|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| SJA tittel:  **Eks. 6 - Reduksjon av 9-fluorenon til 9-fluorenol med natriumborhydrid - syntese av 9-fluorenol** | | |
| Dato: | | Sted: Realfagsbygget, NTNU, Trondheim  B2-145; B2-159; D2-203 |
| Kryss av for utfylt sjekkliste: |  |

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

|  |
| --- |
| *Arbeidsbeskrivelse: (Hva og hvordan?)*  Reduksjon av 9-fluorenon til 9-fluorenol med natriumborhydrid - syntese av 9-fluorenol    Et prøveglass med kork tilsettes vann (5 mL) og settes til avkjøling i et begerglass (100–250 mL) fylt med is. I en erlenmeyerkolbe (100 mL) med magnet tilsettes 9-fluorenon (0,6 g) og etanol (20 mL). Kolben festes ved hjelp av klemmer og settes på en magnetrører og røres jevnt. I et nytt, tørt prøveglass med kork tilsettes NaBH4 (0,25 g), og det iskalde vannet tilsettes deretter. Løsning blir uklart. Når 9-fluorenon er fullstendig oppløst tilsettes NaBH4-løsningen dråpevis med pipette til erlenmeyerkolben under røring. Etter endt tilsetning skal reaksjonsblandingen røre i 5 minutter. I et begerglass (150–250 mL) tilsettes iskaldt vann (ca. 30 mL), og deretter dråpevis, med pipette (forsiktig) HCl (3M) til blandingen er surt. Væskefasen av blandingen dekanteres over til en vakuumfiltreringsoppsett med Büchnertrakt slik at mesteparten av råprodukt og magneten holdes tilbake i erlenmeyerkolben. I erlenmeyerkolben tilsettes vann (ca 30 mL) og røres for 1 minutt. Vannfasen dekanteres over til Büchnertrakten. Produkt og magnet holdes tilbake i erlenmeyerkolben. Vaskningsprosedyren gjentas en gang til. Erlenmeyerkolben med blandingen settes i et isbad i 5 minutter. Blandingen med utfelt råprodukt filtreres i Büchnertrakten. Råproduktet skylles to ganger med iskaldt vann (2 x 20 mL) og tørkes i 15 min. over vakuum i Büchnertrakten. Utbytte og renhet av råproduktet bestemmes med tynnsjiktsanalyse.  Tynnsjiktskromatografi (TLC) skal gjøres på produktet og på hver standard av difenylmetanol og benzofenon. TLC-platen blir applisert med produktet og med hver av standardene som ble oppløst i litt etylacetat. Platen settes i et begerglass med petroleumseter og etylacetat (4:1), bare slik at bunnen er dekket. Væsken vil sakte trekkes opp på TLC-platen. Platen tas opp av glasset før væsken når helt opp på platen. TLC-platen tørkes i avtrekkskapet. Stoffene på platen blir observert under UV-lys, slik at standardene kan hjelpe til med å identifisere produktet. |
| *Risiko forbundet med arbeidet:*  a) Kjemikalienes faremomenter  **9-Fluorenon:** Ikke farlig substans eller blanding i henhold til forordning 1272/2008.  **Natriumborhydrid:** Reagerer med vann under dannelse av ekstremt brannfarlige gasser. Giftig ved hudkontakt og svelging. Gir alvorlige etseskader på hud og øyne.  **9-Fluorenol:** Ikke farlig substans eller blanding i henhold til forordning 1272/2008.  **Etanol**: Meget brannfarlig som væske og damp.  **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.  **Etylacetat:** Meget brannfarlig. Kan forårsake døsighet eller svimmelhet. Irriterer hud.  **Saltsyre (3M):** Gir alvorlige etseskader på hud og øyne. Kan forårsake irritasjon av luftveiene.  **Aceton:** Meget brannfarlig. Kan forårsake døsighet og svimmelhet. Irriterer øyne. Gjentatt eksponering kan gi tørr eller sprukket hud.  b) Aktivistenes faremomenter  Kan være fare for **brannskade** med bruk av varmeplate.  Kan være fare for **kuttskade** med bruk av glassutstyr som er ødelagt.  Fare for **kjemikalieeksponering** forbundet med feil kjemikaliehåndtering, avfallshåndtering av vannfase og ikke tilstrekkelig tørket utstyr. |
| *Beskyttelse/sikring:* (HMS faktorer, tiltaksplan, se neste side)  **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 må vurderes ved håndtering av kjemikalier og kjemikalieavfall**.  Det er **forbudt å bruke ild** på laben. Unngå gnistkilder (statisk elektrisitet).  **Bruk av varmebestandige hansker ved berøring av oppvarmet utstyr**.  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!**  **Natriumborhydrid:** Unngå kontakt med vann. Håndteres under inertgass. Beskyttes mot fuktighet. VED SVELGING: Kontakt umiddelbart et GIFTINFORMASJONSSENTER eller lege. Ved brann: Slukk med tørr sand, tørr kjemikalie eller alkohol motstandsdyktig skum. Oppbevar innholdet under uvirksom gass.  **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.  **Konsentrert 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. Søl på ansikt/hals skylles i minst 60 minutter (oppsøk lege) |
| *Avfallshåndtering:*  **Vannfase etter filtrering håndteres som organisk avfall uten halogener.**  Ubrukt HCl (3M) fortynnes med vann med, og helles i vasken. **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.  **Brukte hansker legges i egen felles dunk i avtrekksskap.**  **Brukte Pasteur-pipetter** oppbevares inne felles avtrekksskap i den henviste avfallsesken.  **Filterpapir med kjemikalierester** må vaskes med aceton inne i avtrekksskap. Filterpapir oppbevares inne i avtrekksskap til det er tørt og kan kastes i søppel. |
| Konklusjon/kommentar:  Den største risikoen ved dette eksperimentet er søl av kjemikalier, kuttskader og feil avfallshåndtering. Bruk verneutstyr og avtrekk. 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 |  |  | | Januar 2018 | |  |
| 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** | |  |  |  | |  | |  |