|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **SJA tittel:**  **Eksperiment 5: Eliminasjonsreaksjoner, syntese av sykloheksen.** | | |
| Dato: | | Sted: Realfagsbygget, NTNU, Trondheim  B2-145; B2-159; D2-203 |
| Kryss av for utfylt sjekkliste: |  |

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

|  |
| --- |
| Arbeidsbeskrivelse: (Hva og hvordan?)  Sykloheksen skal fremstilles ved syrekatalysert dehydrering av sykloheksanol. Fosforsyre benyttes som katalysator. Tester på dobbeltbinding og alkoholfunksjon skal også utføres ved hjelp av hhv bromløsning og Jones reagens. Forsøket skal utføres i mikroskala.    – I en veid rundkolbe (50 mL) tilsettes sykloheksanol (10 g), fosforsyre (85%, ca.2 mL) og to kokesteiner. En gradert pipette brukes til å måle ut og tilsette fosforsyre. Rundkolben settes opp for fraksjonert destillasjon, dvs. tilkoblet en Vigreux–kolonne, et destillasjonshode med termometer og en Liebig–kjøler. Vakuumadapter (med sidestuss) festes til enden av Liebig–kjøleren. Destillatet samles opp i en is-avkjølt rundkolbe (25 mL). Vigreux–kolonnen og destillasjonshodet isoleres med glassull og aluminiumsfolie for å redusere varmetap.  – Rundkolben med reaksjonsblandingen varmes forsiktig til det begynner å koke (varmekappe settes på 4 – 5). Etter 10 minutter kan temperaturen justeres opp til kondens observeres i Liebig–kjøleren. Destillasjonstemperaturen må ikke overstige 80-90°C (**NB! STOPP** destillasjonen **FØR** all væske er fordampet).  – Når destillasjonen er ferdig tilsettes NaHCO3 (mettet, 2 mL) til destillatet i rundkolben og blandingen overføres til en skilletrakt (100 mL). Kaldt vann (5 mL) tilsettes til skilletrakten og den sveives forsiktig rundt for å vaske ned vanndråper fra veggen inne i skilletrakten.  – Den organiske fasen overføres til en erlenmeyerkolbe (50 mL), tilsettes vannfri MgSO4  (ca 1 teskje) og kolbeåpningen dekkes til med en bit aluminiumsfolie. Løsningen  røres i ca. 5 minutter. Produktet pipetteres ut av erlenmeyerkolben. Pipettespissen holdes helt ned mot glassbunnen slik at minst mulig tørkemiddel (MgSO4) følger med. Produktet filtreres gjennom en pipette med glassullplugg over i et veid prøveglass med kork.  – Produktet testes for alkener: Bromløsning i diklormetan (1 M, 3–4 dråper) tilsettes til et reagensrør og en dråpe av produktet tilsettes etterpå. Reaksjon observeres. **NB!** Br2 er meget  giftig, ha alltid klar en løsning med natriumtiosulfat (5%) til å nøytralisere søl på hud og i avtrekk.  – Produktet testes for alkoholer: Produkt (1 dråpe) løses i aceton (1 mL) og tilsettes en dråpe Jones-reagens. Reaksjon observeres. Tilsvarende tester utføres med sykloheksanol og en blindtest med bare aceton for å sammenligne. |
| *Risiko forbundet med arbeidet:*  a) Kjemikalies faremomenter  **Sykloheksanol:** Farlig ved innånding og svelging, irriterer åndedrettsorganer og huden. Oppvarming kan gi damper som kan danne eksplosive blandinger med luft. **Fosforsyre:** Etsende. Ved kontakt med metaller dannes hydrogengass som kan danne eksplosiv blanding med luft. Irriterer luftveiene ved innånding.  **Natriumbikarbonat:** Kan forårsake lett irritasjon av luftveiene og lett øyeirritasjon.  **Sykloheksen:** Meget brannfarlig, farlig ved svelging, giftig for vannlevende organismer, kan forårsake uønskede langtidsvirkninger i vannmiljøet, helseskadelig, kan gi lungeskader ved svelging. Kan danne eksplosive peroksider.  **Magnesiumsulfat**: Ingen data tilgjengelig.  **Br2-løsning:** Meget giftig ved svelging av løsning eller inhalering av gass. Etsende i sterke konsentrasjoner. Meget giftig for vannlevende organismer.  **Diklormetan:** Mulig fare for kreft. Damp virker bedøvende. Farlig ved innånding, kan føre til bevisstløshet. Danner eksplosiv blanding med salpetersyre. Vil i dampform kunne danne eksplosive blandinger med oksygen. Farlig for vannlevende organismer.  **Jones reagens:** Består av kromtrioksid løst i svovelsyre. Kan forårsake brann eller eksplosjon, sterke oksiedrende. Mulig kreftfremkallende, kan føre til arvelige genetiske skader. Giftig ved hudkontakt og ved svelging. Meget giftig ved inhalering. Kan føre til nedsatt fertilitet. Giftig for vannlevende organismer, kan forårsake uønskede langtidsvirkninger i vandige miljøer.  b) Aktivitets faremomenter  Mulighet for å brenne seg på varme gjenstander.  Mulighet for å knuse og skjære seg på glassgjenstander.  Støtkoking kan oppstå. |
| Beskyttelse/sikring: (tiltaksplan)  **Diklormetan:** Vask straks hud som er blitt forurenset. Klær som har blitt tilsølt bør raskest mulig fjernes og renses før fortsatt bruk.  **Brom:** Ha alltid en løsning med natriumtiosulfat (5%) klar til å nøytralisere søl på hud og i avtrekk.  **Jones reagens:** Vis ekstra forsiktighet ettersom dette er en blanding av tungmetaller og sterk syre.  **Generelt:**  **Alt arbeid** med kjemikalier skjer i avtrekkskap.  **Verneutstyr** (hansker, vernebriller, egnede sko og vernebekledning) skal brukes.  **Bruk av hansker må vurderes ved håndtering av kjemikalier og kjemikalieavfall**.  All bruk av **åpen ild er forbudt** i dette eksperimentet og generelt inne på et organisk laboratorium. Unngå gnistkilder (statisk elektrisitet).  Alle som utfører eksperimentet bør være kjent med **plassering av øyedusj**.  Bruk av varmebestandige hansker ved berøring av oppvarmet utstyr.  Benytt **kokestein eller magnetrører** ved oppvarming av løsninger og løsningsmidler.  Løst hår skal festes med strikk e.l.  **Kontroller** sprekkdannelse og evt. skader på glassutstyr. |
| Avfallshåndtering: (Se Sikkerhetsdatablad punkt 13 for veiledning)  Alle **organiske forbindelser** som samles opp skal overføres til beholder merket ”organiske løsningsmidler uten halogen”, **(NB!)** **med unntak** av **Br2-løsning i diklormetan**, som samles opp og overføres til beholder merket ”**organiske løsningsmidler med halogen**”.  **NB!** **Jones reagens** samles i egen beholder merket **«Cr-avfall».**  **Brukte hansker legges i egen felles dunk i avtrekksskap.**  **Brukte Pasteur-pipetter** oppbevares inne felles avtrekksskap i den henviste avfallsesken.  **Kokesteiner** skylles med aceton inne i avtrekksskap og oppbevares der til de er tørre og kan kastes i søppeldunken. |
| Konklusjon/kommentar:  Den største risikoen ved dette eksperimentet er søl av kjemikalier og brannskade/kuttskader. Brann i kjemikalier antas som lite sannsynlig. Bruk verneutstyr og avtrekk. Selv om forsøket skal utføres i mikroskala er det vurdert til **MEDIUM RISIKO**, pga arbeid med brom, tungmetall krom og sterk svovelsyre. |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Anbefaling/godkjenning:** | **Dato/Signatur:** | **Anbefaling/godkjenning:** | **Dato/Signatur:** |
| SJA-ansvarlig: |  | Områdeansvarlig: |  |
| Ansvarlig for utføring: |  | 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** |  |  |  |  |  |