

SVEUČILIŠTE U SPLITU
KEMIJSKO - TEHNOLOŠKI FAKULTET
ZAVOD ZA ANORGANSKU TEHNOLOGIJU

Pero Dabić

SIGURNOST PRI RADU – LABORATORIJSKE VJEŽBE

(interna skripta)



Split, 2010.

Recenzenti:

Prof. dr. sc. Petar Krolo, Kemijsko-tehnološki fakultet Sveučilišta u Splitu

Prof. dr. sc. Vanja Martinac, Kemijsko-tehnološki fakultet Sveučilišta u Splitu

SADRŽAJ

UVOD	1
OPĆE NAPOMENE DOBRE LABORATORIJSKE PRAKSE	2
OSNOVNA PRAVILA PONAŠANJA U KEMIJSKOM LABORATORIJU	3
PONAŠANJE U SLUČAJU NEZGODE	3
KAKO SE POZIVAJU SLUŽBE PRI NEZGODI	4
NAJČEŠĆE OPASNOSTI U KEMIJSKOM LABORATORIJU	4
<i>Vježba 1. Postojanost alkalijskih metala</i>	7
Obrazac za izvješće za vježbu 1	9
<i>Vježba 2. Test zapaljivosti materijala</i>	11
Obrazac za izvješće za vježbu 2	15
<i>Vježba 3. Određivanje plamišta po Marcusson-u</i>	17
Obrazac za izvješće za vježbu 3	21
<i>Vježba 4. Određivanje osnovnih fizikalno-kemijskih svojstava otopina s ciljem procjene potencijalne opasnosti</i>	23
Obrazac za izvješće za vježbu 4	27
<i>Vježba 5. Model aparata za gašenje požara</i>	29
Obrazac za izvješće za vježbu 5	33
LITERATURA	35

UVOD

Skripta Sigurnost pri radu – laboratorijske vježbe namijenjena je studentima Sveučilišnog preddiplomskog studija kemijske tehnologije (PKT) i preddiplomskog studija kemije (PK) te za studente stručnih studija Kemijske tehnologije i materijala (stKTM) i Prehrambene tehnologije (stPT).

Sadržaj skripte sastoji se od općeg dijela, gdje su iznesene opće napomene za rad u laboratoriju, osnovna pravila ponašanja u kemijskom laboratoriju, neophodne radnje u slučaju nezgode, pozivanje potrebnih službi te najčešće opasnosti u kemijskom laboratoriju. Drugi dio skripte sastoji se od pet laboratorijskih vježbi, koje prate sadržaj kolegija.

Rad u kemijskom laboratoriju zahtijeva poštivanje propisa i pravila ponašanja propisanih Zakonom o zaštiti na radu, Zakonom o inspekciji rada i posebnim pravilnicima Ustanove s ciljem sigurnog izvršavanja radnih djelatnosti, bez narušavanja zdravlja, oštećivanja i uništavanja opreme te bez radnji koje mogu štetiti okolišu.

Ekperimentalni rad u laboratoriju bitan je i obavezan dio u obrazovanju budućih inženjera kemije i kemijske tehnologije. Radom u laboratoriju usvajaju se tehnike laboratorijskog rada, razvijaju eksperimentatorske vještine te se razvija način razmišljanja svojstven svim eksperimentalnim znanostima. Praćenje promjena i pojava tijekom eksperimenata koji se provode u kontroliranim laboratorijskim uvjetima pomažu u razumijevanju i usvajanju temeljnih principa i znanja, potrebnih za razumijevanje buduće struke.

Laboratorijske vježbe iz kolegija Sigurnost pri radu predviđene su za samostalno izvođenje eksperimenata, bilježenje i obradu podataka te pisanje zaključka u izvješće s naglaskom o mogućoj opasnosti po zdravlje, požarnoj opasnosti i procijeni reaktivnosti ispitivanih tvari.

OPĆE NAPOMENE DOBRE LABORATORIJSKE PRAKSE

Za uspješan rad u laboratoriju potrebno je pridržavati se osnovnih pravila i napomena koje omogućavaju izvođenje vježbi na siguran način. Ta pravila su sljedeća:

- Proučiti eksperimente prije svake vježbe

Prije svake vježbe potrebno je dobro proučiti predviđene eksperimente koji će se izvoditi i razmisliti o njihovim teorijskim načelima te o svrsi njihova izvođenja. Potrebno je temeljito proučiti upute za izvođenje pojedinog eksperimenta, te mjere opreza koje se pri tome moraju poduzeti radi vlastite sigurnosti i sigurnosti ostalih studenata u laboratoriju. Ako postoje bilo kakve nejasnoće vezane za izvođenje eksperimenta ili postoje nejasnoće vezane za načela na kojima se temelji eksperiment zamoliti voditelja vježbi da ih razjasni.

- Samostalnost u izvođenju eksperimenta

Potrebno je razvijati samostalnost i sve eksperimente, osim onih koji zahtjevaju grupni rad, izvoditi samostalno.

- Kritičnost!

Prije izvođenja eksperimenta nastojati predvidjeti sve što može utjecati na rezultate mjerenja. Nakon završenog eksperimenta, razmisliti da li dobiveni rezultati imaju smisla. Na temelju već postojećih teorijskih znanja procijeniti u kojim granicama bi trebao biti rezultat i usporediti ga sa rezultatima vlastitog mjerenja. Ako postoji sumnja u ispravnost dobivenih rezultata, uz dogovor sa voditeljem vježbi ponoviti eksperiment.

- Organiziranost

Urednost, sistematičnost i čistoća su na prvom mjestu tijekom izvođenja eksperimenta. Eksperiment neće uspjeti i dati očekivani rezultat ako se koristi prljavo laboratorijsko posuđe i pribor. Provjeriti instrumente prije mjerenja te izvršiti potrebne kalibracije. Uređaje ne uključivati prije odobrenja voditelja vježbi i njegove provjere da li su uređaji pravilno spojeni. Opažanja i rezultate eksperimenta bilježiti uredno, pregledno i logičkim slijedom

- Sudjelovanje u raspravi

Nakon provedenog eksperimenta, raspraviti dobivene rezultate s ostalim studentima u grupi i s voditeljem vježbi te izvršiti odgovarajući zaključak.

OSNOVNA PRAVILA PONAŠANJA U KEMIJSKOM LABORATORIJU

Radi izbjegavanja mogućih nezgoda u kemijskom laboratoriju treba poštivati osnovna pravila rada s opasnim tvarima i/ili uređajima:

- 1. U laboratorij nije dozvoljeno uvođenje stranih osoba.*
- 2. Pri ulasku u laboratorij obvezno je korištenje zaštitnih naočala sa sigurnosnim staklima.*
- 3. Obvezno je nošenje radne kute – mantila i propisane zatvorene obuće.*
- 4. U laboratoriju se ne smije pušiti, jesti niti piti.*
- 5. Kemikalije se smiju pohranjivati samo u originalnu ambalažu.*
- 6. Boce s kemikalijama moraju biti propisno označene etiketom te oznaka prevučena vodonepropusnom folijom.*
- 7. Sve eksperimente s hlapljivim, otrovnim i eksplozivnim tvarima izvoditi u digestoru uz korištenje zaštitnih rukavica.*
- 8. Čišćenje laboratorijskog stakla s kiselinama (krom sulfatna kiselina) izvoditi u digestoru.*

PONAŠANJE U SLUČAJU NEZGODE

U slučaju nezgode često dolazi i do panike što uveliko umanjuje racionalno napuštanje ugroženog mjesta. Stoga, treba se pridržavati osnovnih pravila pri nezgodi:

- 1. Što prije napustiti ugroženi prostor.*
- 2. Evakuirati ozlijeđene i pružiti im prvu pomoć.*
- 3. Pozvati hitnu medicinsku službu, vatrogasce, policiju.*
- 4. Ostati uz ozlijeđene dok ne dođe hitna služba.*

KAKO SE POZIVAJU SLUŽBE U NEZGODI

Hitne službe mogu se pozvati na jedinstveni broj 112. Pri pozivanju hitnih službi, radi njihovog što bržeg dolaska, treba postupati u skladu s dolje navedenim redoslijedom:

- *reći tko zove,*
- *gdje se nezgoda dogodila,*
- *što se dogodilo,*
- *koliko je ozlijeđenih i*
- *čekati dok služba ne dođe.*

NAJČEŠĆE OPASNOSTI U KEMIJSKOM LABORATORIJU

1. Napajanje plinom – ventili, cijevi....

- *prije paljenja plamenika provjeriti da li se osjeća miris plina*
- *po završetku posla provjeriti da li su ventili zatvoreni.*



2. Ozljede oštećenim staklom

- *oštećeno staklo ne koristiti - zatražiti ispravno,*
- *za eksperimente rabiti staklo preporučeno u vježbi,*
- *paziti pri stavljanju, stezanju i skidanju hvataljki.*



NAPOMENA – paziti pri pranju stakla.

3. Opekline

- paziti pri radu s Bunsenovim plamenikom,
- vruće staklo, lončići za žarenje (grijati se smije samo suho staklo).

NAPOMENA - hladiti opeklinu tekućom vodom.



4. Nagrizanje

- paziti pri radu s koncentriranim kiselinama i lužinama,
- vodikov peroksid, željezov triklorid i drugi.

NAPOMENA – koristiti zaštitne rukavice, pri radu s pušljivim kiselinama koristiti digestor.

PRAVILO ZA RAZRIJEĐIVANJE KISELINA:

- kiselina se dodaje u vodu (KUV), a ne voda u kiselinu (VUK). (KUV) ✓ (VUK) ✗



5. Rad s centrifugom

- pročitati upute (obično na zidu u blizini uređaja),
- dobro izbalansirati kivete,
- otvoriti centrifugu kada se okretanje potpuno zaustavi.



6. Rad s hlapljivim tvarima

- obvezno raditi u digestoru (ne smije biti upaljen plamenik),
- skladištiti u posebnim ormarima s ventilacijom,
- otpadni materijal skupljati u poseban spremnik.



7. Radni stol i skladištenje kemikalija

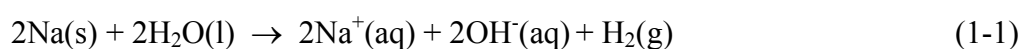
- na policama držati samo kemikalije potrebne za eksperiment,
- kemikalije moraju biti propisno označene,
- paziti na oznake upozorenja i obavijesti, (R i S oznake),
- ne skladištiti zajedno organske i anorganske tvari,
- kemikalije skladištiti u sigurnosnim ormarima.



Vježba 1. Postojanost alkalijskih metala

U kemijskom laboratoriju često se kao reaktanti koriste i neki od alkalijskih i/ili zemnoalkalijskih metala. Radi njihove velike reaktivnosti nužne su posebne mjere za njihovo čuvanje i skladištenje.

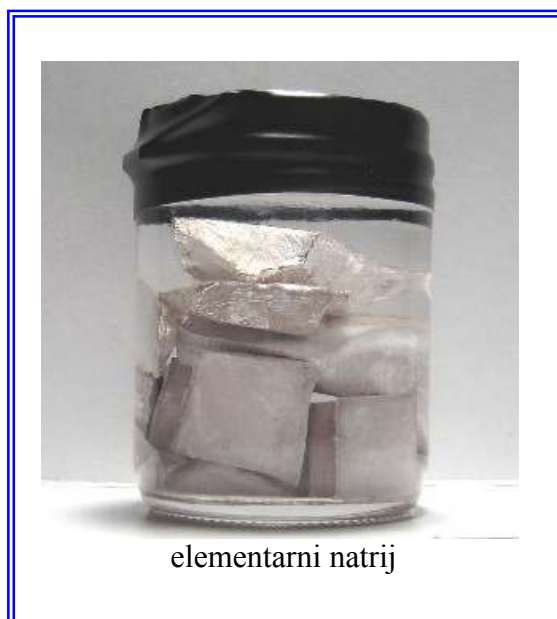
Stoga se elementarni Li, Na, K, Ca i drugi elementi iz ovih skupina periodnog sustava čuvaju u staklenim bocama u petroleju, gdje su zaštićeni od kontakta sa zrakom te od vlage. Elementi I i II skupine periodnog sustava vrlo lako oksidiraju na zraku, a s vodom burno reagiraju uz egzotermnu reakciju pri čemu se oslobađa vodik prema reakciji prikazanoj na primjeru natrija:



Nastali vodik u smjesi sa zrakom radi eksplozivne smjese poznate pod nazivom "plin praskavac". Ako koncentracija vodika postigne vrijednost donje granice zapaljivosti ili eksplozivnosti pored plamena nastalog izgaranjem metala doći će i do eksplozije.

Za stjecanje rutine rada s ovim tvarima, te spoznaje o mogućim opasnostima čuvanja ovih tvari provesti će se eksperiment kontroliranog kontakta elementarnog natrija s vodom i oksidacija na zraku.

Potreban pribor i kemikalije:



Slika 1.1. Elementarni natrij u petroleju u staklenoj ambalaži.



Slika 1.2. Potreban pribor za izvedbu vježbe

Postupak rada:

Očitati i upisati trenutnu temperaturu i vlažnost zraka u laboratoriju. U Petrijevu zdjelicu na dno treba položiti naborani, okrugli filtrar papir te ga namočiti s nekoliko kapi destilirane vode. Ukoliko su u spremniku veći komadi natrija, nožem odsjeći potreban komadić (zatražiti pomoć laboranta). Pincetom iz spremnika prenijeti komadić elementarnog natrija, mase 20 - 30 mg na navlaženi filtrar papir te uključiti zaporni sat. Tijekom eksperimenta pratiti promjene na uzorku te zapažanja zapisati u priloženi obrazac. Zaporni sat zaustaviti kada dođe do paljenja uzorka i zapisati proteklo vrijeme. Nakon izgaranja prvog komada natrija, iz petroleja prenijeti na plastični stalak drugi komadić natrija. Na stalku istanjiti uzorak natrija da bude u obliku pločice debljine oko 0,5 mm. Ovo se radi da je lakše pratiti promjene na površini uzorka te da uzorak oksidira u prihvatljivom vremenu dok traju vježbe. U trenutku kada je uzorak istanjen u oblik pločice uključi se zaporni sat te se prate promjene na uzorku. Tijekom eksperimenta pomaknuti pločicu natrija te na to mjesto nasloniti filtrar papir. Papir ovlažiti s kapljicom vode i zapisati promjenu boje. Zaporni sat isključiti kada se uzorak zapali ili kada potpuno oksidira bez vidljivog paljenja.

U zaključak treba upisati vremena izgaranja uzorka u kontaktu s vodom i na zraku. Objasniti promjene na uzorcima. Objasniti promjene na pH papiru kada se njime dodirne površina stalka gdje je oksidirao natrij, te kada se papir navlaži vodom. Procijenite potencijalnu opasnost od elementarnog natrija s obzirom na kemijska i fiziološka svojstva.

ZAVOD ZA ANORGANSKU TEHNOLOGIJU



Vježba 1: Postojanost alkalijskih metala

<i>Student:</i>	
<i>Datum rada:</i>	<i>Broj indeksa:</i>

Potrebna pribor i kemikalije: elementarni natrij, voda, 2 Petrijeve zdjelice, filter papir

Shema eksperimenta:

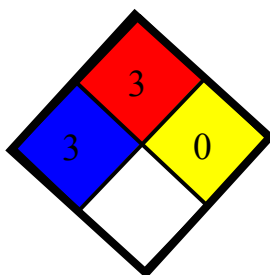
Izgled površine metala prije eksperimenta:

	<i>Na zraku</i>	<i>U vodi</i>
Promjene na metalu tijekom experimenta		
<u>Ostala zapažanja:</u> (promjene temperature; pojava pare, plinova, dima, mirisa; trajanje reakcije i sl.)		

Voditelj vježbi:

Vježba 2. Test zapaljivosti materijala

Označavanje tvari pomoću dijamanta opasnosti jednostavan je i razumljiv grafički način, koji mogu razumjeti i oni koji nisu direkto vezani za poslove sigurnosti i nisu studirali kemiju. Dijamant opasnosti dizajniran je u obliku romba, čija je površina razdijeljena na četiri polja različitih boja u kojima su brojevi od 0 do 4. Brojevi predstavljaju stupnjeve opasnosti. Što je broj veći opasnost u pojedinom polju je veća. Lijevo plavo polje u rombu označava opasnost po zdravlje, gornje crveno polje predstavlja požarnu ili eksplozivnu opasnost, desno žuto polje označava reaktivnost i donje bijelo polje rezervirano je za posebne obavijesti.



Slika 2.1. Primjer dijamanta opasnosti za benzen

Za određivanje stupnjeva opasnosti postoje norme i njima propisani testovi. Tako za požarnu opasnost stupnjevi imaju sljedeće značenje:

- 0 -Tvari s ovim stupnjem zapaljivosti ne gore ako se izlože pet minuta temperaturi 815,6 °C.
- 1 - Stupanj zapaljivosti pripisuje se tvarima koje se moraju predgrijati da bi se zapalile, a to su:
 - a) tvari koje gore na zraku kada se izlože pet minuta temperaturi od 815,6 °C.
 - b) skupina tvari IIIb-zapaljivih kapljevina, krutih i polukrutih tvari prema normi HRN Z.CO.007.
 - c) krute zapaljive tvari klase A, prema HRN Z.CO.003.
- 2 - Ovaj stupanj zapaljivosti pripisuje se tvarima koje se moraju zagrijati da bi došlo do paljenja pri normalnim uvjetima. Te tvari ne stvaraju sa zrakom opasne smjese, ali pri sagorijevanju mogu stvarati pare u dovoljnoj količini da se stvore takve smjese.
- 3 - Stupanj zapaljivosti 3 pripisuje se tvarima koje se mogu zapaliti na sobnoj temperaturi. Te tvari sa zrakom stvaraju opasne smjese na gotovo svim temperaturama ili se zapale pod gotovo svim uvjetima.

4 - Stupanj 4 pripisuje se lako zapaljivim plinovima i lako isparljivim zapaljivim kapljevina, koje se pri normalnom atmosferskom tlaku i temperaturi brzo ili potpuno isparuju i sa zrakom stvaraju zapaljive i eksplozivne smjese.

Prvi test za ocjenu požarne opasnosti je test zapaljivosti, kojim klasificiramo tvari na gorive ili negorive. U slučaju da tvar nakon 5 minuta izlaganja temperaturi od 815,6 °C ne gori i da nema vidno izgorjenih dijelova, test pokazuje da je tvar negoriva.

Za precizniju ocjenu postojanosti uzoraka na visoke temperature i moguću degradaciju uzoraka značajno je određivanje gubitka mase nakon provedenog testa zapaljivosti.

Potreban pribor i kemikalije:

Laboratorijska električna peć s maksimalnom temperaturom zagrijavanja preko 1000 °C, analitička vaga, zaporni sat, tri platinska lončića, eksikator, te tri kruta uzorka nepoznatog sastava.



Slika 2.2. Primjeri uzoraka za test zapaljivosti.



Slika 2.3. Potrebni aparati i pribor za izvedbu vježbe test zapaljivosti.

Postupak rada:

Tri kruta uzorka promjera oko 2 cm i debljine do 2 cm prenijeti u Pt-lončice. U obrazac za izvješće s vježbi opisati uzorke prije testa: izgled, procjena tvrdoće i gustoće, boja i struktura uzoraka. Na osnovi opisa pokušajte odgonetnuti o kojim se tvarima radi. Odvagati prazne platinske lončice (masa m_1), lončić s uzorkom (masa m_2). Uzorke u Pt-lončićima hvataljkama prenijeti u predhodno zagrijanu peć na $815,6\text{ }^{\circ}\text{C}$ te ih ostaviti pet minuta u peći. Nakon žarenja u trajanju od pet minuta uzorke prenijeti u eksikator, zatvoriti ga i otvoriti pipac za zrak. Nakon desetak minuta pipac zatvoriti i ostaviti uzorke do potpunog hlađenja (potrebno je oko pola sata).

OPREZ ! Rad s tvarima pri visokim temperaturama.

Pri unošenju i vađenju uzoraka iz peći treba biti posebno oprezan, ne izvoditi ove radnje bez nazočnosti laboranta ili voditelja vježbi te koristiti željezne hvataljke.

Kada se uzorci ohlade do temperature koja je u laboratoriju, potrebno ih je opisati te u obrasce upisati moguće tragove gorenja, promjenu boje, promjene na površini uzorka, vidljive pukotine, promjene u strukturi i drugo. Nakon opisa, uzorke izvagati. Važu se izžareni uzorci u Pt-lončiću (masa m_3).

Izračun gubitka mase u masenim postotcima, $gm(\%)$:

$$gm(\%) = \frac{m2 - m3}{m2 - m1} \times 100 \quad (2-1)$$

gdje je:

$m1$ – masa praznog Pt-lončića, g

$m2$ – masa Pt-lončića + uzorak prije žarenja, g

$m3$ – masa Pt-lončića + uzorak nakon žarenja, g.

U zaključak treba zapisati jesu li uzorci prema testu zapaljivosti gorivi ili su negorivi. Izračunati gubitke mase tijekom testa te zaključiti o njihovoj postojanosti na visokim temperaturama. Na osnovi promjene mase tijekom eksperimenta pokušati identificirati dobivene uzorke.

ZAVOD ZA ANORGANSKU TEHNOLOGIJU



Vježba 2: Test zapaljivosti materijala

<i>Student:</i>			
<i>Datum rada:</i>		<i>Broj indeksa:</i>	

Potreban pribor i kemikalije: laboratorijska peć (do 1100°C), vatrootporni Pt-lončići, zaporni sat, uzorci materijala za testiranje.

Shema eksperimenta :

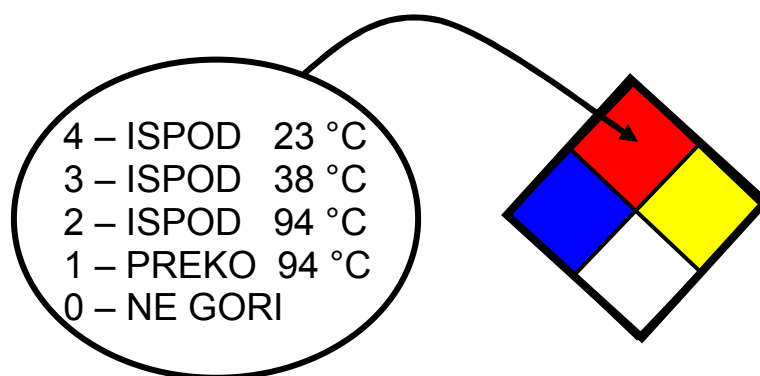
	UZORAK 1	UZORAK 2	UZORAK 3
<i>Opis materijala prije eksperimenta</i>			
<i>Opis materijala nakon eksperimenta (5 min., 815,6 °C)</i>			
Promjene mase (%)			
Zaključak:			

Voditelj vježbi:

Vježba 3. Određivanje plamišta po Marcusson-u

Plamište ili točka zapaljivosti neke tekućine je najniža temperatura pri kojoj se iz tekućine razvijaju pare u tolikoj količini da se pomiješane sa zrakom mogu zapaliti kada se površini tekućine prinese otvoreni plamen. Na osnovi podatka o temperaturi plamišta može se procijeniti opasnost od požara. Što je plamište niže opasnost je veća.

Stupnjevi požarne opasnosti u dijamantu opasnosti mogu se izravno povezati s plamištem tvari kako je pokazano na slici 3.1.



Slika 3.1. Stupnjevi požarne ili eksplozivne opasnosti u dijamantu opasnosti određeni na osnovi temperature plamišta.

Plamište se obično određuje u otvorenoj aparaturi, ali postoje i aparati koji su zatvoreni, npr. kada se plamište određuje otrovnim tvarima. Radi različitih uvjeta određivanja plamišta uz podatak o temperaturi plamišta treba biti i podatak kako je plamište određeno. Plamište određeno u zatvorenoj aparaturi ima niže vrijednosti temperature, jer se u relativno maloj zatvorenoj komori zrak brže zasiti parama otapala te se prije dođe do donje granice zapaljivosti ispitivane tvari.

U tehničkim listovima i kemijskim karticama zapaljivih tvari podatak o plamištu je obavezan i vrlo je važan sigurnosni parametar. Točka plamišta spada u osnovna fizikalno - kemijska svojstva tvari te je moguća identifikacija pojedinih tvari na osnovi određivanja temperature plamišta. Također, podatak o plamištu može poslužiti i kao kontrolni parametar kakvoće pojedinih proizvoda. Dobar primjer za to su motorna ulja, kojima se tijekom uporabe u motoru plamište može mijenjati usljed degradacije pojedinih aditiva u ulju ili postoji

moгуćnost miješanja s gorivom. Tako se javlja razlika u temperaturi plamišta novih i rabljenih motornih ulja. Ako je ta razlika značajna to može biti pokazatelj za zamjenu ulja.

Određivanja plamišta izvršit će se u aparaturi po Marcusson-u, koji se sastoji od električne peći, porculanskih držača uzoraka, plamenika i termometra.

Potreban pribor i kemikalije:

Aparat za određivanje plamišta po Marcusson-u, termometri (0–200 °C i 100-400 °C), barometar-termometar-higrometar, mini plamenik, uzorci ulja (obično uzorak novog i rabljenog ulja iste vrste).



Slika 3.2. Aparat za određivanje plamišta po Marcussonu.



Slika 3.3. Primjeri uzoraka ulja za određivanje plamišta.



Slika 3.4. Potrebni aparati i pribor za izvedbu vježbe određivanja plamišta.

Postupak rada:

Aparaturu po Marcussonu treba staviti na radni stol, po mogućnosti na mjesto s minimalnim strujanjem zraka. U kružni kanalić oko držača uzorka nasuti fino mljeveni kamen ili usitnjeni zeolit radi apsorpcije eventualno prolivenog ulja tijekom postavljanja i/ili uklanjanja lončića s uljem.

U čist i suh porculanski držač uzorka (lončić) uliti ispitivani uzorak ulja do oznake s unutarnje strane lončića. Ako je očekivano plamište iznad 250 °C, lončić se napuni do crvene oznake, a ako je ispod, napuniti do gornje crne oznake. Lončić postaviti u električnu peć na aparatu. Odgovarajući termometar postaviti u ležište i uroniti ga u ulje u lončiću tako da mjerni dio termometra bude 5 mm od dna lončića. Podesiti vrh cjevčice, spojene na plamenik, tako da prelazi točno iznad lončića. Uključiti grijanje peći Marcussonova aparata preko regulacijskog transformatora tako da napon na transformatoru bude do 60 V. Kada se temperatura ulja podigne na vrijednost oko 100 °C upaliti plamičak na vrhu cijevi. Regulacija plamena vrši se na spremniku plina mini plamenika i po potrebi stezaljkom na gumi koja spaja plamenik i cjevčicu na Marcussonovom aparatu. Plamičak treba biti stabilan i visine oko 10 mm. Ispitivanje se vrši tako da se plamičkom prelazi lagano iznad lončića s ugrijanim uljem. Prijelaz treba trajati 1 sekundu. Najniža temperatura pri kojoj se nakupi dovoljno para iznad uzorka da se prijelazom plamena trenutno zapale, zove se plamište.

Kada je postignuto plamište zatvara se dotok plina i napon na regulacijskom transformatoru postavlja na nula volti (0 V). Potrebno je izvršiti dva određivanja, gdje prvo služi kao približno, a drugo je precizno određivanje, gdje se u blizini temperature plamišta prvog mjerenja više puta vrši prijelaz plamenom. Za svako određivanje uzima se novi uzorak u hladan, čist i suh lončić. Ukoliko se određeno plamište dva mjerenja razlikuje za više od 4 °C mora se napraviti još jedno mjerenje. Tada se za izračun plamišta uzimaju dva mjerenja s bližim vrijednostima.

Za izračun plamišta potrebno je korigirati vrijednosti s obzirom na tlak u laboratoriju. Tlak i trenutna temperatura očitaju se na laboratorijskom barometru-termometru - higrometru.

Mjerne jedinice barometarskog tlaka obično su izražene u mm Hg, gdje normalan tlak ima vrijednost 760 mm Hg. Ova vrijednost odgovara tlaku od 101325 Pa, ili 1 mm Hg odgovara 133.32 Pa ($101325 \text{ Pa} / 760 = 133.32 \text{ Pa}$).

Korekcija temperature plamišta računa se po formuli:

$$Pl_n = Pl_b - \frac{b - 760}{30} \quad (3-1)$$

gdje je:

Pl_n - plamište u °C pri normalnom tlaku (pri 760 mm Hg)

Pl_b - plamište u °C pri barometarskom tlaku (očitanja vrijednost u mm Hg).

b - trenutni tlak u laboratoriju, mm Hg.

U izvješće treba s etikete prepisati naziv i osnovna svojstva uzoraka te opisati uzorke ulja prije i poslije određivanja plamišta. Opis se odnosi na boju uzorka, miris i procijenjenu viskoznost. U zaključak upisati izmjerene i korigirane vrijednosti temperature plamišta ispitivanih uzoraka. Usporediti s podatkom u tehničkom listu za pojedino ulje. Ako ima razlika u plamištu obrazložiti vrijednosti. Ukoliko je došlo do promjene pojedinih svojstava ulja pri određivanju plamišta, opisati ih i obrazložiti.

ZAVOD ZA ANORGANSKU TEHNOLOGIJU



Vježba 3: Određivanje plamišta po Marcusson-u

<i>Student:</i>			
<i>Datum rada:</i>		<i>Broj indeksa:</i>	

Potreban pribor i kemikalije: aparat po Marcusson-u, 2 termometra (0-200°C i 100-400 °C), barometar, uzorci za određivanje plamišta.

Shema eksperimenta:

Uvjeti izvođenja eksperimenta u laboratoriju (temperatura, t i tlak, p):

t = _____ °C

p = _____ Pa

	<i>UZORAK 1</i>	<i>UZORAK 2</i>
<i>Opis uzoraka prije eksperimenta</i>		
<i>Opis uzoraka nakon eksperimenta</i>		
<i>Temp. plamišta, °C (dva mjerenja)</i>		
<i>Korigirano plamište, °C (dva mjerenja)</i>		
<i>Zaključak:</i>		

Voditelj vježbi:

Vježba 4. Određivanje osnovnih fizikalno-kemijskih svojstava otopina s ciljem procjene potencijalne opasnosti

Tvari se mogu opisati prema izgledu, fizičkom obliku (prah ili komadi), agregatnom stanju, mirisu, okusu i ostalom. Uobičajena je i opća klasifikacija tvari prema fizikalnim, kemijskim i fiziološkim svojstvima.

Fizikalno - kemijska svojstva tvari obično se navode u kemijskim karticama i na taj način tvar se preciznije definira. Osnovna fizikalno - kemijska svojstva tvari su:

- atomna ili molekulska masa,
- talište ili ledište,
- vrelište,
- brzina isparavanja,
- granice zapaljivosti ili eksplozivnosti,
- plamište,
- temperatura paljenja,
- kritična temperatura,
- gustoća,
- relativna gustoća para,
- topljivost i dr.

Poznavanje fizikalno-kemijskih podataka tvari pomaže u procjeni potencijalne opasnosti od požara ili eksplozije, odnosno reaktivnosti ili su to podatci od pomoći pri preračunavanju koncentracija. Podatci o plamištu, temperaturi paljenja, zapaljivosti ili eksplozivnosti kao i brzini isparavanja izravno ukazuju na požarnu opasnost. Podatci o topljivosti potencijalno ukazuju na opasnost po zdravlje ili općenito po principu: "Veća topljivost tvari u vodi i mastima znači veću opasnost". Ljudska koža je vlažna i masna, stoga topljivije tvari mogu u većoj količini ući u organizam. Naravno, topljivost definira samo količinu tvari, a za djelovanje na ljudski organizam bitna su i fiziološka i toksikološka svojstva tvari.

Prema kemijskim svojstvima, tvari se svrstavaju prema sličnom kemijskom sastavu tj. tvari sa sličnim ili jednakim svojstvima i djelovanjima čine jednu grupu, kao npr. kiseline, lužine i ostale nagrizajuće tvari, organska otapala i razrjeđivači, metali i nemetali, organski i anorganski spojevi itd. Ovo je neprecizna podjela. Stoga je uvedena klasifikacija prema

funkcionalnim skupinama. Tvari se tako svrstavaju u skupine kao što su eteri, aldehidi, organske kiseline, esteri, organski fosfati, cijanidi i nitrili, alifatski i aliciklični amini, alifatski nitro spojevi, nitrati i nitriti, aromatski nitro i amino spojevi, heterociklični spojevi i spojevi s dušikom, halogeni, lužnati materijali, anorganski spojevi kisika, dušika i ugljika, alifatski ugljikovodici, aliciklički ugljikovodici, aromatski ugljikovodici i drugi.

Prema djelovanju tvari na žive organizme isti se mogu podijeliti na nadražljivce (iritanti), zagušljivce (asfiktici), anestetike i narkotike, sustavne otrove i ostale štetne tvari. Ova podjela nije sasvim točna, jer ovisno o koncentraciji tvar može djelovati različito. Npr. mala koncentracija neke tvari djeluje nadražujuće, a veće koncentracije djeluju nagrizajuće ili kao narkotici.

Za određivanje toksikoloških svojstava obično je potreban dobro opremljen laboratorij, dok za procjenu nekih fizioloških svojstava mogu poslužiti i jednostavni testovi.

Potreban pribor i kemikalije:

Ručni digitalni pH metar i konduktometar, kombinirana pH elektroda, elektroda za određivanje vodljivosti, standardne otopine za baždarenje pH-metra i konduktometra, magnetska mješalica, držač elektroda, magnetsko miješalo (teflonsko), pH papir, pinceta i destilirana voda. Ispitivani uzorci su u tri čaše, nepoznatog su sastava, mogu biti prozirni ili obojeni, mogu se razlikovati prema pH vrijednosti ili prema koncentraciji otopljenih soli te mogu imati izražen miris ili biti bez mirisa.



Slika 4.1. Uzorci bezbojnih i obojanih otopina.

 <p>pH-metar i konduktometar</p>	 <p>pH elektroda i elektroda za konduktometar</p>	 <p>standardi za pH i konduktometriju</p>
 <p>magnetska mješalica</p>	 <p>magnetsko miješalo (teflonsko)</p>	 <p>držač elektroda</p>
 <p>pinceta</p>	 <p>pH papir</p>	 <p>destilirana voda</p>

Slika 4.2. Potrebni aparati i pribor za provedbu vježbe.

Postupak rada:

Po potrebi i uz pomoć voditelja vježbi izvršiti kalibraciju digitalnog pH metra i konduktometra koristeći standardne otopine i propisanu proceduru iz priručnika uređaja. Dobivene uzorke, otopine u tri, brojevima označene čaše, opisati u izvješća s vježbi (boja, miris, viskoznost...). Komadić pH papira duljine oko 1 cm prihvatiti pincetom te dodirnuti otopinu u prvoj čaši. Uspoređivanjem boje na pH papiru s bojom na ambalaži pH papira procijeniti pH vrijednost otopine i upisati je u izvješće. Isto ponoviti i u ostalim uzorcima. Za mjerenje pH vrijednosti digitalnim pH-metrom, na uređaj spojiti elektrodu za mjerenje pH vrijednosti. Elektroda mora biti čista i suha. Čaše s uzorcima poredati tako da se prvo mjeri pH u neutralnoj otopini, zatim u kiseloj te na kraju u lužnatoj. Ovo vrijedi ukoliko se dobiju razlike pH vrijednosti s obzirom na probu mjerenja pH papirom. U svaku čašu s otopinom

ubaciti magnetsko miješalo. Čašu postaviti na ploču magnetske mješalice i podesiti umjereno miješanje. U otopinu uroniti pH elektrodu postavljenu na držač pazeći da ne dodiruje magnetsko miješalo. Pričekati da se na instrumentu postigne stabilna vrijednost i istu zapisati. Ispraviti držač elektrode i tako izvaditi elektrodu iz otopine te je prenijeti iznad prazne čaše. Destiliranom vodom iz boce štrcaljke dobro isprati elektrodu i nakon ispiranja posušiti papirom. Na opisani način izmjeriti pH vrijednost i u ostale dvije otopine.

Nakon završenog određivanja pH vrijednosti potrebno je isključiti instrument te zamjeniti elektrode. Sada je priključena elektroda za određivanje specifične provodnosti. Određivanje specifične provodnosti provesti po istom redoslijedu kao i za pH vrijednost, tj. prvo mjeriti u neutralnoj pa kiseloj i na kraju lužnatoj otopini. Nakon svakog mjerenja treba dobro isprati elektrodu i posušiti je papirom.

Pri mjerenju specifične provodnosti obratiti pozornost na mjerne jedinice !

Instrument automatski mijenja mjerno područje prema specifičnoj provodnosti pojedine otopine ($\mu\text{S}/\text{cm}$ ili mS/cm). Po završetku mjerenja oprati korišteni stakleni pribor, a radnu površinu stola po potrebi posušiti.

U zaključku prokomentirati rezultate pH vrijednosti određenih pH papirom i instrumentom. Zaključiti o mogućem fiziološkom djelovanju ispitivanih otopina na osnovi određene pH vrijednosti. Na osnovi određenih vodljivosti procijeniti potencijalnu opasnost s obzirom na koncentraciju otopina.

ZAVOD ZA ANORGANSKU TEHNOLOGIJU



Vježba 4: Određivanje osnovnih fizikalno-kemijskih svojstava otopina s ciljem procjene potencijalne opasnosti

<i>Student:</i>			
<i>Datum rada:</i>		<i>Broj indeksa:</i>	

**Potreban pribor i kemikalije: tri uzorka nepoznate otopine, destilirana voda
pH test papirići, pH-metar, konduktometar.**

Shema eksperimenta:

Uvjeti izvođenja eksperimenta u laboratoriju (temperatura, t i tlak, p):

t = _____ °C

p = _____ Pa

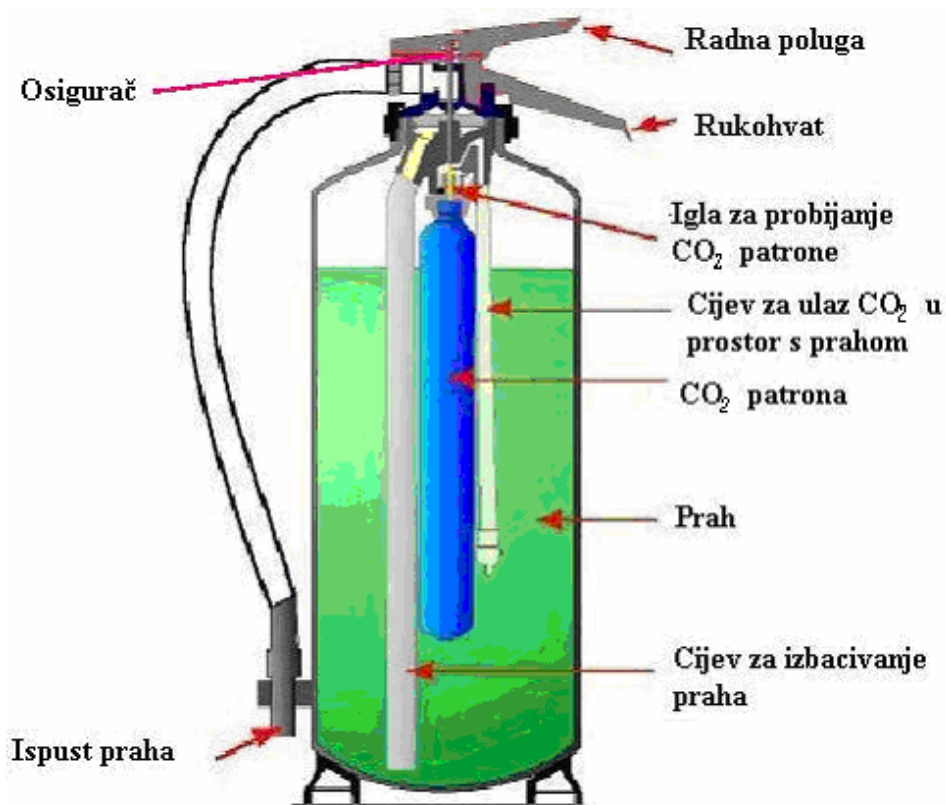
	<i>UZORAK 1</i>	<i>UZORAK 2</i>	<i>UZORAK 3</i>
<i>Opis uzoraka (boja, miris, viskoznost....)</i>			
<i>Određivanje pH vrijednosti pH papirom</i>			
<i>Određivanje pH vrijednosti pH-metrom</i>			
<i>Određivanje specifične provodnosti, (mS/cm ili μS/cm)</i>			
Zaključak:			

Voditelj vježbi:

Vježba 5. Model aparata za gašenje požara

Gorenje je proces oksidacije gorive tvari uz oslobađanje topline i nastajanje produkata sagorijevanja, plinova CO_2 , CO , SO_3 , NO_x , vodene pare i pepela. Tri su nužna uvjeta potrebna za gorenje: goriva tvar, dovoljna količina kisika i postizanje temperature paljenja gorive tvari. Za zaustavljenje gorenja dovoljno je ukloniti jedan od ova tri uvjeta i na tome se temelji gašenje požara. Tako se i sredstva za gašenje dijele prema načinu djelovanja, na ona koja podhlađuju (voda, zračna pjena), koja guše (CO_2), istodobno podhlađuju i guše (kemijska pjena) te sredstva koja gase antikatalitički (suhe kemikalije i freoni). Sredstva za gašenje primijenjuju se u aparatima za gašenje. Ovisno o količini sredstva za gašenje aparati se dijele na ručne (do 20 kilograma ukupne mase) i profesionalne (industrijske) aparate za gašenje većih kapaciteta.

Na slici 5.1 prikazan je presjek ručnog aparata za gašenje suhim prahom (kemikalijama).



Slika 5.1. Presjek ručnog aparata za gašenje punjen suhim prahom (kemikalijama).

Potreban pribor i kemikalije:

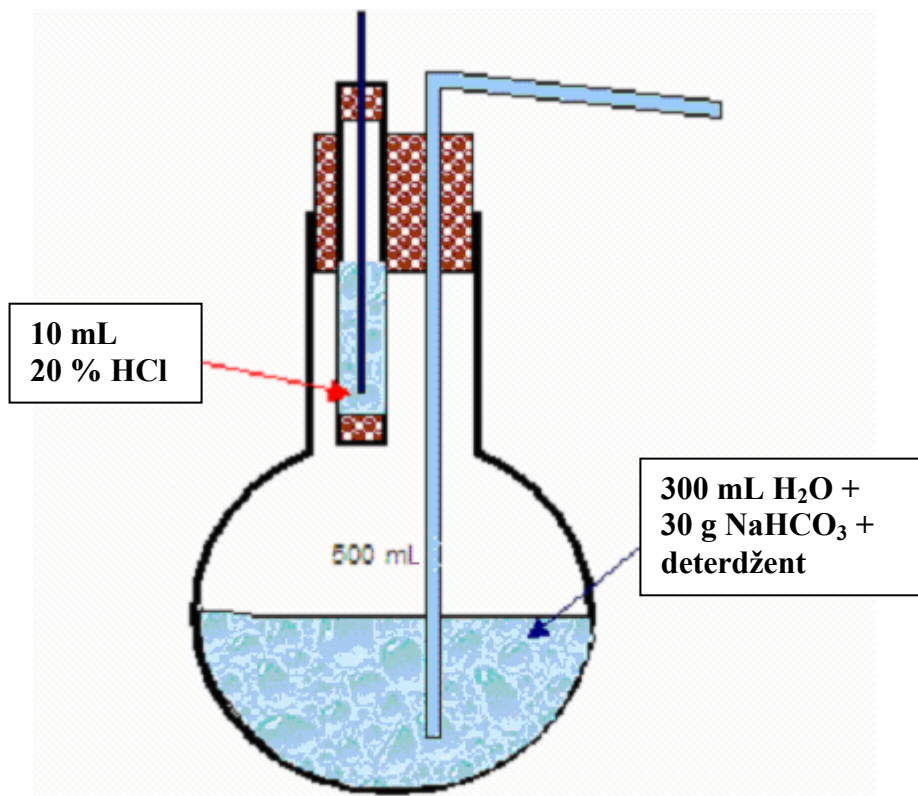
Staklena boca od 500 mL, pluteni čep s dvije odgovarajuće rupe, koljenasto savijena cijev (promjera do 6 mm), široka staklena cijev duljine oko 10 cm, stakleni štapić, zasićena otopina natrijevog hidrogenkarbonata, 20 %-tna otopina kloridne kiseline, deterdžent.

 staklena boca od 500 mL	 gumeni čep s dvije odgovarajuće rupe	 koljenasto savijena cijev
 staklena cijev duljine oko 10 cm	 zasićena otopina natrijevog hidrogenkarbonata	 20 %-tna otopina kloridne kiseline
 deterdžent	 zaštitne naočale	 destilirana voda

Slika 5.2. Potreban pribor i kemikalije za provedbu vježbe

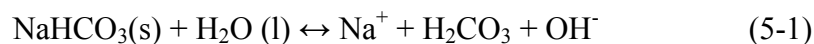
Postupak rada:

Boca je zatvorena gumenim čepom s dvije rupe. Kroz jednu rupu provučena je koljenasto savijena cijev, a kroz drugu staklena cijev, koja je na donjem kraju zatvorena plutenim čepom, a na gornjem s čepom koji ima rupicu za stakleni štapić. U bocu se prenese 300 mL zasićene vodene otopine NaHCO_3 , u koju je prethodno dodano malo deterdženta. U široku staklenu cijev ulije se 10 mL 20 %-tne vodene otopine HCl -a. Nakon toga, staklenim štapićem izbije se donji čep iz deblje cijevi.



Slika 5.3. Model aparata za gašenje kemijskom pjenom.

Topljivost natrijevog hidrogen karbonata u vodi je oko 10 g / 100 mL H₂O pri 20 °C i pri tome dolazi do sljedećih reakcija:



Prema reakciji (5-1) nastaje slaba ugljična kiselina, koja se prema reakciji (5-2) može raspadati i oslobađati CO₂, ovisno o uvjetima medija (koncentracija kiseline, temperatura i tlak).

Nakon izbijanja čepa u staklenoj cijevi, kloridna kiselina dolazi u dodir s natrijevim hidrogenkarbonatom i s njim reagira prema reakciji (5-3) :



Pri reakciji se naglo oslobađa CO₂, koji uzrokuje porast tlaka u boci do te mjere da kroz koljenasto savijenu cijev izaziva izbacivanje smjese za gašenje požara (u ovom slučaju vodenu otopinu natrijevog hidrogenkarbonata i natrijevog klorida). Radi dodanog deterdženta u boci se stvaraju stabilni mjehurići ispunjeni s plinom CO₂. Takva pjena se naziva kemijska pjena. Nastala smjesa koja se izbacuje u mlazu prekriva zapaljenu površinu i gasi zapaljenu tvar podhlađivanjem i ugušivanjem. Podhlađivanjem, jer je preko 90 % mase kemijske pjene po sastavu voda, a hladna masa pjene u kontaktu s vrelom zapaljenom tvari dovodi do pucanja mjehurića kemijske pjene pri čemu se oslobađa CO₂, koji iznad površine tvari stvara omotač i sprječava dotok kisika za daljnje sagorijevanje, tj. događa se gašenje.

ZAVOD ZA ANORGANSKU TEHNOLOGIJU



Vježba 5: Model aparata za gašenje požara

Student:			
Datum rada:		Broj indeksa:	

Potreban pribor i kemikalije: model aparata (staklena aparatura), zasićena otopina NaHCO_3 , 20%-tna otopina HCl-a, deterdžent.

Shema aparature:

Uvjeti izvođenja eksperimenta u laboratoriju (temperatura, t i tlak, p):

t = _____ °C

p = _____ Pa

Zapažanja tijekom eksperimenta

(intenzitet i trajanje razvijanja mjehurića u boci, veličina nastalih mjehurića u početku i na kraju reakcije itd.)

Voditelj vježbi:

LITERATURA

1. Zakon o zaštiti na radu, Zavod za istraživanje i razvoj sigurnosti, Zagreb, 1996.
2. H. C. Ramsey, Chemical Safety for Teachers and Their Supervisors, American Chemical Society, Washington, 2001.
2. B. Uhlík, Zaštita od požarno opasnih, toksičnih i reaktivnih tvari, Hrvatsko društvo kemijskih inženjera, Zagreb, 1998.
3. Lj. Dunaj - Mutak, Sigurnost i zaštita pri radu u industriji, Zavod za istraživanje i razvoj sigurnosti, Zagreb, 2003.
4. G. Delez, V. Obuljen, Kemijske štetnosti, štetne i otrovne tvari u industriji, Viša tehnička škola za sigurnost na radu i zaštitu od požara, Zagreb, 1973.
5. A. K. Furr, CRC handbook of laboratory safety, CRC Press LLC, Boca Raton, 2000.