



Lösungsmittel-Abfälle im Laboratorium: Entsorgung und/oder Recycling

Einleitung

Im Rahmen eines nachhaltigen organischen Praktikums (NOP) stellt die Vermeidung und die Verminderung von Abfällen ein wichtiges Ausbildungsziel dar. Dieses gilt selbstverständlich auch für den Gebrauch von Lösungsmitteln. Ein Weg zu diesem Ziel können lösungsmittelfreie Synthesen sein. Diese sind aber nicht immer automatisch umweltverträglicher, da weitere Faktoren wie Aufarbeitung, Ausbeute und Energieeinsatz eine Rolle spielen. In vielen Fällen kann auf die Verwendung von Lösungsmitteln nicht verzichtet werden, wobei dann aber möglichst wenige Arten von Lösungsmitteln verwendet werden sollten. Die verwendeten Lösungsmittel sollten außerdem möglichst ökologisch unbedenklich sein.

Die Reduzierung der Lösungsmittelvielfalt erleichtert ein späteres Sammeln und Recycling wesentlich. Dies ist eine wichtige Maßnahme zur Verringerung der anfallenden Lösungsmittelabfälle. Für ein effektives Recycling von Lösungsmitteln, welches in der Regel mittels Rektifikation über Kolonnen durchgeführt wird, müssen die Lösungsmittel nach ihrem Gebrauch aber unbedingt sortenrein bzw. ausreichend vorgereinigt gesammelt werden. Dieses ist eine wichtige Voraussetzung dafür, dass eine hohe Qualität der Recyclate garantiert werden kann und so eine Akzeptanz bei den Nutzern erreicht wird. Trotz aller Bemühungen wird es aber immer Lösungsmittelabfälle geben, die nicht recycelt werden können, wie z.B. verbleibende Destillationsrückstände aus dem Lösungsmittel-Recycling. Diese anfallenden Abfallstoffe müssen als halogenhaltige bzw. halogenfreie Lösungsmittel und Lösungsmittelgemische über das Abfallzwischenlager entsorgt werden.

Für den gewerblichen bzw. industriellen Bereich gilt, sofern die Lösungsmittel und Lösungsmittelgemische als Wirtschaftsgut anzusehen sind, müssen diese einer Regenerierung zum Zweck der Wiederverwendung zugeführt werden. Die Anwender sind gesetzlich verpflichtet, die Lösungsmittel nach ihrem Gebrauch entsprechend dem Hauptbestandteil des jeweiligen Ausgangsproduktes getrennt zu sammeln und einer Wiederverwendung zuzuführen, sofern es wirtschaftlich sinnvoll und zumutbar ist und es einen Markt für die Recyclate gibt. Die



Rahmenbedingungen des Lösungsmittelrecyclings in der chemischen Industrie unterscheiden sich deutlich von denen in den Forschungs- und Ausbildungslaboratorien der Universitäten. In der Industrie fällt in der Regel eine überschaubare Zahl von Abfallströmen und große Chargen von Abfalllösungsmitteln an. Hierdurch ist eine betriebsinterne oder externe Aufarbeitung auch unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten oft lohnend. Eine Beseitigung durch „thermische Verwertung“ ist nur in den Fällen gestattet, wo aus verschiedenen Gründen keine Wiederverwendung mehr möglich ist.

Aus der Sicht der Abfallbeseitigung wird zwischen halogenfreien und halogenhaltigen Lösungsmitteln unterschieden. Die gebrauchten organischen Lösungsmittel enthalten häufig mehrere Komponenten, die Zuordnung wird nach der jeweils mengenmäßig überwiegenden Komponente getroffen. Für den Fall, dass eine solche Zuordnung nicht möglich ist, wird das zu entsorgende Abfalllösungsmittel als "Lösungsmittelgemisch" eingestuft.

In den Forschungs- und Ausbildungslaboratorien, insbesondere an Hochschulen, fallen im Vergleich zu gewerblichen und industriellen Anwendungen vergleichsweise geringe Mengen an Lösungsmittelabfällen an. Da es sich hierbei häufig auch um Vielkomponentengemische handelt, wurde in der Vergangenheit auf eine Aufarbeitung dieser Abfälle verzichtet, so dass der Weg der Entsorgung beschritten wurde. Es ist aber möglich, durch eine konsequente Getrennsammlung von Abfalllösungsmitteln ein wirtschaftliches Recycling durch Rektifikation durchzuführen, wobei in vielen Fällen die Lösungsmittelqualität der Neuware erreicht werden kann. Gerade im Bereich der chemischen Praktika an den Universitäten muss im Rahmen einer nachhaltigen Chemieausbildung eine Wiederverwendung nicht nur aus wirtschaftlichen und ökologischen Gründen angestrebt werden, sondern auch aus didaktischen. Die von Beginn der Ausbildung an im kleinen Maßstab erlernten Verfahren zum Recycling von Abfällen sind eine wichtige Grundlage zur Übertragung und Umsetzung der Konzepte der „Green Chemistry“ im späteren Berufsleben eines Chemikers.

In den folgenden Abschnitten werden die Lösungsmittel und Lösungsmittelgemische näher beschrieben, die in der Praxis des Chemikers im Bereich von Labortechnik und Analytik häufig vorkommen.



Beschreibung der anfallenden Lösungsmittel und Lösungsmittelgemische

Halogenhaltige Lösungsmittel und Lösungsmittelgemische

Für die halogenhaltigen Lösungsmittel werden auch die Abkürzungen

- **FCKW** (Fluorchlorkohlenwasserstoffe),
- **CKW** (Chlorkohlenwasserstoffe) bzw.
- **HKW** (Halogenkohlenwasserstoffe)

verwendet. Diese Stoffe sind häufig gesundheitsschädlich oder giftig sowie wasser- und/oder luftgefährdend. Als **wassergefährdende Stoffe** dürfen halogenhaltige Lösungsmittel keinesfalls in das Abwasser gelangen! Bedingt durch die genannten Eigenschaften, kombiniert mit der weiten Verbreitung, sind für diese Stoffe durch den Gesetzgeber zahlreiche Verordnungen und Vorschriften erlassen worden (z.B. HKWAbfV - Verordnung über die Entsorgung gebrauchter halogenierter Lösemittel, BGBl. I, S. 1918, 23. Okt. 1989). Auf die Verwendung von chlorierten Kohlenwasserstoffen für Reinigungs- und Entfettungszwecke sollte daher verzichtet werden. Dieses gilt vor allem dann, wenn weniger umweltgefährdende Ersatzstoffe zur Verfügung stehen.

Tetrachlorkohlenstoff darf seit 1992 nicht mehr als Lösungsmittel verwendet werden. Nach der FCKW-Halon-Verbots-Verordnung ist die Verwendung von **vollhalogenierten FCKW** als Kühl- und Kältemittel (in Großanlagen) sowie als Reinigungs- und Lösungsmittel ebenfalls nicht mehr zugelassen.

Halogenfreie Lösungsmittel und Lösungsmittelgemische

Die gebräuchlichsten halogenfreien organischen Lösungsmittel können in folgende Gruppen eingeteilt werden:

- aliphatische bzw. cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe
- aromatische Kohlenwasserstoffe
- Alkohole
- Ketone
- Ester
- Ether



- Glykolether

Neben den reinen im Laboratorium gebräuchlichen Lösungsmitteln und den zwangsläufig bei Synthesen anfallenden Gemischen gibt es im Bereich von technischen Anwendungen auch Lösungsmittelgemische, die speziell für besondere Zwecke als Verschnittmittel hergestellt werden sind. Beispiele für derartige technische Produkte sind u. a. Nitroverdünnungen, Kunstharzverdünnungen, Kaltreiniger.

Auch die halogenfreien Lösungsmittel beinhalten Gefahren. Sie sind besonders gekennzeichnet durch ihre mehr oder weniger leichte Brennbarkeit. Zum Teil sind diese Stoffe auch gesundheitsschädlich oder giftig. Sofern die halogenfreien Lösungsmittel eine größere Tendenz zeigen, die physikalische, chemische oder biologische Beschaffenheit des Wassers nachteilig zu verändern (diese trifft z.B. für aromatische Kohlenwasserstoffe und verschiedene Ether zu), gelten sie als wassergefährdende Stoffe und dürfen ebenso wie halogenierte Lösungsmittel keinesfalls in das Abwasser gelangen.

Stoffliche Verwertung (Recycling) von gebrauchten Lösungsmitteln

Die recyclingfähigen Lösungsmittel werden nach gesetzlichen Vorgaben üblicherweise nicht als Abfälle eingestuft, so dass diese einer stofflichen Verwertung (Lösungsmittel-Recycling) zuzuführen sind. Im allgemeinen besteht für die Anwender von Gefahrstoffen die gesetzliche Verpflichtung, die recyclingfähigen Wertstoffe wie Lösungsmittel getrennt zu sammeln und diese nach Gebrauch entweder selbst zu regenerieren (z.B. durch Rektifikation) oder einer Wiederverwertung zuzuführen. Die sog. stoffliche Verwertung hat Vorrang vor einer Entsorgung, wenn immer

- sie technisch möglich ist,
- die hierbei entstandenen Kosten im Vergleich zu anderen Verfahren der Entsorgung nicht unzumutbar sind und
- für die gewonnenen Stoffe ein Markt vorhanden ist.

Die Notwendigkeit, verwertbare Stoffe zu regenerieren, gilt insbesondere bei den ökologisch bedenklichen chlorierten Kohlenwasserstoffen.



Die gebräuchlichen organischen Lösungsmittel sind in vielen Fällen leicht zu recyceln und können auf diese Weise erneut in Synthesen eingesetzt werden. Für die in sortenreinem Zustand gesammelten gebrauchten Lösungsmittel ist die Destillation ein besonders vorteilhaftes Verfahren zur Aufarbeitung. Dieses gilt aber auch teilweise für Gemische der Lösungsmittel mit anderen Stoffen, sofern sie durch Destillation leicht voneinander zu trennen sind. Teilweise trifft dieses auch für Lösungsmittel-Wasser-Gemische zu.

Besonders geeignet für ein Recycling durch Destillation sind zahlreiche Lösungsmittel, welche in der Praxis in größeren Mengen und regelmäßig verwendet werden bzw. teuer sind (z.B. Methanol, Ethanol, Isopropanol, Aceton, Acetonitril, Xylol sowie alle halogenierten Kohlenwasserstoffe).

Zentrale oder dezentrale Aufarbeitung von Lösungsmitteln?

Die gebrauchten Lösungsmittel im Laboratorium können, sofern ein Recycling der anfallenden Chargen in Betracht kommt, entweder zentral oder dezentral aufgearbeitet werden. Für eine **dezentrale Aufarbeitung** spricht, dass nach Erfahrungen aus der Praxis die zentrale Aufarbeitung von Lösungsmitteln auch Nachteile mit sich bringen kann, weil aus verschiedenartigen Gründen (z.B. Verwechslung von Sammelgefäßen) nicht alle Nutzer die unbedingt notwendige sortenreine Sammlung beachten. Unter ungünstigen Umständen können bereits geringe Beimengungen von anderen Stoffen die aufwendige Aufarbeitung wesentlich erschweren oder gar zunichte machen. Aus diesem Grund sollte eine dezentrale Aufarbeitung direkt am Entstehungsort der gebrauchten Lösungsmittel unterstützt werden. Durch die Verwendung von Rotationsverdampfern und den dazugehörigen Vakuumpumpen kann bereits eine gute Vorreinigung der Lösungsmittel erreicht werden, so dass der Aufwand für ggf. weitere Aufreinigungsschritte (Destillation über Kolonnen) deutlich reduziert werden kann.

Für den Fall, dass am Ort des Entstehens der Lösungsmittelabfälle keine Möglichkeiten für ein Recycling besteht, werden die gebrauchten Lösungsmittel gesammelt und später in einer **zentralen Aufarbeitung** behandelt. Es soll nochmals ausdrücklich darauf hingewiesen werden, dass die Sortenreinheit beim Sammeln recyclingfähiger Lösungsmittel von größter Wichtigkeit ist. Zur Vereinfachung eines sortenreinen Sammelns ist es vorteilhaft, die Größe



der Sammelgefäße auf ein Volumen von 5 bis 10 Litern zu begrenzen. Durch die Verringerung der Befüllungsvorgänge sinkt die Wahrscheinlichkeit einer Verunreinigung durch andere Lösungsmittel infolge von Verwechslungen. Nach der Reinigung der gebrauchten Lösungsmittel durch Destillation in einer größeren Anlage können die erhaltenen Recyclate dann entweder dem Abfallerzeuger zurückgegeben oder anderen Einrichtungen für eine Wiederverwendung zur Verfügung gestellt werden. Eine wichtige Voraussetzung für ein sinnvolles Lösungsmittel-Recycling ist, dass die Recyclate in der erhaltenen Qualität den Anforderungen der Nutzer entsprechen und damit die Wiederverwendung nach der Reinigung gewährleistet ist.

Wie kann das Recycling von Lösungsmitteln an der Universität in die Praxis umgesetzt werden?

Das Recycling und die Wiederverwertung von Lösungsmitteln im Bereich von Forschungs- und Ausbildungs-Laboratorien ist in der Regel durchführbar und zumutbar. Die gebrauchten Lösungsmittel aus den chemischen Forschungs- und Ausbildungslaboratorien machen nach bisherigen Entsorgungskonzepten einen verhältnismäßig großen Anteil des dort erzeugten Abfallaufkommens aus. Da nach dem Abfallgesetz sowie durch Bestimmungen der Gefahrstoff-Verordnung (GefStoffV) das sortenreine Sammeln ohnehin vorgeschrieben ist, ist es nahe liegend, ein Lösungsmittel-Recycling bereits auf der Ebene einzelner Institute zu betreiben und insbesondere die Chemie-Ausbildung nachhaltiger zu gestalten.

Die in chemischen Laboratorien üblicherweise vorhandenen geregelten Membranpumpen sind eine wichtige technische Voraussetzung, für eine praktische Durchführung bedarf es lediglich noch am nötigen Willen zum Handeln! Mit einem Recycling kann ein didaktisch sinnvoller Beitrag in der Chemiker-Ausbildung geleistet werden.

Integration des Lösungsmittel-Recyclings in chemische Praktika

Um die Studierenden für ein sicheres, aber auch ökologisch und ökonomisch sinnvolles Recycling zu sensibilisieren, ist es erforderlich, sie an den einzelnen Arbeitsschritten teilnehmen zu lassen. Sie können dabei die Möglichkeiten der Sammlung und Wiederverwendung



der Lösungsmittel erlernen. Ihnen wird aber gleichzeitig verdeutlicht, wie viel Einsatz für die notwendigen Aufarbeitungsschritte in Hinblick auf Arbeitsaufwand, Technik und Energie nötig ist. Ein zusätzlicher Lernerfolg kann darin bestehen, wie die Akzeptanzprobleme von Recyclaten in der Praxis gelöst werden können.

Konzept der wenigen Lösungsmittel-Sorten als Basis für ein praktisches Lösungsmittel-Recycling

Ein erster grundlegender Ansatz zur Machbarkeit eines Lösungsmittel-Recyclings besteht darin, die Vielfalt der Lösungsmittel zu begrenzen. Im Rahmen eines nachhaltigen organischen Grundpraktikums sollten die in den üblichen Praktikumsvorschriften vorkommenden zahlreichen Lösungsmittel auf ihre Ersetzbarkeit geprüft werden, um sich auf eine geringere Anzahl von Lösungsmittel-Sorten beschränken zu können. Die Verwendung von nur 5 bis 7 verschiedenen Lösungsmitteln kann das Sammeln und Recycling wesentlich vereinfachen.

Als Auswahlkriterien für die eingesetzten Lösungsmittel spielen neben Toxizität, Polarität und Preis auch arbeitsschutzrelevante Kriterien bei der Aufarbeitung (Entzündbarkeit, Flammpunkte usw.) sowie eine möglichst universelle Anwendbarkeit eine wichtige Rolle. Auf die Verwendung von Aromaten wie Benzol und Toluol kann in der Regel verzichtet werden. Bei den halogenierten Lösungsmitteln darf Tetrachlorkohlenstoff entsprechend einer gesetzlichen Vorschrift nicht mehr verwendet werden, Chloroform und Dichlormethan werden möglichst durch andere geeignete Lösungsmittel substituiert. Bei der Auswahl der zu verwendenden Lösungsmittel sind folgende Eigenschaften von Interesse:

- Das gesamte Löslichkeitsspektrum soll mit einer möglichst kleinen Auswahl nicht wässriger Lösungsmittel abgedeckt werden.
- Das Gefahrenpotential der Lösungsmittel soll möglichst gering sein, d. h. die Lösungsmittel werden nach der Gefahrstoff-Verordnung als gesundheitsschädlich oder geringer eingestuft, sie sollen nach gegenwärtigem Kenntnisstand weder kanzerogene noch mutagene Eigenschaften besitzen.
- Die Handhabung der Lösungsmittel sollte möglichst einfach und gefahrlos sein.
- Die Reaktivität der Lösungsmittel soll möglichst gering sein.



- Die Lösungsmittel sollen gute Recycling-Eigenschaften besitzen, d. h. sie sollen leicht zu reinigen und zu trocknen sein.
- Die Beschaffungs- und Entsorgungskosten sollen möglichst gering sein.

Die nachfolgend genannten Lösungsmittel entsprechen weitgehend diesen Anforderungen und stellen eine gute Auswahl für die Mehrzahl der Anwendungen dar, wobei der Eigenschaft „niedriges Gefahrenpotential“ ebenso wie der Vermeidung von halogenierten Lösungsmitteln eine hohe Priorität eingeräumt wird.

- Essigsäureethylester (polares, nicht protisches Lösungsmittel).
- Aceton (polares, nicht protisches Lösungsmittel).
- Ethanol (polares, protisches Lösungsmittel. Ethanol ist ein guter Ersatz für das giftige Methanol).
- Cyclohexan (unpolares, nicht protisches Lösungsmittel. Cyclohexan kann Benzol ersetzen und ohne Einschränkungen als Schlepptmittel bei der destillativen Entfernung von Wasser anstelle von Toluol verwendet werden. Ebenso kann es in einigen radikalischen Reaktionen Tetrachlorkohlenstoff ersetzen).
- *tert*-Butylmethylether (unpolares, nicht protisches Lösungsmittel. Es kann in fast allen Fällen den viel gefährlicheren Diethylether ersetzen, ausgenommen sind in der Regel die Grignard-Reaktionen).

Der Gebrauch von nur wenigen Lösungsmittel-Sorten ist in den meisten Bereichen von Forschung und Ausbildung (Synthesen, Chromatographie, Extraktionen) ohne größere Probleme durchführbar. Der Verwendung von anderen Lösungsmitteln (in möglichst geringem Umfang) sollte auf die Fälle beschränkt bleiben, in denen das gewünschte Ergebnis sonst nicht realisierbar ist. Ein Beispiel dafür ist die Grignard-Reaktion, die den Einsatz von wasserfreien polaren Lösungsmitteln erfordert, wie z.B. Diethylether oder Tetrahydrofuran (THF).



Aspekte zum getrennten Sammeln gebrauchter Lösungsmittel zum Zweck des Recyclings

Für ein effektives Recycling gebrauchter Lösungsmittel ist es unbedingt erforderlich, diese sortenrein zu sammeln und damit den Trennungsaufwand gering zu halten. Die Trennung von Lösungsmittelgemischen mit mehreren Komponenten (≥ 3) in Einzelstoffe ist zwar auf chemischem und/oder physikalischem Weg prinzipiell möglich, aber verfahrenstechnisch zu aufwendig und damit unwirtschaftlich.

Das sortenreine Sammeln erfordert von allen Beteiligten eine erhöhte Aufmerksamkeit und etwas mehr Mühe und Sorgfalt als bei der früher üblichen Entsorgung von gebrauchten Lösungsmitteln. Bereits in der ersten Phase nach Einführung eines Lösungsmittel-Recyclings sollte bei der Sammlung der anfallenden Chargen die Trennung so gut sein, dass eine Komponente mit einer „Reinheit“ von mindestens 80% vorliegt. Im weiteren Verlauf sollte das Sammelergebnis aber weiter verbessert werden auf eine „Reinheit“ von mindestens 90% bis etwa 95%.

Damit das Ziel in der Praxis erreicht werden kann, wird vorgeschlagen, in allen beteiligten Laboratorien für jedes eingesetzte Lösungsmittel bzw. Lösungsmittel-Gemisch (z.B. Cyclohexan/Ethylacetat) einen eigenen Sammelkanister (ca. 3 bis 10) mit eindeutiger und haltbarer Etikettierung bereitzustellen. Die folgende Abbildung zeigt beispielhaft, wie die Etikettierung eines Sammelbehälters aussehen könnte:



Cyclohexan

Abdestilliertes Lösungsmittel aus Flüssig-Flüssig-Extraktion

R-Sätze: 11-38-50/53-65-67

S-Sätze: 2-9-16-33-60-61-62

Standort: Raum A, Abzug 2



gesundheitsschädlich



leicht entzündlich

!

- Sammelkanister dicht geschlossen halten!
- Der Deckel muss eine intakte Dichtung haben!
- Wenn beim Einfüllen etwas an der Außenwand herabläuft: Flasche im Abzug ablüften lassen.
- Maximale Füllhöhe (siehe Markierung) nicht überschreiten!

Große Sammelkanister sind nicht zweckmäßig. Das Volumen wird auf ca. 5 Liter Inhalt begrenzt. Es wird dadurch einerseits Platz gespart, da mehrere Kanister für die verschiedenen Lösungsmittel notwendig sind, andererseits werden aus Gründen des Brandschutzes nicht zu große Mengen brennbarer Flüssigkeiten im Laboratorium gelagert. Bei zu großen Sammel-



gefäßen sind zahlreiche Füllvorgänge bis zur vollständigen Befüllung nötig, dabei besteht aber die Gefahr einer Verwechslung, welche die Qualität des gesammelten Lösungsmittels verschlechtert.

Zu kleine Gefäße sind ebenfalls unzweckmäßig, da sie häufig entleert werden müssen.

Wie sieht der organisatorische Ablauf des Lösungsmittel-Recyclings in der Praxis aus?

Die Durchführung des Lösungsmittel-Recyclings müsste folgende Schritte durchlaufen:

Die gebrauchten Lösungsmittel werden in den einzelnen Laboratorien sortenrein in separaten Kanistern mit einem Fassungsvermögen von je 5 Litern gesammelt, wobei die eingefüllten Lösungsmittel von den Nutzern bereits einmal am Rotationsverdampfer destillativ vorgereinigt werden sollten. Zur Erzeugung des dafür erforderlichen Vakuums werden die früher üblichen Wasserstrahlpumpen nicht mehr eingesetzt. Die bei der Vorreinigung im Laboratorium anfallenden Destillationsrückstände werden entsorgt.

Die gefüllten Kanister werden von den in den Laboratorien arbeitenden Personen in die für die Aufarbeitung zuständige zentrale Einrichtung gebracht. Dieses kann ein Technikum bzw. das Recycling-Labor sein. Die abzugebenden Behälter werden mit einem Laufzettel versehen, welcher Angaben über die Herkunft (Name des Abgebenden, Laboratorium) der Lösungsmittel enthält, damit ungeeignete Chargen ggf. reklamiert werden können.

Die abgegebenen Behälter werden in der zentralen Einrichtung auf ihre Deklaration überprüft, indem die Zusammensetzung der enthaltenen Lösungsmittel gaschromatographisch untersucht wird. Bei einer Reinheit von mehr als 90% werden diese anschließend aufgearbeitet. Chargen mit mehr als 10% Verunreinigungen werden reklamiert. In diesen Fällen ist es sinnvoll, die abgebenden Personen zu beraten, wie die Verunreinigungen in Zukunft auf das erforderliche Maß reduziert werden können.

Die geprüften Chargen der Lösungsmittel werden im Zwischenlager zu größeren Gebinden zusammengefasst, wobei zwei Gruppen gebildet werden. Die recyclingfähigen Lösungsmittel



werden getrennt nach Einzelsorten vereinigt und in die Aufarbeitung gegeben. Die zu stark verunreinigten Lösungsmittel werden ebenfalls vereinigt und dann der Entsorgung zugeführt.

Für die recyclingfähigen gebrauchten Lösungsmittel bietet es sich an, diese in größeren Rotationsverdampfern einem Vorreinigungsschritt zu unterziehen. Die groben Verunreinigungen und Produktrückstände verbleiben im Destillationssumpf zurück.

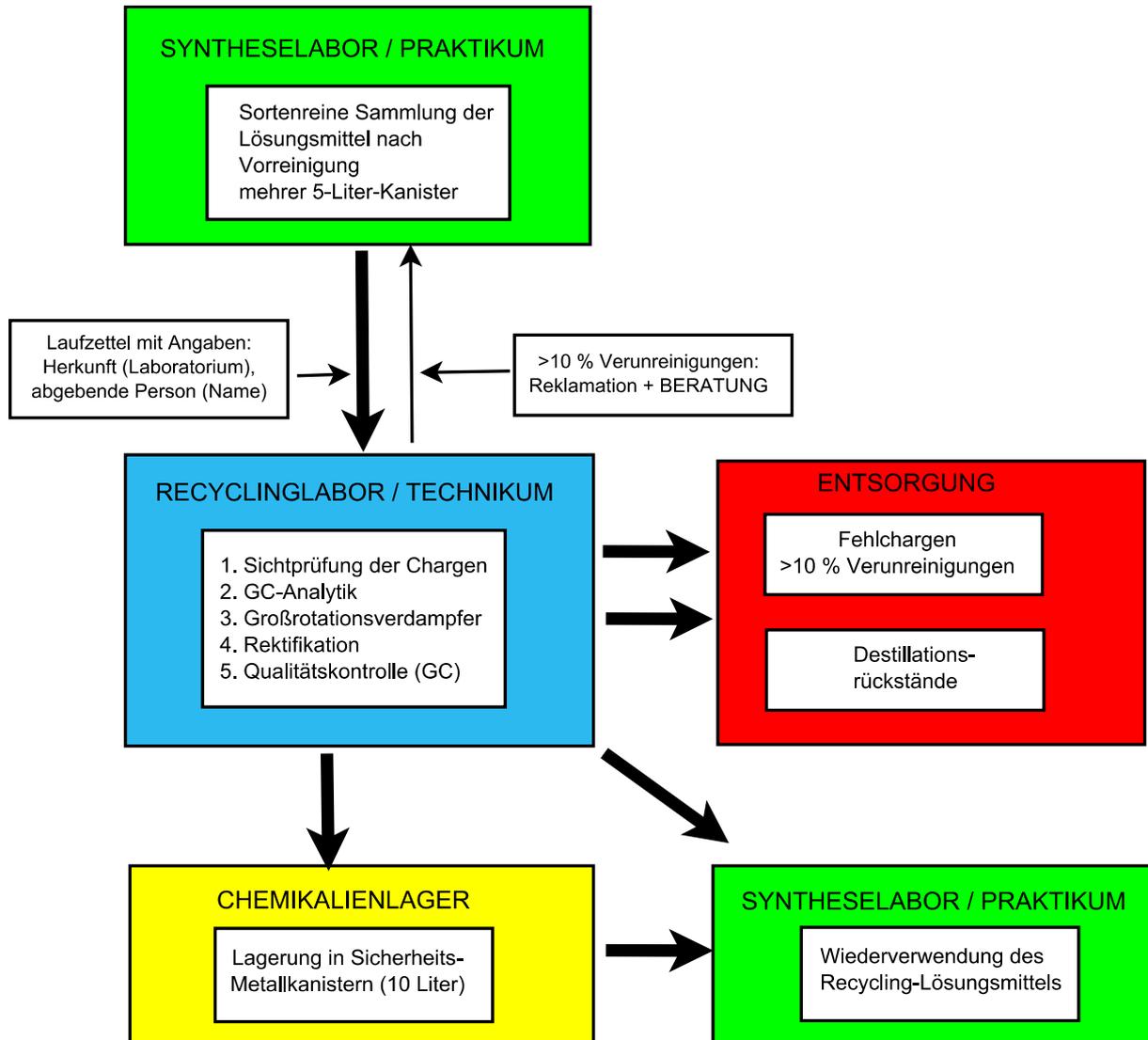
Die vorgereinigten Lösungsmittel werden anschließend in einer größeren computergesteuerten Rektifikationsanlage bis zur geforderten Reinheit von mindestens 98% destilliert, so dass eine mit handelsüblichen Lösungsmitteln vergleichbare Qualität erreicht wird. In bestimmten Fällen werden bei der Destillation auch azeotrope Gemische erhalten, welche für den Einsatz in der Laboratoriumspraxis geeignet sind (Zweikomponenten-Lösungsmittel für chromatographische Zwecke, z.B. Cyclohexan/Ethylacetat für die Gelpermeationschromatographie in der Rückstandanalytik von Pestiziden). Anfallende Destillationsrückstände werden je nach ihrer Zusammensetzung als halogenfreier bzw. halogenhaltiger Lösungsmittelabfall entsorgt.

Zur Qualitätskontrolle der erhaltenen Lösungsmittel-Recyclate wird die Zusammensetzung auf gaschromatographischem Weg (z.B. GC-FID) bestimmt. Der Wassergehalt der Lösungsmittel kann durch die Karl-Fischer-Titration bestimmt werden. Die erhaltenen Analyseergebnisse werden dokumentiert und dem abzugebenden Lösungsmittel-Recyclat in schriftlicher Form als Zertifikat beigelegt. Durch diesen Qualitätsnachweis ist es für jeden Nutzer möglich, anhand der gelieferten Daten die Reinheit der Ware zweifelsfrei selbst zu beurteilen. Die durchgeführten Kontroll-Maßnahmen und ihre Transparenz sind von großer Bedeutung für die Akzeptanz der Lösungsmittel-Recyclate. Nach einer realistischen Einschätzung können bei sorgfältiger Planung und Organisation des Lösungsmittel-Recyclings Wiedergewinnungsraten von ca. 70% erzielt werden.

Die destillierten Lösungsmittel werden nach erfolgter Qualitätskontrolle in etikettierte Sicherheits-Metallkanister mit einem Volumen von 10 Litern gefüllt. Da diese Gefäße bruch- und explosionsicher sind, dürfen darin auch brennbare Lösungsmittel in den Laboratorien aufbewahrt werden.



In der folgenden Skizze werden die wichtigsten Abläufe des Lösungsmittelrecyclings noch einmal zusammengefasst als Blockdiagramm dargestellt:



Thermische Verwertung von gebrauchten Lösungsmitteln

Eine weitere mögliche Variante bei der Verwertung von gebrauchten Lösungsmitteln ist neben dem Recycling die thermische Verwertung (Verbrennung zur Energieerzeugung). Für eine thermische Verwertung können relativ saubere halogenfreie Lösungsmittel als kostengünstiges Einsatzmaterial der Energiegewinnung zugeführt werden. Die für diesen Zweck geeigneten Lösungsmittel werden daher beim Abfallerzeuger separat gesammelt, wobei es



sich insbesondere um brennbare Stoffe wie z.B. Alkohole (Methanol, Ethanol, Isopropanol), Ketone (Aceton), verschiedene Ester, Xylol, Benzol, Toluol u. ähnliche Verbindungen handelt.

Die gesammelten Flüssigkeiten dürfen keine Feststoffe und keine störenden Reaktionsprodukte mehr enthalten. Es ist weiterhin von Bedeutung, dass die Lösungsmittel nach Möglichkeit kein oder nur wenig Wasser enthalten. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass in diesen Lösungen von der chemischen Zusammensetzung her **nur reine Kohlenwasserstoffe und sauerstoffhaltige Lösungsmittel** (Einzelstoffe oder auch Gemische), aber **keine anderen halogen-, schwefel- und stickstoffhaltigen Verbindungen** enthalten sein dürfen. Bei der Abgabe der Abfalllösungsmittel an das Entsorgungsunternehmen soll nach Möglichkeit auf die Verwendbarkeit für die Energiegewinnung in dem Begleitschein hingewiesen werden.

Entsorgung von gebrauchten Lösungsmitteln

In der Laborpraxis der Vergangenheit wurden gebrauchte Lösungsmittel in der Regel nicht recycelt, sondern entsorgt. Dieses ist an zahlreichen Einrichtungen auch heute noch die übliche Verfahrensweise. Es gibt aber durchaus Fälle, in denen für die gebrauchten Lösungsmittel eine stoffliche oder thermische Verwertung nicht in Betracht kommt. Diese werden dann entsorgt und der Sonderabfallverbrennung zugeführt.

Wann werden gebrauchte Lösungsmittel entsorgt? Einteilung in Kategorien

Im allgemeinen gilt, dass kompliziert zusammengesetzte Gemische von Lösungsmitteln nicht wirtschaftlich recycelbar sind. Enthalten diese noch zusätzlich Halogene, kommt auch eine thermische Verwertung nicht in Betracht.

Gemische aus Halogenkohlenwasserstoffen und halogenfreien Kohlenwasserstoffen werden entsorgt als Abfallart

- **Lösungsmittelgemische, halogenhaltig.**



Enthalten die Gemische zusätzlich Wasser, werden sie entsorgt als

- **Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig.**

Halogenfreie Lösungsmittel, die mehrere Komponenten enthalten, werden am zweckmäßigsten entsorgt als Abfallart

- **Lösungsmittelgemische, halogenfrei.**

Zahlreiche halogenfreie Lösungsmittel, insbesondere stark polare, sind mit Wasser entweder vollständig oder bedingt mischbar. Beim Vorliegen stark wasserhaltiger Gemische ist ein Recycling häufig schwierig und unwirtschaftlich, da ein hoher Energieaufwand erforderlich wird. Die wasserhaltigen Gemische werden entsorgt als

- **Lösungsmittel-Wassergemische, halogenfrei,**

wobei es Einteilungen in weitere Untergruppierungen mit unterschiedlichen Entsorgungswegen gibt.

Die Lösungsmittel-Wassergemische sind nach der Verordnung in ihrer Zusammensetzung nicht näher definiert. Für die Entsorgungsfirmen ist es aber von Bedeutung, eine Aussage über die ungefähre Zusammensetzung zu treffen, da der Wassergehalt einen entscheidenden Einfluss auf die Brennbarkeit der anfallenden Lösungsmittelabfälle hat. Es werden daher in diesen Fällen die approximativen Begriffe "überwiegend lösungsmittelhaltig" und "überwiegend wasserhaltig" verwendet, so dass sich für derartige Lösungsmittel das folgende detailliertere Entsorgungsschema ergibt.

Bei einem Lösungsmittelgehalt bis zu ca. 20% - "überwiegend wasserhaltig" - kommen in Abhängigkeit von anderen Begleitstoffen folgende Entsorgungswege in Betracht:

- **Wässrige Laborabfälle** (nur bei den gängigen, mit Wasser mischbaren Lösungsmitteln wie Methanol, Ethanol, Isopropanol, Aceton u.ä.),
- **Lösungsmittel-Wassergemisch, halogenfrei** (wenn auch aromatische Lösungsmittel wie Benzol, Toluol, Xylol, Pyridin, u. ähnliche von > ca. 1% und/oder < 5% Halogenkohlenwasserstoffe enthalten sind),



- **Lösungsmittel-Wassergemisch, halogenhaltig** (wenn auch halogenhaltige Lösungsmittel mit einem Anteil von > 5% enthalten sind).

Bei einem Lösungsmittelgehalt im Bereich von ca. 20 bis 80% werden die Gemische in Abhängigkeit von anderen Begleitstoffen entsorgt entweder als

- **Lösungsmittel-Wassergemisch, halogenfrei** oder
- **Lösungsmittel-Wassergemisch, halogenhaltig.**

Bei einem Lösungsmittelgehalt von mehr als 80% - "überwiegend lösungsmittelhaltig" - werden in Abhängigkeit von anderen Begleitstoffen folgende Entsorgungswege vorgeschlagen:

- **Lösungsmittel, halogenfrei** (sortenreine Abfälle werden namentlich bezeichnet, in diesem Fall ist ein Recycling eine erstrebenswerte Alternative) bzw.
- **Lösungsmittelgemisch, halogenfrei,**
- **Sonstige nicht halogenierte Lösungsmittel.**

Sammlung der zu entsorgenden Lösungsmittel. Was ist zu beachten ?

Die zu entsorgenden Lösungsmittelabfälle müssen möglichst getrennt nach verschiedenen Kategorien gesammelt werden. Im **Vermischungsverbot** wird festgelegt, dass nach dem Gebrauch der Lösungsmittel jede absichtliche Beimischung von Fremdstoffen oder Lösungsmitteln anderer Art verboten ist.

Die Einhaltung des Vermischungsverbotes spielt auch für die Gewährleistung der Arbeitssicherheit eine Rolle, da es sonst ggf. zu gefährlichen chemischen Reaktionen kommen kann. Insbesondere **Chlorkohlenwasserstoffe** können mit anderen Stoffen explosionsartig reagieren, dieses trifft für **Alkali- und Erdalkalimetalle** sowie ihre Oxide oder Hydroxide zu. Ein großes Gefahrenpotenzial entsteht auch bei der Vermischung von Chloroform mit Aceton, welches bereits häufiger zu Unfällen geführt hat. Aus Sicherheitsgründen sollten halogenfreie Lösungsmittelabfällen auch auf ihre Peroxidfreiheit und Neutralität geprüft werden, ggf. sind die Chargen zu neutralisieren und Peroxide reduktiv zu beseitigen.

Zur praktischen Durchführung der Entsorgung eignen sich am besten Kunststoffkanister mit einem Volumen von 5 Litern Inhalt, welche haltbar und eindeutig etikettiert werden. Bei der



Sammlung der Abfalllösungsmittel soll möglichst eine Trennung in halogenhaltige und halogenfreie Lösungsmittel vorgenommen werden. Eine derartige Trennung ist aus wirtschaftlichen Gründen wünschenswert, da die Entsorgung halogenhaltiger Lösungsmittel mit einem größeren Kostenaufwand verbunden ist.

In der Praxis wird aber zum Teil auch auf die strikte Trennung verzichtet und das gesamte Aufkommen an Abfalllösungsmitteln als halogenhaltiges Lösungsmittel entsorgt. Der Grund dafür ist, dass bei nicht ordnungsgemäßem Sammeln die Qualitätskriterien der halogenfreien Lösungsmittel (max. 2% Halogengehalt zulässig, dieses wird von den Entsorgungsunternehmen überprüft) nicht eingehalten werden können.

Nach Befüllung der Sammelbehälter in den Laboratorien werden diese in den Abfallzwischenlagern in größeren auslaufsicheren Metallcontainern gelagert und nach Erreichen bestimmter Mengengrenzen jeweils an kommerzielle Entsorgungsfirmen zur Sondermüllverbrennung übergeben.