|  |
| --- |
| **SJA tittel: Eks. 8 Nitrering - syntese av en fotokrom forbindelse** |
| Dato: | Sted: Realfagsbygget, NTNU, Trondheim |
| Kryss av for utfylt sjekkliste: |  | B2-145; B2-159; D2-203 |

|  |
| --- |
| Deltakere: |
| SJA-ansvarlig:  |  |  |

|  |
| --- |
| *Arbeidsbeskrivelse: (Hva og hvordan?)*2-(2,4-dinitrobenzyl)pyridin skal syntetiseres ved nitrering av 2-benzylpyridin* Svovelsyre (H2SO4, kons., 10 mL) tilsettes en erlendmeyerkolbe med slip (100 mL) med en røremagnet. Kolben avkjøles på isbad til ca. 5 oC. NB! Bruk termometeret av glass.
* 2-Benzylpyridin (0,80 mL) tilsettes dråpevis. Dette gjøres slik at løsningens temperatur holdees under ca. 10 oC.
* Salpetersyre (HNO3, 65%, 1 mL) tilsettes forsiktig over ca. 3-5 min og temperaturen holdes under ca. 10 oC. Start med 2 dråper og observer.
* Isbadet fjernes, erlenmeyerkolbe monteres fast og reaksjonen varmes direkte på varmeplate til 70-80 oC og holdes der i minst 30 min.
* Reaksjonsblandingen helles *forsiktig* over i en erlenmeyerkolbe (500 mL) som inneholder is (ca. 70 g).
* Erlenmeyerkolben, brukt for reaksjonen, vaskes med vann (20 mL) som deretter helles over i reaksjonsblandingen.
* Kolben settes i et isbad, tilsettes en magnet og røres forsiktig.
* Ammoniakk-løsning (NH3 25 %) tilsettes forsiktig til pH er ca. 10-12 (ca. 30 mL). Tilsetningen må gjøres sakte da reaksjonen er eksoterm.
* Dietyleter (75 mL) tilsettes til kolben og løsningen røres i ca. 5 min. Blandingen dekanteres over i en skilletrakt (500 mL), ristes godt og fasene separeres.
* Dietyleter ekstraksjon gjentas to ganger (2 x 50 mL) for å løse opp alt fast stoff.
* Eterfasen tørkes først med natriumklorid-løsning (NaCl, mettet, 100 mL) og deretter over vannfri magnesiumsulfat (MgSO4).
* Eterfasen filtreres over i en rundkolbe (250 mL), og dampes inn på rotavapor. Før alt løsningsmiddeles er fjernet under redusert trykk, overføres blandingen til en mindre rundkolbe (100 mL). Fortsett inndampingen til reaksjonsblandingen er helt tørr.
* Rundkolben inneholder nå råprodukt (bestem utbytte) og omkrystalliseres så i etanol (96%, ca. 3 mL per gram råprodukt).
* Dannede krystaller filtreres og tørkes ved hjelp av vakuumfiltrering i büchnertrakt.
* Bestem identitet og renhet av produktet ved TLC-kokromatografi med produkt og en standard av 2-(2,4-dinitrobenzyl)pyridin. En blanding av petroleumseter og aceton (8:3) brukes som eluent.
* Bestem utbyttet
* Observer forandring i produktets farge under eksponering av lys og etter henstand i mørket.
 |
| *Risiko forbundet med arbeidet:*a) Kjemikalenes faremomenter**Aceton:** Meget brannfarlig. Kan forårsake døsighet og svimmelhet. Irriterer øyne. Gjentatt eksponering kan gi tørr eller sprukket hud. **Ammoniakk:** Gir alvorlige etseskader på hud og øyne. Kan forårsake irritasjon av luftveiene. Meget giftig for liv i vann.D**ietyleter**: Ekstremt brannfarlig. Farlig ved svelging. Kan danne eksplosive peroksider. Gjentatt eksponering kan gi tørr eller sprukket hud. Damp kan forårsake døsighet og svimmelhet.**Etanol**: Meget brannfarlig som væske og damp.**Magnesiumsulfat**: Ikke et farlig stoff eller blanding.**Natriumklorid:** Ikke et farlig stoff eller blanding.**Petroleumseter (k.p. 60-80 °C):** Meget brannfarlig. Kan være dødelig ved svelging om det kommer ned i luftveiene. Irriterer huden. Kan forårsake døsighet eller svimmelhet. Mistenkes for å kunne skade forplantningsevnen eller gi fosterskader. Kan forårsake organskader ved langvarig eller gjentatt eksponering ved innånding. Miljøskadelig.**Salpetersyre:** Kan forsterke brann; oksiderende. Giftig ved innånding. Gir alvorlige etseskader på hud og øyne. Kan være etsende for metaller.**Svovelsyre (konsentrert):** Gir alvorlige etseskader på hud og øyne. Kan være etsende for metaller.**2-Benzylpyridin:** Irriterer huden. Irriterer øyne.**2-(2,4-dinitrobenzyl)pyridin:** Irriterer huden. Irriterer øyne.b) Aktivitetens faremomenter: Kan være fare for **brannskade** ved bruk av varmeplate, og/eller ved berøring av varme gjenstander. Fare for **støtkoking** under koking med tilbakeløp. Kan være fare for **kuttskade** ved bruk av glassutstyr som er ødelagt. **Ved bruk av rotavapor** er det fare for at klær og hår kan feste seg i roterende utstyr og fare for **implosjon** av glassutstyr pga redusert trykk.Fare for **kjemikalieeksponering** forbundet med feil kjemikaliehåndtering, avfallshåndtering av vannfase og ikke tilstrekkelig tørket utstyr.  |
| *Beskyttelse/sikring: (HMS faktorer, se neste side)* (Se Sikkerhetsdatablad punkt 8 for veiledning)**Alt arbeid** skal skje **i avtrekksskap** inkludert vasking av utsyr (se avfalls og rengjøringsrutinen).**Verneutstyr** (vernebriller, egnede sko og lab-frakk) **skal brukes**. **Bruk av hansker med lange mansjetter skal brukes ved håndtering av sterke syrer.****Bruk av hansker må vurderes ved håndtering av kjemikalier og kjemikalieavfall**.Det er **forbudt å bruke ild** på laben. Unngå gnistkilder (statisk elektrisitet). Langt hår skal festes i en hestehale.**Bruk hansker ved bruk av UV-kabinett**.**Kontroller** for sprekkdannelse og eventuelle **skader på glassutstyr** før bruk.Evakueringsrutine: (ved mistanke om kjemikalieforgifting eller sterk kjemikalielukt)-**Informere lableder** eller lab assistent.-Hvis nødvendig, skal lableder sørge for medisinsk behandling av de berørte studentene-Lableder skal gi beskjed til studentene om å **evakuere laben til lab-forelesningsrom, eventuelt ute**, hvor studentene skal vente til lableder eller labassistent så snart som mulig møter dem med mer informasjon.**NB!****Petroleumseter (k.p. 60-80 °C):** Holdes vekk fra varme, varme overflater, gnister, åpen ild og andre antenningskilder. Unngå innånding av damp. IKKE framkall brekning.**Konsentrerte syrer:** Sterkt etsende. Ved kontakt med øyene og/eller hud: Skyll forsiktig med vann i flere minutter. Fjern eventuelle kontaktlinser dersom dette enkelt lar seg gjøre. Fortsett skyllingen.**Etanol:** Holdes vekk fra antennelseskilder.  |
| *Avfallshåndtering: (Se Sikkerhetsdatablad punkt 13 for veiledning)***Vannfase etter filtrering håndteres som organisk avfall uten halogener.** Ubrukte syrer og baser fortynnes med vann og samles i egen avfallsbeholder. **NB!** Vann **skal ikke** tilsettes til syre men omvendt («vann i syre er uhyre»)!Organisk avfall samles opp i beholder for **organisk avfall uten halogene**r.**Aceton brukt** under vasking av glassutstyr skal håndteres som **organisk avfall med halogener**.**Filterpapir med rester av MgSO4 og dietyleter** må vaskes med aceton inne i avtrekksskap. MgSO4-rester i aceton skal håndteres som **organisk avfall med halogener**. Filterpapir oppbevares inne i avtrekksskap til det er tørt og kastes i søppel. **Brukte hansker legges i egen felles dunk i avtrekksskap.****Brukte Pasteur-pipetter** skylles med aceton ogoppbevares inne i felles avtrekksskap i den henviste avfallsesken. |
| Konklusjon/kommentar:Den største risikoen ved dette eksperimentet er søl av kjemikalier, kuttskader og feil avfallshåndtering. Bruk verneutstyr og avtrekk. Støtkoking kan også forekomme. Forsøket er vurdert til **MEDIUM RISIKO**. |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Anbefaling/godkjenning:** | **Dato/Signatur:** | **Anbefaling/godkjenning:** | **Dato/Signatur:** |
| Person som utfører SJA: |  | Romansvarlig: |  |
|  |  | Veileder: |  |
| **HMS aspekt** | **Ja** | **Nei** | **Ikke aktuelt** | **Kommentar / tiltak** | **Ansv.** |
| **Dokumentasjon, erfaring, kompetanse** |  |  |  |  |  |
| Er det utført en skriftlig risikovurdering av aktivitet/ laben? Noter dato | X |  |  | Juni 2016 |  |
| Lignende arbeidsoperasjon/oppgave? | X |  |  |  |  |
| Kunnskap om erfaringer/uønskede hendelser fra tilsvarende operasjoner/oppgaver? – spør veileder | X |  |  |  |  |
| Har du mottatt opplæring av apparatur/instrument ansvarlig? Noter dato | X |  |  |  |  |
| **Kommunikasjon og koordinering** |  |  |  |  |  |
| Håndtering av en evnt. hendelse (alarm, evakuering)? | X |  |  | Lab-leder har ansvaret for at alle går til samlingspunkt ved en evakuering fra laboratoriet |  |
| Krav til ytterlig veiledning/ Jobb-alene-alarm? |  |  | X |  |  |
| **Arbeidsstedet** |  |  |  |  |  |
| Er arbeidsplassen ryddig og velordnet? | X |  |  |  |  |
| Verneutstyr i henhold til NTNU’s Lab- og verksted håndbok? | X |  |  |  |  |
| Belysning, ventilasjon/avtrekk? | X |  |  |  |  |
| Bruk av heis/seler/stropper? |  |  | X |  |  |
| Ioniserende stråling? |  |  | X |  |  |
| Rømningsveier OK? | X |  |  |  |  |
| **Kjemiske farer** |  |  |  |  |  |
| Bruk av helseskadelige/giftige/etsende kjemikalier/gasser? | X |  |  |  |  |
| Bruk av brannfarlige eller eksplosjonsfarlige kjemikalier/ gasser? | X |  |  |  |  |
| Er substitusjon av kjemikaliet vurdert? | X |  |  |  |  |
| Kjemikaliet/ gass registrert i EcoOnline? | X |  |  |  |  |
| Biologisk materiale? |  |  | X |  |  |
| Støv/asbest? |  |  | X |  |  |
| **Mekaniske farer** |  |  |  |  |  |
| Stabilitet/styrke/spenning? |  |  | X |  |  |
| Klem/kutt/slag? | X |  |  |  |  |
| Støy/trykk/temperatur? | X |  |  |  |  |
| Behov for spesialverktøy? |  |  | X |  |  |
| **Elektriske farer** |  |  |  |  |  |
| Strøm/spenning/over 1000V? |  |  | X |  |  |
| Støt/krypstrøm? |  |  | X |  |  |
| Tap av strømtilførsel? |  | X |  |  |  |
| **Området** |  |  |  |  |  |
| Behov for befaring? | X |  |  |  |  |
| Merking/skilting/avsperring? | X |  |  | Ved uhell |  |
| Miljømessige konsekvenser? | X |  |  |  |  |
| **Annet** |  |  |  |  |  |