

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Новосибирский институт органической химии им. Н. Н. Ворожцова  
Сибирского отделения Российской академии наук



УТВЕРЖДАЮ  
Директор НИОХ СО РАН  
И.А. Григорьев  
« 17 » 08 2012 г.



## ИНСТРУКЦИЯ

№ 15326-015-11

### по охране труда при работе с простыми эфирами

Настоящая инструкция по безопасности труда при работе с простыми эфирами распространяется на хранение, перегонку, проведение реакций с простыми эфирами в химических лабораториях.

#### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ ОХРАНЫ ТРУДА.

1.1. К работе с простыми эфирами допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие:

- перед приёмом на работу медосмотр и не имеющие медицинских противопоказаний;
- вводный инструктаж в отделе ОТ и ЭБ института, и инструктаж по технике безопасности на рабочем месте;
- прошедшие квалификационное обучение на знание приёмов и методам работы, и изучившие данную инструкцию;
- проверку знаний требований безопасного выполнения работы и получившие допуск к самостоятельной работе.

1.2. В процессе работы возможно воздействие следующих опасных и вредных производственных факторов:

- брызги агрессивных жидкостей;
- недостаточная освещённость рабочей зоны;
- воздействие электрического тока.

1.3. В каждом рабочем помещении на определенном месте должны находиться следующие

первичные средства пожаротушения:

огнетушитель углекислотный ОУ-2	— 1 шт. на модуль;
асбестовое одеяло	— 1 шт.
суконное одеяло	— 1 шт.

песочницы с песком (по 1 шт. в каждом вытяжном шкафу).

1.4. При работе с простыми эфирами необходимо обеспечить спецодеждой и средствами индивидуальной защиты, в соответствии с типовыми нормами:

- Халат хлопчатобумажный ГОСТ 12.4.131-83;
- Перчатки резиновые ГОСТ 20.010.74 тип 2;
- Очки ГОСТ 12.4.013-85 ЗП8-80;
- Маска пластиковая ТУ 64-1-456-76;
- Противогаз марки "А" или "М";
- Нарукавники и фартук.

1.5. Простые эфиры - соединения типа R-0-R, где R-одновалентные углеводородные радикалы циклического или ациклического строения, представляют собой легко воспламеняющиеся жидкости (ЛВЖ), чрезвычайно огне- и взрывоопасные, относящиеся по температуре вспышки к особо опасным ЛВЖ, по степени воздействия на организм к 2-4 классам опасности (ГОСТ 12.1.005-76, ГОСТ 12.1.007-76). Наиболее широко используемые простые эфиры - диэтиловый эфир, 1,4-диоксан, тетрагидрофуран и др. Простые эфиры оказывают наркотическое и токсическое действие, раздражают слизистые оболочки глаз и дыхательных путей. Повышенная опасность простых эфиров заключается еще в том, что при комнатной температуре они образуют с воздухом пожаро- и взрывоопасные смеси, концентрационные пределы распространения пламени которых лежат от 1.8 до 22,5 % (об.). Простые эфиры в процессе хранения способны поглощать кислород воздуха и реагировать с ним, образуя пероксиды. Органические пероксиды представляют собой нестабильные соединения, разлагающиеся (бурно и с взрывом) под действием удара, трения, тепла, пламени, загрязнений. В свежеперегнанных простых эфирах пероксиды образуются уже через 3-8 дней. Воздействие света и тщательная осушка простых эфиров ускоряет образование перекисей. **Очищенные от пероксидов простые эфиры следует использовать немедленно, либо стабилизировать соответствующим ингибитором, либо обеспечить условия хранения, исключаящие контакт с воздухом (хранение в атмосфере инертного газа, в сосудах Шленка).** Для контроля за сроками хранения все сосуды с простыми эфирами должны иметь этикетки с указанием даты проверки и даты последней очистки простых эфиров от перекисей.

1.6. Работающий с простыми эфирами должен соблюдать правила личной гигиены: тщательно

мыть руки; во время и после работы полоскать рот водой или содовым раствором (2%). Противопоказана работа с вредными веществами при повреждении кожи рук (ссадины, царапины); в этом случае обязательно пользоваться перчатками. Выбор средств защиты в каждом отдельном случае должен осуществляться с учетом требований безопасности для данного вида работ.

**1.7. Лицам, осуществляющим работы с простыми эфирами, не рекомендуется носить одежду (белье) из синтетических тканей.**

1.8. Обеспечение пожаро- и взрывобезопасности при работе с простыми эфирами обусловлено условиями их хранения и контролем качества:

1.8.1. Простые эфиры в фабричной упаковке (толстостенные склянки из темного стекла) должны храниться в металлических ящиках (сейфах), полки которых выстланы асбестовым листом (*полотном*), удаленных от нагревательных приборов не менее чем на 1 м, вдали от попадания прямых солнечных лучей и по возможности на холоду. При хранении необходимо следить за тем, чтобы пробка (или крышка) не были повреждены, следить за сроком хранения (срок действия антиоксиданта), который указывается на этикетке склянки: дата выпуска, срок годности. **Не допускается хранение простых эфиров до образования осадков и твердой перекиси между горлом сосуда и пробкой.**

1.8.2. Очистка эфиров от перекисей осуществляется обработкой их восстановителями по существующим лабораторным методикам.

Отдельные методики приведены в Приложении.

1.8.3. Склянки с простыми эфирами должны максимально заполняться с целью уменьшения объема воздуха (объем воздуха не более 10% объема склянки), находящегося в соприкосновении с жидкостью, и плотно закрываться корковыми пробками, обернутыми пергаментом или алюминиевой фольгой, или закручивающимися крышками из синтетических, не образующих искру материалов.

1.8.4. На склянках с простыми эфирами должны быть знаки опасности по ГОСТ 19433-74, дата последней очистки от перекисей и дата проверки на содержание перекисей в эфире. Хранить очищенные простые эфиры не более 3-8 дней. Нельзя допускать попадания прямых солнечных лучей на склянки с простыми эфирами, соприкосновения их с нагретыми приборами, а также резких ударов.

1.8.5. Запрещается хранение простых эфиров в помещениях лаборатории в количествах, превышающих сменную потребность. На рабочем месте допускается иметь простые эфиры в количестве, необходимом для одного эксперимента.

1.8.6. Для предупреждения образования перекисных соединений в простых эфирах можно использовать ингибиторы окисления (например, 0,001% гидрохинона).

1.9. Не разрешается проводить работы в вытяжном шкафу, если в нем находятся вещества, материалы и оборудование, не относящиеся к выполняемым операциям, а также при неисправности вытяжного шкафа и отключении системы вентиляции. Бортики, предотвращающие стекание эфиров и жидкостей со столешницы вытяжного шкафа, химических столов, должны быть исправными.

1.10. При получении травмы (несчастный случай) необходимо сообщить об этом руководителю работ и руководителю подразделения, оказать пострадавшему необходимую помощь и:

- обратиться немедленно в медицинский пункт (тел.2-60);
- воспользоваться аптечкой по месту работы;
- вызвать скорую помощь (тел. 03).

До прибытия скорой помощи на рабочем месте, где произошел несчастный случай, оставлять все нетронутым, если это не угрожает здоровью для окружающих или другими последствиями.

1.11. После каждого случая, связанного с нарушением правил работ в химической лаборатории, или несчастного случая, в подразделении под роспись в журнале инструктажа проводится внеплановый инструктаж и внеочередная проверка знаний, а также разбор и обсуждение произошедшего.

1.12. При работе с простыми эфирами сотрудник несет ответственность:

- за нарушение, неисполнение настоящей инструкции;
- за нарушение требований Правил внутреннего трудового распорядка Института;
- за правонарушение, совершенное в период осуществления своей трудовой деятельности;
- за нарушения требований по обеспечению пожаро- и взрывобезопасности.

1.13. В течение всей рабочей смены следует соблюдать установленный администрацией института режим труда и отдыха.

1.14. Отдыхать и курить разрешается только в специально отведенных местах.

1.15. Лица, виновные в нарушении требований охраны труда и невыполнении требований данной инструкции, несут дисциплинарную ответственность в соответствии с требованиями, изложенными в Правилах внутреннего трудового распорядка Института.

## **2. ТРЕБОВАНИЯ ОХРАНЫ ТРУДА ПЕРЕД НАЧАЛОМ РАБОТЫ.**

2.1. Перед началом работы сотрудник должен подготовить и надеть спецодежду и средства индивидуальной защиты, проверить правильность расфасовки и хранения реактива, наличие

контроля над образованием перекисей и поступать в соответствии с требованиями пунктов 1.5-1.8, пункта 1.9 данной инструкции.

2.2. Руководитель лаборатории проводит инструктаж с исполнителями работы по инструкциям, лабораторным методикам, знание которых необходимо для выполнения работы.

2.3. Исполнитель должен проверить наличие защитных средств, необходимых при выполнении данного синтеза.

2.3. Если исполнитель предполагает вести процесс с увеличением загрузки по сравнению с исходной методикой, об этом должен быть поставлен в известность непосредственный руководитель.

2.4. Исполнитель должен подготовить исходные вещества, необходимые для работы, проверив соответствие квалификации веществ требованиям методики. В случае несоответствия поставить в известность об этом непосредственного руководителя и решить с ним вопрос о возможности замены сырья.

### 3. ТРЕБОВАНИЯ ОХРАНЫ ТРУДА ВО ВРЕМЯ РАБОТЫ.

3.1. Работы с простыми эфирами следует проводить с большой осторожностью, соблюдая все требования инструкции по технике безопасности при работе с ЛВЖ в лабораториях Института и данной инструкции. Перегонка простых эфиров осуществляется только в вытяжном шкафу, установка для перегонки защищается экраном из оргстекла, а ведущий перегонку сотрудник обязан быть в маске из оргстекла.

3.2. Перегонку серного эфира производить на водяных банях с закрытым электронагревательным элементом (по дну бани), включение вилки в сеть должно быть на расстоянии не менее 1,5м. Для циркуляции подогреваемой воды использовать термостат. Для нагрева бани можно использовать электроплитку с закрытой спиралью, причем диаметр используемой плитки должен быть меньше диаметра дна бани.

3.3. Перегонять и нагревать простые эфиры следует в круглодонных колбах вместимостью не более 1 л, изготовленных из термостойкого стекла. Колбы заполняются жидкостью не более чем на 2/3 объема. В колбу помещают кипелки (осколки фаянсовой посуды, кусочки пемзы, заплавленные с одной стороны капилляры и др.) для обеспечения равномерного кипения. Нельзя добавлять свежие кипятивники в нагретую жидкость.

3.4. Перегонку простых эфиров над щелочными металлами производить на масляных банях, которые необходимо оборудовать термометром для контроля нагрева масла. Масло не должно нагреваться выше температуры самовоспламенения перегоняемой жидкости. Рабочая температура бани должна превышать температуру кипения перегоняемой жидкости не более чем на 20-30<sup>0</sup>С, эта разница зависит от желаемой скорости перегонки, летучести, температуры кипения, высоты подъема паров перегоняемой жидкости и других факторов.

3.5. При наличии перекисей необходимо очистить простые эфиры, диоксан, тетрагидрофуран

и др. вещества от перекисей и только потом приступать к работе. Очищенные простые эфиры хранятся в емкостях, на этикетках которых обязательно проставляется дата проверки.

3.6. Запрещается вносить порошкообразные и пористые тела в простые эфиры, нагретые до температуры, близкой к температуре кипения, во избежание бурного вскипания, выброса жидкости и, как следствие этого, образования взрывоопасной смеси с воздухом.

3.7. Если охлаждение низкокипящих эфиров идет с применением жидкого азота, нужно исключить контакт эфира с атмосферным воздухом, т.к. в момент охлаждения возможна конденсация кислорода воздуха (среда должна быть инертной). При проведении реакций с простыми эфирами в атмосфере воздуха для охлаждения следует применять сухой лед в смеси с негорючими хлорированными углеводородами.

3.8. Остаток жидкости в колбе во время перегонки должен составлять не менее 10%-15% первоначального объема. Под приемники и плитку необходимо устанавливать кюветы (поддоны) для предотвращения разлива эфира в случае нарушения целостности колбы.

#### **Запрещается перегонка простых эфиров досуха.**

3.9. Запрещается добавление в перегонную колбу новых порций простого эфира по мере его отгонки, необходимо прибор охладить и только после этого возобновить работу.

3.10. При перегонках простых эфиров над щелочными металлами остаток жидкости в колбе должен полностью закрывать поверхность металла слоем не менее 1см. Аналогичное условие должно соблюдаться при хранении простых эфиров над щелочными металлами, их гидридами и др. осушителями.

#### **4. ТРЕБОВАНИЯ ОХРАНЫ ТРУДА В АВАРИЙНЫХ СИТУАЦИЯХ.**

4.1. О каждой аварии или аварийной ситуации немедленно сообщить руководителю работ и подразделения.

4.2. При любом возгорании:

- по телефону 555 (радиовещательная сеть института) сообщить информацию о пожаре (где, что горит), вызвать к месту возгорания членов ДПД и руководителя подразделения.

- по телефону 01 вызвать государственную пожарную часть, сообщить при этом:

- адрес института (проспект Лаврентьева, д. 9);

- что горит;

- угрожает ли пожар людям;

- кто передал (должность, Ф.И.О.).

- приступить к тушению очага загорания, используя имеющиеся противопожарные средства (песок, углекислотный огнетушитель, асбестовое покрывало и т.п.). Если очаг возгорания возник в вытяжном шкафу, необходимо обесточить шкаф и отключить вытяжную вентиляцию, убрать из зоны возгорания ЛВЖ, ГЖ и взрывчатые вещества. До прибытия пожарного расчета руководство по тушению пожара возлагается на руководителя подразделения.

4.3. В случае пролива эфира следует:

- немедленно обесточить работающее электрооборудование комнаты (помещения) общим рубильником в коридорной нише, погасить спиртовки, горелки. **В зоне вероятных пожароопасных концентраций паров нельзя выключать электроприборы с помощью тумблера или выдергивания вилки из розетки:** в момент прерывания электрической цепи образуется искра, которая может явиться источником зажигания;

- при больших проливах **надеть противогаз**, т.к. пары простых эфиров токсичны. Лица, участвующие в уборке, должны покинуть помещение;

- закрыть двери, открыть форточку или окно;

- предварительно защитив руки резиновыми перчатками, значительные количества пролитого эфира засыпать песком или собрать с помощью водоструйного насоса, засасывая жидкость в склянку подобно тому, как это делается при сборе пролитой ртути, используя вакуумный шланг. Остатки пролитой жидкости, а также небольшие проливы засыпать фильтроперлитовым порошком, мелкими сухими древесными опилками или песком. После полного впитывания жидкости массу собрать совком из пластмассы (запрещено применение металлических совков) и вынести на площадку для сжигания органических отходов;

- проветрить помещение до исчезновения запахов жидкости; необходимо как можно быстрее ликвидировать источник паров и проветрить помещение.

4.4. В случае отравления эфирами пострадавших необходимо вынести из опасной зоны, в случае необходимости делать искусственное дыхание, вызвать рвоту. Вызвать врача для оказания неотложной помощи.

4.4.1. При работе с эфирами могут возникнуть термические и химические ожоги. При термических ожогах пораженный участок обработать свежеприготовленным 2% раствором марганцевокислого калия, спиртом или струей холодной воды, наложить стерильную повязку. При ожогах 2, 3, 4 степени пострадавшего немедленно отправить в лечебное учреждение.

4.4.2. При химических ожогах (особенно глаз) пораженный участок промыть немедленно в течение 10-15 минут большим количеством воды и обязательно обратиться к врачу. На глаза накладывается стерильная повязка.

4.4.3. При остром ингаляционном отравлении пострадавшего необходимо вывести на свежий воздух, освободить от стесняющей одежды, обложить грелками, дать крепкий чай или кофе. В случае нарушения дыхания - применять искусственное дыхание, обратиться к врачу.

4.4.4. При раздражении слизистых оболочек – теплые щелочные ингаляции 2-3% раствором пищевой соды или боржоми. Внутрь - теплое молоко с боржоми или содой. При сужении голосовой щели - тепло на область шеи, обратиться к врачу.

## 5. ТРЕБОВАНИЯ ОХРАНЫ ТРУДА ПО ОКОНЧАНИИ РАБОТЫ.

5.1. По окончании работы необходимо привести в порядок рабочее место; эфиры (в закрытых склянках от 50 мл до 1 л) должны быть убраны в металлические сейфы, которые необходимо закрыть на ключ. Эфиры оперативного запаса переносятся в комнаты № 201 или 301.

5.2. Отработанные эфиры и сливы, содержащие эфиры, собираются в специальные толстостенные стеклянные бутылки емкостью не более 1 л, которые закрываются пробкой и помещаются в металлический кожух. Сливы сдаются на установку сжигания. Бутылки должны быть подписаны «Сливы органики». **Не разрешается сливать простые эфиры в канализацию.**

5.3. Все склянки и посуда с химическими веществами должны быть закрыты пробками и поставлены на отведенные места.

5.4. Очищенные простые эфиры проверить на наличие пероксидов, на этикетке поставить дату проверки, фамилию проверяющего и дату очистки эфира. Хранение перегнанного эфира, эфирных растворов и экстрактов должно осуществляться в соответствии с п. 1.5 настоящей инструкции.

5.5. Результаты проверки серного эфира отмечаются в рабочем журнале проверяющего.

5.6. Вымыть руки, прополоскать рот водой, смазать руки кремом.

5.7. Сообщить руководителю работ обо всех неполадках, обнаруженных в процессе работы, и о принятых мерах.

Составил:

Зав. ЛОСМ д. х. н.



Шелковников В.В.

Согласовал:

Начальник ООТ и ЭБ



Губанова Т.М.



## ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ УНИЧТОЖЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ПЕРЕКИСЕЙ.

### 1. Уничтожение огнем.

Это наиболее эффективный метод. Сожжение должно проводиться в месте, согласованном с органами МЧС по указанию инженеров по пожарной безопасности, с привлечением представителей ДПД Института. Адсорбционный материал (песок, и т.д.), пропитанный перекисями, смешивают с соответствующим количеством сухих опилок и поджигают с помощью шнура или факела на длинном шесте.

Жидкие перекиси в небольших количествах сжигают непосредственно после сливания их в яму, зажигание производится издали.

### 2. Химический метод.

При наличии осадка или твердой перекиси между горлом сосуда и пробкой (завинчивающаяся крышка, притертая пробка) запрещается вскрывать склянку с простым эфиром. Исполнитель работы ставит в известность руководителя подразделения (работы), который информирует об этом ООТ и ЭБ и организует уничтожение склянок с простыми эфирами. Руководитель подразделения выбирает метод и способ уничтожения простых эфиров и несет ответственность за безопасность людей. Уничтожение перекисей проводится в специально отведенном для этого месте, согласованном с ООТ и ЭБ Института.

Органические перекиси, представляющие собой затвердевшую или кристаллическую форму, уничтожают только химическим путем, смешивая их с 10-20% раствором едкого натра в равных пропорциях. После суточного отстоя смесь разбавляют большим количеством воды и сливают в слив. Уничтожение проводят в несгораемом сосуде на открытом воздухе.

### 3. Уничтожение путем закапывания.

Адсорбционный материал можно закопать в специально отведенном для этой цели месте (по указанию инженеров по ПБ) на глубину около 0,5 м и оставить для полного разложения.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРЕКИСЕЙ В ПРОСТЫХ ЭФИРАХ

### 1. Проба на присутствие перекисей.

К отобранном из склянки с эфиром 25 мл жидкости прилить 1 мл свежеприготовленного 10% водного раствора йодистого калия и тщательно взболтать. Появление желтой окраски качественно указывает на присутствие перекисей в эфире.

При определении содержания перекисей в эфире необходимо избегать воздействия на сосуд прямых солнечных лучей.

### 2. Количественное определение содержания перекисей в простом эфире.

К 50 мл эфира прибавить 6 мл ледяной уксусной кислоты, 4 мл хлороформа и 1 г йодистого калия и титровать 0,1N раствором тиосульфата натрия. Содержание примеси в весовых % рассчитывается по формуле:

$$\text{весовых \% перекиси} = V \cdot 1,7 \cdot N / P,$$

где V - объем тиосульфата, пошедший на титрование;

N - нормальность раствора тиосульфата;

1,7 - стехиометрический коэффициент;

P - навеска эфира.

## МЕТОДИКИ УДАЛЕНИЯ ПЕРЕКИСЕЙ ИЗ ПРОСТЫХ ЭФИРОВ.

1. Простые эфиры очищают от перекисей обработкой восстановителями (сульфат закисного железа, сульфид натрия, гидросульфит, хлористое олово, литийалюминий гидрид, гидрид кальция, однохлористая медь), а также перегонкой с предварительной добавкой воды к эфиру (если не требуется получение сухого эфира) или гидрохинона.

2. Очистку эфира с помощью 30% водного раствора сульфата закисного железа выполняют из расчета 1 г раствора на 250 мл эфира. При высоком содержании перекисей в эфире раствор восстановителя добавляют с осторожностью из-за бурной реакции.

3. ТГФ обрабатывают 30% водным раствором  $\text{FeSO}_4$  (расчет как в п.2.) затем прибавляют к смеси твердое едкое кали до прекращения растворения; отделяют нижний слой, а ТГФ высушивают кипячением со щелочью. Вместо указанной обработки можно применять перегонку ТГФ (предварительно высушенного едким кали) в присутствии литийалюминий гидроксида, гидроксида кальция, металлического натрия.

4. Диэтиловый эфир и ТГФ рекомендуется очищать обработкой 23% водным раствором NaOH из расчета 1 г раствора на 10 г эфира с последующим перемешиванием в течение 30 минут. Применение гранулированной гидроокиси менее эффективно.

5. Диоксан кипятят с соляной кислотой в токе азота 10 часов (на 1л диоксана 14 мл концентрированной соляной кислоты и 100 мл воды), затем добавляют твердое едкое кали до прекращения растворения, отделяют нижний слой, диоксан дополнительно высушивают щелочью.

6. Простые эфиры при нарушении заводской упаковки подлежат проверке на содержание перекисей с периодичностью не более 8 дней (наличие перекисей на качественном уровне); при их обнаружении проводится количественное определение содержания их в эфире по прилагаемым методикам (Приложение 2, пп.1,2).

7. При содержании в эфире перекисей более 0,005% использование его без предварительной очистки ЗАПРЕЩАЕТСЯ.

Составил:

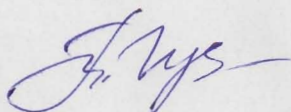
Зав. ЛОСМ д. х. н.



Шелковников В.В.

Согласовал:

Начальник ООТ и ЭБ



Губанова Т.М.