangs mit Gefahrstoffen und Laborabfällen
- Verringerung bzw. Neuauswahl von Versuchen unter den Aspekten Didaktik, Gefahrstoffumgang und Serienversuch
- Reduktion der Abfallmengen
- Kennenlernen moderner Arbeitstechniken und Analysemethoden.

Das Projekt wurde von einem Arbeitskreis unter Leitung von HIS begleitet. Erste Projektergebnisse wurden im Herbst 1994 in einem Workshop¹ vorgestellt. Die Abschlußberichte sollen ab 31.5.1996 zugänglich sein. Im Rahmen dieses Projektes hat HIS die Aufgabe übernommen, bekannte Quellen über Verfahren zur Vorbehandlung von Laborrückständen zu sichten, auf Konsistenz zu prüfen und in strukturierter Form zusammenzustellen.

In der vorliegenden Zusammenstellung sind die in Kap. 3.2 erwähnten Quellen ausgewertet und wichtige Behandlungsvorschriften für Kleinmengen gefährlicher Laborrückstände dokumentiert worden.

Vor dem Hintergrund der übergeordneten Projekt-Zielsetzung "Vermeidung und Verwertung von Abfällen" soll diese Dokumentation die Hochschulen bei der

- Sichtung der Behandlungsvorschriften für wichtige Laborrückstände/Sonderabfälle in der Laborpraxis und bei der
- Überarbeitung existierender Behandlungsverfahren für Kleinmengen gefährlicher Abfälle und Anpassung von Abfallentsorgungsrichtlinien

unterstützen. Langfristig soll der Wiedereinsatz von aufgearbeiteten Chemikalien gefördert und der Stellenwert von Vorbehandlungsverfahren innerhalb der praktischen Chemikerausbildung erhöht werden.

Mit der Veröffentlichung der Behandlungsverfahren verbindet HIS den Wunsch, die Zusammenstellung in unregelmäßiger Folge fortschreiben zu wollen. Hierfür sind kritische Anregungen und

¹

Workshop "Umgestaltung chemischer Praktika". Arbeitstagung der Technischen Universität Clausthal/ZTW und der HIS GmbH. Clausthal-Zellerfeld, 26.-28. September 1994.

Beiträge von fachkundigen Hochschulmitarbeitern erwünscht und notwendig. Zwecks Vereinheitlichung der Angaben sind dem Bericht einige Formblätter (s. Anhang) beigelegt.

Entsorgungsexperten sind zwischenzeitlich zu der Auffassung gekommen, daß in Einzelfällen die dokumentierten Vorbehandlungsverfahren laborpraktisch überprüft werden sollten.

HIS hat die Angaben in dieser Textsammlung nach bestem Wissen zusammengestellt. Dennoch sind fehlerhafte Angaben in den Originaltexten (s. Kap. 3.2, s.a. Teil B) und Druckfehler nicht völlig auszuschließen. Für die Richtigkeit und Unbedenklichkeit der Angaben zu den dokumentierten Vorbehandlungsverfahren kann keine Haftung übernommen werden. Bezüglich der dabei einzuhaltenden Vorschriften wird auf diese direkt verwiesen. Darüber hinaus wird nicht der Anspruch erhoben, alle derzeit bekannten Vorbehandlungsverfahren in dieser Zusammenstellung zu dokumentieren.

HIS möchte allen Hochschulmitarbeitern danken, die bei der Zusammenstellung und kritischen Durchsicht der Entwurfsfassungen Unterstützung geleistet haben. Besonderer Dank gilt Herrn Dr. M. Lissel, Universität Bielefeld, Herrn Dr. U. Laub, Universität Gießen, und Herrn Dr. P. Knoth von der Universität Halle-Wittenberg.

1.2 Begriffliche Definition "Vorbehandlung"

Bei der Definition des Begriffs "Vorbehandlung von Laborrückständen" orientiert sich HIS an einer Definition der Abfallrichtlinie der Universität Bielefeld (1991):

"Vorbehandlung sind die Maßnahmen, die mit dem Ziel durchgeführt werden, angefallene Stoffe als Reststoffe wieder verwertbar zu machen oder Sonderabfälle in eine entsorgungsfähige Form zu überführen."

Jene offiziell von der Annahme zur Entsorgung ausgeschlossenen Stoffe stellte die Universität Bielefeld 1991 in einer Minimalliste zusammen. Die Hochschulverwaltung verlangt daher Vorbehandlungsmaßnahmen für folgende Stoffgruppen:

- unbekannte Chemikalien
- elementares Brom und Jod
- organische Verbindungen, die Brom bzw. Jod enthalten
- Silane und Chlorsilane
- Alkalimetalle, Metallhydride, -amide, -carbide, -alkyle und andere Stoffe, die mit Wasser heftig reagieren
- dioxinhaltige Chemikalien
- quecksilberhaltige, organische Verbindungen
- Stoffe, die bei geringer Energiezufuhr (Schlag, Stoß, Wärme) reagieren
- Stoffe, die mit Luft reagieren
- instabile anorganische Verbindungen
- Königswasser
- Metallcarbonyle.

Mit Hilfe spezifischer Verfahren und unter Beachtung der Sicherheitsvorschriften gemäß den jeweiligen Betriebsanweisungen der Fakultät für Chemie werden die aufgeführten gefährlichen Abfälle in jene "entsorgbaren" überführt, die in der dort genannten "Vorläufigen Verwaltungsvorschrift zur Durchführung der §§ 11 und 12 des Abfall- und Reststoffüberwachungsverordnung" beschrieben sind. Über die genannten Stoffgruppen hinaus werden weitere Laborabfälle dezentral einer Vorbehandlung unterzogen - dies trifft z.B. für organische Säurechloride zu.

Die hier angesprochenen Verfahren werden häufig mit "Desaktivierung", "Entgiftung" oder "Immobilisation" umschrieben, da das Gefahrenpotential der Abfälle i.d.R. vermindert wird.

1.3 Anlässe für Vorbehandlungen von Laborrückständen in Hochschulen

In den Hochschulen gibt es derzeit unterschiedliche Gründe, eine Vorbehandlung von Reststoffen im Labor bzw. in Werkstätten durchführen zu müssen bzw. zu wollen:

- Eine Vorbehandlung von Reaktionsrückständen und Laborchemikalienresten ist dann unumgänglich, wenn die Abfälle nicht in der Form, in der sie anfallen, zur Entsorgung abgegeben werden können. Einschränkungen basieren auf rechtlichen Vorgaben, die z.B. in den sog. **Annahmebedingungen** der Entsorgungs- bzw. Transportfirmen und in kommunalen Satzungen (s. z.B. Abwassereinleitungserlaubnis²) ihren Ausdruck finden.
- Sind die Entsorgungskosten für ein Stoffgemisch an das **Abfallvolumen** gekoppelt, dann liegt für den Abfallerzeuger ein weiteres Motiv für eine Vorbehandlung (z.B. eine Eindickung oder Ausfällung) vor. Es ist auch hier darauf zu achten, daß die Einleitungsparameter mit den geltenden Abwassersatzungen konform gehen.
- Vorbehandlungen werden bei der Beseitigung von **Kleinmengen** ausgewählter Laborabfälle bevorzugt dann eingesetzt, wenn der Verfahrensaufwand gering ist und ungefährliche Reaktionsendprodukte anfallen, für die eine **Beseitigung über das Abwasser oder die Abluft** gestattet ist.

In der Praxis wird dieser Weg vor allem bei Kleinmengen derzeit noch eingeschlagen. Aufgrund steigender rechtlicher (z.B. Absenken der erlaubten Emissionswerte für Abluft und Abwasser) und technischer Anforderungen ist diese kostengünstige Beseitigung jedoch zunehmend in Frage zu stellen.

- Im Hinblick auf Chemiepraktika an Hochschulen sind in den letzten Jahren Lernziele aus dem Arbeits- und Umweltschutz stärker in den Mittelpunkt des Interesses gerückt, so daß nun **fachliche und didaktische Gesichtspunkte** für Vorbehandlungen und Aufbereitungen von Rückständen sprechen. Siehe Pkt. 3.4.

2 ANFORDERUNGEN AN BEHANDLUNGSVERFAHREN FÜR LABORRÜCKSTÄNDE IN HOCHSCHULEN

Der vorliegenden Zusammenstellung von Behandlungsverfahren für Laborrückstände in Hochschulen werden zugrundegelegt einzelne Experten aus dem Hochschulbereich veranlaßt, auf einige allgemeine sowie stoffbezogene Voraussetzungen hinzuweisen, die bei der Verwendung des HIS-Berichtes und auch bei hochschuleigenen Übersichten beachtet werden sollten.

- *Geltende Vorschriften insbesondere des Abfall- und Chemikalienrechtes sind einzuhalten. Vor der Durchführung sollten jene Entsorgungsvorschläge, die das Abwasserkanal-*

²

Die Abwasserentsorgung sollte so geplant werden, daß die Kanalsatzung an der Anfallstelle und nicht an der Übergabestelle in den öffentlichen Kanal erfüllt wird, da die Kommunen immer häufiger dazu übergehen - und auch dazu befugt sind, an der Anfallstelle zu beproben. Anmerkung von Dr. U. Laub, Universität Gießen.

Aufgrund vorliegender Genehmigungsbescheide nach dem Landeswassergesetz/NRW sind Laborabwässer im Jahr zweimal zu untersuchen. Um die Abwasserbelastung zu untersuchen, wird seit Herbst 1995 daher in der Universität Bonn ein automatisches Probenahmegerät eingesetzt, das 2-Stunden-Mischproben entnimmt. S. "Kaleidoskop 13/1995".

system, die Laborabzüge sowie Verbrennungsverfahren³ einbeziehen, sorgfältig von den Verantwortlichen überprüft werden, da diese Verfahren u.U. inzwischen rechtlich unzulässig sind. Einer illegalen Abfallbeseitigung ist strikt vorzubeugen. HIS hat daher diese kritischen Textpassagen in den vorgestellten Behandlungsverfahren durch "Schattierung" gekennzeichnet.

Im folgenden werden zwei Beispiele aus Originaltexten wiedergegeben, die aus o.g. Perspektive für so bedenklich gehalten werden, daß sie nicht dokumentiert werden.⁴

Halogenkohlenwasserstoffe Mit Sand/kalz. Soda (9:1) oder NaHCO₃ mischen (im Falle von Fluorverbindungen noch gelöschten Kalk zusetzen) und mit Papier/Holz oder in einem Lösungsmittel (nicht mehr als 25%ige Lösung) verbrennen (mögliche Phosgenbildung, z.B. bei Dichlorethan, Tetrachlorethan, Tetrachlorethylen, beachten!); bei größeren Mengen sollte auf jeden Fall destillative Rückgewinnung erfolgen; einfache Verbindungen wie CH₃Br können auch in der Wärme mit alkohol. KOH verseift werden; hochreaktive Verbindungen wie Benzotrchlorid werden vorsichtig mit Wasser zersetzt, neutralisiert und eingedampft, der Rückstand wird in Lösungsmittel verdampft; Trichlorethylen wird zur Rückgewinnung mit Soda oder Ca(OH)₂ (nicht KOH, NaOH oder Branntkalk, da Explosionsgefahr durch Chloracetylenbildung) neutralisiert und anschließend der Wasserdampfdestillation unterworfen (Blasentemperatur >105 °C).

Quelle: 05

Metallalkyle Mit trockener kalz. Soda vermischt in Eisenwanne mit Papier/Holz verbrennen oder trockenen Dampf auf die in der Eisenwanne ausgebreiteten Abfälle leiten (Spritzgefahr). Li-organische Verbindungen können in Dioxan [s. Anmerkung in Teil A Kap. 2] aufgenommen, langsam mit Ethanol versetzt werden, bis keine Wasserstoffentwicklung mehr zu beobachten ist, anschließend wird mit Wasser verdünnt und verdünnte Säure zugegeben bis die Lösung klar ist; Hg-organische Verbindungen werden durch konz. HNO₃ in das Nitrat überführt, aus dem nach Verdünnen das Hg als Sulfid gefällt wird; Al-Alkyle werden am besten in Paraffinöl gelöst (bis zu 10%ige Lösungen) und verbrannt. Bleitetraethyl wird durch konz. H₂SO₄ zerstört. Behaftete Geräte werden mit einem Gemisch aus Petroleum und Sulfurylchlorid gereinigt, geeignet sind auch noch Chlorkalk/Wasser (1:1) und wäßriges KMnO₄ (20:1).

Quelle: 05

Zusätzliche Erläuterungen zur Textbearbeitung:

Vom Bearbeiter vorgenommene textliche Änderungen (Anmerkungen, Weglassungen us.) sind an der entsprechenden Position stets mit eckigen Klammern [...] markiert. Unterstrichene Hinweise und Angaben zur Apparatur gehen ebenfalls auf die Bearbeitung zurück.

- Vorbehandlungsverfahren können in Hochschulen Bestandteil umfassender organisatorischer Regelungen zur Chemikalienversorgung (Beschaffung, Verteilung, Lagerung, Chemikalienbörse⁵), zur Abfallentsorgung (inklusive Abfallbehandlung), zum Gewässerschutz sowie zum Gefahrstofftransport sein.
- Die Abfallgruppen sollten ausgeweitet⁶, aufgeführte Entsorgungswege überarbeitet und auf lokale bzw. landesspezifische Annahmebedingungen der Entsorger abgestimmt werden.

³ Eine Chemikalienentsorgung über das Abwasser sollte allein deshalb vermieden werden, da die Belastung durch Laborspülwasser erfahrungsgemäß schon sehr hoch ausfallen kann. Im Zusammenhang mit der Laborabluft bieten verschiedene Firmen derzeit schon stoffspezifische Filtersysteme an, um spätere Schadenersatzforderungen nach dem Umwelthaftungsgesetz bereits im Vorfeld zu umgehen.

⁴ Anmerkung von Dr. P. Knoth: Das Verbrennen von Laborabfällen sollte generell nur in entsprechend ausgerüsteten kommerziellen Verbrennungsanlagen durchgeführt werden.

⁵ Abfallmengen und Entsorgungskosten lassen sich dadurch verringern, indem Kleinmengen von Chemikalien innerhalb der Hochschuleinrichtungen zum Austausch angeboten werden.

⁶ Inwieweit gleichartige Abfälle zu größeren Mengen zusammengeführt werden können (Anm.: Es besteht ein generelles Vermischungsverbot für Abfallgruppen.), hängt von der Reaktivität, Konzentration und Menge der Chargen ab.

- Wenn mehrere Verfahren zu einer Stoffgruppe bzw. einem Rückstand aufgeführt werden (s. ">>" in Teil B), sollte eine übergreifende neue Vorschrift angestrebt werden.
- Es sollte angestrebt werden, Behandlungsvorschriften für Laborabfälle aufzuwerten und nach dem Vorbild von Arbeitsvorschriften für die Herstellung von Präparaten um experimentelle Details (Formeln, Angaben zu Mengen und zur apparativen Ausrüstung, Gefahrenhinweise) zu ergänzen. S. Kap. 3.4, Ausgewählte Literaturhinweise.

Auf diese Weise gewinnen die entsprechenden Vorschriften an Bedeutung und es besteht die Chance, daß sie als angemessene Praktikumsaufgabe anerkannt werden, da ihre experimentellen Anforderungen nun beurteilbar sind und sie damit gleichwertig neben den traditionellen Experimentalanleitungen stehen.

Beachtenswerte Hinweise zu ausgewählten *Stoffen und Abfallgruppen*:

- **Abfallgruppe A**, s. S. XI: Herr Dr. U. Laub, Gießen, merkt dazu an, daß zunächst die hochschulinterne Sonderabfallorganisation Verantwortlichkeiten festlegen sollte, damit bei der Verpackung der Abfälle vor Ort rechtliche Bestimmungen (GGVS, AbfG) eingehalten werden.
- **Alkaliborhydride**: Mit Methanol (Wassergefährdungsklasse WGK 1) belastetes Restwasser sollte nicht unkontrolliert in das Abwassersystem gelangen.
- **Alkaloide, Alkanole**: Während mit Alkaloiden belastete Rückstände direkt zu organischen Flüssigkeiten gegeben werden sollten, sind Alkanole separat zu sammeln und wiederaufzuarbeiten.
- **Asbest**: In der Universität Bielefeld erhalten Asbestabfälle eine eigene Abfallschlüsselnummer und werden getrennt vom Hausmüll entsorgt. Darüber hinaus soll die Vermischung mit giftigen anorganischen Substanzen vermieden werden, da die Entsorgung dieser Stoffe hohe Kosten verursacht.
- **Azoverbindungen im Abwasser**: Das erste Waschwasser ist häufig so stark mit Salzen und organischen Substanzen belastet, daß es separat als Lösemittel-Wassergemisch entsorgt werden muß. Die Kommune Bielefeld fordert, daß die Grenzwerte der Ortssatzung am Laborabfluss eingehalten werden, so daß dort von entsprechenden Kontrollen auszugehen ist. Durch konsequentes Ausschleusen der belastenden wässerigen Phasen kann die Universität Bielefeld - trotz der vielfach noch eingesetzten Wasserstrahlpumpen - die Grenzwerte unterschreiten.
- **Brom**: Diese Substanz beansprucht hohe Beschaffungskosten und sollte allein aus diesem Grund wenig verwendet werden. Eine Weiterverwendung ist in vielen Fällen realisierbar. Zudem ist es möglich, elementares Brom "in situ" zu erzeugen und auf diese Weise den Verbrauch zu reduzieren. Didaktische Argumente sprechen ebenfalls für dieses Vorgehen.
- **Chlor**: Auch für diesen Gefahrstoff liegen spezifische Einleitgrenzwerte vor. Nach dem Wasserhaushaltsgesetz (WHG) sind Maßnahmen zur Verdünnung unzulässig (s. Rahmen-AbwasserVwV).
- **Chromhaltige Abfälle**: Chromschwefelsäure sollte nur noch in Ausnahmefällen angewandt werden (s. GefStoffV und WHG).

- **Dimethylsulfat:** Konzentrierter Ammoniak (s. Verfahren aus Quelle 09) sollte nicht verwendet werden, da heftige Reaktionen auftreten können, die die Beschäftigten gefährden können.
- **Dioxan als Lösemittel :** Da dieser Stoff in die Wassergefährdungsklasse (WGK) 2 eingestuft ist, sollte er als Lösemittel gemieden werden. Es ist im Einzelfall zu prüfen, ob Benzinfraktionen, die leicht von wäßrigen Phasen getrennt werden können, diese Funktion übernehmen können. S. Vorschriften "Alkalihydride; Alkalamide; Natrium-Dispersion - Quelle 16".
- **Halogene:** Die Trennung in "halogenhaltige und halogenfreie" Abfälle, kann dann entfallen, wenn der Entsorger nachträglich eine Vermischung vornimmt. In der Praxis wird es derzeit kaum möglich sein, wirklich halogenfreie Abfälle abzuliefern, da "halogenfrei" mit "weniger als 0,2 % Halogengehalt" gleichzusetzen ist. Dennoch sollte den Abfallerzeugern Problembewußtsein gegenüber dieser Stoffgruppe vermittelt werden⁷, nicht zuletzt um die Entsorgungskosten niedrig zu halten. Für interne Behandlungen und Verwertungen sollte dagegen eine streng getrennte Abfallsammlung durchgeführt werden. Spezifische Verfahren, s.a. Kap. Teil B.
- **Hydrazin im Abwasser:** Aufgrund der Schwermetallfracht darf das Abwasser des erwähnten Verfahrens (Quelle 01) nicht unkontrolliert in einen Ausguß gelangen.
- **Lithiumaluminiumhydrid:** Es wird empfohlen, für die Behandlung dieser Rückstände zusätzlich ein Fließschema aufzunehmen.
- **Metallorganika:** Für den Personenschutz ist u.a. auf das geeignete Handschuhmaterial zu achten.
- **Peroxide:** Perex-Kit verursacht hohe Beschaffungskosten. Ein preiswertes Verfahren setzt für den o.g. Zweck Eisen-(II)-Salz aus Abfällen ein.
- **Phenol:** Rückstände, die mit diesen Stoffen belastet sind, sollten nicht in das Abwasser gelangen. Hautkontakt ist zu vermeiden.
- **Phosphor:** Ein Verbrennen im Freien ist innerhalb der Universität Bielefeld nicht gestattet. Von einem Chemiker sollte dieses Verfahren prinzipiell nicht in Erwägung gezogen werden.
- **Säuren, Basen:** Es gilt zu beachten, daß eine uneingeschränkte Vermischung saurer und basischer Abfälle zu Problemen führen kann. Beispiele: Auftretende Neutralisationswärme kann zum Verspritzen von Flüssigkeit, verursacht durch Siedeverzüge, sowie zur Beschädigung bzw. Zerstörung des Behälters führen. Eine getrennte Sammlung dieser Rückstände (z.B. bei konzentrierten Säuren und Laugen) kann allein deshalb zweckmäßig sein, um notwendige Neutralisationen in der zentralen Entsorgungsstation durchführen zu können.

Zwei Hinweise aus den Vorschriften zur Beseitigung von chemischen Abprodukten, erarbeitet vom Institut für Technische und Makromolekulare Chemie der Universität Halle-Wittenberg:

■ **Selbstentzündliche Stoffe**

(z.B. K-Na-Legierung; Al-, Zn-Organyle; Lithium-Aluminiumhydrid)

Diese Stoffe sind grundsätzlich unter streng anaeroben Bedingungen mit geeigneten Lösemitteln zu verdünnen oder zu überdecken. Anschließend können tertiäre oder sekundäre Alkohole zugetropft werden, primäre Alkohole nur mit inertem Lösemittel verdünnt. Zu beachten sind der Druckausgleich (frei werdende Gase) und die Wärmeabfuhr (Rühren, Schütteln, Kühlen). Vor dem Öffnen der Apparatur ist mit Methanol die Vollständigkeit der Reaktion zu überprüfen. Stark basische, wasserlösliche Mischungen sind mit viel Wasser wegzuspülen, nicht wasserlösliche Lösemittel sind abzutrennen und zu entsorgen.

■ **Protolyseempfindliche Stoffe**

(z.B. Alkalimetalle, -hydride, -organyle; Calciumhydrid; Mg-Organyle)

Diese Substanzen sind entweder unter inertem Lösemittel tropfenweise mit Methanol zu versetzen oder in kleinen Portionen in Methanol einzutragen. Es muß in beiden Fällen so vorgegangen werden, daß die Reaktion unter Kontrolle bleibt, d.h. die freiwerdenden Gase und die Reaktionswärme gefahrlos abgeführt werden können. Besondere Vorsicht ist bei verkrusteten Resten geboten, da die Reaktion verzögert einsetzt.

3 QUELLEN

3.1 Auswahl der Quellen und der Sekundärliteratur

HIS hat in Kap. 3.2 die verwendeten Quellen aufgelistet, aus denen Vorbehandlungsverfahren ausgewählt worden sind. Einige Autoren integrieren ihre Behandlungsverfahren in umfassende Sammelsysteme von Reststoffen. Da die Kenntnis hierüber zum Verständnis der Verfahren notwendig ist, sind die Sammelsysteme unter Kap. 3.3 dargestellt. Über die Quellen hinaus wird in Kap. 3.4 auf Literatur, überwiegend Praktikumsbücher, verwiesen, die hier nicht als Quelle verwendet wird, jedoch zur weiterführenden Lektüre über Vorbehandlung und Aufbereitung von Laborrückständen empfohlen werden kann.

Vorgegebene Einteilungen in Einzelstoffe, Stoff- und Abfallgruppen sind von den jeweiligen Autoren unverändert übernommen worden. Bei offensichtlicher, inhaltlicher Übereinstimmung mehrerer Verfahrensbeschreibungen wurden nur solche Vorschriften in den Text aufgenommen, die zusätzliche Informationen für den Anwender bereithalten.

Zahlreiche spezifische Aufbereitungsverfahren, die gegenwärtig schon in verschiedenen Chemiepraktika Eingang gefunden haben (u.a. als Kreislaufpräparate) und damit in erheblichem Maße zur Abfallvermeidung beitragen, sind bisher nicht einbezogen worden. Über Erfahrungen mit dem Recycling von Lösungsmittelabfällen im halbtechnischen oder technischen Maßstab ist an anderer Stelle schon berichtet worden.

3.2 Verwendete Quellen

Die verwendeten Quellen sind alphabetisch nach Autoren, einschließlich Fundstelle, gegliedert. Jede Quelle besitzt eine Nummer, die im Teil B "Verfahren" der Identifizierung dient. Die Kennzeichnung der Nummer mit "*" verweist auf ein Sammelkonzept in Pkt. 3.3.

- /01/* Asselborn, W., Demuth, R.: Chemieunterricht ohne Entsorgungsprobleme. Schroedel Schulbuchverlag GmbH, Hannover, 1992.
- /02/* Bernabei, D.(Hrsg. E. Merck): Sicherheit. Handbuch für das Labor. GIT Verlag, Darmstadt, 1991.
- /03/ Burri, G.: Entsorgungsratschläge von Schulchemikalien. Friedrich Verlag, Seelze. Naturwissenschaft im Unterricht (NiU)/Chemie, H. 7, S. 42-47, 1991.
- /04/ Lissel, M. et.al.: Dehalogenierung von halogenhaltigen organischen Laborabfällen. Eine Untersuchung im Auftrag des Landesamtes für Wasser und Abfall. Universität Bielefeld, 1993.
- /05/ Martinetz, D.: Immobilisation, Entgiftung und Zerstörung von Chemikalien. Harri Deutsch-Verlag, Frankfurt/Main, 2. überarbeitete Aufl. 1986.
Der Deutsche Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, hat 1986 ebenfalls eine 2. Auflage herausgegeben.
- /06/ E. Merck AG: Entsorgungshinweise für Laborchemikalien. In: Chemikalienkatalog 1993, Darmstadt.
- /07/ Meyer, V.: Praxis der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie. Verlag Diesterweg /Salle-Sauerländer, Frankfurt/Main, 7. Aufl. 1992.
- /08/ Ministerium für Wissenschaft u. Forschung Nordrhein-Westfalen (MWF): Empfehlung zur Sonderabfallentsorgung in Hochschulen /ZA4-6061.79. Düsseldorf, 1990.
- /09/* Ochterbeck, W.: Entsorgung von Laborabfällen. Teil 2: Klassifizierung von Laborabfällen und labormäßige Kleinstmengenbeseitigung. GIT Fachzeitschrift für das Laboratorium 3/86, S. 193-199, 1986.
- /10/ Reichard, D.; Ochterbeck, W.: Abfälle aus chemischen Laboratorien und medizinischen Einrichtungen. Ecomed Verlag, Landsberg/Lech, 2. Aufl. 1994.
- /11/ Riedel de Haen AG: Entsorgungshinweise für Laborchemikalien. In : Chemikalienkatalog 1994, Seelze.
- /12/* C. Roth GmbH: Entsorgungsratschläge. In: Katalog für Chemikalien und Biochemikalien 1994, Karlsruhe.
- /13/ Roth, L.: Gefahrstoff-Entsorgung. Vorschriften und Technologien für die Vermeidung und Entsorgung von Gefahrstoffen · Abfallschlüssel. Loseblattwerk. Ecomed Verlag, Landsberg/Lech, 1994.
- /14/ Roth, L.;Weller, U.: Sicherheitsfibel Chemie. Ecomed Verlag, Landsberg/Lech, 1991.
- /15/ Tierärztliche Hochschule Hannover: Methoden zur Dekontamination ethidiumbromidhaltiger Lösungen. Schriftliche Mitteilung von Dr. A. Gassner.

- /16/ Universität Freiburg: Richtlinien für die Behandlung von Reststoffen und die Entsorgung von Sonderabfällen der Universität Freiburg, 1990.
- /17/ Universität Tübingen: Inaktivieren von alkoholischen JCF-kontaminierten Lösungen. Schriftliche Mitteilung von Frau Dr. R. Meier.
- /18/ Universität Bayreuth: Vorschrift zur biologischen Entgiftung von HPLC-Phasen, kontaminiert mit Acetonitril. Mitteilung von Prof. Dr. O. Meyer, Lehrstuhl Mikrobiologie.

Auf folgende Literatur sei an dieser Stelle zusätzlich hingewiesen:

Lunn, George; Sansone, Eric B.: Destruction of hazardous chemicals in the laboratory. A Wiley-Interscience publication, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1990.

Committee on Hazardous Substances in the Laboratory; Commission on Physical Sciences, Mathematics and Resources; National Research Council (Hrsg.): Prudent Practices for Disposal of Chemicals from Laboratories. National Academy Press, Washington D.C., 1983.

3.3 Sammelkonzepte für Laborrückstände

Die hier alphabetisch nach Verfassern aufgeführten Sammelkonzepte sind unverändert aus den genannten Quellen entnommen. Die sich im steten Wandel befindlichen örtlichen Arbeitsbedingungen und die sich ändernden rechtlichen Rahmenvorschriften üben einen starken Einfluß auf die Aufteilung in Abfallgruppen aus, s.a. Kap. 1.3 und 2 sowie Fußnote S. IX.

- (1) **Quelle:** Asselborn, W.; Demuth, R.: Chemieunterricht ohne Entsorgungsprobleme, Schroedel-Schulbuchverlag GmbH, Hannover 1992. (Quelle /01/)

Sammelkonzept:

Behälter 1 (saure u. alkalische Lösungen):

ist mit der Gefahrenbezeichnung "ätzend" und dem entsprechenden Gefahrensymbol zu kennzeichnen. Diese Kennzeichnung ist bereits notwendig, wenn der Behälter beispielsweise 6%ige Kaliumhydroxid-Lösung enthält. Geringere Gefahren, etwa durch 5%ige Schwefelsäure (Reizend, R36/R38) sind durch diese Kennzeichnung mit abgedeckt.

Behälter 2 (giftige anorganische Stoffe):

ist mit der Gefahrenbezeichnung "sehr giftig" und dem entsprechenden Gefahrensymbol zu kennzeichnen. Diese Kennzeichnung ist notwendig, da nicht auszuschließen ist, daß auch Thallium-Salze oder Cyanide in das Gefäß gegeben werden. Der R-Satz "Entwickelt bei Berührung mit Säure sehr giftige Gase" (R32) ergibt sich wegen der Gefahr der Freisetzung von sehr giftigem Schwefelwasserstoff aus Sulfiden.

Behälter 3 (organische Stoffe, halogenfrei):

ist mit der Gefahrenbezeichnung "sehr giftig" und "leicht entzündlich" und den entsprechenden Gefahrensymbolen zu kennzeichnen. Diese Kennzeichnung ist notwendig, weil dieser Behälter beispielsweise Benzol (krebserzeugend, R 45, giftig, R 23/24/25, leichtentzündlich, R11) oder Nitrobenzol (sehr giftig, R 26/27/28) enthalten kann.

Behälter 4 (organische Verbindungen, halogenhaltig):

ist ebenfalls mit den Gefahrenbezeichnungen "sehr giftig" und "leicht entzündlich" und den entsprechenden Gefahrensymbolen zu kennzeichnen. Die Kennzeichnung "sehr giftig" ist notwendig, weil manche Halogenkohlenwasserstoffe entsprechend eingestuft sind, z.B. Tetrachlormethan.

X

Dieser Behälter enthält aber auch leichtentzündliche organische Stoffe, etwa bei Halogenierungsreaktionen nicht vollständig umgesetzte Kohlenwasserstoffe.

- (2) **Quelle: Barnabei, D. (Hrsg.: E. Merck)⁸. Sicherheit. Handbuch für das Labor GIT Verlag, Darmstadt 1991. (Quelle /02/)**

Sammelkonzept:

Abfallgruppen A-K (einschließlich der Sammelbehälter und ihrer Kennzeichnung)

Laborabfälle sollten nach ihrer chemischen Beschaffenheit für die Entsorgung in getrennten Gefäßen gesammelt werden. Sie sind in der nachstehenden Übersicht zusammengestellt. Die Sammelgefäße sind deutlich nach ihrem Inhalt zu kennzeichnen, was auch das Anbringen von Gefahrensymbolen beinhaltet. Zweck dieser deutlichen Kennzeichnung ist, das unkontrollierte Zusammenbringen mit anderen Abfällen sicher auszuschließen.

- Gruppe A:** Halogenfreie organische Lösungsmittel und Lösungen organischer Stoffe, die keine Halogene enthalten.
- Gruppe B:** Halogenhaltige organische Lösungsmittel und Lösungen organischer Stoffe, die Halogene enthalten. VORSICHT. Hierfür keine Behälter aus Aluminium verwenden !
- Gruppe C:** Feste organische Laborchemikalien-Rückstände, sicher verpackt in Kunststoffbeuteln oder -flaschen oder in Originalgebinden des Herstellers.
- Gruppe D:** Salzlösungen; in diesem Gefäß ist ein pH-Wert von 6-8 einzustellen.
- Gruppe E:** Giftige anorganische Rückstände sowie Schwermetall-Salze und ihre Lösungen in fest verschlossener bruchsicherer Verpackung mit deutlich sichtbarer und haltbarer Kennzeichnung.
- Gruppe F:** Giftige brennbare Verbindungen in dicht verschlossenen bruchsicheren Gebinden mit deutlich sichtbarer Angabe der Inhaltsstoffe.
- Gruppe G:** Quecksilber und anorganische Quecksilbersalz-Rückstände.
- Gruppe H:** Regenerierbare Metallsalz-Rückstände. Jedes Metall sollte separat gesammelt werden (Recycling).
- Gruppe I:** Feste anorganische Laborchemikalien-Rückstände, sicher verpackt in Kunststoffbeuteln oder -flaschen oder in Originalgebinden des Herstellers.
- Gruppe K:** Glas-, Metall- und Kunststoff-Abfälle sowie HPLC-Edelstahl-Säulen. Nach Abfallart separat sammeln (Recycling).

Es ist zu beachten, daß es vielfach notwendig ist, reaktive Chemikalien vorher zu desaktivieren (siehe nachfolgender Abschnitt "Desaktivierung gefährlicher Laborabfälle"). Auch Hinweise über die Zuordnung der einzelnen Stoffgruppen zu den Sammelgefäßen A-K finden sie in diesem Abschnitt.

8

Nach Auskunft von Frau Dr. Peters (Merck Darmstadt, Zentrale Reststoffwirtschaft) wird derzeit der Text des Buches von Herrn Dr. Barnabei überarbeitet. Insbesondere das Sammelbehälterkonzept soll an den neuesten Kenntnisstand angepaßt werden. Mündl. Mitteilung vom 25.10.95.

- (3) **Quelle: Ochterbeck, W.:** Entsorgung von Laborabfällen. Teil 2. Klassifizierung von Laborabfällen und labormäßige Kleinstmengenbeseitigung; GIT Fachz. Labor 3/86, S. 193-199. (Quelle /09/)

Allgemeine Hinweise, Abfallklassifizierung:⁹

Allgemeine Vorschriften zur Beseitigung von Kleinstmengen

Alle Reaktionslösungen, die ins Abwasser gegeben werden dürfen, müssen zuvor annähernd neutralisiert werden, wenn der Betrieb nicht über eine allgemeine Neutralisationsanlage verfügt.

Alle Beseitigungsmaßnahmen sind grundsätzlich in einem Abzug bei weitestgehend geschlossenem Frontschieber auszuführen.

Gruppe A: Abfälle, die dem Entsorgungsunternehmen verpackt in der Form übergeben werden können, in der sie vorliegen.

Gruppe B: Abfälle, die nach Vorbehandlungen, z.B. Reduktion von Peroxiden, und Abtrennen von überstehenden, schadstofffreien, wäßrigen Lösungen, übergeben werden können.

Gruppe C: Stoffe, wie z.B. Fixierbäder, die als Wirtschaftsgut zur Wiederaufbereitung gegeben werden können.

Gruppe D: Abfälle, die aufgrund der mit ihnen verbundenen, besonderen Gefahren gesonderten Genehmigungsverfahren und Beseitigungsmethoden unterliegen. Z.B. verschiedene Dioxine enthaltende Reaktionsprodukte aus Umsetzungen von im Handel erhältlichem PCP (Pentachlorphenol), das nach Angaben auf dem Etikett nur einen Reinheitsgrad von 85 % hat und polychlorierte Dioxine enthält.

Gruppe E: Abfälle, die nach der GGVS (GefahrgutVO Straße) nicht mehr transportiert werden dürfen, wie z.B. überlagerte Blausäure, oder solche, die der Kleinstmengenbeseitigung unterworfen werden sollen.

Anmerkung: Flüssige Blausäure ist instabil und kann in Abwesenheit von Stabilisatoren heftig polymerisieren. Ein festes Polymer hat sich als Diaminomalonitril erwiesen. Literaturhinweis: Cotton/Wilkinson, Anorganische Chemie; Völker, Angew. Chemie 72 (1969) 379-384; König, Allg. Prakt. Chemie 20 (1969) 66f.

- (4) **Quelle: C. Roth GmbH:** Chemikalienkatalog 1994/95, S. 828-832. (Quelle /12/)

Sammelkonzept:

Sammlung von Laborabfällen

Um Laborabfälle einer fachgerechten Entsorgung zuführen zu können, ist es notwendig, sie in geeigneten Gefäßen - getrennt nach ihrer chemischen Beschaffenheit - zu sammeln.

Anforderungen an die Gefäße:

Die Gefäße müssen dicht verschließbar sein, aus beständigem Material bestehen und ggf. schadlos verbrennbar sein. In der Regel verwendet man unzerbrechliche Kunststoffbehälter.

Korrosive Stoffe müssen in einem Kunststoffbehälter oder in einem Metallgefäß mit Kunststoffauskleidung (eingestellter, dichter Plastikbeutel) aufbewahren.

⁹

Als ein Sammelkonzept soll die aufgeführte Gruppierung vermutlich nicht interpretiert werden. In der aktuellen Ausgabe von "Abfälle aus chemischen Laboratorien ..." , s. Quelle /10/ S. 26 ff., weisen die Autoren nun insbesondere auf folgende häufige Abfallarten hin: Altöl, Chromschwefelsäure, Eisensalzlösungen, Kupferätzlösungen, Entwicklerbäder, Laborchemikalienreste, Laugen/Laugengemische, Säuren/Säuregemische, Lösemittelgemische, Quecksilber/ Rückstände, Metallsalzhaltige Spül- und Waschwässer, Cyanidhaltige Spül- und Waschwässer, Verunreinigte Filter und Aufsaugmassen.

Brennbare und selbstentzündliche Stoffe dürfen nur in Blechgefäßen oder in den für den betreffenden Stoff zugelassenen Kunststoffgefäßen aufbewahrt werden.

Werden Gase oder Dämpfe freigesetzt, die die Verpackung zum Bersten bringen können, müssen die Behälter so verschlossen werden, daß sich kein Überdruck aufbauen kann (Druckausgleich)

Beschriftung und Kennzeichnung von Laborabfällen:

Die Sammelgefäße sind deutlich und genau zu beschriften und mit den vorgeschriebenen Gefahrensymbolen zu kennzeichnen. Zweckmäßig ist es, sich an folgende Einteilung zu halten.

Feste Stoffe

- I Sammelgefäß für feste organische Laborchemikalien: Abfallschlüssel Nr. 59302
- II Sammelgefäß für feste anorganische Feinchemikalien: Abfallschlüssel Nr. 59301
- III Sammelgefäß für giftige anorganische Stoffe und Schwermetallsalze: Abfallschlüssel Nr. 59301
- IV Sammelgefäß für Quecksilber und anorganische Quecksilberverbindungen: Abfallschlüssel Nr. 35326

Flüssige Stoffe

- V Sammelgefäß für organische, halogenfreie Lösungsmittel und Lösungen organischer halogenfreier Feinchemikalien : Abfallschlüssel Nr. 55370
- VI Sammelgefäß für halogenhaltige, organische Lösungsmittel und Lösungen organischer Feinchemikalien: Abfallschlüssel Nr. 55220
- VII Sammelgefäße für Säuren, Laugen und Salzlösungen pH-Wert auf 6-8 einstellen: Abfallschlüssel Nr. 52716
- VIII Sammelgefäß für Altöle, Heizbadeöle, Vakuumöle (halogenfrei) : Abfallschlüssel Nr. 54102

Bei obigen Gefäßen handelt es sich um einen Vorschlag, der für "Normallaboratorien" zutrifft. Bei Sonderfällen, z.B. Anfall radioaktiven Materials, muß dieses natürlich gesondert gesammelt und mit gelbem Klebestreifen "radioaktiv" gekennzeichnet werden.

Die Gefahrstoffverordnung schreibt vor, Gefahrstoffe, also auch gefährliche Abfallstoffe so aufzubewahren oder zu lagern, daß sie die menschliche Gesundheit und die Umwelt nicht gefährden. Es sind dabei geeignete und zumutbare Vorkehrungen zu treffen, um den Mißbrauch oder einen Fehlgebrauch nach Möglichkeit zu verhindern (GefStoffV § 24 und Abfallgesetz).

3.4 Ausgewählte Literaturhinweise

Hierbei handelt es sich zum einen um Praktikumsbücher, die in besonderem Maße die Abfallvermeidung und die Gefahrstoffproblematik aufgreifen, und zum anderen um Projektberichte zur Abfallvermeidung in Chemiegrundpraktika bzw. zum Lösemittelrecycling. Mit dem Sicherheitskript der Fachschaft Chemie der Universität Hamburg wird erstmalig der Versuch unternommen, ein stofforientiertes Sicherheitshandbuch für die praktische Laborarbeit vorzulegen. Die ausgewählten Literaturhinweise sind alphabetisch nach Verfasser bzw. Herausgeber aufgelistet.

ABAG-Abfallberatungsagentur Baden-Württemberg (Hrsg): Projektbericht. Wiederverwertung von Abfällen aus Laboratorien. Im Auftrag der Abfallberatungsagentur Baden-Württemberg (ABAG). Projektträger: Chemisches Laboratorium der Universität Freiburg. Wissenschaftlicher Begleiter: Dr. I. Stark, Universität Freiburg. Freiburg 1994.

Eicher, T.; Tietze, L. F.: Organisch-chemisches Grundpraktikum unter Berücksichtigung der Gefahrstoffverordnung. Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1993.

Fachschaftsrat Chemie der Universität Hamburg (Hrsg): Das Sicherheitskript. V.i.S.d.P.: Roland Seifert. Eigenverlag, 1. Aufl., Mai 1993.

Fischer, H.: Praktikum in allgemeiner Chemie. Versuchsanleitungen 1. Teil. Eigenverlag der Universität Zürich, Zürich 1990.

Fischer, H.: Ausbildungsintegrierter Umweltschutz durch Chemie. Wege zur Sonderabfallreduktion in einem Chemieanfängerpraktikum. Chemie in unserer Zeit, Nr. 5/1991, S. 249-256.

Israel, G.; Kollar, M.: Verwendung und Entsorgung von Chemikalien in anorganisch-analytischen Praktika der Chemie. Möglichkeiten zur Verringerung der Umweltbelastungen in chemischen Laboratorien. Gruppenauswertung zur Lehrveranstaltung "Umwelttechnisches Seminar" am Institut für Chemie der Technischen Universität Berlin, 1992.

Klieboldt, T.; Seifert, R.: Eine Untersuchung über Möglichkeiten zur Abfallvermeidung im anorganischen Grundpraktikum der Universität Hamburg. Eine Schwerpunktarbeit im Rahmen des Chemiestudiums an der Universität Hamburg, 1992.

Pädagogischer Zeitschriftenverlag GmbH & Co (Hrsg): Wettbewerb "Abfallfreier Chemieunterricht". Beiheft zu : Chemie in der Schule, Berlin 1993.

Roesky, H. W.: Chemie en miniature. Beitrag zur Rubrik "Experiment" in: Chemie in unserer Zeit, 29. Jahrg. 1995, Nr. 3, S. 133-134.

Wiskamp, V.: Übertragbarkeit und Weiterentwicklung des Zürcher Modells an der Fachhochschule Darmstadt. Vortrag im Rahmen der Informationsveranstaltung "Ausbildungsintegrierter Umweltschutz" an der Fachhochschule Lübeck am 18.11.93.

Wiskamp, V.: Umweltfreundlichere Versuche im Anorganisch-analytischen Praktikum. Verlag VCH, Weinheim 1995.

1 BEHANDLUNGSVERFAHREN FÜR LABORRÜCKSTÄNDE

Acetaldehyd	s. Aldehyde
Acetonitril	s. Nitrile, s. HPLC-Phasen
Acrylnitril	s. Nitrile
Adsorbentien	<p>Verunreinigte Adsorbentien, die bei einer Notfallentsorgung (Aufsaugen verschütteter Flüssigkeiten) und bei der Chromatographie anfallen, werden entsprechend den chemischen Eigenschaften und der Menge der absorbierten Stoffe behandelt. Sie können daher wie Sondermüll oder Hausmüll zu entsorgen sein.</p> <p>Zu beachten: Vor der Deponierung ist oft eine Vorbehandlung zur Beseitigung brennbarer oder flüchtiger Anteile sinnvoll und notwendig.</p> <p><u>Quelle:</u> 12</p>
Aldehyde	<p>Wasserlösliche Aldehyde, insbesondere Formaldehyd und Acetaldehyd werden mit konzentrierter wässriger Natriumhydrogensulfit-Lösung in das Bisulfitaddukt überführt:</p> $R-COH + HOSO_2(-) \rightarrow R-CHOH-SO_3(-)$ <p>Das Reaktionsprodukt wird dann in den Behälter 3 entsorgt.</p> <p><u>Quelle:</u> 01</p>
Aldehyde; Persäuren	<p>Aldehyde und Persäuren werden mit überschüssiger Natriumhydrogensulfit-Lösung behandelt (Reaktion mit Kaliumjodid-Stärkepapier nachprüfen). Die Lösung wird dem Abwasser zugeführt.</p> <p><u>Quelle:</u> 12</p>
Alkaliborhydride	<p>In Methanol lösen, mit viel Wasser verdünnen, ansäuern und stehen lassen, danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation</p> $2NaBH_4 + 2HCl \rightarrow 2NaCl + 2H_2O + B_2H_6 \text{ Diboran (Sdp. 180,7 K)}$ <p>Methanol und Wasser dienen als Lösungsmittel.</p> <p><u>Quelle:</u> 16</p>
>>	<p>Alkaliborhydride werden in der Apparatur mit Ethanol, Alkalihydride und Alkaliamide mit Isopropanol (Tropftrichter) versetzt. Der aus dem Kühler austretende Wasserstoff wird über einen am Kühlerausgang angeschlos-</p>

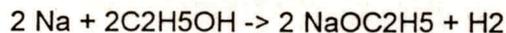
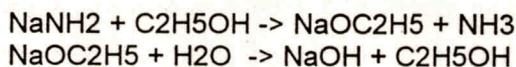
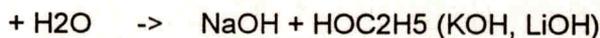
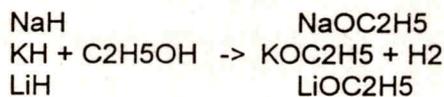
senen Schlauch direkt in den Abzugskanal abgeleitet.

Apparatur: Tropftrichter mit Druckausgleich, Dreihalskolben mit Rührer und Rückflußkühler

Quelle: 10

Alkalihydride;
Akaliamide;
Natrium-Dispersion

In Dioxan [s.a. Anmerkung in Teil A Kap. 2] suspendieren, langsam Äthanol oder Isopropanol zugeben, rühren, vorsichtige Wasserzugabe, bis klare Lösung, neutralisieren; danach in einen Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation geben.



Quelle: 16

s.a. Lithium-Aluminiumhydrid

Alkalimetalle¹

Reste von Alkali- und Erdalkalimetallen sowie bestimmte metall-organische Verbindungen werden vorsichtig in kleinen Portionen in tert.-Butanol eingetragen., wobei eine sehr heftige exotherme Reaktion ablaufen kann (Vorsicht: Oxidhäute auf Metall können die Reaktion verzögern). Nach vollständiger Reaktion wird das tert.-Butanolat mit Wasser unter Kühlung und Rühren zersetzt; das tert.-Butanol muß gesammelt und der Sonderabfallentsorgung zugeführt werden, sofern kein Recycling möglich ist.

Quelle: 12

>>

Alkalimetalle werden in einen entsprechenden Alkohol (Ethanol für Natrium, Isopropanol für Kalium), der in einem inerten Lösemittel (z.B. Petrolether 40/60) vorgelegt wird, unter Rühren eintragen. S. Apparatur.

Die Alkoholatlösung wird hydrolysiert, neutralisiert und anschließend als Lösemittel (Abfallschl.-Nr. 55370) entsorgt. Befindet sich Natrium in Drahtform nach der Trocknung eines halogenfreien Lösemittels, z.B. Diethylether, Cyclohexan, Toluol, im Kolben, so wird der Alkohol langsam zu dem im Kolben verbliebenen Rest des Lösemittels zugetropft. Bevor das Alkoholat hydrolysiert wird, werden einige Milliliter einer Mischung aus 1 Teil Wasser und 4 Teilen Alkohol zur Erhöhung der Protonenaktivität zugetropft, um Restspuren des Alkalimetalls zu erfassen.

Apparatur: Die dazu verwendete Apparatur besteht aus einem Mehrhalskolben mit aufgesetztem Dimrothkühler und einem Magnet- oder KPG-Rührer. Die Kühlschlange sollte aus Metall sein.

Quelle: 10

s.a. Kalium, s.a. Lithium, s.a. Natrium

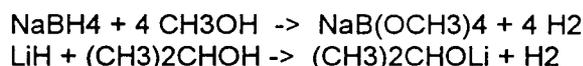
Alkalimetalle;
Alkali-Verbindungen

Alkalimetalle werden in einem inerten Lösungsmittel vorgelegt und durch tropfenweise Zugabe von Ethanol oder 2-Propanol unter Rühren deaktiviert. Vorsicht: Der dabei entstehende Wasserstoff kann zu Knallgasexplosionen führen, deshalb direkt durch einen Schlauch in den Abzug ableiten. Nach Beendigung der Reaktion wird tropfenweise Wasser zugegeben; Sammelbehälter D.



Alkaliborhydride werden unter Rühren mit Methanol, Alkaliamide und -hydride tropfenweise mit 2-Propanol versetzt. Nach Beendigung der Reaktion wird mit Wasser hydrolysiert; Sammelbehälter D.

Beispiele:



Quelle: 02

s.a. Lithium-Aluminiumhydrid

Alkaloide

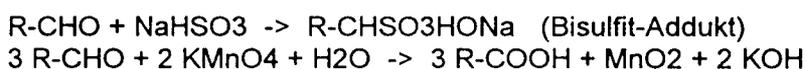
Die in einem Oberstufenkurs über pharmazeutische Chemie anfallenden Reste an Alkaloiden können mit Königswasser (3 Raumteile HCl konz. + 1 Raumteil HNO₃ konz.) zerstört werden. Anschließend wird die Mischung neutralisiert und in ein Sammelgefäß gegeben.

Quelle: 03

s.a. Basen, organische
s.a. Naturstoffe

Alkanale

Kleinere Mengen werden mit überschüssiger NaHSO₃-Lösung versetzt und dann zum Abwasser gegeben. Größere Mengen können nach dem Ansäuern mit Kaliumpermanganat-Lösung oxidiert werden. Ein Verbrennen in kleinen Portionen ist ebenfalls möglich.



Quelle: 03

Alkyle	s. Aluminiumalkyle, s. Metallalkyle
Alkylhalogenide, Dehalogenierung	s. Teil B Kap. 2
Alkylsulfat	s. Diethylsulfat, Dimethylsulfat; s. Kanzerogene
Aluminiumalkyle	<p>Extrem luft- und hydrolyseempfindlich; unter Schutzgas mit einem inerten Lösungsmittel (z. B. Petroleumbenzin) verdünnt und tropfenweise mit 1-Octanol versetzt. Nach Abklingen der Reaktion wird (zunächst tropfenweise!) Wasser zugeben; Sammelbehälter F.</p> <p>Für den sicheren Umgang mit diesen Verbindungen empfiehlt sich die Verwendung der Spritze für Aluminiumalkyle.</p> <p>Beispiel: $\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_3 + 3\text{HOR} \rightarrow \text{Al}(\text{OH})_3 + 3 \text{C}_2\text{H}_5\text{-R}$ ($\text{R}=\text{C}_8\text{H}_{17}$)</p> <p><u>Apparatur:</u> Zweihalskolben, Rückflußkühler mit Metallkühlschlange, und Gasableitung über einen Schlauch direkt in den Abzugskanal, Tropftrichter mit Druckausgleich, Magnetrührer; Abzug mit geschlossenem Frontschieber!</p> <p><u>Quelle:</u> 02</p> <p>s.a. Metallalkyle</p>
Ammoniumfluorid	s. Fluoride, Fluorwasserstoff
Anilin ²	<p>Größere Mengen Anilin werden in ein Sammelgefäß gegeben. Enthält die Reaktionsmischung nur eine geringe Anilinkonzentration, so neutralisiert man zuerst im Reaktionsgemisch evtl. vorhandene Säuren mit festem NaHCO_3. In einer Porzellanschale wird die neutralisierte Mischung mit festem $\text{Ca}(\text{OH})_2$ vermengt, mit Ethanol versetzt und im Abzug verbrannt [...].</p> <p><u>Quelle:</u> 03</p>
Arsenhaltige Verbindungen	<p>Arsen-, selen- und tellurhaltige Verbindungen werden mit Salpetersäure oxidiert und aus der Lösung als Sulfide mit Schwefelwasserstoff ausgefällt. Diese werden einer Sondermülldeponie, zweckmäßigerweise einer Untertagedeponie zugeführt.</p> <p>Selen kann in der Lösung mit Natriumbisulfit zu elementarem Selen reduziert werden. Hieraus kann Selendioxid hergestellt werden. Andernfalls werden die Selenverbindungen einer Sondermülldeponie zugeführt.</p> <p><u>Quelle:</u> 12</p>

Azide;
Azoverbindungen

Azide und Azoverbindungen werden unter Eiskühlung mit verdünnter Cer-Ammoniumnitrat-Lösung behandelt. Die entstandene Lösung kann nach vollständiger Reaktion dem Abwasser beigegeben werden. Bei Gemischen wird die organische Phase abgetrennt und der Sondermüllverbrennung zugeführt. (Sammelgefäß V)

Quelle: 12

>>

Azide und Azoverbindungen können eisgekühlt mit verdünnter Cer-Ammoniumnitrat-Lösung (nicht wassergefährdend) umgesetzt werden. Sie zerfallen dabei unter Stickstoffentwicklung. Die Reaktionsmischung enthält keine gesundheitsschädlichen Stoffe mehr und kann ins Abwasser gegeben werden.

Quelle: 03

s.a. Natriumazid

Azoverbindungen

Kleinere Mengen können in den Sammelbehälter 2 gegeben werden. Fallen größere Mengen an, so sollte zunächst eine Umsetzung mit Cer-Ammoniumnitrat-Lösung erfolgen. Dabei bildet sich Stickstoff. Die organische Phase wird über den Sammelbehälter 3 entsorgt, die wässrige Phase kann in den Abfluß gegeben werden.

Quelle: 01

>>

Unter Kühlen mit einem Überschuß Cer-Ammoniumnitratlösung zu einer Suspension verrühren, mit viel Wasser verdünnen; Diazoalkylverbindungen und Diazoester in Lösung können auch in einer Laborapparatur mit 2 N HCl versetzt werden, wobei sich das korrespondierende organische Halogenid und N₂ bilden (gasometrische Verfolgung), das Halogen kann verbrannt werden, die wässrige Phase wird mit NaOH neutralisiert und mit Wasser verdünnt; Diazomethan kann auch durch Veresterung entgiftet werden, indem man unter Kühlen eine Carbonsäure in CH₂Cl₂ zutropft und die N₂-Bildung gasometrisch verfolgt.

Quelle: 05

Basen,
anorganische

Sie werden, falls erforderlich, verdünnt, indem man sie vorsichtig in Wasser einrührt. Anschließend wird mit Salzsäure neutralisiert (Handschuhe, Abzug). Vor Abfüllen in Sammelbehälter D den pH-Wert mit pH-Universal-Indikatorstäbchen kontrollieren.

Quelle: 02

s.a. Hydroxide

Basen, organische³ Die organische Base wird mit trockenem Natriumhydrogensulfat neutralisiert. Dann wird langsam Wasser zugesetzt und die neutralre Lösung dem Abwasser beigegeben.

Quelle: 12

>>

In gelöster Form: Sammelbehälter A bzw. B, je nachdem, ob sie Halogene enthalten, oder nicht. Häufig empfiehlt sich zur Vermeidung von Geruchsbelästigung (Abzug!) vorher eine vorsichtige Neutralisation mit verdünnter Salz- oder Schwefelsäure. pH-Wert mit pH-Universal-Indikatorstäbchen kontrollieren.

Quelle: 02

s.a. Hydroxide

Beryllium;
-Salze

Beim Umgang mit dem kanzerogenen Beryllium und seinen Salzen ist besondere Vorsicht geboten: Einatmen von Staub und Kontakt mit der Haut auf jeden Fall vermeiden! Sammelbehälter E.

Quelle: 02

s.a. Kanzerogene

Blausäure

Mit Chlorkalklösung oder Wasserstoffperoxid oxidieren, neutralisieren, danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation.



Zerfällt in wässriger Lösung in H₂O, CO₂ und NH₃.

Quelle: 16

s.a. Cyanide

Blausäure,
überlagerte

Überlagerte Blausäure, die für den Laborgebrauch meist in Glasampullen eingeschmolzen ist, darf nicht mehr transportiert werden. Ihre Beseitigung muß im Labor erfolgen.

Die Arbeiten müssen in einem Abzug mit sehr guter Leistung durchgeführt werden. Sie sind von zwei Personen, die nach Möglichkeit zum persönlichen Schutz Atemschutzgeräte tragen sollten, die unabhängig von der Umgebungsatmosphäre wirken, auszuführen. Die Blausäure (Fp. -13,4 °C, Sdp. 25,7 °C) wird mit Hilfe einer Eis- / Kochsalzmischung eingefroren, bevor die Ampulle geöffnet wird. In einem Rundkolben mit Rührer und Außenkühlung mit Eiswasser wird Natronlauge mit einem pH-Wert von 10-11 mit einem Überschuß an H₂O₂ als Oxidationsmittel (oder KMnO₄ oder Hypochloritlösung) vorgelegt. Die geöffnete Ampulle

mit der noch eingefrorenen Blausäure wird mit der Öffnung nach unten in einen Tropftrichter mit NS 45 Schliff- und Druckausgleich bei geöffnetem Ventil gestellt. Die Blausäure taut langsam auf und tropft in die Oxidationslösung. Es entsteht Natriumcyanat (NaOCN). Durch vorsichtige Zugabe von Säure wird die Lösung auf pH 8-9 eingestellt. Mit dem aus dem ersten Schritt überschüssigen oder neu hinzugefügten Oxidationsmittel wird das Cyanat zu CO₂, H₂O und NH₃ oxidiert. Die Lösung kann ins Abwasser gegeben werden.

Hinweise: Arbeit in Abzug mit erhöhter Leistung; unabhängiger Atemschutz⁴; von 2 Personen durchzuführen

Apparatur: Dreihalskolben, Tropftrichter (NS 45; Druckausgleich); Kältemischung, Außenkühlung

Quelle: 09

Blei, -verbindungen

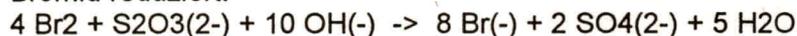
Bleiabfälle sollten wiederaufbereitet werden. Falls dies nicht möglich ist, müssen die Abfälle in eine möglichst schwerlösliche anorganische Form überführt werden. (Behandlung mit Salpetersäure.) Bleisalze in Form von Carbonaten, Sulfaten und Sulfiden sollten nicht auf Sonderabfalldeponien gelagert werden, da z.B. beim schwerlöslichen Sulfid in reinem Wasser bei 20 °C 124 mg/l⁵ in Lösung gehen. In saurem Milieu ist die Lösung noch stärker.

Blei-Alkyl-Verbindungen können wieder aufbereitet oder der Sonderabfallentsorgung zugeführt werden.

Quelle: 13

Brom⁶

Brom wird in verdünnte Lauge eingeleitet und mit Thiosulfat-Lösung zu Bromid reduziert:



Die Lösung kann in den Ausguß gegeben werden.

Quelle: 01

4 Anmerkungen: Den ausführlichen Hinweisen des Merkblattes der BG Chemie M002 „Cyanide“ ist in Pkt. 5.4.2 zu entnehmen, daß „geeignete“ Atemschutzgeräte zu verwenden sind, sobald die Gefahr des Einatmens von Cyanwasserstoff in Konzentrationen oberhalb des MAK-Wertes besteht. - Von der Feuerwehr wird i.d.R. Unterstützung gewährt, wenn ein unabhängiger Atemschutz vor Ort nicht vorhanden ist.

5 Korrekturanmerkung: 0,85 mg/l sind bei 18 °C gelöst, s. CRC Handbook of Chemistry and Physics (Hrsg.: Robert C. Weast, Ph. D.), 59 th Edition, CRC Press, Inc. Boca Raton, Florida 33431.

6 Hier können nur Bromdämpfe gemeint sein. Anmerkung von Herrn Dr. Knoth

Brom⁷; Jod

Aufarbeitung. Falls nicht möglich, kann Brom bzw. Jod mit Natriumthiosulfat zum Bromid bzw. Jodid reduziert werden. Flüssiges Brom wird dabei in eine saure Natriumthiosulfatlösung gerührt und neutralisiert. Mit Bromdämpfen wird im Prinzip gleich verfahren; diese werden durch eine Fritte geleitet und zu Bromid reduziert.

Quelle: 13

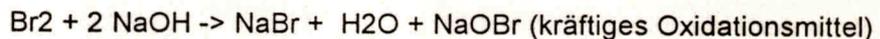
>>

Bei Arbeiten mit Brom ist große Vorsicht geboten, da der Hautkontakt zu ähnlich schweren Verletzungen führen kann wie bei der Einwirkung von HF und Fluor. Um möglichst jedes Risiko weitgehend auszuschalten, sollten Bromreste und Bromdämpfe durch Reduktion mit Natriumthiosulfat (Na₂S₂O₄) zum Bromid beseitigt werden. Dämpfe werden durch eine Fritte, flüssige Bromreste unter starkem Rühren in eine saure Natriumthiosulfatlösung eingebracht. Unter Berücksichtigung der "Allgemeinen Vorschriften ..." kann eine Abgabe ins Abwasser erfolgen.

Quelle: 09

>>>

In Natronlauge absorbieren, danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation.



Quelle: 16

Bromcyan

Die gefahrlose Beseitigung von Labormengen geschieht durch Oxidation mit Calcium- oder Natriumhypochlorit-Lösung unter kräftigem Rühren bis zur vollständigen Umsetzung. Rückstände nie in den Ausguß gießen, sondern in geschlossenen Behältern sammeln und einem zugelassenen Unternehmen (Anschriften siehe Kapitel "Adressen", Seite 218) zur Entsorgung übergeben. Nähere Hinweise, s. S. 125.

Quelle: 02

BSE

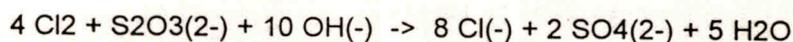
s. JCF-kontaminierte Lösungen

Carbonyle

s. Eisenpentacarbonyl, s. Metallalkyle

Chlor

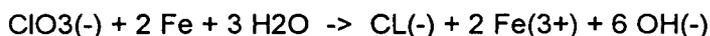
Chlor wird in verdünnte Lauge eingeleitet und mit Thiosulfat-Lösung zu Chlorid reduziert:



Die Lösung kann in den Ausguß gegeben werden.

Quelle: 01

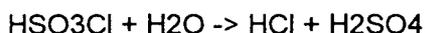
Chlorate Reste von Kaliumchlorat oder anderen Chloraten in Wasser lösen. Geringe Mengen kann man in den Ausguß geben. Größere Mengen vorher mit Eisenpulver reduzieren:



Quelle: 01

Chlorcyan s. Blausäure

Chlorsulfonsäure Unter Rühren in Eiswasser eintropfen; danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation



Quelle: 16

Chromhaltige Verbindungen Chromhaltige Verbindungen können i.d.R. einem Recyclingverfahren unterzogen werden. Nicht mehr verwertbare Rückstände werden auf einer Sonderabfalldeponie gelagert. Sechswertige Chromverbindungen (krebs-erzeugend) sollten möglichst in die harmloseren dreiwertigen überführt werden.

Aus Galvanikschlämmen ist eine Chromseparierung möglich. Chromfreie Galvanikschlämme können dann einer Wiederverwertung zugeführt werden.

Sonstige Hinweise:

Bei der Verbrennung chromhaltiger Verbindungen kann giftiges Cr-VI gebildet werden (Chromsäureanhydrid). Chromsäure darf keinen Kontakt haben mit brennbaren Lösemitteln, Alkoholen, Terpenen, Glycerin, Campher, Naphthalin, Essigsäure. Kleine Mengen können in Glas-, größere in Stahlblechbehältern aufbewahrt werden.

Entsorgung im Labor:

Feste Chromate werden gesammelt und als Sonderabfall entsorgt. Gelöste Chromate und Dichromate⁸ werden bei pH 2 (mit Schwefelsäure ansäuern) mit Natriumhydrogensulfit zu Chrom(III)-Ionen reduziert: Dazu wird bei Raumtemperatur unter Rühren langsam ein 50%iger Überschuß einer wässrigen Natriumhydrogensulfit-Lösung zugefügt. Wenn nach Zugabe von ca 10% der Hydrogensulfit-Lösung keine Reaktion eintritt (keine Erwärmung), fügt man vorsichtig mehr Säure hinzu. Nach Neutralisation wird das Sulfid ausgefällt, abfiltriert und entsorgt. Überschüssige Sulfidionen werden durch Zugabe von Natriumhypochlorit

8

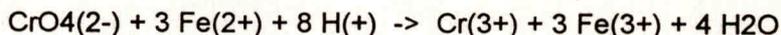
Anmerkung von Herrn Dr. P. Knoth: Zum Reduzieren von sauren Cr(VI)-Lösungen sind Methanol- und Formalinreste besser geeignet. Als Nebenprodukte entstehen dabei nur Kohlendioxid und Wasser.

zersetzt und das Sulfat gegebenenfalls ins Abwasser geleitet.

Quelle: 13

Chromat;
Chromsäure

Chrom (VI)-Verbindungen vor Abgabe zu Chrom (III)- Verbindungen reduzieren. Wässrige Lösungen, falls noch nicht sauer, mit verdünnter Schwefelsäure ansäuern, metallisches Eisen (z.B. Nägel, Eisenschrott) über Nacht einwirken lassen, bis Lösung grün gefärbt ist, neutralisieren und sammeln. (Kleinere Mengen können auch durch tropfenweise Zugabe von Äthanol reduziert werden).



Quelle: 16

Chromatographie-
-Rückstände

Die in Schichten und Sorbentien adsorbierten aggressiven oder giftigen Substanzen müssen vor der eigentlichen Entsorgung durch geeignete Behandlung (z.B. Auswaschen, Elution) entfernt werden. Die zur Elution benutzten Lösungsmittel werden nach einer der vorhergehenden Vorschriften behandelt und entsorgt. Größere Sorbens-Mengen (z.B. aus Säulen) werden vom Lösungsmittel befreit (Absaugen, Trocknen) und in reißfesten Kunststoffbeuteln verpackt: Sammelbehälter I. Die DC-Trägermaterialien (Aluminium, Glas, Kunststoff) und Säulen werden zusammen mit dem entsprechenden Abfall entsorgt: Sammelbehälter K.

Quelle: 02

Chromschwefel-
säure

s. Chromat

CKW

s. Halogenorganische Verbindungen

Cyanide

Zur Entsorgung von Cyaniden stehen grundsätzlich folgende Möglichkeiten zur Verfügung:

Füssigabfälle:

- Ausfällung mittels Eisen(II)-Salzen⁹
- Oxidation mit Natriumhypochlorit zu Cyanat (Teiloxidation); eine Weiteroxidation bis zu Stickstoff und Kohlendioxid ist möglich (pH-Wert > 10)
- Oxidation mit Wasserstoffperoxid (Abwasser mit einem hohen organischen Anteil)
- Oxidation mit Ozon
- Elektrolytische Oxidation
- Behandlung mit Ketonen und Aldehyden
- Galvanische Flüssigabfälle können in einem besonderen Verfahren aufbereitet und zurückgeführt werden.

Feste Abfälle:

- Wasserdampfverseifung fester Cyanide oberhalb von 850-900 °C. Die eingesetzten Cyanide müssen nitritfrei sein.
- Hydrolytische Umsetzung von festen Cyaniden zu Ammoniak und Natriumformiat unter hohem Druck.
- Härtesalzabfälle können in einer Untertagedeponie gelagert werden.

Entsorgungshinweise für das Labor:

I: Vorgehen bei der Oxidation mit Natriumhypochlorit:

Abfälle mit einem Überschuß an Natronlauge und Chlorkalklösung behandeln. Über Nacht stehenlassen und vorsichtig neutralisieren (heftige Gasentwicklung möglich, Abzug benutzen). Ausgefallene Feststoffe werden abfiltriert. Schwermetalle gegebenenfalls durch Sulfidzugabe ausgefällt und beides als Sonderabfall entsorgt. Bei einer Teiloxidation zu Cyanat kann der wäßrige Rest in einer Kläranlage, bei einer Totaloxidation in den Vorfluter geleitet werden.

Die im Labor üblicherweise angewandte Chloroxidation weist allerdings einige Nachteile auf:

1. Weitere in den Abfällen enthaltene Stoffe wie z.B. Gelatine können eine Entgiftung verhindern.
2. Intermediär bildet sich Chlorcyan
3. Aufsatzung der Abwässer
4. Entgiftung des restlichen Hypochloritüberschusses
5. Die Hypochlorit-Lösung kann nicht gelagert werden.

Alternativ wird die Oxidation mit Wasserstoffperoxid vorgeschlagen:

Die Cyanid-Lösung wird auf einen Cyanid-Gehalt unter 2 g/l verdünnt und auf einen pH-Wert von 11 eingestellt. Nach der Zugabe einiger Tropfen Kupfersulfat-Lösung als Katalysator unter einem Abzug wird das abgeschätzte Volumen einer 30%igen Wasserstoffperoxid-Lösung langsam zugetropft (pro Gramm Kaliumcyanid ca. 2-5 ml H₂O₂, 30%ig). Mindestens 2 Stunden reagieren lassen. Das entstandene Cyanat kann in einer Kläranlage abgebaut werden.

Quelle: 13

>>

Die Kleinstmengenbeseitigung von Kalium- und Natriumcyanid kann im Alkalischen durch Komplexierung mit 20%iger Eisen-II-Sulfatlösung erfolgen. Nach einigen Tagen kann das Reaktionsgemisch ins Abwasser gegeben werden. Eine bessere Lösung stellt jedoch die für "Blausäure, überlagerte", s. dort, beschriebene Oxidation dar.

Quelle: 09

>>>

Cyanid-haltige Lösungen verdünnen, auf einen Cyanid-Gehalt < 2g/l sowie pH ≈ 11 einstellen und Kupfersulfat als Katalysator zugeben. Das Cyanid wird dann unter dem Abzug mit 30%iger Wasserstoffperoxid-Lösung oxidiert:



Die zuvor berechnete Menge an Wasserstoffperoxid langsam zutropfen. Das Gemisch sollte mindestens zwei Stunden lang reagieren und kann dann in den Sammelbehälter 2 gegeben werden.

Quelle: 01

>>>>

Alle Cyanide können in wässriger Lösung bei einem pH-Wert von 10-11 mit einem Überschuß an Wasserstoffperoxid (H₂O₂) zum entsprechenden Cyanat oxidiert werden; bei pH 8-9 wird das Cyanat mit weiterem Wasserstoffperoxid zu Kohlendioxid und Stickstoff oxidiert. Flüssige Blausäure in Glasampullen ist unter bestimmten Bedingungen zur Beförderung auf öffentlichen Straßen nicht zugelassen; sie muß im Labor beseitigt werden. Gleiches gilt für bestimmte Blausäurelösungen (s. dazu GGVS, Anlage A, Rn 2601 Ziffer 1 und 2) Zur Beseitigung wird die Blausäure (Fp. -13,4 °C, Sdp. 25,7 °C) in einer Eis- /Kochsalzlösung eingefroren, bevor die Ampulle geöffnet wird. Die geöffnete Ampulle mit der eingefrorenen Blausäure wird mit der Öffnung nach unten in einen Tropftrichter mit NS 45 Schliff und Druckausgleich gestellt. Die Blausäure taut langsam auf und tropft in die o.g. Oxidationslösung, die sich in der Vorlage befindet. Zur Sicherheit ist der Apparatur noch eine Waschflasche mit der gleichen Oxidationslösung nachgeschaltet. Diese Arbeitsschritte müssen unter einem Lüftungstechnisch einwandfreien Abzug durchgeführt werden. Aus Sicherheitsgründen muß die Arbeitsdurchführung gemäß VBG 1, § 36 überwacht werden. Atemschutzmasken und gegebenenfalls von der Umgebungsluft unabhängiger Atemschutz müssen am Arbeitsplatz zur Verfügung stehen.

Quelle: 10

>>>>

Cyanide werden durch Wasserstoffperoxid oder Natriumhypochlorit-Lösung bei pH 10-11 zunächst zu Cyanaten, bei weiterer Zugabe des Oxidationsmittels bei pH 8-9 zu CO₂ und N₂ oxidiert, d. h. es entstehen keine abwasserschädlichen Reaktionsprodukte. Die Vollständigkeit der Oxidation läßt sich mit Merckoquant Cyanid-Teststäbchen überprüfen; Sammelbehälter D.

Beispiel: $2 \text{ KCN} + 5 \text{ H}_2\text{O}_2 \rightarrow 2 \text{ KOH} + \text{N}_2 + 2 \text{ CO}_2$

Apparatur: Becherglas, Tropftrichter, Magnetrührer; Abzug bei geschlossenem Frontschieber. Atemschutzmaske bereithalten!
[...]

Quelle: 02

s.a. Blausäure, überlagerte

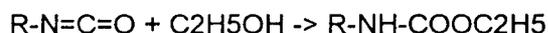
Dechlorierung	s. Halogenorganische Verbindungen
Dehalogenierung	s. Halogenorganische Verbindungen

Diazomethan Aus unverbrauchten etherischen Lösungen darf das N-Methyl-N-nitroso-4-toluolsulfonamid nicht durch Abdestillieren des Diethylethers wiedergewonnen werden: Das auskristallisierende Reagenz kann ohne weiteres explodieren. Zur gefahrlosen Beseitigung von nicht umgesetztem N-Methyl-N-nitroso-4-toluolsulfonamid empfiehlt es sich dieses durch Zugabe von Kaliumhydroxid erst zu Diazomethan und dann mit Essigsäure zu Methylacetat umzusetzen. Weitere Hinweise: S. 126

Quelle: 02

s.a. Azoverbindungen

Diisocyanate Diisocyanat-Abfälle werden mit einem Gemisch aus Ethanol und halbkonzentrierter Ammoniak-Lösung umgesetzt:



Das Produkt wird in den Sammelbehälter 3 gegeben.

Quelle: 01

>>

Günstigste Vernichtungsmöglichkeit ist die Verbrennung mit Vermiculit; die Umsetzung mit primären und sekundären Aminen führt zu Harnstoffen; für Diisocyanate wird auch die zweistündige Einwirkung der 20fachen Menge einer Mischung aus 20 Tl. Ethanol, 42,5 Tl. Wasser und 7,5 Tl. konz. Ammoniak und anschließende Verbrennung empfohlen; auch Polymerisation mit Polyolen und Deponierung ist möglich.

Quelle: 05

[s.a. Anmerkungen Teil A, Kap. 2]

Diethylsulfat;
Dimethylsulfat

Dimethyl- und Diethylsulfat sind starke Alkylierungsreagenzien. Jeder Umgang damit, auch die Vernichtung, muß in einem gut arbeitenden Abzug erfolgen. Bei der Arbeit sollten Handschuhe getragen werden, damit nicht versehentlich Spritzer auf die Haut gelangen können. Zur Vernichtung werden die Alkylsulfate aus einem Tropftrichter zu einer eisgekühlten, in einem Zweihalsrundkolben vorgelegten konzentrierten Ammoniaklösung unter Rühren zugetropft. Unter Berücksichtigung der "Allgemeine Vorschriften ..." [s. S. X, Teil A] kann eine Abgabe ins Abwasser erfolgen.

Hinweise: Arbeit in Abzug mit erhöhter Leistung; geeignete Schutzhandschuhe

Apparatur: Zweihalskolben, Tropftrichter, Kühlung

Quelle: 09

Edelmetall-
Katalysatoren

s. Katalysatoren, s. Raney-Nickel

Eisenpentacarbonyl;
Nickeltetracarbonyl

Zur gefahrlosen Beseitigung kleiner Mengen der beiden Carbonyle im Labor mit Wasser abdecken und tropfenweise unter Rühren mit konzentrierter Salpetersäure zu Eisen-, bzw. Nickelnitrat umsetzen. Rückstände nie in den Ausguß gießen, sondern in Blechkannen sammeln und einem anerkannten Entsorgungs-Unternehmen zur Beseitigung übergeben. Anschriften finden sie im Kapitel "Adressen", Seite 218. Nähere Hinweise: S. 127f

Quelle: 02Ersatzstoffe,
Beispiele

Aluminiumoxid-Faser anstelle von Asbest,
tert-Butylmethylether anstelle von Diethylether,
Dimethylcarbonat anstelle von Dimethylsulfat, usw.
s. S. 148 ff.

Quelle: 02

Etherperoxide

Mit Ausnahme der stark verzweigten Ether, wie z.B. tert-Butylmethylether (TBME), hat diese Substanzklasse die Eigenschaft bei Kontakt mit der Luft hochexplosive Etherperoxide zu bilden. Etherperoxide werden beim Abdestillieren des Lösungsmittels im Destillationssumpf angereichert und verursachen ab einer bestimmten Konzentration äußerst heftige Explosionen. Falls bei einer Destillation die Präsenz von Peroxiden im Reaktionsgemisch nicht eindeutig geklärt ist, so muß sie wegen der Explosionsgefahr unbedingt unterbrochen werden, sobald mindestens noch ein Viertel des Ausgangsvolumens im Destillationskolben vorhanden ist! Da Ether im Labor zu den vielbenutzten Lösungsmitteln gehören, empfiehlt es sich dringend, diese laufend auf Peroxide zu prüfen und vorhandene Peroxide sofort restlos zu zerstören. Ausführliche Hinweise hierzu finden Sie im Kapitel "Peroxide in Lösungsmitteln", S. 46.

Hinweise: erhöhte ExplosionsgefahrQuelle: 02

s.a. Peroxide

Ethidiumbromid
in Lösungen/Gelen1. Lösungen, die max 0,5 µg/ml Ethidiumbromid enthalten:

Zu 100 ml einer Lösung, die max. 0,5 µg/ml (entsprechend 0,5 mg/l) Ethidiumbromid enthält gibt man 100mg Aktivkohle und läßt mindestens 1h bei Raumtemperatur stark rühren (bspw. in einem großen Mehrhalsrundkolben mit KPG-Rührer oder einem großen abgedeckten Becherglas mit großem Magnetrührstab und Magnetrührer) danach filtriert man die mit Ethidiumbromid kontaminierte Aktivkohle durch einen geeigneten Filter ab (Whatman No.1 Filter) und sammelt sie samt Filterpapier in einem entsprechend gekennzeichneten geschlossenen Gefäß (bspw. einer Plastikflasche mit Schraubdeckel).

Das Filtrat, in dem nach dieser Prozedur kein Ethidiumbromid mehr nachzuweisen ist, (siehe Sambrock, Fritsch, Maniatis, "Molecular Cloning", A Laboratory Manual, Cold Spring Harbor Laboratory Press 1989, Vol 3, E9, Method 2), wird, wenn es keine anderen abwassergefährdenden Stoffe enthält, direkt in den Abguß gegeben.

>>

2. Gele, die Ethidiumbromid enthalten:

Ethidiumbromidhaltige Gele werden in entsprechend gekennzeichneten verschließbaren Gefäßen, zweckmäßigerweise Plastikflaschen oder -kanistern gesammelt und mit diesen Behältern zusammen als Sondermüll entsorgt.

Alternativ können die Gele auch unter Erwärmen und starkem Rühren mit den ethidiumhaltigen Lösungen vermischt werden, wobei sie sich teilweise lösen. Das Dekontaminationsverfahren ist danach dasselbe wie bei den ethidiumbromidhaltigen Lösungen. Der Filterkuchen und das Filtrat werden nach der Prozedur in der unter 1. beschriebenen Weise entsorgt.

Der Umgang mit der kontaminierten Aktivkohle hat unter besonderen Sicherheitsvorkehrungen (Schutzmaske/evtl. -anzug, unter dem Anzug) zu erfolgen, da auf der Oberfläche der Aktivkohle die Konzentration an Ethidiumbromid um ein Vielfaches größer ist als in den Lösungen/Gelen. Ein Trocknen der Aktivkohle ist zu verhindern (Staubbildung, evtl. erneut anfeuchten).

Die kontaminierte Aktivkohle wird von dem lokalen Entsorgungsunternehmen unter der Abfallschlüsselnummer 59302 (org. Laborchemikalienreste) angenommen. Zur Dekontamination von Lösungen mit einem höheren Gehalt an Ethidiumbromid (> 0,5 µg/ml) müssen andere Methoden herangezogen werden.

(1. $\text{H}_3\text{PO}_3/\text{NaNO}_2$ / 2. NaHCO_3 oder 1. KMnO_4 / 2. NaOH).

Siehe:

Sambrock, Fritsch, Manatis: "Decontamination of Ethidium Bromide Solutions". Molecular Cloning. A Laboratory Manual. Cold Spring Harbor Laboratory Press 1989, Vol. 3.

Sowie:

G. Lunn, E.B. Sansone: "Ethidium Bromide: Destruction and Decontamination of Solutions". Analytical Biochemistry 162, 453-458 (1987).

Sowie:

R. Zocher, A. Billich, U. Keller, P. Messner: "Destruction of Ethidium Bromide in Solution by Ozonolysis". Institut f. Biochemie und Molekulare Biologie, Technische Universität Berlin, 1988.

Quelle: 15

Fluoride,
Fluorwasserstoff

Fluorwasserstoff und Lösungen anorganischer Fluoride sind mit größter Vorsicht zu handhaben: jeglichen Kontakt vermeiden und unbedingt in einem gut ziehenden Abzug bei geschlossenem Frontschieber arbeiten ! Reste werden mit Calciumcarbonat als Calciumfluorid ausgefällt. Niederschlag: Sammelbehälter I; Filtrat: Sammelbehälter D.

Apparatur: Bei Flußsäure niemals Geräte aus Glas, sondern aus Polyethylen verwenden.

Quelle: 02

>>

Anorganische Fluorverbindungen werden in Wasser, (evtl. unter Zugabe von wenig Salzsäure) gelöst und sofort mit Natriumhydrogencarbonat neutralisiert. Anschließend wird Calciumchlorid oder -hydroxid im Überschuß zugegeben, um unlösliches Calciumfluorid auszufällen. Der Niederschlag wird abfiltriert und einer normalen Mülldeponie zugeführt.

Zu beachten:

Fluorwasserstoffsäure verursacht heimtückische, spät einsetzende und langwierige Entzündungen.

Quelle: 12

Formaldehyd

s. Aldehyde

Gase

Entzündliche Gase sollten in geeigneter Weise abgebrannt werden. Korrosive Gase werden in ein entsprechendes Neutralisationsmedium eingeleitet.

Giftige, hochreaktive oder Reizgase müssen entsprechend ihren spezifischen Eigenschaften unschädlich gemacht werden, z.B. durch Verbrennung oder chemische Reaktion.

Zu beachten: Gaszylinder werden nach Ablassen des Drucks und Beseitigung des Inhalts mit einem Inertgas, durch Einleiten von Dampf oder durch Füllung mit Wasser gespült, bevor sie als Druckbehälter unbrauchbar gemacht werden.

Quelle: 12

Gase, saure

Häufig zum Einsatz kommende saure Gase, wie Chlor, Schwefeldioxid, Salzsäure, Bromwasserstoff, Jodwasserstoff und Phosgen werden in einer Apparatur (Waschflaschenanordnung, zwecks Gaswäsche) mit 20%iger Natriumhydroxidlösung neutralisiert. Es ist angebracht, die Gase über eine grobe Glasfritte in die Hydroxidlösung einzuleiten. Die Reaktionsprodukte können neutralisiert ins Abwasser gegeben werden.

Quelle: 09

Gase, toxische

Tabelle: Rasche Vernichtung wichtiger toxischer Laborgase

Antimonwasserstoff:

Einleiten in Hypohalogenitlösung

Arsenwasserstoff:

Einleiten in Hypohalogenitlösung oder in wäßrige Silbernitrat (AgNO₃)-

Lösung oder Kalilauge (KOH) zu Arsentrioxid (AsO_3) lösen und als solches weiterbehandeln.

Bromwasserstoff:

Einleiten in 15%ige Natronlauge (NaOH)

Chlor:

Einleiten in verdünnte Lauge und Entfernung des entstehenden Hypochlorits mittels Natriumthiosulfat-Lösung ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Chlorwasserstoff:

Einleiten in 15%ige Natronlauge (NaOH)

Chlorcyan:

Einleiten in 15%ige Natronlauge (NaOH)

Cyanwasserstoff:

Einleiten in verdünnte NaOH , Oxidation des gebildeten Cyanids mit Calciumhypochlorit-Lösung ($\text{Ca}(\text{OCl})_2$), mit viel Wasser verdünnen.

Diboran:

Einleiten in Wasser führt zu Borsäure und H_2 (!); mit Alkalien bildet sich Hypoborat, das sich beim Ansäuern zersetzt.

Ethylenoxid:

In der Kälte verdünnte Salzsäure (HCl) einleiten (Bildung von Glycol).

Fluor:

Durchleiten durch einen mit Natriumhydrogencarbonat (NaHCO_3) oder Natronkalk gefüllten Gasreiniger.

Fluorwasserstoff:

Einleiten in Kalkmilch bei pH 12 (Verwendung von Polyethylenflaschen).

Formaldehydgas:

In Ethanol einleiten und Lösung verbrennen.

Kohlenmonoxid¹⁰:

Einleiten in einen mit einer Mischung aus Aktivkohle und Hopkalit gefüllten Gasreiniger.

Kohlenwasserstoffe:

Unter den nötigen Sicherheitsvorkehrungen verbrennen.

Lösungsmitteldämpfe:

Adsorption an Aktivkohle oder Kondensation oxydierende Gase Einleiten in Natriumsulfit- oder Natriumthiosulfat-Lösung.

Phosgen:

Einleiten in 15%ige NaOH oder eine Aktivkohleaufschlammung.

Phosphorwasserstoff:
Einleiten in Hypohalogenit-Lösung oder in Silbernitrat-Lösung (AgNO_3).

Quecksilberdämpfe:
Adsorption an jodbeladener Aktivkohle reduzierende Gase Einleiten in $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ -Lösung.

Schwefeldioxid:
Einleiten in 15%ige NaOH .

Schwefeltrioxid:
Einleiten in konzentrierte Schwefelsäure (H_2SO_4) und Eintropfen des gebildete Oleums in Eiswasser, Neutralisation mit NaOH .

Schwefelwasserstoff:
Einleiten in Eisenhydroxidaufschlammung.

Selenwasserstoff:
Einleiten in 15%ige Kalilauge (KOH) und anschließende Reduktion zum Element.

Siliciumwasserstoff:
Einleiten in Hypohalogenitlösung (Monosilan).

Tellurwasserstoff:
Einleiten in 15%ige Kalilauge (KOH) und anschließende Reduktion zum Element.

Quelle: 05

Halogenide,
anorganische

Rückstände flüssiger anorganischer Halogenide und hydrolyseempfindlicher Reagenzien tropft man vorsichtig unter Rühren in eisgekühlte 10 %-ige Natronlauge ein; Sammelbehälter E.

Apparatur: Becherglas, Tropftrichter, Magnetrührer; Abzug mit geschlossenem Frontschieber !

Quelle: 02

Halogenkohlen-
wasserstoffe

s. Halogenorganische Verbindungen; s. Lösungsmittel, halogenhaltig

Halogenorganische
Verbindungen,
Dehalogenierung

s. Teil B Kap. 2

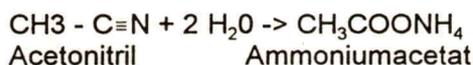
HKW

s. Halogenorganische Verbindungen

HPLC-Phasen,
biologische
Entgiftung

Acetonitril ist die am häufigsten benutzte mobile Phase in der HPLC und wird in Konzentrationen bis 80 Vol. % angewandt. Da es sich um eine giftige Verbindung handelt (MAK 40 ppm), ist es wünschenswert und ökologisch geboten, die anfallenden Sammelwässer zu entgiften, bevor sie in die Kanalisation abgegeben werden.

Die Entgiftung von HPLC-Sammelwässern kann vorteilhaft mit einem neuen, von uns entwickelten mikrobiologischen Verfahren erfolgen. Die Bakterien Mykobacterium UBT 5, Bacillus UBT 2, Corynebacterium UBT 9 und Flexibacter UBT 4 wandeln giftiges Acetonitril in ungiftiges und leicht biologisch abbaubares Ammoniumacetat um.

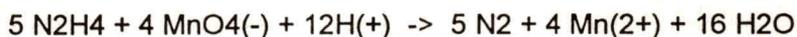


Die Anwendung der Bakterien ist außerordentlich effektiv und erfordert keinerlei apparativen Aufwand. Sie werden einfach als Trockenpräparate in das Auffanggefäß gestreut oder als Beutel appliziert. Die vollständige Entgiftung erfordert gewöhnlich nur wenige Stunden. Zur Erzielung maximaler Entgiftungsraten wird mit Leitungswasser eine Acetonitrilkonzentration von ca. 10 -15 Vol % eingestellt. Eine Einstellung von pH oder Temperatur erübrigt sich in der Regel. Der optimale pH liegt im neutralen Bereich. Bei pH 3 bzw. 11 werden aber immerhin noch 50 % der maximalen Aktivität beobachtet. Bei Temperaturen oberhalb 50 °C ist das System inaktiv.

Quelle: 18

Hydrazin

Wässrige Hydrazin-Lösungen und Lösungen von Hydraziniumsalzen werden Hydroxylamin; Salze vorsichtig mit Kaliumpermanganat oxidiert:



Das Produkt kann in den Ausguß gegeben werden. Mit der gleichen Reaktion können Hydroxylamin und Hydroxylammoniumsalze umgesetzt werden.

Quelle: 01

Hydroxide

Wasserlösliche Hydroxide, Laugen und organische Basen werden mit Säuren wasserlösliche neutralisiert und mit viel Wasser verdünnt in die Kanalisation geleitet.

Geeignete Säuren:

- verdünnte Salz- oder Schwefelsäure
- organische Säuren z.B. Citronensäure
- handelsübliche Neutralisationsmittel

Zu beachten:

- Der pH-Wert muß bei Einleitung in die Kanalisation zwischen 6 und 8,5 liegen.

- Laborabwässer dürfen nicht in fließende Gewässer geleitet werden.
- Die örtlich vorgeschriebene Höchstsalzlastmenge darf nicht überschritten werden.

Ausnahmen:

Die folgenden Stoffe dürfen nicht in die Kanalisation gelangen:

- alle Stoffe die den Sicherheitsratschlag S29 "Nicht in die Kanalisation gelangen lassen" auf der Kennzeichnung (Etikett) tragen
- brennbare, nicht wasserlösliche Stoffe
- giftige und sehr giftige Schwermetallverbindungen
- krebserzeugende Stoffe (Stoffe mit R 39 und R 45)
- Stoffe mit hoher Fischtoxizität

Hinweise: Kommunale Satzungen und die aktuelle Gefahrstoffverordnung beachten.

Quelle: 12

s.a. Alkaloide, s.a. Basen

Isocyanate

s. Diisocyanate

Jacob-Creuzfeldt
-Krankheit

s. JCF-kontaminierte Lösungen

JCF-kontaminierte
Lösungen,
Inaktivieren

Inaktivieren von alkoholischen JCF-kontaminierten Lösungen (Erreger des Rinderwahnsinns, auch BSE abgekürzt):

In einem 1000 ml Kolben werden 100 ml NaOH 6,85 mol (Lösung A) vorgelegt, bis zu 600 ml alkoholische JCF-Lösung hinzugefügt und ca. 24 Stunden zur Inaktivierung bei Raumtemperatur stehengelassen. Anschließend wird das Gemisch mit 100ml Salzsäure 25 % (Lösung B) versetzt (=Neutralisation) und der pH gemessen. Die Lösung muß dann neutral sein. Die Entsorgung erfolgt zusammen mit "Sonstigen Konzentraten" 52725.

Lösung A:

Natronlauge 6,85 mol = 27,4 g Natriumhydroxid-Plätzchen lösen, unter Umrühren in 80 ml H₂O (Achtung Erwärmung!) nach dem Abkühlen auffüllen auf 100 ml.

Lösung B:

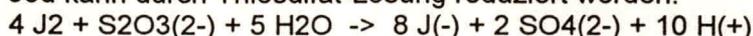
Salzsäure 6,85 mol (= 25 % Salzsäure Merck Nr. 312)

Anmerkung von Frau Dr. Meier: Dieses Verfahren kann modifiziert für Zytostatika angewendet werden.

Quelle: 17

Jod

Jod kann durch Thiosulfat-Lösung reduziert werden:



Die Entsorgung erfolgt über den Sammelbehälter 2.

Quelle: 01

Kalium¹¹

Das Metall wird mit Butanol umgesetzt:



Das Gemisch mehrere Tage stehen lassen und dann in Behälter 1 geben.

Quelle: 01

>>

Kleine Stücke in tertiär-Butanol geben, vorsichtig Äthanol (96%) zugeben, umrühren oder stehen lassen bis alles aufgelöst und klare Lösung vorhanden, neutralisieren, danach in **Ausguß** mit Anschluß an zentrale Neutralisation.



Quelle: 16

Kaliumcyanid

s. Cyanid

Kanerogene

Umgang mit Kanzerogenen und deren Vernichtung:

[1. Handhabung ...; 2. Aufbewahrung und Kennzeichnung...]

3. Reinigung von Geräten

Die Reinigung von Geräten richtet sich nach den chemischen Eigenschaften der betreffenden Kanzerogene. Aflotoxine werden mit 3%iger NaOCl-Lösung zerstört. Anorganische Kanzerogene werden zweckmäßigerweise nach entsprechender Etikettierung einer Sonderabfalldeponie zugeführt (z.B. Arsen, Beryllium, Chromate, Nickel-Verbindungen). Diazomethan reagiert mit Essigsäure. Nitrosamine und Nitrosamide werden mit HBr-Eisessig zersetzt. Organische Kanzerogene werden durch Abbau inaktiviert. Hierzu verwendet man zweckmäßigerweise Königswasser (konzentrierte HCl drei Teile, konzentrierte HNO₃ ein Teil) Chromschwefelsäure enthält das krebserzeugende Kaliumchromat und ist daher nicht zu empfehlen.

4. Bei Verdacht auf bestimmte Heterocyclen und polycyclische Aromaten kann man mit einer UV-Lampe eine Sauberheitskontrolle durchführen. Man erkennt die Verbindungen durch Fluoreszenz.

5. Störfälle

Bei jeglicher Freisetzung von Kanzerogenen (Bruch einer Flasche, Verschütten, Brand in den betroffenen Bereichen) sind folgende Maßnahmen zu treffen:

- Bereich sichern, verlassen und absperren
- Mitarbeiter verständigen
- Kontaminierte Kleidung sofort ablegen (auch Unterwäsche)
- Benetzte Hautpartien sofort mit viel kaltem Wasser und Seife abwaschen. Nicht bürsten. (Warmes Wasser erhöht die Hautresorption)
- Verschüttete Kanzerogene werden sorgfältig zusammengetragen. Die Reste werden gemäß Punkt 3. zerstört. Anschließend wird der Arbeitsplatz mit Wasser oder einem geeigneten Lösungsmittel gereinigt.

6. Abfall:

Alle festen Abfälle, wie Probenreste, Filtrerrückstände, Einweggefäße, Pipettenspitzen, Auslegepapiere, gebrauchte Handschuhe und möglicherweise kontaminierte Kleidungsstücke, sind in einem mit Deckel und Spannverschluß abzudeckenden Kunststofffaß zu sammeln und der Entsorgung, z.B. einer Hochtemperaturverbrennung zuzuführen. Alle flüssigen Abfälle, wie Reste von Proben, Lösungen, unbrauchbar gewordene Standardlösungen, Vorspüllösungen, zu verwerfende Eluate der Säulen- und Hochdruckflüssigkeitschromatographie, müssen in bruch sicheren, verschließbaren Flüssigkeitsbehältern gesammelt und der Entsorgung z.B. einer Sonderabfallverbrennung für flüssige Abfälle bei hoher Temperatur, zugeführt werden. Bei Reaktionen in Laboratorien entstehen oftmals teerartige oder harzige Rückstände, die als Folge pyrolytischer Umsetzungen polycyclische Aromaten enthalten können. Es muß mit ihnen deshalb ebenso sorgfältig umgegangen werden wie mit krebs-erregenden Stoffen.

Abfälle sind folgendermaßen zu kennzeichnen:¹²

Plastiksäcke mit festen Abfällen sind mit Klebeband "Krebserzeugend" zu bekleben.

Flüssige wäßrige Abfälle in 10 l Plastikkanistern (Konzentration < 1mg/l) sind mit Klebeband "Krebserzeugend" zu kennzeichnen.

Flüssige organische Abfälle in 10 l Plastikkanistern (Konzentration < 1 mg/l) sind mit Klebeband "Krebserzeugend" sowie mit den Aufklebern

Gefahrensymbol F - leicht entzündlich

Gefahrensymbol T - giftig

Gefahrensymbol Xn - gesundheitsschädlich

gemäß Gefahrstoffverordnung zu kennzeichnen. Plastiksäcke mit Tierkadavern aus N-Nitrosoversuchen sind mit Klebeband "Krebserzeugend" zu bekleben.

7. Bei Tierexperimenten werden die auf ihre krebsverursachende Wirkung untersuchten Substanzen mit der Nahrung oder durch Sonden und Aufpinseln verabreicht. Hierbei wird sowohl Tier als auch Käfig durch - Kanzerogene verunreinigt. Das getestete Kanzerogen muß durch ent-

sprechende Beschriftung am Tierkäfig angezeigt werden. Exkremente, Einstreu und Abfälle werden in Plastikbeutel verpackt und anschließend verbrannt. Bei der Reinigung von Tierkäfigen muß das Vorhandensein von kanzerogenen Stoffen berücksichtigt werden. Die Tierställe sollen ausreichend be- und entlüftet werden.

Hinweise: Die GefStoffV, Abschnitt 6 (zur Einstufung von Zubereitungen, s. § 35 Abs. 3) und TRGS 201 (Kennzeichnung von gefährlichen Abfällen) sind besonders zu beachten.

Quelle: 13

Kanzerogene;
Gifte

Kanzerogene und als "sehr giftig" bzw. "giftig" gekennzeichnete brennbare Verbindungen: Sammelbehälter F.
Benzol kann allerdings zusammen mit den brennbaren organischen Lösungsmitteln entsorgt werden: Sammelbehälter A.
Alkylsulfate¹³ sind kanzerogen; Einatmen und jeglichen Hautkontakt unbedingt vermeiden. Sie werden zur Desaktivierung aus einem Tropftrichter unter starkem Rühren in eine konzentrierte, eisgekühlte Ammoniak-Lösung getropft. Vor Abfüllen in Sammelbehälter D den pH-Wert mit pH-Universalindikatorstäbchen kontrollieren.

Beispiel: $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{SO}_2 + 2\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow 2\text{CH}_3\text{OH} + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

Apparatur: Zweihalskolben, Magnetrührer, Tropftrichter mit Druckausgleich, Abzug mit geschlossenem Frontschieber, Handschuhe.

Quelle: 02

s.a. Diethylsulfat, Dimethylsulfat

Karzinogene

s. Kanzerogene

Katalysatoren¹⁴

Hier: Eisen, Kupfer, Nickel, Edelmetalle. Nie offen in Abfallkübel werfen! Kleine Mengen (bis 1g) mit Wasser wegspülen, danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation. Filter, Filterpapiere usw. mit Wasser gut auswaschen. Größere Mengen in verschlossener, gekennzeichnete Flasche zur Sammelstelle bringen.

Beispiel: $2\text{Ni} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{NiO} + 58,6 \text{ Kcal/Mol}$

Wegen der hohen Oxidationsenthalpie verbrennen die fein verteilten Metallkatalysatoren unter Flammerscheinung.

Quelle: 16

13

Anmerkung von Herrn Dr. P. Knoth: Alkylsulfate sind bevorzugt mit Natronlauge in der Wärme zu verseifen. Dafür sind ein Dreihalskolben und ein Rückflußkühler (ROH) erforderlich.

14

Anmerkung von Herrn Dr. P. Knoth: Es ist auf die Bildung des kanzerogenen NiO-Staubes hinzuweisen.

s.a. Raney-Nickel

Laborreiniger

Die Extran-Reinigungsmittel verhalten sich bei sachgerechter Anwendung umweltfreundlich und stören die biologische Abwasseraufbereitung nicht. Wenn bei der Reinigung umweltschädliche Stoffe angereichert werden, gibt man die Waschlösung in Sammelbehälter D.

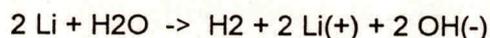
Quelle: 02

Laugen

s.a. Hydroxide, s.a. Basen

Lithium¹⁵

Das Metall wird mit Wasser umgesetzt:



Das Gemisch mehrere Tage stehen lassen und dann in den Behälter 1 geben.

Quelle: 01

Lithium-Aluminiumhydrid

Unter Schutzgas wird ein Gemisch aus Essigsäureethylester und Diethylether (1:3) der Aufschwemmung von Lithium-Aluminiumhydrid in Diethylether hinzuge tropft. Die aus der Apparatur austretenden Gase werden über einen Schlauch direkt in den Abluftkanal des Abzugs geführt.

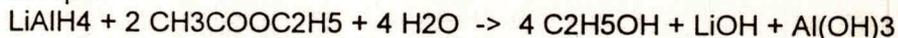
Apparatur: Verwendung eines Kühlers mit einer Kühlschlange aus Metall

Quelle: 08

>>

Lithiumaluminiumhydrid muß zur Zerstörung in einem Ether aufgeschlämmt werden. Unter Schutzgas und intensivem Rühren wird eine Mischung aus Ethylacetat und dem bei der Aufschlammung verwendeten Ether im Verhältnis 1:4 zugetropft. Es ist darauf zu achten, daß die Reagenzlösung dabei nicht die Kolbenwand berührt, da sonst die Gefahr besteht, daß sich Nester von Rückständen bilden, die nicht vollständig abreagieren. Sammelbehälter A.

Beispiel:



Apparatur: Zweihalskolben, Rückflußkühler mit Metallkühlschlange und Gasableitung über einen Schlauch direkt in den Abzugskanal, Tropftrichter mit Druckausgleich, Magnetrührer, Abzug bei geschlossenem Frontschieber.

Quelle: 02

>>>

1. Bei Arbeiten mit LiAlH_4 , welches zur Zerstörung in einem Ether aufgeschlämmt sein muß, sollte unbedingt ein Metallkühler Verwendung finden.
 2. Die Arbeiten sollten unter Schutzgas ausgeführt werden. Argon ist besonders geeignet, da es schwerer als Luft ist.
 3. Die aus dem Kühler entweichenden Gase sollten direkt über einen Schlauch in den Abluftkanal geführt werden, damit keine eventuell entstehenden zündfähigen Gasmischungen an elektrisch betriebene Rührer gelangen können.
 4. Für intensives Rühren während der Zugabe der Reagenzlösung muß gesorgt werden.
 5. Die zutropfende Reagenzlösung darf nicht die Kolbenwand berühren, da sonst die Gefahr besteht, daß sich Nester mit Chemikalien bilden, die nicht voll abreagiert haben.
 6. Zur Zerstörung des Alanats sollte ein Reagenz verwendet werden, das eine Wasserstoffbildung ausschließt. Hierfür bieten sich Essigsäureethylester und Aceton an. In beiden Fällen entstehen Alkohole (Ethanol, Isopropanol), die in den meisten Fällen auch die Aufarbeitung einer Reaktion nicht stören.
- Wichtig ist, daß die Zugabe des Reagenz in Verdünnung erfolgt (ca. 1 Teil Reagenz auf 4 Teile des Ethers, der in der Aufschlämmung verwendet wurde).

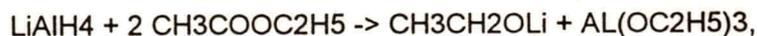
Bei langsamer Zugabe der Reagenzlösung - und unter Beachtung der bisherigen Punkte - sollte eine Störreaktion nahezu ausgeschlossen sein.

Apparatur: Arbeiten unter Schutzgas, Druckausgleich und Wärmeabfuhr sicherstellen; Metallkühler; Gasableitung direkt in den Abluftkanal

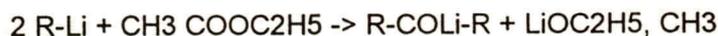
Quelle: 09

>>>>

Aufschlämmen in Äther oder Tetrahydrofuran, Essigester zutropfen, eventuell im Eisbad kühlen, anschließend Wasser, dann 2 N Säure zugeben bis klare Lösung, danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation



hydrolysiert mit Wasser zu $\text{Al}(\text{OH})_3$, LiOH und Ethanol.



hydrolysiert mit Säuren zu den Carbinolen.

Quelle: 16

s.a. Lithiumverbindungen, organische

Lithiumverbindungen, organische

Organische Lithiumverbindungen (n-Butyl, sek-Butyl, tert.-Butyllithium) werden durch Zugabe von Isopropanol unter Schutzgasatmosphäre (N_2),

Ar) zerstört. Nach Hydrolyse des Isopropanolats mit Wasser wird die Lösung mit den halogenfreien Lösemitteln zusammen entsorgt.

Quelle: 09

>>

Hier: n-Butyl-, sek-Butyl-, tert-Butyllithium. Die Zerstörung dieser sauerstoffempfindlichen Verbindungen erfolgt unter Schutzgas (Argon, Stickstoff) durch langsame Zugabe von Isopropanol. Das Isopropanolat wird mit Wasser hydrolysiert, die neutralisierte Lösung wird als Lösemittel unter der Abfallschl.-Nr. 553 70 entsorgt.

Quelle: 10

s. a. Metallalkyle

Lösemittel

Vor Abgabe an das Entsorgungsunternehmen unbedingt mit Perex-Test^R auf halogenfreie Peroxid-Freiheit prüfen. Verschüttete Flüssigkeiten lassen sich leicht mit Chemizorb Granulat bzw. Chemizorb Pulver absorbieren und in Sammelbehälter C sammeln.

Quelle: 02

Lösemittel,
halogenfrei

Halogenfreie Lösemittel können in der Regel wiederaufbereitet werden. Sie dürfen keine saure, alkalische oder wässrige Phase enthalten. Halogenhaltige Lösemittel sind u.a. aufgrund ihrer schwierigen Entsorgung möglichst zu vermeiden. Die Lösemittel sind getrennt zu sammeln und aufzubewahren (Verordnung über die Entsorgung gebrauchter halogenierter Lösemittel). Lösemittel im Sinne der obengenannten Verordnung sind flüssige Stoffe oder Zubereitungen mit einem Massenanteil von mehr als 5 % Halogenkohlenwasserstoffe. Falls möglich sind HKW durch eine Redestillation zurückzugewinnen.

Quelle: 13

>>

Zur Absolutierung von halogenfreien Lösemitteln, z.B. Ethern und Benzol, wird oft Natrium in Drahtform in das Lösemittel gepreßt. Beim Abdestillieren des absoluten Lösemittels ist darauf zu achten, daß ca. 1/4 Füllstandshöhe im Kolben zurückbleibt. Zur Vernichtung des überschüssigen Natriums wird langsam Ethanol zugetropft. Nach Beendigung der Reaktion wird wie oben beschrieben mit Wasser verdünnt. Die Reaktionsprodukte können bei Alkalimetallesatz, s. dort, unter Berücksichtigung allgemeiner Vorschriften ins Abwasser gegeben werden. Im obigen Fall ist die Lösung der Entsorgung halogenfreier Lösemittel zuzuführen.

Quelle: 09

Lösemittel,
halogenfrei

Bei dieser Gruppe sollte das Recycling im Vordergrund stehen (Mengen > organische, 10 l). Eine Rückgewinnung kann z.B. durch Kondensation

oder Dünnschichtverdampfung erfolgen. Falls dies nicht möglich ist, müssen die Lösungsmittel halogenfrei verbrannt werden oder können je nach Menge, Konzentration und Giftigkeit, ins Abwasser geleitet werden. Bedingungen für eine Einleitung ins Abwasser sind den jeweiligen Ratschlägen zu entnehmen und müssen mit der jeweils zuständigen Behörde abgesprochen werden. Es sind Wassergefährdungsklassen zu beachten!

Lagerung, Transport:

Kleingebinde in Glasbehältern, ansonsten in Polyethylenbehältern.

Weitere Hinweise:

Brennbare Lösungsmittel dürfen keinen Kontakt haben mit Chromsäure, Ammoniumnitrat, Halogenen, Wasserstoffperoxid, Salpetersäure, Natriumperoxid.

1. Polare Lösungsmittel, z.B. Isobutanol, Glykolsäure, n-Propanol, Methylmethacrylat sollten destilliert werden. Wasserlösliche Lösungsmittel können in kleinen Mengen ins Abwasser geleitet werden. Bei einfachen, mit Wasser mischbaren Alkoholen, muß bei der Einleitung ins Abwasser die Verdünnung mindestens 1:5, bei giftigen 1:20 betragen. Biologisch nicht abbaubare Lösungen dürfen nicht eingeleitet werden. Größerer Mengen zu entsorgender Alkohole werden der Hausmüllverbrennung zugeführt.

2. Unpolare Lösungsmittel, z.B. Toluole, niedrige, vopolymerisierte Diisocynate werden einer Sonderabfallverbrennungsanlage zugeführt, sofern eine Wiedergewinnung durch Destillation nicht möglich ist.

3. Verunreinigte Lösungsmittel können je nach Verunreinigung wieder aufbereitet werden.

Quelle: 14

Lösungsmittel,
halogenhaltig

Um die Aufarbeitung (Recycling) zu ermöglichen, dürfen halogenhaltige Lösungsmittel nicht untereinander vermischt werden. Sie müssen getrennt gesammelt werden. Sammelbehälter B. Vorsicht: - Keine Behälter aus Aluminium verwenden! - Chloroform nicht mit Aceton mischen.

Quelle: 02

>>

Bei der Entsorgung ist unbedingt die Verordnung über die Entsorgung organische, gebrauchter, halog. Lösungsmittel zu beachten. Darüber hinaus sollten die Möglichkeiten eines Recycling bei diesen Stoffverbindungen ausgeschöpft werden. Folgende Verfahren können z.B. angewendet werden:

- Dünnschichtverdampfung (Rückgewinnung)
- Verbrennung (Rückgewinnung von Salzsäure)
- Destillation und Rückkondensation
- Emulsionstrennung

Verunreinigte Lösungsmittel können in der Regel als Wirtschaftsgut

aufbereitet und einer Wiederverwertung zugeführt werden. Nicht regenerierfähige Abfälle, auch pastöse, können der Sonderabfallverbrennung zugeführt werden. Eine Sonderabfallverbrennung ist jedoch bei hohem Schwermetallgehalt auszuschließen, sofern die Schwermetalle bei den Verbrennungstemperaturen verdampfen können (z.B. Quecksilber, Blei, Cadmium).

Sonstige Hinweise:

Unterschiedliche Lösungsmittel dürfen nicht vermischt werden. Der Gehalt an PCT und PCB darf bestimmte Richtwerte nicht überschreiten. Die Werte können bei den zuständigen Entsorgungsstellen erfragt werden. Bei der Verbrennung entstehende Schadgase - wie NO_x, Phosgen, SO₂, P₂O₅, Schwermetalloxid - müssen eliminiert werden. Eine Lagerung in Polyethylenbehältern ist möglich.

Quelle: 14

Metallalkyle

Hydrolyseempfindliche Organoelement-Verbindungen, die in der Regel in organischen Solventien gelöst sind, werden im Abzug bei geschlossenem Frontschieber vorsichtig unter Rühren in 1-Butanol eingetropft. Entstehende brennbare Gase werden über einen Schlauch direkt in den Abzugskanal abgeleitet. Nach Beendigung der Gasentwicklung rührt man noch eine Stunde und gibt noch einen Überschuß Wasser hinzu. Organische Phase: Sammelbehälter A; wässrige Phase: Sammelbehälter D.

Beispiel: $C_4H_9Li + C_4H_9OH \rightarrow C_4H_9OLi + C_4H_{10}$

Apparatur: Zweihalskolben, Magnetrührer, Tropftrichter, Rückflußkühler mit Kühlschlange aus Metall; Abzug bei geschlossenem Frontschieber!

Quelle: 02

Metalle

Rückstände, die wertvolle Metalle enthalten, sollten der Wiederverwendung zugeführt werden; Sammelbehälter H.

Quelle: 02

Metallorganika

s. Carbonyle, s. Metallalkyle

Metallorganische Verbindungen

s. Carbonyle, s. Metallalkyle

Metallverbindungen

Eine ganze Reihe von Elementen und Verbindungen sollte auch im Labor zur Rückgewinnung gesammelt und aufgearbeitet werden, so z.B. Verbindungen (oder die Elemente) des Antimons, Arsens, Bleis, Cadmiums und des Quecksilbers.

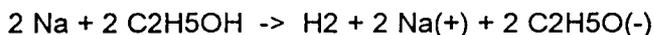
Bei Hg(I)-Verbindungen primäre Oxydation zu Hg (II) erforderlich durch Ausfällung als Sulfid und Aufarbeitung; Berylliumionen durch Ausfällung als Hydroxid (mit NH₄OH) und Glühen zum BeO; Bariumionen durch Ausfällung als Sulfat; Strontiumionen durch Fällung als Carbonat; Silber-

ionen durch Chloridfällung; Zinn(II)-Verbindungen - nach Oxydation zu Sn (IV) - durch Abscheidung als SnO₂; Thalliumsalze - nach Lösung in HNO₃ - durch Fällung als Tl₂O₃ (mit H₂O₂) oder Tl₂S mit (NH₄)₂S; Selen- und Tellurverbindungen durch Reduktion zum Element (z.B. mit Na₂SO₃ in saurer Lösung.

Quelle: 05

Natrium

Das Metall wird mit einer großen Menge Brennspritus umgesetzt:

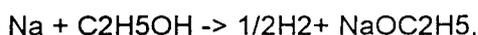


Das Gemisch mehrere Tage stehen lassen und dann in den Behälter 1 geben.

Quelle: 01

>>

Kleine Stücke in Äthanol oder Isopropanol geben, rühren, stehen lassen, bis zur vollständigen Auflösung. Vorsichtige Wasserzugabe bis zur klaren Lösung, neutralisieren, danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Kanalisation.



Stark exotherme Reaktion ! Dabei kann sich der entweichende Wasserstoff im Gemisch mit Luftsauerstoff explosionsartig entzünden.

Quelle: 16

s.a. Kalium

Naturstoffe

Kohlenhydrate, Aminosäuren und andere im biochemischen Labor anfallende wässrige Rückstände; Sammelbehälter D.
Im Gemisch mit organischen Lösungsmitteln bzw. Reagenzien: Sammelbehälter A oder B.

Quelle: 02

Nitrile

Nitrile (Acrylnitril, Acetonitril) werden mit 15%iger Natriumhypochlorid-Lösung oxidiert:



Dabei muß zur vollständigen Umsetzung kräftig gerührt werden. Danach in Behälter 3 geben.

Quelle: 01

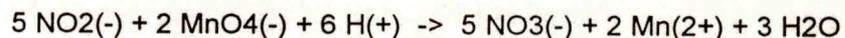
Nitrile; Mercaptane Sie werden durch mehrstündiges Rühren (am besten über Nacht) mit Natriumhypochlorit-Lösung oxydiert. Ein eventueller Überschuß an Oxydationsmittel wird mit Natriumthiosulfat zerstört. Organische Phase: Sammelbehälter A; wässrige Phase: Sammelbehälter D.

Quelle: 02

>> Mercaptane und Nitrile werden mit einer höchstens 15%igen wässrigen Natriumhypochlorit-Lösung oxidiert. Zur vollständigen Umsetzung muß kräftig gerührt werden. Das entstandene Gemisch wird neutralisiert und dem Abwasser zugeführt.

Quelle: 12

Nitrite Kleinere Portionen können direkt in den Sammelbehälter 2 gegeben werden; größere Portionen vorher mit Kaliumpermanganat oxidieren:



Quelle: 01

>> Nitrite können chemisch-physikalisch behandelt werden. Mögliche Verfahren sind z.B.:

- Oxidation zu Nitrat
- Reduktive Verfahren, in denen z.B. mit Amidosulfonsäure Nitrite zu Hydrogensulfat und Stickstoff reduziert werden (pH 3)

Sonstige Hinweise:

Mit Nitriten verunreinigte Laugen können nicht chemisch-physikalisch behandelt werden. Kontakt von Nitriten mit Ammoniumnitrat vermeiden.

Entsorgung im Labor:

Nitrite werden im Natriumhypochlorit zu Nitrat oxidiert, stark verdünnt und unter Beachtung der örtlichen behördlichen Vorschriften ins Abwasser geleitet.

Quelle: 14

Nitro-, Nitroso-
verbindungen

In diese Stoffgruppe fallen Nitrobenzole, Nitrophenole, Nitrotoluol, Nitroaniline, Dinitroverbindungen, Pikrinsäure, Chlorpikrin, Nitroglycerin, -so-benzole und -phenole (s.a. Karzinogene). In der Regel werden diese Verbindungen der Sonderabfallverbrennung zugeführt.

Wäßrige Abfälle mit niedrigen Konzentrationen an Nitrobenzolen, Chlornitrobenzolen oder Nitrotoluolen sind nach Neutralisation mit Kalk biologisch abbaubar.

Sonstige Hinweise:

Bei höher nitrirten Verbindungen besteht Explosionsgefahr.

Entsorgung im Labor:

Nitro- und Nitrosoverbindungen können mit NaHCO_3 vermischt und mit einem Lösungsmittel verbrannt werden.

Quelle: 13

Öl-Wasser-Gemische

Öl-Wasser-Gemische (z.B. Kompressorkondensate) können in kleineren Mengen in einem Behälter gesammelt werden, um dann getrennt zu werden. Dabei ist zu beachten, daß verschiedene Gemische nicht zusammengeschüttet werden dürfen. Die Sammlung erfolgt in einem Behälter mit einer Ablaufmöglichkeit im unteren Teil des Gefäßes. Nachdem sich das Öl oben abgesetzt hat, muß überprüft werden, ob das Wasser klar ist. Erst dann kann das Wasser über einen Filter (z.B. Kieselgur) abgelassen werden. Im Filter verbleibende Reste können einfach dem Öl zugegeben werden. Das Öl muß dann als Altöl der weiteren Entsorgung zugeführt werden (Altölverordnung, insbesondere § 2 und 4 beachten). Das Wasser kann, sofern es keine Verunreinigungen enthält und der pH-Wert zwischen 6 und 8 liegt, dem Abwasser zugegeben werden. Falls Rückstände in der Wasserphase sein sollten, kann das Wasser z.B. verdampft und das Kondensat je nach Art des Rückstandes entsorgt werden (z.B. bei Verunreinigungen in Vakuum).

Quelle: 13

Oleum;
Schwefelsäure;
Salpetersäure

Oleum wird zur Beseitigung vorsichtig in 50%ige Schwefelsäure bei guter Rührung eingetropft. Die abgekühlte, hochkonzentrierte Schwefelsäure wird dann vorsichtig in Eiswasser eingebracht. Es ist darauf zu achten, daß immer ausreichend Eismengen zur Kühlung vorgelegt sind. Unter Berücksichtigung der "Allgemeine Vorschriften ..." [s. S. X, Teil A] kann eine Abgabe ins Abwasser erfolgen. In gleicher Weise wird mit konzentrierter Schwefel- und Salpetersäure verfahren.

Quelle: 09

Organoelementverbindungen

s.a. Metallorganika

Oxidationsmittel

s. Peroxide, u.a.

PCB,
Dechlorierung

[Anmerkung: Polychlorierte Biphenyle] s. Teil B Kap. 2

Perchlorsäure

Niemals Sägespäne, Papier, Lappen oder anderes organisches Material benutzen, um Spritzer aufzusaugen, sondern mit Chemisorb, Granulat oder Pulver absorbieren. Anschließend die verschmutzte Stelle reichlich mit Wasser auswaschen. Sind große Mengen verschüttet worden, sollte man die Säure mit den oben genannten Absorptionsmitteln aufsaugen, um eine weitere Ausbreitung zu verhindern. Anschließend das getränkte

Chemizorb mit wässriger Kalilauge neutralisieren (pH-Papier!) und in einer Glasflasche zur Entsorgung geben. Auch bei diesen Arbeiten sind unbedingt Gesichtsschutz, Schutzhandschuhe, Schürze und evtl Stiefel zu tragen.

Weitere Hinweise zum Umgang mit Perchlorsäure, siehe S. 129f.

Quelle: 02

Peroxide,
anorganische

Anorganische Peroxide und Oxidationsmittel sowie Brom und Jod werden durch Eintragen in eine saure Natriumthiosulfat-Lösung in gefahrlose Reduktionsprodukte überführt. S.a. Perex-Test[®], S. 46.

Apparatur: Becherglas, Magnetrührer, gegebenenfalls Tropftrichter; Abzug bei geschlossenem Frontschieber.

Quelle: 02

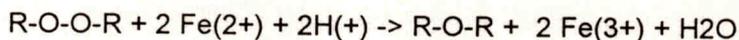
Peroxide,
organische

Organische Peroxide lassen sich in wässrigen Lösungen und organische Lösungsmitteln mit Perex-Test problemlos nachweisen und mit Perex-Kit gefahrlos vernichten. Reine Peroxide werden in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst und ebenfalls mit Perex-Kit deaktiviert. Ausführliche Vorschriften stehen im Kapitel "Peroxide in Lösungsmitteln", Seite 46. Organische Rückstände: Sammelbehälter A bzw. B; wässrige Lösungen: Sammelbehälter D.

Quelle: 02

Peroxide, Persäuren
in Lösungsmitteln

Kleine Mengen in wässriger, saurer Lösung reduzieren (Ferrosalze, Bisulfit), danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation; Vorschriften der Hersteller beachten



Quelle: 16

Pestizide

Im allgemeinen ist die Sonderabfalldeponie oder Sonderabfallverbrennung anzuwenden. Da ständig neue Pestizide auf dem Markt erscheinen, und gelegentlich vorher zugelassenen die Zulassung entzogen wird, empfehlen wir, sich wegen der neuesten Bestimmungen für die Entsorgung an die LAGA zu wenden: Mitteilungen der LAGA sind im Erich Schmidt Verlag, Berlin erhältlich.

Sonstige Hinweise:

Lagerung und Transport von Pestiziden erfolgt in Kunststoffbehältern. Herbizide auf der Basis Natriumchlorat sind gesondert zu verpacken. Flüssige Pestizide werden in 30-l-, feste in 120-l-Behältern gelagert.

Quelle: 14

Phenole

Falls keine Wiederaufbereitung möglich ist, werden phenolhaltige Abfälle der Sonderabfallverbrennung zugeführt. Emulsionen mit niedrigen und mittleren Phenolkonzentrationen können in einer Abwasserreinigungsanlage mit vorgeschalteter Entgiftung behandelt werden.

Konzentrierte Abwässer können verbrannt werden, sollten aber, falls möglich extrahiert werden.

Schwach konzentrierte Abwässer (bis 1000 ppm) sind biologisch abbaubar. pH-Wert von 4,5-8,8, Temperatur von 32-38 °C; Sauerstoffeintrag, Verweilzeit sind dabei wesentliche Faktoren.

Giftiges Pentachlorphenol muß aus dem Abwasser unbedingt ausgeschieden werden.

Für Pentachlorphenol, Pentachlorphenolnatrium sowie die übrigen Pentachlorphenolsalze und -verbindungen gilt die Pentachlorphenolverbotsverordnung vom 12. 12. 1989 (BGBl. I, S.2235).

[Anmerkung des Bearbeiters: zwischenzeitlich durch die ChemVerbotsV aufgehoben, siehe dort; Stand Jan. 1995]

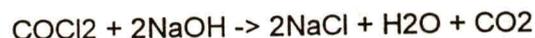
Sonstige Hinweise:

Leere Abfallbehälter werden als Abfall behandelt.

Quelle: 14

Phosgen

In 15%iger, alkoholischer Natronlauge absorbieren, danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation.



Quelle: 16

s.a. Gase

Phosphor

Weißer Phosphor wird durch Luftsauerstoff unter Wärmeentwicklung zu Phosphorpentoxid oxidiert. Er ist daher stets unter Wasser aufzubewahren. Er ist sehr giftig und deshalb mit großer Vorsicht zu handhaben. Kleine Mengen läßt man im Freiluftlabor an der Luft abreagieren. Die verbleibenden Rückstände werden [...] (s. Säuren, anorganische) deaktiviert.

Roter Phosphor ist nicht giftig. Er darf nicht mit brandfördernden Substanzen in Kontakt kommen; Sammelbehälter I.

Phosphor-Verbindungen werden unter Schutzgas in einem gut ziehenden Abzug bei geschlossenem Frontschieber oxidiert. Man legt pro Gramm Phosphor-Verbindung 100 ml einer 5 %-igen Natriumhypochlorit-Lösung, die 5 ml einer 50 %-igen Natronlauge enthält, vor und läßt die zu deaktivierende Substanzlösung unter Eiskühlung zutropfen. Die nach Zugabe von Calciumhydroxid ausgefallenen Phosphate werden abgesaugt; Sammelbehälter D.

Quelle: 02

Phosphor, weiß

Größere Stücke weißen Phosphors in die Vorratsflasche zurückgeben. Die Vorratsflasche wird in einem Blechgefäß aufbewahrt, das verhindert, daß bei Glasbruch die Schutzflüssigkeit Wasser ausläuft. Kleinere Stückchen im Freien verbrennen.

Lösungen von weißem Phosphor (in Kohlenstoffdisulfid) nicht aufbewahren, sondern unter dem Abzug oder im Freien vorsichtig verbrennen.

Geräte, die mit weißem Phosphor kontaminiert sind, müssen sorgfältig gereinigt werden. Messer, Pinzetten, Spatel, Zangen und sonstige Metallgeräte werden ausgeglüht, Papier wird verbrannt, Glasgeräte werden mit Kaliumpermanganatlösung gespült. Dabei muß die Kaliumpermanganat-Lösung einige Zeit auf die Phosphorreste einwirken lassen.

Quelle: 01

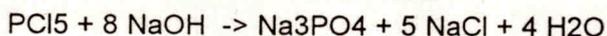
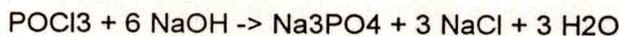
>>

Weißer Phosphor wird in einem Mehrhalskolben unter Inertgas vorgelegt. Im anschließend darüber geleiteten Luftstrom verbrennt der Phosphor. Die Oxide werden in einer wäßrigen, alkalischen Vorlage neutralisiert.

Quelle: 10

Phosphorchloride

Unter Rühren zu viel Eiswasser oder gekühlter 10%iger Natronlauge geben, neutralisieren, danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation.



Quelle: 16

Phosphor-;
Metallphosphide

Phosphor- und Metallphosphide, die sich an der Luft spontan entzünden, werden unter Stickstoff in kleinen Portionen zu einer gut gekühlten Mischung von 100g 5%iger Natriumhypochlorit-Lösung und 5g 50%iger Natronlauge gegeben (ca. 15g Lösung pro Gramm Phosphorverbindung). Die ausgefällten giftigen Oxidationsprodukte werden verbrannt.

Zu beachten:

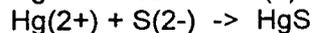
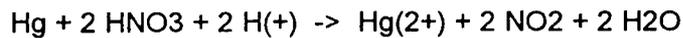
Die Reaktion ist unter Stickstoff im Laborabzug durchzuführen. Mit Phosphor in Berührung gekommenes Wasser in ein Becherglas dekantieren und mit Kaliumpermanganat stehen lassen.

Lösungen von gelbem Phosphor in Kohlenstoffdisulfid dürfen nicht aufbewahrt werden. Verunreinigte Geräte müssen gut gereinigt werden.

Quelle: 13

Quecksilber

Fallen nur ganz geringe Mengen an metallischem Quecksilber an, dann sollte man es mit konzentrierter Salpetersäure unter dem Abzug oxidieren, die Lösung neutralisieren und das Quecksilber als Sulfid ausfällen:



Das gebildete Quecksilbersulfid kann dann in den Sammelbehälter 2 gegeben werden.

Fällt metallisches Quecksilber regelmäßig oder aber in größeren Mengen an, dann sollte ein eigenes Sammelgefäß bereitgestellt werden, in dem das Quecksilber über Jahre hinweg gesammelt werden kann.

Quelle: 01

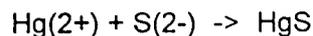
>>

Anorganische Quecksilber-Rückstände: Sammelbehälter G.
Elementares Quecksilber läßt sich problemlos mit dem Reagenzien-Kit Chemizorb Hg aufnehmen. Eine ausführliche Vorschrift finden Sie im Kapitel "Verschüttete Chemikalien", Seite 116.

Quelle: 02

>>>

Quecksilber und Quecksilber-Salze an das Chemikalienabfall-Lager.
Lösungen: Quecksilber als Sulfid fällen, filtrieren, danach zum Chemikalienabfall-Lager. Absorbiertes Quecksilber an Abfall-Lager geben.



Quelle: 16

>>>>

Quecksilberionen können aus dem Abwasser durch Ionenaustausch, Sulfidfällung, Extraktion mit Komplexbildnern oder durch Abscheidung als Metall entfernt werden. So kann beispielsweise Quecksilber mit Natriumsulfid (oder Schwefelwasserstoff) als HgS ausgefällt werden. Bei organisch hochbelasteten Abwässern mit geringem O₂-Gehalt erfolgt sonst eine Methylierung zu giftigem Methylquecksilber.

Sonstige Hinweise:

Transport und Lagerung erfolgt in dickwandigen Kunststoffflaschen oder Steingutkrucken (bis 5 kg) Hg darf keinen Kontakt mit Acetylen, Ammoniak und Oxalsäure (Hitzeentwicklung, Explosionsgefahr) haben.

Quecksilbersalze:

Quecksilbersalzlösungen können mit HNO₃ (pH 1) und durch Einwirken von H₂S immobilisiert werden. Dabei entsteht Quecksilbersulfid, das abfiltriert, getrocknet und aufgearbeitet wird. Von einer Deponierung ist abzuraten, da trotz der schweren Löslichkeit des Sulfids eine mikrobielle Methylquecksilberbildung erfolgen kann. (Methylquecksilber reichert sich in der Nahrungsmittelkette an und ist ein besonders gefährliches Umweltgift.)

Entsorgung im Labor:

- Quecksilber-Reste werden in einem Sammelgefäß gesammelt.
- Verschüttetes und ausgelaufenes Quecksilber ist sofort und vollständig zu entfernen. Kleinere Mengen werden mit einer Pipette aufgesaugt; größere Mengen werden mit einer Pumpe in eine Saugflasche gesaugt. Anschließend ist der Arbeitsplatz oder der Fußboden mit Absorber zu behandeln.
- Die gesammelten Quecksilberabfälle sowie absorbiertes Quecksilber können an den Hersteller oder an Recycling-Firmen zurückgegeben werden.
- Wenig verunreinigtes Quecksilber kann man evtl. auch selbst reinigen: Um mechanische Verunreinigungen, z.B. Glassplitter, Metallteilchen oder Staub zu entfernen, läßt man das Quecksilber durch dickes Filterpapier laufen, das an der Spitze mit einer Nadel durchstoßen ist. Anschließend läßt man es durch verdünnte Salpetersäure und danach mehrmals durch Wasser tropfen. Zur Entfernung von Wasserspuren wird es nochmals filtriert.

Zu beachten:

- Mit Quecksilber nur über einem Auffanggefäß arbeiten.
- Räume in denen Quecksilber verschüttet wurde, müssen ausreichend gelüftet werden. Zusätzlich empfiehlt es sich auf Schränken, Bordbrettern usw. eine Lage Jodkohle auszubringen um die Dämpfe zu absorbieren.
- Die früher angewendeten Methoden, Quecksilber durch Aufstreuen von Schwefel, Zinkpulver usw. zu binden, sind nahezu wirkungslos, da die Reaktionszeiten bei Zimmertemperatur Monate betragen können.

Quelle: 13

Quecksilber-Absorption

s. Vorschrift 25 mit Chemisorb^RHg, S. 117 ff.Quelle: 02

Raney-Nickel

Raney-Nickel (Urushibara-Nickel) wird in wässriger Aufschlemmung unter Rühren mit Salzsäure versetzt. Die schwermetallhaltige Lösung wird als "Spül- und Waschwasser, metallsalzhaltig" Abfallschl.-Nr. 527 20 entsorgt. Raney-Nickel und Filterrückstände dürfen auf keinen Fall trocken werden, da dies zur Selbstentzündung an der Luft führt.

Quelle: 10

s.a. Katalysatoren

Raney-Nickel, Darstellung

s. Teil B Kap. 2

Reagenzien, organische

Relativ unreaktive organische Reagenzien werden in Sammelbehälter A gesammelt. Enthalten sie Halogene, so gibt man sie in Sammelbehälter

B. Feste Rückstände: Sammelbehälter C.

Quelle: 02

s.a. Naturstoffe

Recycling

Redestillation verunreinigter Lösungsmittel und lösungsmittelhaltiger Rückstände (wenn sie keine kanzerogenen Stoffe enthalten)

Altölregeneration: Sammelgefäß VIII

Wiedergewinnung von Metallen durch Recycling-Firmen oder Rückgabe an die Hersteller. Dies gilt insbesondere für Schwermetallverbindungen (s.a. Chromate, Quecksilberreste, Schwermetallsalze, Arsenhaltige Verbindungen) und Edelmetallkatalysatoren.

Zu beachten:

Altöle dürfen nicht mit Lösungsmitteln vermischt werden.

Quelle: 12

Salze, anorganische

Sammelbehälter I. Neutrale Lösungen dieser Salze: Sammelbehälter D. Vor dem Abfüllen den pH-Wert mit pH-Universal-Indikatorstäbchen kontrollieren.

Quelle: 02

Salzlösungen von
neutralisierten
Säuren und Laugen

(ohne Schwermetalle und Erdalkalimetalle Ba, Sr)

Salzlösungen können wiederaufbereitet werden. Falls dies nicht möglich ist, müssen die Lösungen in einen festen Zustand überführt und als Sonderabfall entsorgt werden. Im allgemeinen können kleine Mengen ins Abwasser geleitet werden. Größere Mengen sollten nur nach Absprache mit den Behörden entsorgt werden.

Schwermetallhaltige, lösliche Abfälle können im Labor mit Ammoniumsulfid aus einer neutralen bis alkalischen Lösung ausgefällt werden.

Zu den anorganischen Salzen gehören Arsen- und Bleisalze, Cadmium- und Quecksilbersalze, Zinnchloride, Berylliumverbindungen, alle anorganischen Cyanverbindungen, Nitrite, Thiocyanate, Chlorate. Im allgemeinen können verschüttete Lösungen anorganischer Salze mit calcinierter Soda aufgenommen und neutralisiert werden. Analog werden feste Salze behandelt. Weitere Hinweise sind unter den jeweiligen Stoffbezeichnungen zu finden (siehe z.B. Quecksilbersalze).

Sonstige Hinweise:

Salzschlacken, wie z.B. solche aus der Aluminiumverarbeitung, können aufbereitet werden. Salzschlacken können bei Kontakt mit Wasser aufgrund ihrer alkalischen Inhaltsstoffe Gase freisetzen. (NH₃, PH₃, H₂S) Diese bei einer Deponierung auftretenden Gefahren kann man durch eine Aufbereitung ausschließen.

Quelle: 13

Säureanhydride;
Säurechloride

Die Beseitigung von Säureanhydriden, Säurechloriden, (z.B. Thionylchlorid SOCl_2 , Sulfurylchlorid SO_2Cl_2 , Phosphorpentachlorid PCl_5 , Phosphoroxidchlorid POCl_3 , Chlorsulfonsäure ClSO_3H) kann in gleicher Weise erfolgen wie bei Oleum. Besser ist jedoch die Methode, diese Verbindungen in eine mit Eis gekühlte 10%ige Natronlauge einzutropfen. Die Abgabe ins Abwasser erfolgt wiederum unter Berücksichtigung der allgemeinen Bedingungen.

Quelle: 09

>>

Die Verbindungen (z.B. Thionylchlorid SOCl_2 , Sulfurylchlorid SO_2Cl_2 , Phosphorpentachlorid PCl_5 , Phosphoroxidchlorid POCl_3 , Chlorsulfonsäure ClSO_3H , Acetanhydrid) werden unter Kühlung mit Eis in eine 10%ige Natronlauge eingetragen. Die Entsorgung erfolgt entsprechend den entstandenen Produkten.

Quelle: 10

s.a. Säurehalogenide

Säurehalogenide

Säurehalogenide werden zur Umwandlung in die Methylester in einen Überschuß Methanol getropft. Zur Beschleunigung der Reaktion können einige Tropfen Salzsäure zugegeben werden. Es wird mit Natronlauge neutralisiert. Vor Abfüllen in Sammelbehälter B den pH-Wert mit pH-Universal-Indikatorstäbchen kontrollieren.

Quelle: 02

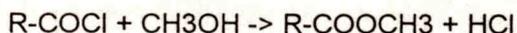
Säurehalogenide s.a. Halogenide

Säurehalogenide,
Dehalogenierung

s. Teil B Kap. 2

Säurehalogenide,
organische

Kleinere Mengen werden über den Sammelbehälter 1 entsorgt. Fallen größere Mengen an, so wird die Umwandlung in die entsprechenden Methylester empfohlen:



Zur Beschleunigung der Reaktion kann mit Salzsäure angesäuert werden. Die Entsorgung der organischen Phase erfolgt über den Behälter 3, die wässrige Phase kann in den Ausguß gegeben werden.

Quelle: 01

Säuren

Säuren und saure Lösungen werden zunächst in einen großen Wasserüberschuß eingerührt, dann neutralisiert und in die Kanalisation eingeleitet.

Geeignete Neutralisationsmittel:

- Natronlauge
- Natriumhydrogencarbonat
- Natrium- oder Calciumcarbonat
- handelsübliche Neutralisationsmittel, die einen Indikator zur Erkennung des Neutralisationspunktes erhalten.

Zu beachten:

Der pH-Wert muß bei der Einleitung in die **Kanalisation** zwischen 6 und 8,5 liegen.

Ausnahmen:

Die folgenden Stoffe dürfen nicht in die Kanalisation gelangen

- Alle Stoffe, die den Sicherheitsratschlag "Nicht in die Kanalisation gelangen lassen" auf der Kennzeichnung (Etikett) tragen
- brennbare, nicht wasserlösliche Stoffe
- giftige und sehr giftige Schwermetallverbindungen
- krebserzeugende Stoffe (Stoffe mit R 39 und R 45)
- Stoffe mit einer hohen Fischtoxizität

Quelle: 12

Säuren, anorganische; Säureanhydride

Anorganische Säuren und deren Anhydride werden gegebenenfalls verdünnt bzw. hydrolysiert, indem man sie vorsichtig in Eiswasser einrührt. Anschließend wird mit Natronlauge neutralisiert (Handschuhe, Abzug!). Vor Abfüllen in Sammelbehälter D den pH-Wert mit pH-Universal-Indikatorstäbchen kontrollieren.

Oleum wird unter gutem Rühren vorsichtig in 40 %-ige Schwefelsäure eingetropft. Immer ausreichende Mengen an Eis zur Kühlung bereithalten! Nach dem Abkühlen wird die entstandene hochkonzentrierte Schwefelsäure - wie vorstehend beschrieben - weiterbehandelt.

Saure Gase (Brom-, Chlor- und Iodwasserstoff, Chlor, Phosgen, Schwefeldioxid) werden in verdünnte Natronlauge eingeleitet und wie "anorganische Säuren", s. dort, weiterbehandelt.

Quelle: 02

Säuren, organische

Wässrige Lösungen organischer Säuren werden vorsichtig mit Natriumhydrogencarbonat oder Natriumhydroxid neutralisiert. Vor Abfüllen in Sammelbehälter D den pH-Wert mit pH-Universal-Indikatorstäbchen kontrollieren.

Aromatische Carbonsäuren werden mit verdünnter Salzsäure ausgefällt und abgesaugt.

Niederschlag: Sammelbehälter C; Filtrat: Sammelbehälter D.

Quelle: 02

Schwefeldioxid

Das Gas wird in 15%ige Natronlauge eingeleitet:
 $\text{SO}_2 + \text{OH}(-) \rightarrow \text{HSO}_3(-)$

Die Entsorgung erfolgt über den Sammelbehälter 1.

Quelle: 01

Schwefelsäure,
konzentrierte

Bei Zugabe von Wasser erfolgt stark exotherme Reaktion, Bildung Hydrate. Daher stets die konzentrierte Schwefelsäure in Wasser geben, niemals umgekehrt! Neutralisation bei Zugabe von Alkali.

Quelle: 16

Schwefelsäure,
rauchende

Die rauchende Schwefelsäure wird unter Kühlung langsam zu 50%iger Schwefelsäure zugetropft. Die Entsorgung erfolgt dann unter der Abfallart "Anorganische Säuren, Säuregemische, Beizen (sauer)" Abfallschl.-Nr. 521 02.

Quelle: 10

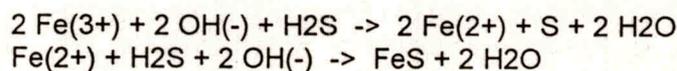
s.a. Oleum

Schwefeltrioxid

In konzentrierte Schwefelsäure enleiten, dann mit Eiswasser eintropfen, neutralisieren, danach in Ausguß mit Anschluß an zentrale Neutralisation
 $\text{SO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{rauchende Schwefelsäure}$

Quelle: 16

Schwefelwasserstoff Das Gas wird in Eisenhydroxid-Aufschlammung eingeleitet:



Die Entsorgung erfolgt über den Sammelbehälter 2.

Quelle: 01

Schwermetall-Salze

Schwermetallhaltige Lösungen können in Kleinmengen (z.B. im analytischen Labor) über Chemisorb-Säulen von Schwermetallionen befreit werden (siehe Anhang "Absorptionsmittel für flüssige Gefahrstoffe", Seite 210). Schwermetallhaltige Lösungen u. Feststoffe: Sammelbehälter E.

Raney-Nickel (auch Urushibara-Nickel) wird in wässriger Suspension unter Rühren mit Salzsäure aufgelöst und anschließend neutralisiert; Sammelbehälter E. Raney-Nickel selbst oder Filterrückstände dürfen nicht getrocknet werden, da sie sich mit Sicherheit an der Luft von selbst entzünden.

Quelle: 02

>> Schwermetallsalze werden in Wasser oder wässriger Säure gelöst und durch Oxidation wasserlöslich gemacht. Dann fällt man das Metall als Sulfid, Hydroxid, oder Carbonat aus, wobei man die Lösung zur vollständigen Fällung neutralisiert. Der Niederschlag wird abfiltriert und einem Recycling-Unternehmen zugeführt (Sammelgefäß III).

Ist eine Wiederverwertung nicht möglich, müssen die Schwermetalle in Form ihrer wasserunlöslichen Verbindungen einer Sondermülldeponie zugeführt werden.

Quelle: 12

>>> Fällen als unlösliche Verbindungen (Carbonate, Hydroxide, Sulfide, usw.) filtrieren, danach zum Chemikalienabfall-Lager
z.B. $\text{FeSO}_4 + 2 \text{NaOH} \rightarrow \text{Fe(OH)}_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4$

Quelle: 16

s.a. Salze
s.a. Raney-Nickel

Selen-Verbindungen Die giftigen anorganischen Selen-Verbindungen sind mit Vorsicht zu handhaben, Sammelbehälter E.
Elementares Selen läßt sich zum Recycling zurückgewinnen, indem seine Salze in wässriger Lösung zunächst mit konzentrierter Salpetersäure oxidiert werden. Nach Zugabe von Natriumhydrogensulfid-Lösung fällt elementares Selen aus. Wässrige Phase: Sammelbehälter D.

Quelle: 02

s.a. Arsenhaltige Verbindungen

Stickstoffoxide Die Gase werden in 15%ige Natronlauge eingeleitet. Die Entsorgung erfolgt über den Sammelbehälter 1.

Quelle: 01

Tellurhaltige Verbindungen s. Arsenhaltige Verbindungen

Thallium;-verbindungen Diese Stoffgruppe kann dem Recycling zugeführt werden. Thalliumsalze können im Labor in konzentrierter Salpeter- oder Schwefelsäure gelöst und mit Natriumhydroxid als Thallium-III-oxid ausgefällt werden. Hautkontakt vermeiden.

Quelle: 13

>> Beim Umgang mit den hochgiftigen Thallium-Salzen und ihren wässrigen Lösungen ist besondere Vorsicht geboten; auf jeden Fall Hautkontakt vermeiden! Sammelbehälter E.

Aus wässrigen Thallium-Salzlösungen läßt sich mit Natriumhydroxid Thallium(III)-oxid zum Recycling ausfällen.

Quelle: 02

Thionylchlorid

Wie Phosphoroxitrichlorid
 $\text{SOCl}_2 + 4 \text{NaOH} \rightarrow 2 \text{NaCl} + \text{Na}_2\text{SO}_3$

Quelle: 16

Wasserstoffperoxid;
Percarbonsäuren

Während des Oxidationsprozesses wird das Oxidationsmittel langsam in das zu oxidierende Reaktionsgemisch eingetragen, wobei für gute Durchmischung und ständige Temperaturkontrolle (exotherme Reaktion!) zu sorgen ist. Niemals darf die Reaktion in umgekehrter Weise durchgeführt werden! Aus Sicherheitsgründen darf der Überschuß an Oxidationsmittel niemals 20 Gew. % H₂O überschreiten; oberhalb dieser Grenze kann es zu Explosionen kommen.

Vor Beginn der Zugabe sollte das Reaktionsgemisch bis 5 °C unterhalb der vorgesehenen Reaktionstemperatur vorgeheizt werden. Um ein "Durchgehen" der Reaktion zu verhindern, müssen ausreichend Kühlmöglichkeiten vorbereitet werden. Peroxide lassen sich auf bequeme Weise mit Teststäbchen Merckoquant-Peroxid bzw. Perex-Test (siehe S. 47-48) bestimmen.

Gefahrlose Entsorgung:

Auch beim Aufarbeiten des Reaktions-Ansatzes (Destillation oder Kristallisation) ist darauf zu achten, daß es zu keiner starken Anreicherung von Peroxiden kommt. Zum Entfernen des Oxidationsmittels aus dem Reaktionsgemisch genügt normalerweise Waschen mit Wasser. Peroxide können auch durch Bisulfit oder Eisen(II)-Salze reduziert werden. Wenn Wasser bei der Aufarbeitung stört, kann die reduktive Zerstörung auch mit Hydrazin, Thioessigsäure oder gasförmigem Schwefeldioxid durchgeführt werden.

Quelle: 02

Zytostatika

s. JCF-kontaminierte Lösungen

2 VERFAHREN ZUR DEHALOGENIERUNG VON HALOGENORGANISCHEN LABORRÜCKSTÄNDEN¹⁶

Alkylhalogenide, Dehalogenierung

Allgemeine Vorschrift zur Umsetzung von Alkylhalogeniden mit Kalium-tertiär-butylat, s. S. 47

In der Reaktionsapparatur (s.u.) wird 1 Mol (384 g) 1,2-Dibromoctan in 300 ml Petrolether (Kp.: 80-100 °C) gelöst und mit 1 mMol (260 mg) 18-Krone-6 versetzt. Dazu werden 2.4 Mol (270 g) Kalium-tert-butylat gegeben. Die Reaktionslösung wird unter Rühren auf 100 °C Badtemperatur erhitzt und 12 h bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend wird auf Raumtemperatur abgekühlt und der Feststoff abgesaugt. Der Filterrückstand wird mehrmals mit insgesamt 200 ml Petrolether angeschlämmt, trockengesaugt und anschließend entsorgt. Das Filtrat wird im Normaldruck eingeeengt. Der abdestillierte Petrolether wird erneut in Dechlorierungsreaktionen verwendet. Der halogenfreie Rückstand wird unter Abfallschlüsselnummer 553 70, Lösemittelgemische, ohne halogenierte organische Lösemittel, zur Entsorgung gegeben.

Apparatur: Dreihalskolben, Tropftrichter mit Schliffstopfen, Rückflußkühler, Rührwerk.

>>

Allgemeine Vorschrift zur Umsetzung von Alkylhalogeniden mit Kaliumacetat, s. S. 43

In der Reaktionsapparatur (s.u.) wird eine Mischung von 1.5 Mol (147 g) technischem Kaliumacetat und 1 Mol (305 g) 1-Bromhexadecan mit 100 ml technischem Essigester überschichtet und mit 1 mMol (404 mg) Aliquat 336 versetzt. Die Reaktionslösung wird auf 100 °C Badtemperatur erhitzt und über Nacht bei dieser Temperatur gerührt. Nach insgesamt 24 h Reaktionszeit wird auf Raumtemperatur abgekühlt und der Feststoff abgesaugt. Der Filterrückstand wird mehrmals mit insgesamt 100 ml Essigester angeschlämmt, trockengesaugt und anschließend entsorgt. Das Filtrat wird im Normaldruck eingeeengt. Der abdestillierte Essigester wird erneut in Dechlorierungsreaktionen verwendet. Der halogenfreie Rückstand wird unter Abfallschlüsselnummer 553 16, Methylacetat oder andere aliphatische Essigsäureester, zur Entsorgung gegeben.

Apparatur: Dreihalskolben, Tropftrichter mit Schliffstopfen, Rückflußkühler, Rührwerk.

**Halogenorganika,
reduktive
Dehalogenierung****Allgemeine Vorschrift zur reduktiven Dehalogenierung von halogen -
organischen Verbindungen, s. S. 57**

Der gesamte, nach der allgemeinen Vorschrift "Darstellung von Raney-Nickel" hergestellte Katalysator wird in den Laborautoklaven gegeben und mit 0.1 Mol der zu reduzierenden halogenorganischen Verbindung versetzt. Dazu werden pro 0.1 Mol enthaltendes Halogen 0.15 Mol festes, technisches Natriumhydroxid in 50 ml Methanol gegeben. Das Hydriergefäß wird zur Verdrängung des Luftsauerstoffs zweimal evakuiert und jeweils mit Wasserstoff gefüllt. Danach wird ein Wasserstoffdruck von 4 bar eingestellt und über Nacht bei Raumtemperatur geschüttelt. Nach beendeter Hydrierung wird der Restwasserstoff abgeblasen und die Reaktionslösung durch eine Fritte filtriert. Der Nickelrückstand darf nicht vollständig trocken werden, da er sich selbst entzünden kann und wird daher sofort entfernt und unter Wasser für eine erneute Verwendung aufbewahrt. Das Filtrat wird zur Rückgewinnung des Methanol eingeeengt. Der Rückstand anschließend auf den Resthalogengehalt untersucht und charakterisiert.

**PCB,
Dechlorierung****Dechlorierung von PCB mit Palladium-Kohlenstoff und Ammonium-
formiat als Wasserstoffspender, s. S. 67**

Die Reduktion mit Ammoniumformiat (55) oder Natriumhypophosphit (56) als Wasserstoffspender und 10 % Palladium/Kohle als Katalysator ist für polychlorierten Biphenyle beschrieben. Mit Natriumhypophosphit wird nach 5 h Reaktionszeit bei 90 °C in Toluol 85 % Biphenyl erhalten, 95 % des Chlors wird als Chlorid nachgewiesen. Zur erfolgreichen Umsetzung müssen Edukt und Katalysator jedoch im Gewichtsverhältnis 1:1 eingesetzt werden.

Als geeignete Lösungsmittel werden Isopropanol, Ethanol und Methanol empfohlen. Die Reaktionsdauer liegt zwischen wenigen Minuten und 4 Stunden. Mit diesem Verfahren sind neben einer großen Anzahl von Mono- und Dichlorverbindungen Arochlor 1254 (PCB mit einem Chlorgehalt von 54 %), 2, 4, 6-Trichlorphenol, 2, 3, 5, 6-Tetrachlor-p-xylol und 1, 2, 3, 4-Tetrachlorbenzol erfolgreich dechloriert worden.

Nicht angegeben in den Publikationen ist die PCB-Nachweisgrenze der verwendeten Analytik.

Zur Bewertung haben wir das Ammoniumformiat-Verfahren nachgearbeitet.

Ausführung:

1 g technisches PCB wird in 20 ml Methanol suspendiert und mit 3 g Ammoniumformiat als Wasserstoffdonor versetzt. Durch Einleiten von Stickstoff wird die Reaktionsmischung vom Luftsauerstoff befreit. Es folgt die Zugabe von 0.5 g Katalysator (10 % Pd auf Kohle). Dabei wird eine leichte Gasentwicklung beobachtet. Nach 10 min Reaktionszeit wird der Katalysator abfiltriert und zur Wiederaufbereitung gesammelt. Die methanolische Lösung wird eingeeengt, mit 30 ml Wasser versetzt und mit verd. HNO₃ angesäuert und mit Diethylether extrahiert. Die vereinigten Extrakte werden getrocknet, gaschromatographisch untersucht und zur Gewinnung des Reaktionsproduktes eingeeengt. Die Identität des Produkts wird mit den üblichen Methoden ermittelt.

Das einfache Verfahren kann in jedem Labor durchgeführt werden. Nachteil ist die hohe, notwendige Katalysatormenge, die nicht immer zurückgewonnen werden kann.

Die gaschromatographische Analyse des aufgearbeiteten und isolierten Produktes mit einem Elektroneneinfangdetektor zeigt, daß Biphenyl entstanden ist und der Restgehalt an chlorhaltigen Verbindungen unter 0.1 ppm liegt.

Dieser Versuch beweist die Effektivität des Verfahrens zur Dehalogenierung von PCB. Ein entscheidender Nachteil ist dabei der hohe Katalysatorverbrauch. Wir haben versucht, die Reaktion zu optimieren, um die Katalysatormenge zu verringern.

Wird 10 % Palladium auf Kohle als Katalysator in einem Gewichtsverhältnis von 1:1 (Katalysator: PCB) eingesetzt, ist die Reaktion nach 5 Minuten beendet. Im Verhältnis 1:2 werden zur vollständigen Dechlorierung 2.5 Stunden benötigt. Das Herabsetzen der Katalysatormenge führt zu einer erheblichen Erhöhung der Reaktionszeit. Die im Verlaufe dieser Reaktion entnommenen Proben zeigen im Gaschromatogramm den stufenweisen Abbau der Chloratome.

Eine weitere Reduzierung der Katalysatormenge auf 1:9 führt nur zur Gewinnung von unübersichtlichen Gemischen aus Edukt, einigen niedriger chlorierten Biphenylen und Biphenyl. Eine Verlängerung der Reaktionszeit auf 5 Tage erweist sich als unnötig, da nach etwa 3.5 Stunden keine Änderung der Produktzusammensetzung eintritt. Offensichtlich ist der Katalysator zu diesem Zeitpunkt vergiftet.

Bewertung des Ammoniumformiat-Palladium-Verfahrens:

- 1) Das einfache Ammoniumformiat-Palladium-Verfahren kann in jedem Labor durchgeführt werden. Eine zusätzliche Laborausüstung ist nicht erforderlich.
- 2) Einziger Nachteil ist die hohe, notwendige Katalysatormenge, die nicht immer zurückgewonnen werden kann.

Literatur:

- (55) Anwer, M. K.; Spatola, A.F.: Tetrahedron Lett. 26, 1381 (1985)
 (56) Anwer, M. K.; Sherman, D.B.; Roney, J. G.; Spatola, A.F.: J. Org. Chem. 54, 1284 (1989)

>>

Dechlorierung von PCB mit Graphit-Kalium C8K, s. S. 71

Gut ausgearbeitet ist die nachstehend beschriebene Methode unter Verwendung von Kalium und Graphit. Alkalimetalle bilden mit Graphit Interkalate (68), bei denen sich die Metalle zwischen die Graphitschichten einlagern. C8K- oder C8Na-Interkalate (69-72) lassen sich zur Dechlorierung von PCB's verwenden. Lösungsmittel und Wasserstoffspender ist Tetrahydrofuran oder Dimethoxyethan. Der Abbau ist nach 1 h bei Raumtemperatur vollständig. Die Reaktionskontrolle erfolgt nicht nur über die Chloridbilanz, auch der organische Rest wird bestimmt und als Biphenyl in 94 % Ausbeute isoliert.

Die gaschromatographische Untersuchung mit einem Elektroneneinfangdetektor zeigt bei einer Nachweisgrenze von 0.1 ppm keinen PCB-Gehalt.

Ausführung:

0.5 g Kalium (12.5 mmol) werden von Oxidschichten befreit und unter Argon mit 1.2 g (100 mmol) Graphit auf 150 °C erhitzt. Man rührt bei dieser Temperatur ca. 15 Minuten lang intensiv, wobei sich die Reaktionsmischung goldbraun färbt.

Nach Abkühlen des Reduktionsmittels auf Raumtemperatur gibt man 1 mmol technisches PCB gelöst in 50 ml absolutem Tetrahydrofuran dazu. Nach 4 h bei Raumtemperatur wird das Graphit mit einer Porzellanfritte der Porung G4 abgetrennt. Das Lösungsmittel wird abdestilliert, der Rückstand mit 10 ml Wasser aufgenommen, mit verdünnter Salzsäure angesäuert und mit Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden getrocknet, gaschromatographisch untersucht und zur Gewinnung des Reaktionsproduktes eingeeengt. Die Identität des Produktes wird mit den üblichen Methoden ermittelt.

Bewertung des C8K-Verfahrens:

- 1) Die Entgiftung kann, unter Beachtung der üblichen Sicherheitsvorschriften, in jedem Labor durchgeführt werden. Eine zusätzliche Laborausrüstung ist nicht erforderlich. Die verwendeten Chemikalien sind preiswert.
- 2) Der Abbau ist bei Raumtemperatur vollständig und schnell und auch mit anderen halogenhaltigen Verbindungen möglich. Der wenig giftige bzw. ungiftige Grundkörper wird nach nur 5 bis 60 Minuten Reaktionszeit erhalten.

Literatur:

- (68) Savoia, D.; Trombini, C.; Umani-Ronchi, A.: Pure Appl. Chem. 57, 1887 (1985)
- (69) Oku, A.; Ueda, H.; Tamati, H.: Nihon Kagaku Kaishi, 1903 1980; Chem. Abstracts 95, 48471 (1981)
- (70) Okawara, Y.; Hirosaki, N.; Kurasawa, O.: Kenkyu Hokoku - Kanto Gakuin Daigaku Kogakubu, 27, 25 (1984); Chem. Abstracts 101, 30986 (1984)
- (71) Lissel, M.; Kottmann, J.; Tamarkin, D.; Rabinowitz, M.: Z. Naturforsch. 43 b, 1211 (1988)
- (72) Lissel, M.; Kottmann, J.; Lenoir, D.: Chemosphere 19, 1499 (1989)

>>>

Dechlorierung von PCB durch Hydrierung mit Raney-Nickel, s. S. 65

Der Katalysator wird im Mengenverhältnis 5:1 eingesetzt (5 g Ni-Al-Legierung auf 1 g PCB). Die Hydrierung in 1 N methanolischer KOH dauert in der Regel vier Stunden. Sie wird bei Raumtemperatur und unter 4 bar H₂-Druck durchgeführt.

Die Reduktion von PCB wurde erstmalig beim analytischen Arbeiten gefunden: im Elektroneneinfangdetektor eines Gaschromatographen (^{63}Ni -Folie, Wasserstoff als Trägergas) wurde Dechlorierung beobachtet (59). Für die technische Anwendung wurden Tri- und Tetrachlorbiphenyl als Modellschubstanzen für technische PCB's untersucht und bei 210 °C an Ni-Katalysatoren dechloriert (60). Aus Trichlorbiphenyl entstehen bei 160 °C mit Wasserstoff an Nickel in Isopropanol/KOH Toluol, Styrol, Cumol und Benzol (61).

In den Arbeiten werden jedoch keine Angaben über die entstehenden Produkte und den Restgehalt an chlorierter Substanz gemacht. Wir haben daher ein Laborverfahren nach älteren, nicht auf PCB bezogenen Arbeiten (62) entwickelt und optimiert.

Freigesetztes Chlor wird durch überschüssigen Wasserstoff als HCl abgefangen. Die Anwesenheit von Kaliumhydroxid als Säurefänger führt zur Bildung von KCl als anorganischen Reststoff. Die Reaktionslösung wird gaschromatographisch analysiert und aufgearbeitet, die entstandenen Produkte isoliert und mit modernen Methoden charakterisiert.

Ausführung:

5 g Nickel-Aluminium-Legierung werden in 50 ml Wasser suspendiert und rasch mit festem Natriumhydroxid versetzt. Dabei tritt mit einer Verzögerung von ca. 30 Sekunden eine heftige Reaktion auf. Die Zugabe von Natriumhydroxid wird so lange wiederholt, bis kein weiteres Aufschäumen mehr erkennbar ist. Nach Beendigung der Reaktion läßt man 10 Minuten stehen und stellt das Gefäß dann für 30 Min. in ein 70 °C warmes Wasserbad. Es wird dekantiert, anschließend mit 50 ml Wasser geschüttelt und wieder dekantiert. Auf diese Weise wird das Raney-Nickel zweimal mit Wasser und zweimal mit Methanol gewaschen. Der fertige Katalysator wird mit 50 ml Methanol überschichtet. Unter Rühren wird eine Suspension von 1 g technischem PCB in 50 ml 1n methanolischer Kaliumhydroxidlösung dazugegeben. Die Mischung wird mit unter 4 bar Wasserstoff-Druck 4 h bei Raumtemperatur geschüttelt.

Zum Aufarbeiten wird der Katalysator abfiltriert, mit Methanol gewaschen. Die methanolische Lösung wird mit Salzsäure angesäuert, eingengt, mit 30 ml Wasser versetzt und mit Diethylether extrahiert. Die Extrakte werden vereinigt, getrocknet, gaschromatographisch untersucht und zur Gewinnung des Reaktionsproduktes eingengt. Die Identität des Produkts wird mit den üblichen Methoden ermittelt.

Das Gaschromatogramm des isolierten Produktes zeigt zwei Verbindungen die neu entstanden sind: Biphenyl (98 %) und Cyclohexylbenzol (2 %).

Durch gaschromatographische Analyse mit einem Elektroneneinfangdetektor kann ferner gezeigt werden, daß der Restgehalt an Chlorverbindungen unter 0.1 ppm liegt. Das Nebenprodukt Cyclohexylbenzol entsteht durch Hydrierung von Biphenyl. Die Dechlorierung von PCB gelingt mit dieser Methode vollständig.

Bewertung des Raney-Nickel-Verfahrens:

- 1) Das einfache Raney-Nickel-Verfahren ist in jedem Labor durchführbar. Als Laborausüstung ist ein Laborautoklav erforderlich. Die verwendeten Chemikalien sind preiswert.
- 2) Eine Maßstabsvergrößerung des Verfahrens ist möglich. Katalytische Hydrierungen gehören zu den Standardoperationen in der industriellen organischen Chemie.
- 3) Als Alternative zum Nickel arbeiten wir an anderen Katalysatoren. Die Verwendung von Nickel kann jedoch dort vorteilhaft sein, wo nicht-wiederverwertbare Nickelabfälle anfallen, die zu Raney-Nickel verarbeitet werden können.

Literatur:

- (59) Kapila, S.; Aue, W.A.: J. Chromatogr. Sci. 15, 569 (1977)
 (60) Yamada, M.; Yamagami, M.; Ishimaru, T.: Japan. Patent (Japan. Kokai) JP 51/26852, 1976; Chem. Abstracts 87, 77846 (1977)
 (61) Hatano, Y.; Nakao, K.: Japan. Kokai JP 78/84923 (1977); CA 87, 134447 (1977)
 (62) Kämmerer, H.; Horner, L.; Beck, H.: Chem. Ber. 91, 1376 (1958)

**Raney-Nickel,
Darstellung****Allgemeine Vorschrift zur Darstellung von Raney-Nickel, s. S. 56**

In einem 500 ml-Zweihalskolben werden 5 g einer kommerziell erhältlichen Aluminium-Nickel-Legierung (Fa. Merck, % Nickel) mit 50 ml Wasser aufgeschwemmt. Zu der Suspension wird festes Natriumhydroxid ohne Kühlen so schnell zugegeben, daß die Reaktionslösung gerade nicht überschäumt. Nach einer Induktionsperiode von 30 - 60 Sekunden beginnt eine stürmisch verlaufende Reaktion, die Reaktionslösung zum Sieden bringt. Es wird festes Natriumhydroxid zugegeben, bis keine nennenswerte Reaktion beobachtet wird.

Nach 10 Minuten Abklingzeit wird 30 Minuten auf 70 °C erwärmt. Das Nickel setzt sich am Boden schwammig ab, die überstehende wäßrige, stark alkalische Phase wird abdekantiert. Der Bodensatz wird zweimal mit Wasser und anschließend zweimal mit Methanol unter Schütteln gewaschen. Nach dem letzten Dekantieren wird das fertige Raney-Nickel mit Methanol überschichtet.

Der so erhaltene Katalysator ist für die Dehalogenierung bei etwa 2-3 bar Druck geeignet. Die reduktive Dehalogenierung erfolgt in einem Laborautoklaven.

**Säurehalogenide,
Dehalogenierung****Allgemeine Vorschrift zur Umsetzung von Säurehalogeniden mit Natronlauge, s. S. 49**

In der Reaktionsapparatur (s.u.) wird 1 Mol (171 g) 4-Methoxybenzoesäurechlorid mit 1 mMol Tetrabutylphosponiumbromid versetzt mit 100 ml Wasser angeschlämmt und unter Rühren mit 600 ml 10 %iger NaOH versetzt.

Die Reaktionslösung wird unter Rühren auf 70 ° C Badtemperatur erhitzt und dabei mit 12 h bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend wird mit auf Raumtemperatur abgekühlt, mit conc. HCl angesäuert und der ausgefallene Feststoff abgesaugt. Der Filtrerrückstand wird trocken gesaugt und als Laborchemikalienreste, organisch, Abfallschlüsselnummer 593 02 entsorgt. Das Filtrat ist nur gering organisch belastet. Es erfüllt die Anforderungen der Entwässerungssatzung der Stadt Bielefeld und kann ins Abwasser gegeben werden.

Apparatur: Dreihalskolben, Tropftrichter mit Schliffstopfen, Rückflußkühler, Rührwerk.

>>

Allgemeine Vorschrift zur Umsetzung von Säurehalogeniden mit Natriumcarbonat/Ethanol

In der Reaktionsapparatur (s.u.) wird 1 Mol (171 g) 4-Methoxybenzoesäurechlorid mit 1 mMol Tetrabutylphosponiumbromid versetzt, mit 100 ml Wasser angeschlämmt und unter Rühren mit 600 ml 10 %iger NaOH versetzt.

Die Reaktionslösung wird unter Rühren auf 70 ° C Badtemperatur erhitzt und dabei mit 12 h bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend wird mit auf Raumtemperatur abgekühlt, mit conc. HCl angesäuert und der ausgefallene Feststoff abgesaugt. Der Filtrerrückstand wird trocken gesaugt und als Laborchemikalienreste, organisch, Abfallschlüsselnummer 593 02 entsorgt. Das Filtrat ist nur gering organisch belastet. Es erfüllt die Anforderungen der Entwässerungssatzung der Stadt Bielefeld und kann ins Abwasser gegeben werden.

Apparatur: Dreihalskolben, Tropftrichter mit Schliffstopfen, Rückflußkühler, Rührwerk.

3 SUCHBEGRIFFE

Es kann nach Abfallgruppen und Einzelstoffen gesucht werden.

(Legende: siehe = →; siehe auch = ⇒; >> weitere Behandlungsvorschriften)

Acetaldehyd → Aldehyde
 Acetonitril → Nitrile, → HPLC-Phasen
 Acrylnitril → Nitrile
 Adsorbentien 1
 Aldehyde 1
 Aldehyde, Persäuren 1
 Alkaliborhydride 1
 Alkalihydride; Alkaliamide; Natrium-Dispersion 2
 ⇒ Lithium-Aluminiumhydrid
 Alkalimetalle 2
 ⇒ Kalium,
 ⇒ Lithium,
 ⇒ Natrium
 Alkalimetalle; Alkali-Verbindungen 3,
 ⇒ Lithium-Aluminiumhydrid
 Alkaloide 3
 ⇒ Basen, organische,
 ⇒ Naturstoffe
 Alkanale 3
 Alkyle → Aluminiumalkyle, → Metallalkyle
 Alkylhalogenide, Dehalogenierung → 43 (Teil B Kap. 2)
 Alkylsulfat → Diethylsulfat, Dimethylsulfat; → Kanzerogene
 Aluminiumalkyle 4,
 ⇒ Metallalkyle
 Ammoniumfluorid → Fluoride, Fluorwasserstoff
 Anilin 4
 Arsenhaltige Verbindungen 4
 Azide; Azoverbindungen 5
 ⇒ Natriumazid
 Azoverbindungen 5
 Basen, anorganische 5
 ⇒ Hydroxide
 Basen, organische 6,
 ⇒ Hydroxide
 ⇒ Phenole
 Beryllium; Beryllium-Salze 6
 ⇒ Kanzerogene
 Blausäure 6,
 ⇒ Cyanide
 Blausäure, überlagerte 6
 Blei, -verbindungen 7
 Brom 7
 Brom, Jod 8
 Bromcyan 8
 BSE → JCF-kontaminierte Lösungen
 Carbonyle → Eisenpentacarbonyl, → Metallorganika
 Chlor 8

Chlorate 9
Chlorcyan → Blausäure
Chlorsulfonsäure 9
Chromhaltige Verbindungen 9
Chromat; Chromsäure 10
Chromatographie-Rückstände 10
Chromschwefelsäure → Chromat
CKW → Halogenorganische Verbindungen
Cyanide 10
 ⇒ Blausäure, überlagerte
Dechlorierung → 44 ff. (PCB, Dechlorierung; Teil B Kap. 2)
Dehalogenierung → 43 und 48 (Teil B Kap. 2)
Diazomethan 13
 ⇒ Azoverbindungen
Diisocyanate 15
Diethylsulfat; Dimethylsulfat 13
Edelmetallkatalysatoren → Katalysatoren, → Raney-Nickel
Eisenpentacarbonyl; Nickeltetracarbonyl 14
Ersatzstoffe, Beispiele 14
Etherperoxide 14
 ⇒ Peroxide
Ethidiumbromid 14
Fluoride, Fluorwasserstoff 15
Formaldehyd → Aldehyde
Gase 16
Gase, saure 16
Gase, toxische 19
Halogenide, anorganische 18
Halogenkohlenwasserstoffe → Halogenorganische Verbindungen, → Lösungsmittel
Halogenorganische Verbindungen → 43 (Teil B Kap. 2)
HKW → Halogenorganische Verbindungen
HPLC-Phasen 19
Hydrazin 19
Hydroxide 19
 ⇒ Alkaloide
 ⇒ Basen
Isocyanate → Diisocyanate
Jacob-Creuzfeldt-Krankheit → JCF-kontaminierte Lösungen
JCF-kontaminierte Lösungen 20
Jod 21
Kalium 21
Kaliumcyanid → Cyanid
Kanzerogene 21
Kanzerogene; Gifte 23
Karzinogene → Kanzerogene
Katalysatoren 23
 ⇒ Raney-Nickel
Laborreiniger 24
Laugen → Hydroxide, → Basen
Lithium 24
Lithium-Aluminiumhydrid 24
Lithiumverbindungen, organische 25
 ⇒ Metallalkyle
Lösungsmittel 26

Lösungsmittel, halogenfrei 26
Lösungsmittel, halogenhaltig 27
Metallalkyle 28
Metalle 29
Metallorganika sowie Metallorganische Verbindungen
→ Carbonyle, → Metallalkyle
Metallverbindungen 28
Natrium 29
⇒ Kalium
Naturstoffe 29
Nitrile 29
Nitrile; Mercaptane 29
Nitrite 30
Nitro-; Nitrosoverbindungen 30
Öl-Wasser-Gemische 31
Oleum; Schwefelsäure; Salpetersäure 31
Organoelementverbindungen → Metallorganika
Oxidationsmittel → Peroxide
PCB, Dechlorierung → 44 ff. (Teil B Kap. 2)
Perchlorsäure 31
Peroxide, anorganische 32
Peroxide, organische 32
Peroxide, Persäuren in Lösungsmitteln 32
Pestizide 32
Phenole 33
Phosgen 33,
⇒ Gase
Phosphor 33
Phosphor, weiß 33
Phosphorchloride 34
Phosphor-, Metallphosphide 34
Quecksilber 35
Quecksilber-Adsorption 36
Raney-Nickel 36
⇒ Katalysatoren
Raney-Nickel, Darstellung → 48 (Teil B Kap. 2)
Reagenzien, organische 36
⇒ Naturstoffe
Recycling 37
Salze, anorganische 37
Salzlösungen 37
Säureanhydride; Säurechloride 38
Säurehalogenide 38
⇒ Halogenide
Säurehalogenide, Dehalogenierung → 48 ff (Teil B Kap. 2)
Säurehalogenide, organische 39
Säuren 38
Säuren, anorganische; Säureanhydride 39
Säuren, organische 39
Schwefeldioxid 39
Schwefelsäure, konzentrierte 40
Schwefelsäure, rauchende 40
⇒ Oleum
Schwefeltrioxid 40

Schwefelwasserstoff 40

Schwermetall-Salze 40

⇒ Salze,

⇒ Raney-Nickel

Selen-Verbindungen 41

⇒ Arsenhaltige Verbindungen

Stickstoffoxide 41

Tellurhaltige Verbindungen → Arsenhaltige Verbindungen

Thallium, Thalliumsalze 41

Thionylchlorid 42

Wasserstoffperoxid; Percarbonsäuren 42

Zytostatika → JCF-kontaminierte Lösungen

ANHANG

Formblätter für Beiträge



FORMBLATT FÜR BEITRAG ZU :

"VERFAHREN ZUR VORBEHANDLUNG VON LABORRÜCKSTÄNDEN"

Zusammenstellung und Aufbereitung ausgewählter Quellen. Projekt "Abfallvermeidung in Hochschulen. Umgestaltung chemischer Praktika". Ansprechpartner: W. Schmidt, HIS GmbH, Abt. IV, Gosseriede 9, 30159 Hannover, Tel. 0511/1220-272, Fax 0511/1220-250)

Absender: Name, Titel :

Telefon/Fax :

Hochschule :

Fachbereich/ Institut :

Postleitzahl, Ort :

Abfall / Einzelstoff:

Behandlungsverfahren :
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

Apparatur:
.....
.....

Quelle:

Anmerkungen (für Praktika geeignet ? nur in Entsorgungszentrale ? eigene Erfahrungen ?)
.....
.....



FORMBLATT FÜR BEITRAG ZU :

"VERFAHREN ZUR VORBEHANDLUNG VON LABORRÜCKSTÄNDEN"

Zusammenstellung und Aufbereitung ausgewählter Quellen. Projekt "Abfallvermeidung in Hochschulen. Umgestaltung chemischer Praktika". Ansprechpartner: W. Schmidt, HIS GmbH, Abt. IV, Gosseriede 9, 30159 Hannover, Tel. 0511/1220-272, Fax 0511/1220-250

Absender: Name, Titel :

Telefon/Fax :

Hochschule :

Fachbereich/ Institut :

Postleitzahl, Ort :

Abfall / Einzelstoff:

.....

Behandlungsverfahren :

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Apparatur:

.....

.....

Quelle:

Anmerkungen (für Praktika geeignet ? nur in Entsorgungszentrale ? eigene Erfahrungen ?)

.....

.....



FORMBLATT FÜR BEITRAG ZU :

"VERFAHREN ZUR VORBEHANDLUNG VON LABORRÜCKSTÄNDEN"

Zusammenstellung und Aufbereitung ausgewählter Quellen. Projekt "Abfallvermeidung in Hochschulen. Umgestaltung chemischer Praktika". Ansprechpartner: W. Schmidt, HIS GmbH, Abt. IV, Gosseriede 9, 30159 Hannover, Tel. 0511/1220-272, Fax 0511/1220-250

Absender: Name, Titel :

Telefon/Fax :

Hochschule :

Fachbereich/ Institut :

Postleitzahl, Ort :

Abfall / Einzelstoff:

.....

Behandlungsverfahren :

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Apparatur:

.....

.....

Quelle:

Anmerkungen (für Praktika geeignet ? nur in Entsorgungszentrale ? eigene Erfahrungen ?)

.....

.....



