

SYNTEESILABORATORION YLEISET TURVALLISUUSOHJEET

Edellä kuvattuihin yksittäisiin työvaiheisiin liittyvät turvallisuustekijät eivät vielä johda riittävään turvatasoon laboratoriossa, vaan niiden lisäksi tarvitaan tietoa myös yleisistä laboratorion turvakäytännöistä. Seuraavassa niistä olennaisimpia.

Toimenpiteet ennen työskentelyn aloittamista:

Selvitä itsellesi:

- hätäsuihku
- sammutusvälineiden sijainti
- pakenemisreitit
- palohälytin ja lähin puhelin
- mihin jätteet?

Järjestys työpaikalla:

- **KÄYTÄ AINA SUOJASILMÄLASEJA!!!!**
- Työskentele siististi, korjaa roiskeet välittömästi.
- Pidä kulkutiet vapaana
- Älä jätä kemikaaleja s.e. ne voisivat muodostaa vaaran muille.
Merkitse astioihin mitä ne sisältävät!
- älä kerää ympäristöösi enempää liottimia tai reagensseja kuin työhön tarvitset
- Älä sytytä avotulta jos ympärilläsi käsitellään herkästi syttyviä aineita
- Laboratorio ei ole ruokapaikka

Kemikaalien käsittely:

Kemikaalien kuljetus:

- selvitä kuljetettavien aineiden ominaisuudet - hanskat?
- kuljeta keskenään yhteensopimattomat (keskenään kiivaasti reagoivat, esim. asetonin/väkevä rikkihappo) aineet erillään.
- väkevät hapot/emäkset, bromi ja isot liuotinpullot on syytä kuljettaa muovisangossa - tarkasta kahvan kestävyys
- ei liian suurta lastia kannettaessa!!!

Muita huomioitavia seikkoja:

- pipetoi aina pumputilla
- älä koskaan maista, haistelekin varovaisesti
- kaada väkevät kemikaalit veteen, älä koskaan päinvastoin
- älä päästä liuottimia laboratorion ilmatilaan (VETOKAAPPI!)
- huomioi erityisohjeet (esim. Natriumin ja bromin käsittely)

Kemikaalien säilytys:

- **Kaikki aineet säilytetään suljetuissa ja asianmukaisilla merkinnöillä varustetuissa astioissa!!!**
- veden kanssa reagoivat aineet esim. (Na, LiAlH₄) kosteudelta suojassa (LiAlH₄ purkkiin ja eksikaattoriin, Na parafiiniöljyn alla)
- peroksiedeja muodostavat aineet *tummassa* pullossa
- *säilytyslämpötila on ilmoitettu yleensä pullon etiketissä*

Jätteiden hävitys:

- Noudata laboratorion yleisiä ohjeita.
- Veteen liukenevat jätteet huuhdotaan viemäriin suurella määrällä vettä. Koskee sekä orgaanisia (asetoni, etanoli jne.) sekä epäorgaanisia happoja/emäksiä (vaativat usein ensin neutraloinnin ennen hävittämistä).
- Veteen liukenemattomat nestemäiset ja kiinteät jätteet kerätään niille varattuihin asioihin
- Hydrolysoituvat aineet (halogeenipitoiset aineet), jotka muodostavat haihtuessaan myrkyllisiä kaasuja, on tehtävä ensin vaarattomiksi (katsottava työturvallisuusohjeista: esim. kemikaalikorteista).

Kemiallisten aineiden ominaisuuksista:

Käsiteltäessä orgaanisia kemikaaleja - liuottimia, reagensseja - on syytä ottaa tarkoin selville aikeiden tärkeimmät ominaisuudet, kuten:

- Syttyvyys
- Räjähävyys
- Reaktiivisuus (yhteensopimattomat aineet - erityisesti vesi)
- Haihtuvuus
- Syövyttävyys, ärsytys
- Fysiologiset ominaisuudet (yl. myrkyllisyys - mahd. syöpävaara)

Kemikaaleista mahdollisesti aiheutuvien vaarojen torjumiseen ja hallintaan on kehitetty merkintä- ja tunnistusjärjestelmä, **TVATM-järjestelmä**, joka koostuu mustalla oranssilla pohjalle piirretyistä merkeistä ja kirjainlyhenteistä, sekä vaaraa ja turvallisuustoimenpiteitä osoittavista R- ja S-lauseista (katso esim. www.oph.fi/etalukio/opiskelumodulit/kemia/labra/tvatm1.html).

Niin ikään yleisimmistä kemikaaleista on luotu nk. kansainväliset kemikaalikortit jotka sisältävät keskeistä tietoa myrkyllisyydestä ensiaputoimiin. Kortit löytyvät osoitteesta:

<http://kappa.ttl.fi/kemikaalikortit/>



Orgaanisista liuottimista:

Orgaanisia liuottimia käytetään esim. liuottamaan synteisien lähtöaineita, orgaanisten aineiden eristämässä, uudelleenkiteytyksessä, kromatografiassa ja astioiden puhdistamisessa orgaanisesta materiaalista.

Liuottimen laatu ja puhtaus vaihtelevat suuresti käyttötarkoituksesta riippuen.

Liuottimen laadun valinta:

Liuottimien puhtausluokka määritetään samoin kuin muidenkin kemikaalien:

Luokka	Merkintä	Pitoisuus	Käyttötark.
1	Purissimum	Yli 99%	analyysit
	Purissimum pro analysis	Yli 98%	
2	Purum Purum p.a.	Yli 97%	Useimmat analyysit
3	Practicum Practical zur Synthese	n. 95%	Sopivia synteeseihin (puhdistus ja kuivaus)
4	Technicum Technical Teknillinen	Yleensä alle 95%	Ei synteeseiden lähtöaineiksi- uudelleenkiteytyksiin, pesuliuottimeksi ja tekn. Alkoholi Na-hävitykseen

Luokan 1 ja 2 liuottimia (reagensseja) ei ole syytä käyttää synteeseiden lähtöaineena niiden korkean hinnan vuoksi. Ne ovat kuitenkin välttämättömiä useissa kromatografisissa töissä, joskin niihinkin on saatavissa "spektrometrinen" puhtauden omaavia, useasti hieman halvempia, laatuja.

Orgaanisten liuottimien ominaisuuksista

Ennen työn aloittamista on syytä tutustua myös liuottimen tärkeimpiin ominaisuuksiin:

- **haihtuvuus** (höyrynpaine jota kuvaa kp.)
- **syttyvyys** (leimahduspiste)
- **ilmaseoksen räjähdysalttius** (peroksidien muodostus)
- **myrkyllisyys** (kosketus, hengittäminen, nauttiminen)
- **liuotuskyky** (liuottimen poolisuus, vesiliukoisuus)
- **tiheys** (vettä kevyempi, raskaampi)
- **reaktiivisuus** (voimakkaat emäkset, hapot)

Seuraavassa taulukossa on esitetty oppilaslaboratorion tavallisimpien liuottimien ominaisuuksia alenevan poolisuuden mukaan. Huomaa, että ne kuuluvat lähes poikkeuksetta korkeimpaan syttyvyysluokkaan - höyrystyttyään ne saattavat syttyä pienimmänkin kipinän, saati sitten avotulen (bunsenlamppu) vaikutuksesta.

Liutotin	Kp. °C	Vesiliu. (g/L)	Leimah- dusp. °C	Syttyv.	Myrk.	Enimmäispit (ppm)
Vesi	100					
Asetonitriili	82	Ääret.	+6	I	II-h	40
Jääetikka	118	Ääret.	40	II	II-s	10
Metanoli*	65	Ääret.	+11	I	II	200
Etanoli	78	Ääret.	+12	I	+	1000
Aniliini*	184	3.4	76	III	II	5
Asetoni	56	Ääret.	-18	I	+	1000
Dioksaani*	102	Ääret.	+12	I	II-h	100
Pyridiini	115	Ääret.	20	II	II-h	5
Etyyliasettaatti	77	8.6	-4	I	II-h	400
Dietyylieetteri	35	7.5	-4	I	+	400
Dikloorimetaani	40	2.0	-	-	II-h	500
Kloroformi	61	1.0-	-	-	II-h	25
Bentseeni*	80	0.1	-10	I	II-h	10
n-Heksaani	69	0.0	-26	I	+	500
Petroolieetteri 40-65°C 60-80°C jne.					+	500

* imeytyy ihon läpi: aniliini, dioksaani ja bentseeni karsinogeneja (syöpää aiheuttavia)

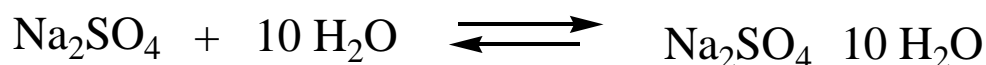
Hyviä liuotinpereja esim. uudelleenkiteytyksessä: etanoli/vesi; n-propanoli/vesi; metanoli/vesi; etanoli/tolueeni; eetteri/bentseeni/ kloroformi/bentseeni

Liuottimien ja liuosten kuivaus:

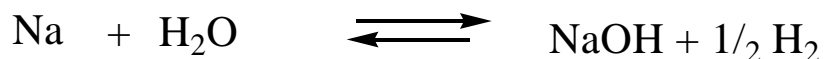
Orgaanisten liuottimien ja liuosten sisältämä vesi häiritsee usein reaktioita pienentämällä saantoa tai joskus jopa estämällä koko halutun reaktion. Niinpä liuottimet on usein kuivattava *ennen reaktion suoritusta*. Liuokset ja liuottimet on myös aina kuivattava *ennen tislausta*. Niin ikään jotkut reaktiotuotteet saattavat tuhoutua vääranäntyyppistä kuivausainetta käytettäessä. Kuivausaineiden pitää niin ikään olla nopeita eivätkä ne saa liueta kuivattaviin nesteisiin.

Kuivausaineet voidaan karkeasti jakaa kahteen ryhmään:

- veden kanssa reversiibelisti reagoivat kuivausaineet: (esim. CaCl_2 , Na_2SO_4 , CaSO_4):



- veden kanssa irreversiibelisti reagoivat yhdisteet (esim. Na, P_2O_5):



- huomaa, että natriumin reagoiessa veden kanssa vapautuu sekä paljon energiaa että vetyä: **ilmeinen räjähdysvaara**

Liuosten kuivaus on käytännössä paras suorittaa lisäämällä kuivausainetta pienissä erissä liuosta välillä sekoittaen. Kun lisätty kuivausaine jää liuottimeen vapaasti “pyörimään”, on kuivausainetta lisätty tarpeeksi. Jos liuotin sisältää paljon vettä, on ehkä tarpeellista tehdä kuivaus kahdessa vaiheessa, välillä suodattaen. Ehkä parempi menetelmä on tällöin kuitenkin käyttää nk. brine-liuosta (kylläistä NaCl-liuosta) viimeisessä pesussa - näin erityisesti käytettäessä liuottimena etyyliasettaattia ja kloroformia.

Eräitä tavallisimpia orgaanisten *liuosten* kuivausaineita (liuottimien kuivaus muodostaa kokonaan oman ongelmakenttensä sille ne pitää saada yleensä täysin vedettömiksi):

Aine	Kapasiteetti	Nopeus	Tehokkuus	Soveltuvuus
CaCl ₂	Korkea, 90%	Hidas	Huono	Hiilivedyt, halidit Reagoi happi ja typpi yhd. kanssa
CaSO ₄ “Siccon”	Matala, 7%	Hyvin nopea	Erinomainen	Neutraali, yleensä käyttökelpoinen
MgSO ₄	Korkea, 100%	Nopea	Hyvä	Erinomainen yleiskuivain, mutta hieman Lewis-happo- luonnetta
Na ₂ SO ₄	Korkea, 75%	Hidas	Heikko	Yleiskuivain
K ₂ CO ₃	Suhteellisen korkea	Suhteellisen nopea	Suhteellisen hyvä	Emäksinen, ei sovi happamille yhdisteille

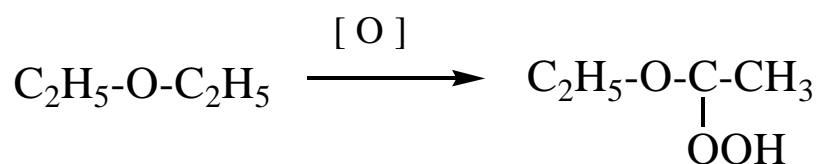
Fosforipentoksidi P₂O₅ soveltuu suuren tehokkuutensa vuoksi vakuumieksikaattorikuivaukseen. Sitä on kuitenkin vaikea käsitellä ja se on voimakkaasti syövyttävää.

Absoluuttisen eetterin valmistamista ja natriumin käsitteleminen:

Liuottimien puhdistuksesta voidaan käyttää esimerkkinä absoluuttisen eetterin valmistamista.

Vedetöntä, puhdasta eetteriä tarvitaan esim. Grignard-reaktiossa, joka on hyvin herkkä eetterin sisältämälle epäpuhtauksille, erityisesti vedelle.

Eetteri sisältää epäpuhtautenaan vettä ja etanolia. Lisäksi, jos eetteri on seissyt vajaassa pullossa ja valossa pidempiä aikoja, on siihen todennäköisesti muodostunut peroksideja:



Koska peroksidit räjähtävät helposti kuumennettaessa, ei eetterin tyyppisiä (eikä yleensä muitakaan) liuottimia sisältäviä liuoksia saa koskaan tislata aivan tyhjiksi.

Eetterin sisältämät peroksidit voidaan todeta ravistelemalla koeputkessa eetteriä KI-liuoksen kanssa, johon on lisätty muutama pisara 2N HCl-liuosta. Koeputkea lämmitetään varovasti ravistelun aikana. Jos eetterikerros (koeputkessa luonnollisesti kaksi faasia) värjäytyy prosessissa keltaiseksi tai ruskeaksi (eetteriin liuennut pieni määrä peroksidien pelkistyksessä muodostunutta jodia), sisältää eetteri peroksideja.

© JS 2005

Peroksidit voidaan poistaa ravistelemalla esim. ferrosulfaattiliuoksella tai 5% natriumbisulfiittiliuoksella.

Peroksidivapaa eetteri kuivataan sitten alustavasti yön yli käyttäen kiinteitä kaliumhydroksidipellettejä. Eetteri suodatetaan kolviin, johon sitten lisätään natriumlankaa tai vuoltuja Na-lastuja (n. 3g Na/1L eetteriä *Huom! suojahansikkaat, kuivat olosuhteet - räjähdys/tulipalovaara*). Kolvi varustetaan hioksellisella CaCl_2 -putkella ja säilytetään pimeässä. Yön yli seisonut eetteri tislataan sen jälkeen natriumin päältä CaCl_2 -putkella varustetulla tislauslaitteistolla. *Lämpölähteenä on tällöin käytettävä öljyhaudetta, ei missään tapauksessa vesihaudetta!!!*.

Natriumin käsittelystä: Natrium on säilytettävä aina petrolin alla. Kuljetuksessa, säilytyksessä ja käsittelyssä on aina muistettava, ettei natrium pääse kosketuksiin veden kanssa: välitön räjähdysvaara! Reagoimaton natrium hävitetään lisäämällä se pinseteillä pienissä erissä tekniseen etanoliin. Kun kuplinta on loppunut, voidaan etanoliliuos vedellä laimennuksen jälkeen kaataa viemäriin.

LOPUKSI!!!!!!

LABORATORIOTURVALLISUUDEN KESKEISIMMÄT OHJEET:

- Tutustu laboratorion turvallisuuskäytäntöihin
- Käytä AINA suojasilmälaseja
- Pukeudu asiaankuuluvasti
- Pese kätesi laboratorion poistuttuasi
- Lue tarkoin työohjeet ennen kokeen aloittamista
- Perehdy tarkoin tarvittavien kemikaalien ominaisuuksiin
- Tarkista että laitteistot on koottu oikein
- Käsittele kemikaaleja varovasti
- Työskennellessäsi siivoa heti ympäristösi roiskeista yms.
- Jos jokin on jäänyt epäselväksi, kysy neuvoa.

ÄLÄ KOSKAAN:

- syö tai juo laboratoriossa
- tupakoi laboratoriossa
- hengitä, maista tai edes haista kemikaaleja
- käytäydä asiattomasti laboratoriossa
- juokse laboratoriossa
- työskentele yksin
- suorita kokeita omin päin

KÄYTÄ “TALONPOIKAISJÄRKEÄ”

**“KAIKKI KEMIKAALIT OVAT MYRKKYJÄ, KUNNES
TOISIN OSOITETAAN”**

**VETOKAAPPI ON ORGAANIKON TÄRKEIN
TURVAVARUSTE!!!**