

Verwendung von organischen Lösungsmitteln in Gefriertrocknern

Unsere Pilot- und Laborgefrier Trockner werden in der Regel für wässrige Lösungen eingesetzt. Aber auch die Verwendung einiger organischer Lösungsmittel, in wässrigen Lösungen mit niedrigen Konzentrationen ist akzeptabel. Dabei sind jedoch einige Aspekte zu beachten, die im Folgenden diskutiert werden.

Korrosionsbeständigkeit

Gefriertrockner sind so konstruiert, dass diese gegen die meisten Lösungsmittel, die üblicherweise in Gefriertrocknungsprozessen verwendet werden, chemisch beständig sind. Gefriertrockner bestehen jedoch notwendigerweise aus mehreren verschiedenen Materialien, von denen einige von bestimmten Chemikalien angegriffen werden können.

Zucker und Proteine haben typischerweise nur einen geringen negativen Einfluss auf die Werkstoffe der Konstruktion. Im Unterschied dazu können Chemikalien z. B. Kunststoffe auf verschiedene Weise angreifen werden.

Die Herstellungsmethoden und/oder die Expositionsbedingungen einer Acrylkammer sowie die Art und Weise, wie die Chemikalien angewendet werden, können die Ergebnisse beeinflussen. Einige dieser Faktoren sind im Folgenden aufgeführt:

- Herstellung: Belastungen, die beim Sägen, Schleifen, Bearbeiten, Bohren, Polieren und/oder Formen entstehen.
- Einwirkung: Dauer der Einwirkung, Spannungen, die während der Lebensdauer des Produktes durch verschiedene Belastungen, Temperaturänderungen usw. entstehen.
- Anwendung von Chemikalien: durch Kontakt, Reibung, Wischen, Sprühen usw.

Die Tabelle m Anhang kann als allgemeiner Richtwert für den zu erwartenden Abbau bei normalen Gefriertrocknungsprozessen von organischen Lösungsmitteln mit einer Gesamtkonzentration von max. Vol-% in wässrigen Lösungen verwendet werden.

Der chemische Angriff auf Gefriertrockner und Zubehörteile kann durch sofortige Reinigung nach Betriebsende deutlich reduziert werden. Der Anwender muss regelmäßig prüfen, ob produktberührte Teile des Gefriertrockners, z.B. Acrylhauben (Implosionsgefahr), angegriffen sind. Grundsätzlich sind Bauteile, die mit flüssigen Lösungsmitteln in Kontakt gekommen sind, einem wesentlich stärkeren Angriff ausgesetzt als Bauteile, die nur mit gasförmigen Lösungsmitteln in Kontakt sind. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, beschädigte Bauteile rechtzeitig zu ersetzen.

Die meisten gängigen Verbindungen, die in Gefriertrocknungsprozessen verwendet werden, zersetzen das Öl, wenn sie in die Vakuumpumpe gelangen, und führen zu Schäden an der Vakuumpumpe. Das Öl in der Vakuumpumpe sollte deshalb regelmäßig überprüft werden. Es muss gewechselt werden, wenn es trüb ist, Partikel aufweist oder verfärbt ist.

Die Standzeit des Vakuumpumpenöls kann verlängert werden, wenn die Vakuumpumpe nach einem Gefriertrockenlauf über einen längeren Zeitraum mit offenem Gasballastventil betrieben wird. Dadurch können Verunreinigungen aus dem heißen Öl herausgespült werden. Weitere Details finden Sie in der Anleitung der Vakuumpumpe.

Responsible	Date	Version	Page
Product Management	01.01.2023	1.5	1/5

Sicherheitsaspekte bei der Verwendung von Lösemitteln

Neben der Korrosionsbeständigkeit sind auch andere Sicherheitsaspekte, z.B. hinsichtlich der Entflammbarkeit, zu beachten. Die allgemein gültigen Vorschriften für den Umgang mit brennbaren Stoffen in Laboratorien oder an Arbeitsplätzen müssen auch bei der Gefriertrocknung beachtet werden. Gefahrstoffe wie z.B. starke Säuren oder Basen, radioaktive Substanzen und flüchtige organische Stoffe müssen vorsichtig gehandhabt und bei Verschütten umgehend beseitigt werden. Wenn eine Probe in der Eiskondensatorkammer verschüttet wird, muss sie sofort aufgewischt werden.

Seien Sie äußerst vorsichtig und halten Sie Zündquellen von den Lösungsmitteln fern. Bei der Verwendung von brennbaren oder gefährlichen Lösungsmitteln muss die Vakuumpumpe entlüftet oder in einem Abzug betrieben werden. Bei der Probenvorbereitung, beim Be- und Entladen der Proben und beim Abtauen müssen die entsprechenden Sicherheitsvorkehrungen beachtet werden. Je nach verwendetem Lösungsmittel sollte eine Heißgasabtauung des Eiskondensators nicht verwendet werden.

Die üblichen Sicherheitsrichtlinien (H- und P-Statements) für die verwendeten Chemikalien sind zu beachten. Bitte beachten Sie die allgemein anerkannten Regeln für den Umgang mit Lösungsmitteln in Laboratorien.

Einsatzfähigkeit für Lösungsmittel in Gefriertrocknern

Die folgende Tabelle enthält in der Spalte **Low** die maximale zulässige Konzentration für normale Gefriertrocknungsprozesse mit Lösungsmitteln in wässriger Lösung für die Verwendung in von uns verkauften Labor- und Pilot-Gefriertrocknern. Gefriertrocknungsprozesse mit höheren Lösungsmittel-Konzentrationen als in der Tabelle/Spalte **Low** angegeben sind nicht zulässig.

Für Anwendungsfälle mit höheren Lösungsmittel-Konzentrationen bieten wir spezielle Lösungen an. Unsere Pilot-Gefriertrockner können mit der Erweiterungsoption für die Verwendung in mittlerer Konzentration (Spalte **medium**) ertüchtigt werden.

Für Anwendungen mit hohen Konzentrationen (Spalte **high**) empfehlen wir unseren Labor-Gefriertrockner Alpha 3-4 LSCbasic bzw. als Pilot-Gefriertrockner die Epsilon 2-6D Solvent oder Epsilon 2-10D Solvent. Diese Modelle wurden speziell für den Einsatz mit hohen Lösungsmittel-Konzentrationen in wässrigen Lösungen entwickelt.

Für Fragen sprechen Sie uns gerne an.

Responsible	Date	Version	Page
Product Management	01.01.2023	1.5	2/5

Maximal zulässige Konzentration (aqu. Vol-%) von Lösungsmitteln in Gefriertrocknern

Lösungsmittel/solvent		Low	medium	high
Aceton, acetone		10	25	100
Acrylsäure, acrylic acid		10	25	80
Acetonitril, acetonitrile	ACN	10	50	100
Ameisensäure, formic acid		10	10	20
Calcium Chloride		10	10	10
Cyclohexan, cyclohexane		10	50	50
Didecyldimethylammoniumchlorid	DDAC-C10	10	10	10
Diethylendioxid, Dioxan, dioxane		10	25	100
Dimethylacetamid, dimethylacetamide	DMAC	10	15	50
Dimethylformamid, dimethylformamide	DMF	0	5	20
Dimethylsulfoxid, dimethyl sulfoxide	DMSO	10	15	100
Essigsäure, acetic acid		20	20	20
Ethanol, ethanol		10	50	100
Ethylacetat, Essigsäureethylester. Essigester, ethyl acetate		10	30	80
Ethylendiamintetraacetat, Ethylendiamintetraessigsäure, tetrasodium	EDTA	10	10	100
Ethylenoxid, ethylene oxide	EO	0	5	5

Responsible	Date	Version	Page
Product Management	01.01.2023	1.5	3/5

Lösungsmittel/solvent		Low	medium	high
Hexafluorisopropanol, hexafluoroisopropanol	HFIP	0	5	5
Hexan, Heptan (Benzin), hexane, heptane		0	10	10
Isopropanol, isopropyl alcohol	IPA	10	50	100
Kaliumhydroxid, Ätzkali, potassium hydroxide		0	10	20
Methanol, methanole		10	50	100
Methansulfonsäure, methanesulfone acid	MSA	0	0	10
Methyl tert-Butyl Ether, 2-Methoxy-2-methylpropan, methyl-t-butyl ether	MtBE	10	10	10
Methylenchlorid (Dichlormethan), methylene chloride	DCM	10	10	10
Natriumhydroxid, Natronlauge, Ätznatron, sodium hydroxid		10	10	10
Natriumhypochlorit, Chlorbleichlauge, sodium hypochlorite		5	5	5
Natriumphosphat, sodium phosphate		10	50	80
n-Benzol, benzene		5	10	20
n-Butanol, butyl alcohol		5	10	50
N-Methyl-2-pyrrolidon, n-methyl-2-pyrrolidone	NMP	5	5	20
Peressigsäure, peracetic acid, wässrig / aqu. (6%)		0	0	6

Responsible	Date	Version	Page
Product Management	01.01.2023	1.5	4/5

Lösungsmittel/solvent		Low	medium	high
Phenol		0	0	5
Phosphorsäure, phosphoric acid		0	10	10
Propanol (1-Propanol, 2-Propanol)		10	50	100
Propylenglykol, Propylenglycol		10	50	100
Pyridin, pyridine		10	15	100
Stearinsäure, stearic acid		10	30	30
Tetrachlormethan, carbon tetrachloride		5	5	5
Tertbutylalkohol, Butylalkohol tertiär, 2-Methyl-2-Propanol, tert butanol	TBA	10	25	60
Tetrahydrofuran	THF	0	0	5
Toluol, toluene		5	25	50
Trifluoressigsäure, trifluoroacetic acid	TFA	10	15	20
Wasserstoff Peroxid, hydrogen peroxide		30	30	60
Zitronensäure, citric acid		10	25	100

Responsible	Date	Version	Page
Product Management	01.01.2023	1.5	5/5