

Erstellungsdatum:  
Verantwortlicher:  
Arbeitsbereich:

# Betriebsanweisung

## Arbeiten mit Tiefkühlung Kühlen mit Trockeneis oder flüssigem Stickstoff



Arbeitsplatz/Tätigkeitsbereich:

### Gefahren für Mensch und Umwelt



- Verletzungen durch Erfrierungen oder durch Implosionen von Dewargefäßen.
- Erstickungsgefahr beim Verdampfen großer Mengen flüssigen Stickstoffs innerhalb kurzer Zeiträume oder in kleinen Räumen (1 L Flüssigstickstoff ergibt ca. 700 L gasförmigen Stickstoff).



- Brandgefahr durch austretende Lösungsmittel.
- Explosionsgefahr durch Einkondensation von flüssigem Sauerstoff in flüssigen Stickstoff.
- Gefahr der Inhalation von Dämpfen bei Verwendung von Lösungsmitteln.

### Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln



- Dewargefäße aus Glas müssen mit einem Schutzmantel gegen Implosionen gesichert sein. Sie dürfen nur in sauberem, trockenem und unbeschädigtem Zustand (Glasoberfläche frei von Kratzern und Rissen) verwendet werden.
- Haut- und Augenkontakt mit Medien / Lösungsmitteln zur Tiefkühlung vermeiden.
- Aus Mischungen von Trockeneis bzw. Flüssigstickstoff mit Lösungsmitteln entweichen Lösungsmitteldämpfe. Derartige Kältebäder nur unter dem Abzug oder in Räumen mit hoher Frischluftzufuhr betreiben.



- Tropfmengen an verschütteten Flüssigkeiten verdampfen lassen; verschüttete größere Mengen mit Absorptionsmaterial aufnehmen.

- **Tiefkühlung mit Trockeneis bzw. Trockeneis / organischem Lösungsmittel (Kühltemperatur bis -78 °C)**

- Geeignetes Kühlmedium (z.B. Ethanol, Aceton, Isopropanol) wählen, dabei mögliche Reaktionen des Mediums bei Bruch des Reaktionsgefäßes beachten.
- Zerkleinern von Trockeneis nur mit Schutzhandschuhen (Kältehandschuhe) und Schutzbrille.
- Zugabe des Trockeneises sehr langsam (leichtes Überschäumen durch CO<sub>2</sub>-Entwicklung, dann Brandgefahr durch Lösungsmitteldämpfe).
- Abdecken des Kältebades nach Gebrauch; Umfüllen des Kühlmediums nach Erreichen der Raumtemperatur (Vorsicht CO<sub>2</sub>-Entwicklung) in ordnungsgemäß gekennzeichnete dicht schließende Gefäße.

- **Tiefkühlung mit flüssigem Stickstoff bzw. flüssigem Stickstoff / organischem Lösungsmittel (Kühltemperatur bis -196 °C)**

- Siedetemperatur von Flüssigstickstoff -196 °C.
- Befüllen und Handhabung der Dewargefäße nur mit Schutzbrille und Schutzhandschuhen (Kälteschutzhandschuhe).
- In mit Argon (Siedetemperatur -186 °C, Schmelztemperatur -189 °C) als Schutzgas befüllten Gefäßen kondensiert das Argon bei längerer Kühlung der Gefäße in Flüssigstickstoff aus. Verstopfungen sind möglich.

## Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln



- Wegen des Einkondensierens von Sauerstoff (Siedetemperatur  $-183\text{ °C}$ ) Kältebäder mit flüssigem Stickstoff regelmäßig komplett entleeren (Explosionsgefahr bei Kontakt mit organischen Stoffen). Einkondensierter Sauerstoff ist an einer leichten Blaufärbung erkennbar. Bei einkondensiertem Sauerstoff Gefäß mit Flüssigstickstoff nicht bewegen und Gefäßinhalt verdampfen lassen.



- Von Flüssigstickstoff durchflossene, nicht isolierte Medienleitungen nicht mit bloßer Haut berühren (Gefahr des Festfrierens).
- Transport von flüssigem Stickstoff vom Großtank im Außengelände in das Labor und zwischen den Laboren nur in geeigneten Kryo-Behältern mit Sicherheitsventil oder lose aufliegendem Deckel.
- Transport von mit flüssigem Stickstoff gefüllten Behältern im Aufzug nur bei Abwesenheit von Personen im Aufzug.
- **Lösungsmittel-Stickstoff Kältebäder**
- Geeignetes Kühlmedium (z.B. Ethanol, Aceton, Isopropanol) wählen, dabei mögliche Reaktionen des Mediums bei Bruch des Reaktionsgefäßes beachten. Temperatur kontrollieren. Erhöhung der Viskosität des Lösungsmittels bis zum Erstarren in der Nähe des Schmelzpunktes des Lösungsmittels möglich (Schmelzpunkt Isopropanol  $-90\text{ °C}$ ). Auskristallisation von Bestandteilen des Kältebades verhindern.
- Bei Zugabe des Flüssigstickstoffs zum Kühlmedium Herausspritzen vermeiden.

## Verhalten im Gefahrfall

**Notruf: 112**



- Verletzte Personen unter Selbstschutz aus der Gefahrenzone bringen, weitere Personen alarmieren.
- Gegebenenfalls Abschalten von Strom, Gas und Wasser.
- Im Brandfall: Stromlos schalten aller elektrischen Geräte im Gefahrenbereich, kleinere Entstehungsbrände mit  $\text{CO}_2$  oder Pulverlöschern löschen. Im Falle größerer Brände Fenster und Türen schließen, Labor verlassen und den Hausalarm auslösen, Verlassen des Gebäudes über die ausgewiesenen Fluchtwege.
- Beim Auftreten hoher Konzentrationen an verdampften Flüssigkeiten in der Atemluft Gasmasken mit dem entsprechenden Kombinationsfilter anlegen, um notwendige Tätigkeiten zur Sicherung des Labors vorzunehmen. Danach Labor verlassen, bis die Raumluft normale Werte angenommen hat.

## Erste Hilfe

**Notruf: 112**



- Erfrorene Haut besitzt ein wachsartiges Erscheinungsbild (blasse, gelbe Farbe) und ist oft schmerzfrei. Beim Auftauen beginnt sie zu schmerzen, schwillt an und ist anfällig für Infektionen.
- Nach Erfrierungen Verletzten an einen warmen Ort (ca.  $22\text{ °C}$ ) bringen. Kleidungsstücke, die die Blutzirkulation an den betroffenen Stellen behindern, lösen. Keine Anwendung direkter Wärme. Betroffene Hautstellen mit großen Mengen lauwarmen Wassers übergießen. Bei großflächigen Erfrierungen Verletzten sofort in ein Krankenhaus bringen (Notarzt).
- Bei Verbrennungen sofort mit viel Leitungswasser kühlen. Ersthelfer anfordern. Gesicht und Augenverbrennungen unverbunden lassen.
- Arbeitsunfälle sind meldepflichtig.



## Instandhaltung / Entsorgung

- Abfälle und Reststoffe ordnungsgemäß entsorgen, ohne Gefahren für Mensch und Umwelt. Dafür vorgesehene und vorschriftsmäßig deklarierte Abfallbehälter nutzen.
- Adsorptionsmaterial / Aufsaugmaterial als Sondermüll entsorgen.

Datum:

Unterschrift des Vorgesetzten:

Stand: 06/2010