

ЗАХОДИ БЕЗПЕКИ ПРИ ВАКУУМНИХ ПЕРЕГОНКАХ В ЛАБОРАТОРІЇ ОРГАНІЧНОГО СИНТЕЗУ

Якименко О. Я., студ. (гр. ХО-71, ХТФ КПІ ім. Ігоря Сікорського)

Анотація. Проаналізовано основні небезпеки при вакуумних перегонках в лабораторії. Запропоновано комплекс заходів для організації безпечного ведення даного процесу.

Ключові слова: правила безпеки, охорона праці, робота у лабораторії.

Abstract. The main dangers of vacuum distillation in the laboratory are analyzed. A set of measures for the organization of safe conduct of this process is proposed.

Keywords: safety regulations, occupational safety and health, construction, work in the laboratory.

Вступ. В сучасній технології тонкого органічного синтезу досить поширеним методом очищення речовини від домішок є вакуумна перегонка, оскільки внаслідок зменшення тиску зменшується температура кипіння речовини, а спроби використання звичайної дистиляції призведуть до термічного руйнування молекули. Водночас, це дуже делікатний процес, оскільки при мінімальному порушенні технологічного регламенту, може статися аварійна ситуація, зокрема вибух чи пожежа.

Аналіз стану питання. Наразі не існує нормованої конкретних правил щодо безпечної вакуумної перегонки у лабораторіях. Передбачити кожен небезпечну ситуацію майже неможливо, а отже необхідно проаналізувати обставини і причини, в результаті чого, вони найчастіше відбуваються. Слід враховувати ще й явище людського фактору, через який, на жаль, нерідко мають місце нещасні випадки під час вакуумних дистиляцій.

Мета роботи: розробити комплекс заходів, спрямованих на збереження життя і здоров'я працівників та мінімізацію ризиків при вакуумних перегонках.

Методики, матеріали і результати досліджень. Узагальнена схема вакуумної перегонки складається з таких елементів: куб (колба, з якої відганяють), насадка Вюрца (або інші аналогічні насадки для перегонки), термометр, холодильник, алонж, колби для збірки фракцій, скляна пастка-приймач, дюар з азотом, магнітна мішалка з функцією нагріву, шланги та вакуумний насос (0,01-0,9 мм. рт.ст). Все скло, що використовується, має містити спеціальне маркування, що свідчить про його придатність для використання в умовах зниженого тиску. Усі складові до перегонки мають бути протестовані без речовини, на випадок наявності мікротріщин, несправності обладнання та інших непередбачених обставин.

У випадку, якщо речовина ніколи до цього не перегонялася, слід виконати наступний алгоритм дій.

1) За допомогою відповідного програмного забезпечення розрахувати теоретичну температуру кипіння речовини за тиску, який вказаний у технічному паспорті насоса.

2) Проаналізувати домішки, які містяться у речовині, та визначити їх температури кипіння, хімічні властивості.

3) Першу перегонку не слід виконувати більше ніж на 15 грам речовини, оскільки при непередбачуваних обставинах, менша кількість речовини спричинить менші негативні наслідки.

Існують певні групи речовин, перегонка яких, вважається дуже небезпечною. Передусім, це: азиди, пероксиди, тріазоли та деякі інші вибухонебезпечні речовини. Їхня перегонка може розглядатися, як метод очищення, лише у випадку, коли усі інші методи виявились неефективними. В такому випадку використовують додаткові методи захисту, зокрема, пластмасові щити та захисні маски.

У схемі підключення перегонної установки з насосом заниженого тиску є своя специфіка. Основна різниця із звичайною перегонною установкою полягає у тому, що алонж має додатковий вихід для шлангу, який ми підключаємо до входу у пастку-приймач, а інший шланг – з'єднує вихід з пастки-приймача і насос.

Алгоритм дій при вакуумній перегонці:

1) Зібрати усе скляне обладнання, підключити усі шланги, наповнити дюар рідким азотом.

2) Перетиснути шланг, який з'єднує пастку і алонж, та увімкнути насос. Через 10 секунд обережно опустити пастку в дюар та повільно відпускати зажим на шлангу. Це робиться для того, щоб відвакуумувати пастку, до опускання у рідкий азот, інакше відбудеться скраплення рідкого кисню з повітря, що може призвести до вибуху. При старті перегонки усі легколетючі речовини, що були у перегонній колбі та не сконденсувалися на холодильнику, потраплять у пастку, а не в насос, тим самим захистивши його від ушкоджень.

3) Повільно піднімати температуру всередині колби, контролюючи швидкість кипіння та розділяючи фракції. Оптимальна швидкість конденсації складає 1-2 краплі за секунду.

4) Не можна переганяти речовини досуха, завжди слід залишати не менше 5% об'єму від стартової кількості речовини.

5) Для виключення вакууму треба знову перетиснути шланг пастку-алонж та розвакуумувати колбу, шляхом від'єднання термометру. Далі необхідно розтиснути шланг та одразу вимкнути насос, після чого негайно дістати пастку з дюару. Бажано залити кубовий залишок важкокиплячим розчинником, на випадок утворення у кубі пероксидів, які є вибухонебезпечними.

Також потрібно зазначити кілька жорстких правил під час проведення вакуумної перегонки.

1) Не можна розпочинати перегонку, якщо речовину вже нагріто. Її обов'язково треба охолодити.

2) Використання кипілок недопустиме, слід використовувати магнітні якірні мішалки, що будуть рівномірно розмішувати розчин та паралельно виступати центрами кипіння.

3) Не варто проводити вакуумну перегонку за температури вище, ніж 150°C, оскільки більшість молекул за такої температури руйнуються, а в гіршому випадку почнеться полімеризація, яка в умовах замкненої системи призведе до вибуху.

4) Усі шліфи мають бути змазані вакуумною змазкою для повної герметичності системи.

Висновки. Було розглянуто заходи для усунення потенційних небезпек в лабораторії органічного синтезу. Зазначені рекомендації спрямовані на зменшення вірогідності настання аварійних ситуацій та травматизму на робочих місцях. Проте, навіть суворе дотримання всіх вищевказаних правил роботи з вакуумною перегонкою не гарантує абсолютну безпеку, насамперед, через непередбачуваність людського фактору.

Науковий керівник: Полукаров Ю. О., канд. техн. наук, доц. (каф. ОППЦБ КПІ ім. Ігоря Сікорського)

Література

1. Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Хімія і технологія органічних речовин» для студентів напряму 6.051301 «Хімічна технологія» професійного спрямування хімічні технології органічних речовин денної форми навчання / Л. В. Черниш, Б. В. Черняєв, Т. С. Жук. – Київ: НТУУ «КПІ», 2012. – 37 с.