

TECHNIKA PRACY LABORATORYJNEJ

1. Praca w laboratorium chemicznym – wstęp

Aby rozpocząć pracę w laboratorium, przede wszystkim zapoznaj się z procedurami BHP oraz instrukcją stanowiskową konkretnego urządzenia. Zawsze miej na sobie fartuch ochronny, okulary, a długie włosy zwiąż. Zidentyfikuj lokalizację wyjść ewakuacyjnych, apteczki, myjki do oczu oraz gaśnicy. Pamiętaj, aby przed rozpoczęciem jakichkolwiek działań przygotować czyste szkło laboratoryjne i dokładnie przeczytać kartę charakterystyki używanych substancji chemicznych (SDS), co pozwoli uniknąć niebezpiecznych pomyłek.

1.1. Kluczowe zasady bezpiecznej pracy:

- **Przygotowanie teoretyczne:** Przed wejściem do laboratorium musisz: znać cel ćwiczenia, zapoznać się z instrukcjami do ćwiczeń oraz właściwościami chemicznymi odczynników
- **Organizacja stanowiska:** Utrzymuj porządek w miejscu pracy. Niepotrzebne przedmioty (torby, kurtki, telefony) odłóż w wyznaczone miejsce. Czysty blat minimalizuje ryzyko rozlania substancji lub stłuczenia szkła
- **Właściwe etykietowanie:** Nigdy nie używaj substancji z nieoznakowanych pojemników. Jeśli przenosisz odczynnik z zamiarem jego dłuższego przechowywania do innego naczynia, lub przekładasz go do suszarki, natychmiast opisz je nazwą substancji, stężeniem oraz datą i swoimi inicjałami lub imieniem i nazwiskiem
- **Postępowanie z odpadami:** Nie wylewaj wszystkiego do zlewu. Ściśle przestrzegaj instrukcji dotyczących segregacji odpadów chemicznych zgodnie z kartami charakterystyk (zlokalizuj pojemniki na zlewki metali ciężkich, rozpuszczalniki organiczne, odpadki szklane)
- **Komunikacja:** Jeśli nie jesteś pewien, jak obsłużyć sprzęt laboratoryjny, np. wirówkę, pipetę automatyczną, wagę analityczną, zapytaj prowadzącego. Lepiej zadać pytanie, niż uszkodzić drogi sprzęt lub narazić zdrowie
- **Zachowanie czystości:** Po zakończeniu pracy umyj szkło (wyszoruj dokładnie probówki), oczyść blat i dokładnie umyj ręce wodą z mydłem. Przed wyjściem upewnij się, że wyłączyłeś wszystkie urządzenia oraz gaz/wodę, a stanowisko pracy pozostaje czyste.

1.2. Dziennik laboratoryjny:

Ważnym elementem pracy eksperymentalnej jest odpowiednie odnotowywanie zaobserwowanych zjawisk, ich interpretacji i wyciągniętych z przeprowadzonych doświadczeń wniosków. W tym celu należy prowadzić systematycznie dziennik laboratoryjny w postaci zeszytu, najlepiej w formacie A4 i twardej okładce. Kartki w dzienniku laboratoryjnym powinny być ponumerowane. Niedopuszczalne jest prowadzenie zapisków podczas pracy laboratoryjnej na luźnych kartkach. Dane pomiarowe i obserwacje należy rejestrować w trakcie prowadzenia eksperymentu. Ewentualne błędy należy pozostawić przekreślone, a błędnych lub skorygowanych fragmentów nie powinno się fizycznie usuwać bądź zamazywać w dzienniku. Są one dowodem przeprowadzenia eksperymentów. Fragmenty przepisane z luźnych kartek lub odtworzone po pewnym czasie z pamięci nimi nie są. Sposób prowadzenia zapisków ma umożliwić dowolnej innej osobie skuteczne powtórzenie przeprowadzanego doświadczenia korzystając tylko z dziennika. Doświadczenia powinny być opatrzone datą i zawierać najważniejsze obserwacje (takie jak zmiana koloru, temperatura w trakcie pomiaru, wydzielanie gazu, kolejność dodawania odczynników, waga odczynników i tara naczyń używanych do odważania itp.) oraz komentarze, w tym napotkane

trudności. Przed przyjściem do laboratorium w dzienniku laboratoryjnym powinny znaleźć się: skrócony opis procedury, wg której prowadzone będą doświadczenia, ideowy schemat układu pomiarowego, lista potrzebnych odczynników i sprzętu oraz ewentualne obliczenia stechiometryczne i ilości stosowanych substratów. Do eksperymentów syntetycznych dobrze jest wcześniej naszkicować w dzienniku planowany do złożenia zestaw sprzętu oraz tabelę z masami, liczbą moli, masami molowymi, gęstościami. Po przeprowadzonych ćwiczeniach w dzienniku laboratoryjnym należy umieścić sprawozdanie bądź opracowanie zawierające wyciągnięte z doświadczeń wnioski, obliczenia chemiczne, zapis równań chemicznych przeprowadzonych reakcji (najchętniej w formie jonowej) oraz opracowanie innych poleceń specyficznych dla danego ćwiczenia.

1.3. Sprzęt szklany:

- *Nie używaj sprzętu szklanego z widocznymi pęknięciami. Taki sprzęt może ulec zniszczeniu, szczególnie w trakcie ogrzewania, a powstałe odłamki szkła mogą być przyczyną zranień*
- *Słuczone szkło niezwłocznie usuń i umieść w wyraźnie oznaczonych pojemnikach na odpady szklane znajdujących się na pracowni*
- *Szkło laboratoryjne utrzymuj w czystości, nie zostawiaj i nie przechowuj zanieczyszczonego odczynnikami szkła. Niektóre osady mogą być szczególnie trudne do usunięcia po zaschnięciu, a odczynniki o charakterze silnie zasadowym mogą po dłuższym czasie powodować nieusuwalne zmętnienie bądź wżery w szkło osłabiając jego strukturę*

1.4. Czyszczenie sprzętu laboratoryjnego:

Zawartość probówek, zlewek czy kolb po przeprowadzonych eksperymentach, w zależności od składu chemicznego i stężenia należy usunąć, zgodnie z aktualnie obowiązującymi na pracowni procedurami, do specjalnie oznakowanych pojemników na odpady. Szczególną uwagę należy zwrócić na odpady chemiczne stwarzające zagrożenia dla środowiska (m.in. zawierające metale ciężkie) oraz związki organiczne (np. metanol, aceton). Odpady zawierające związki niestwarzające zagrożenia dla środowiska i dobrze rozpuszczalne w wodzie należy wylać bezpośrednio do kanalizacji. Natomiast osady oraz substancje stałe należy umieścić w specjalnych pojemnikach. W kolejnym kroku sprzęt szklany spłukujemy dużą ilością wody. Należy też pamiętać, aby do pojemników z odpadami niebezpiecznymi niepotrzebnie nie wlewać rozcieńczonych roztworów. Ewentualny smar należy dokładnie oczyścić ze szlifów za pomocą acetonu i bibuły. Następnie szkło szorujemy wewnątrz i na zewnątrz przy pomocy szczotki do mycia. Ponownie płuczemy sprzęt dużą ilością bieżącej wody wodociągowej. Dopiero teraz umyte szkło laboratoryjne można przepłukać kilkakrotnie niewielką ilością wody destylowanej z tryskawki.

2. Szkło laboratoryjne i inny sprzęt laboratoryjny

W technice laboratoryjnej powszechnie stosuje się naczynia oraz aparaturę szklaną wykonaną ze szkła borokrzemowego odpornego na działanie czynników chemicznych i wysokiej temperatury. Ze względu na pełnione funkcje naczynia szklane dzielimy na miarowe i niemiarowe. Ponadto w poszczególnych laboratoriach, w zależności od ich specyfiki, spotykamy się z dużą ilością innego pomocniczego sprzętu laboratoryjnego. Przykładowy sprzęt laboratoryjny omówiono, wraz z jego zastosowaniem, w dalszej części rozdziału.

2.1. Szkło niemiarmowe

Do podstawowego szkła niemiarmowego zaliczamy: próbówki, zlewki, kolby stożkowe, kolby okrągłodenne i krystalizatory.

Próbówki służą do przeprowadzania reakcji chemicznych i do odwirowywania osadów. Trzymane przy użyciu łapy do próbówek mogą posłużyć do ogrzewania niewielkich ilości roztworu bezpośrednio w płomieniu palnika gazowego. Podczas przeprowadzania reakcji chemicznych nie powinno napełniać się próbówek do więcej niż 1/3 ich objętości.

Zlewki stosowane są jako podstawowe naczynia do pracy z cieczami w laboratorium chemicznym, służą m. in. do przelewania, przenoszenia, przygotowywania i ogrzewania roztworów oraz rozpuszczania substancji. Wykonane są z cienkościennego szkła odpornego na gwałtowne zmiany temperatury, jednak nie mogą być ogrzewane bezpośrednio płomieniem palnika. W celu ogrzania cieczy w zlewce należy umieścić ją na płytce ceramicznej ustawionej na trójnogu nad palnikiem gazowym lub na płytce miesadła magnetycznego z funkcją grzania. Spotykane są w szerokim zakresie objętości, od małych o pojemności zaledwie kilku cm³ aż do kilku litrów. Zlewki posiadają najczęściej uproszczoną skalę umożliwiającą jedynie przybliżone określenie objętości cieczy.

Kolby stożkowe nazywane zwyczajowo erlenmajerkami charakteryzują się płaskim dnem i podobnie jak zlewki służą do przechowywania i ogrzewania cieczy oraz jako naczynia do miareczkowania. Mogą być wyposażone w szlif umożliwiający szczelne zamknięcie odpowiednio dopasowanym korkiem.

Kolby okrągłodenne stosowane są w preparatyce chemicznej jako naczynia reakcyjne. Do ich ogrzewania stosuje się odpowiednich łaźni bądź czasz grzejnych. Występują w szerokim zakresie objętości. Mogą być wyposażone w więcej niż jedno wyjście ze szlifem (szyję), stąd spotykane są wersje tych kolb jedno-, dwu- bądź trójszyjne. Kolby można łączyć z innym sprzętem wyposażonym w szlify takim jak wkraplacze, nasadki destylacyjne, deflegmatory, chłodnice zwrotne bezpośrednio lub poprzez odpowiednie ekspansje lub redukcje.

Krystalizatory to naczynia pomocnicze charakteryzujące się dużą średnicą w stosunku do ich wysokości. Służą do krystalizacji oraz powolnego odparowywania roztworów w temperaturze pokojowej. Nie powinny być ogrzewane.

2.2. Szkło miarowe

Naczynia miarowe używane są w technice laboratoryjnej do odmierzania i przenoszenia określonych objętości cieczy oraz przygotowywania roztworów mianowanych (czyli roztworów o ściśle określonym i dokładnym stężeniu) bądź do ich rozcieńczania. Naczynia miarowe wyposażone są w precyzyjnie skalibrowaną skalę. Przy ustalaniu poziomu objętości należy pamiętać, aby dolna linia menisku tworzonego przez ciecz utworzyła linię styczną z kreską na skali. Należy również pamiętać, aby podczas odczytywania objętości naczynie miarowe było wypoziomowane bądź stało stabilnie na stole. Ponadto wzrok musi być na wysokości skali w celu uniknięcia błędu paralaksy. Naczyń miarowych nie należy podgrzewać, aby trwale nie zmienić ich objętości. Kolejnym ważnym zagadnieniem, na które należy zwrócić uwagę jest kalibracja szkła miarowego na tzw. "wylew". Podczas opróżniania naczynia miarowego na jego ściankach zostaje warstwa odmierzanej cieczy a w przypadku pipet dodatkowo widoczna jest kropla cieczy w samej końcówce. Kalibracja "na wylew" oznacza, że pozostająca resztką cieczy jest już uwzględniona w odmierzanej objętości i z tak skalibrowanych naczyń nie wolno wytrząsać kropelek cieczy i wydmuchiwac resztki cieczy z końcówki, aby nie zawyżyć odmierzanej objętości. Do podstawowych naczyń miarowych zaliczamy kolby miarowe, pipety jedno i wielomiarowe, biurety oraz cylindry miarowe.

Kolby miarowe używane są do przygotowywania roztworów o dokładnym stężeniu. Są to naczynia skalowane na „wlew”, a więc dzięki ich użyciu można precyzyjnie wyznaczyć objętość roztworu wlanego do kolby. Charakteryzują się płaskim dnem i długą szyjką z zaznaczoną na niej cienką linią oznaczającą poziom cieczy przy którym w kolbie znajduje się określona objętość cieczy. Na kolbie miarowej umieszczony jest znak firmowy oraz liczby określające pojemność naczynia oraz temperaturę przy której ta objętość była skalibrowana. Kolby te służą do odmierzenia tylko jednej objętości roztworu i najczęściej posiadają pojemności 25, 50 100, 250 lub 500 cm³. Do takiej kolby ostrożnie wlewa się roztwór np. z pipety, a następnie ostrożnie dolewa z tryskawki wodę tak, aby dolny poziom menisku zrównał się z kreską zaznaczoną na szyjce. Jest to tak zwane dolewanie "do kreski". Przelanie roztworu powyżej kreski jest błędem, którego nie da się naprawić i skutkuje koniecznością powtórzenia przygotowywania roztworu od początku. Następnie kolbę zatyka się dopasowanym korkiem szklanym bądź plastikowym i roztwór miesza przez kilkukrotne odwrócenie kolby tak, aby przemieszczający pęcherzyk powietrza przesunął się aż do korka, kiedy kolba odwrócona jest do góry dnem. Następnie należy sprawdzić czy poziom cieczy nie obniżył się na skutek kontrakcji objętości roztworu i ewentualnie ponownie dolać brakującą objętość do kreski.

Kontrakcja objętości: zmniejszenie objętości, która jest wynikowo mniejsza niż suma objętości zmieszanych roztworów, obserwowana najczęściej podczas mieszania roztworów znacznie różniących się gęstością lub stężeniem. Dlatego przy mieszaniu dwóch roztworów nie można zakładać, że objętość mieszaniny roztworów będzie równa sumie objętości zmieszanych roztworów.

Pipety jednomiarowe są naczyniami miarowymi służącymi do odmierzenia i przenoszenia jednej konkretnej objętości cieczy. Objętość ta jest opisana na środkowej części pipety wraz z temperaturą kalibracji. Tak jak w przypadku kolb miarowych jest ona zaznaczona kreską wytrawioną na obwodzie górnej części naczynia. Pipety kalibrowane są "na wylew" i występują w pojemnościach 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50 cm³. Pipety powinny być ustawiane pionowo w odpowiednich statywach i niedopuszczalne jest ich odkładanie w pozycji leżącej na stoły laboratoryjne. Należy pamiętać, aby pipetą nie pobierać odczynników bezpośrednio z butelek zbiorczych, a pipeta przed odmierzeniem danego roztworu powinna być przepłukana, co najmniej, dwukrotnie niedużą porcją tego roztworu. W praktyce laboratoryjnej, aby odmierzyć pipetą jednomiarową porcję roztworu stosuje się następujące kroki: W zlewce pomocniczej, np. poprzez odlanie bezpośrednio z butelki zbiorczej, umieszcza się porcję roztworu o objętości około dwukrotnie większej niż objętość używanej pipety. Następnie za pomocą gruszki gumowej pobiera się ze zlewki do pipety roztwór do około 1/4 wysokości środkowej szerszej części pipety, zatyka górny wylot palcem, umieszcza pipetę poziomo i obracając spłukuje się ścianki, po czym zawartość wylewa się do naczynia ze zlewkami. Po powtórzeniu płukania zaciąga się do pipety za pomocą gruszki gumowej roztwór powyżej "kreski", a następnie zatyka się wylot pipety palcem wskazującym i ostrożnie spuszcza ciecz tak, aby dolny menisk pokrył się z kreską uważając, aby w trakcie odczytu oko było na wysokości kreski. W przypadku przekroczenia linii można podciągnąć ponownie gruszką roztwór i ponownie ustawiać objętość. Po ustaleniu położenia dolnego menisku, dotyka się końcem pipety suchej ścianki naczynia, z którego pobiera się ciecz, w celu usunięcia ewentualnej kropli z końcówki pipety. Następnie pipetę przenosi się nad naczynie, do którego odmierza się roztwór i trzymając ją lekko pochyloną, dotyka się końcem ścianki i pozwala swobodnie wypłynąć cieczy. W czasie wypuszczania cieczy końcówka pipety nie może być zanurzona w roztworze. Po wypuszczeniu całości roztworu, w zwężeniu na końcu pipety pozostanie kropla, której nie należy usuwać, ponieważ jest to naczynie skalowane „na wylew”. Nie wolno również dotykać końcem pipety cieczy w naczyniu.

Pipety wielomiarowe posiadają skalibrowaną podziałkę i służą do odmierzenia niewielkich porcji roztworów o nietypowych objętościach. Mają one zazwyczaj pojemności 1, 2, 5, 10 i

25 cm³. Należy pamiętać, że pipety tego rodzaju mają gorszą dokładność od pipet jednomiarowych i nie powinny służyć do przygotowywania roztworów mianowanych i w pracy laboratoryjnej pełnią funkcję pomocniczą i uzupełniającą, kiedy nie można skorzystać z pipet jednomiarowych.

Biurety są odmianą kalibrowanych "na wylew" pipet wielomiarowych zaopatrzonych w kran i skalę zaczynającą się na górze liczoną od zera. Służą do dokładnego dozowania roztworów np. w trakcie miareczkowania. Ponieważ odczyt ze skali biurety wielomiarowej jest często trudny, skale te są zaopatrywane w tzw. pasek Schellbacha, który dzięki załamaniu światła na granicy cieczy z powietrzem ulega zwężeniu w najniższym punkcie menisku do cienkiej linii tworząc ze skalą charakterystyczny krzyż ułatwiający odczyt. Należy również uważać na błąd paralaksy. Biurety w trakcie pracy powinny być umieszczone w statywie i napełniane roztworami od góry. Przed użyciem biuretę płucze się przelewając przez nią niewielkie porcje roztworu i zrzucając ciecz do podstawionej zlewki. Następnie biuretę napełnia się powyżej zera, sprawdza czy w końcówce nie znajdują się pęcherzyki powietrza. W takim przypadku należy odkręcić mocno kran biurety i spuścić częściowo ciecz usuwając pęcherzyki. Następnie można ustawić poziom cieczy w biurecie na zero.

Pipety automatyczne. Pipety szklane są coraz częściej wypierane przez jedno- i wielomiarowe pipety automatyczne wyposażone w wymienne plastikowe końcówki oraz ewentualne dodatkowe filtry zabezpieczające sprzęt przed agresywnymi odczynnikami. Konstrukcja takich pipet pozwala na powtarzalne, wielokrotne odmierzanie zadanych objętości cieczy w krótkim odstępie czasu. Dokładność danej pipety, procedura kalibracji i sposób użytkowania jest szczegółowo podany przez producenta w instrukcji obsługi, z którą należy się dokładnie zapoznać przed przystąpieniem do pracy.

Cylindry miarowe pełnią funkcję pomocniczą i służą jedynie do przybliżonego odmierzania określonych objętości cieczy. Mają postać wysokiego cylindra umieszczonego w plastikowej podstawie. Cylindry miarowe są skalowane na wylew i nie należy wytrząsać z nich resztek cieczy. Wykonane są z kruchej szkła sodowego o niskiej rozszerzalności cieplnej co powoduje, że łatwo ulegają rozbiciu nawet po niedużym uderzeniu.

Wkrapłacze – naczynia miarowe w kształcie cylindra zaopatrzonego w dolny kran i szlif męski. Najwygodniejsze w użyciu wkrapłacze posiadają ostro ściętą i wystającą lekko poza obrys szlifu wewnętrzną rurkę zapobiegającą rozplywaniu się cieczy po szlifie oraz dodatkową boczną rurkę służącą do wyrównywania ciśnień i zapobiegania cofaniu się gazu poprzez kran do wnętrza wkrapłacza. Wkrapłacze służą do precyzyjnego dozowania zadanej objętości cieczy do kolby reakcyjnej w danym okresie czasu. Szybkość wkrapłania ustala się odpowiednio przekręcając kran i obserwując tempo wypływu cieczy na naniesionej na ścianie bocznej skali.

2.3. Pomocniczy sprzęt szklany

Szkiełka zegarkowe. Służą do suszenia niewielkich ilości substancji, odważania związków, przykrywania zlewek lub jako podparcie do odkładania zabrudzonego sprzętu, tak aby nie opierał się on o stół laboratoryjny.

Bagietki. Szklane pręciki stosowane do mieszania roztworów, przenoszenia osadów, przelewania roztworów, zabezpieczenia roztworów podgrzewanych w zlewkach przed przegrzaniem. Dla bezpieczeństwa, ułuszczone końce bagietek powinny zostać zatopione w płomieniu palnika.

Kolby ssawkowe. Specyficzny rodzaj grubościennych kolb stożkowych z dodatkowym bocznym tubusem służącym do podłączenia węża próżniowego. Stosowane są w zestawach do sączenia pod obniżonym ciśnieniem. W trakcie pracy powinny być zawsze zabezpieczone przed przewróceniem poprzez zamocowanie w łapie na statywie.

Lejki szklane jakościowe. Lejek w kształcie stożka zakończony długą szklaną rurką. Służy do przelewania płynów oraz do sączenia z wykorzystaniem odpowiednio złożonej bibuły filtracyjnej. Lejki zaopatrzone w krótszą i szeroką nogę służą do przesypywania substancji stałych, chociaż do tego celu coraz częściej używa się ich wersji plastikowych.

Eksykatory. Zamknięte za pomocą pokrywy ze szlifem płaskim naczynia szklane służące do suszenia substancji w temperaturze pokojowej lub do przechowywania związków higroskopijnych. Na dnie eksykatora umieszcza się odpowiednio dobrany środek suszący, a nad nim perforowaną płytkę, najczęściej porcelanową opartą o wewnętrzny występ. Jako środek suszący wykorzystuje się najczęściej bezwodny chlorek wapnia, stężony kwas siarkowy, stały KOH lub P_2O_5 . Rodzaj środka powinien być uważnie dobrany w zależności od właściwości chemicznych suszonej substancji, tak aby uniknąć niepożądanych interakcji.

Redukcje oraz ekspansje. Krótki łącznik szklany zaopatrzony w dwa szlify, męski i żeński, o różnych średnicach. Stosowane są do łączenia ze sobą elementów aparatury laboratoryjnej różniących się rozmiarami szlifów. Obecnie rozmiary szlifów są standaryzowane, to znaczy mają ściśle określoną średnicę wewnętrzną, kąt nachylenia oraz długość. Występują w typoszerzegu 8, 10, 14, 19, 24, 29, 32 i 64 w wersji żeńskiej oraz męskiej.

2.4. Inny sprzęt laboratoryjny

Tryskawki. Plastikowe cienkościenne naczynia wykonane z polietylenu wyposażone w plastikową rurkę z dyszą na końcu. Służą do przechowywania wody destylowanej lub innych rozpuszczalników używanych przede wszystkim do mycia szkła laboratoryjnego i operacji przemywania na przykład osadów.

Parownice. Porcelanowe lub kwarcowe naczynia służące do zatężania, odparowywania i krótkotrwałego prażenia substancji. Powinny być ogrzewane przez płytkę grzejną. Gwałtowne zmiany temperatury, w szczególności schłodzenie, mogą powodować ich pękanie.

Tygle. Niewielkie naczynia wykonane z ceramiki, kwarcu lub metali szlachetnych służące do prażenia bądź stapiania substancji. Mogą być ogrzewane bezpośrednio w płomieniu palnika. Do ich zamocowania na trójnogu służą odpowiednie trójkąty metalowe.

Płytki porcelanowe do reakcji kropłowych. Służą do równoczesnego wykonania kilku reakcji chemicznych przy użyciu niewielkich ilości odczynników. Umożliwiają wygodne porównanie i ocenę wizualną eksperymentów.

Lejek Buchnera. Cylindryczny lejek wykonany z porcelany bądź szkła, posiadający płaską wewnętrzną przegrodę w postaci spieku szklanego lub perforowanej płytki, na której kładzie się odpowiednio dopasowany krążek bibuły filtracyjnej. Nogę lejka uszczelnia się dopasowanym korkiem i umieszcza w szyi kolby ssawkowej. Lejki tego typu służą do odsączenia dużych objętości cieczy lub oddzielania trudno sączących się osadów się z wykorzystaniem obniżonego ciśnienia. Odmianą lejka Buchnera służącego do odsączania mniejszych ilości substancji jest lejek Hirscha. Charakteryzuje się on stożkowym kształtem i stosunkowo małym polem sitowego dna, na którym umieszcza się krążek filtracyjny.

Statywy, łączniki i łapy laboratoryjne to wyposażenie służące zamontowaniu aparatury chemicznej w celu jej unieruchomienia i bezpiecznego użytkowania

Trójnogi, trójkąty i płytki ceramiczne. Umożliwiają bezpieczne ogrzewanie w płomieniu palnika odpowiednich naczyń laboratoryjnych

Suszarka laboratoryjna. Komory grzejne z regulowaną nastawą temperatury służące do suszenia substancji oraz szkła laboratoryjnego w podwyższonej temperaturze.

Czasza grzejna. Urządzenie wyposażone w elektryczną spiralę grzejną podłączane do osobnego autotransformatora lub wyposażone we własną regulację temperatury. Używane obecnie do ogrzewania zawartości kolb okrągłodennych zamiast ogrzewania w płomieniu palnika gazowego lub w łaźniach laboratoryjnych. Średnica czaszy powinna być ściśle dopasowana do średnicy ogrzewanej kolby. Podczas pracy z typowymi czaszami grzejnymi

posiadającymi opłot materiałowy należy mieć zawsze na uwadze, że pęknięcie kolby w trakcie ogrzewania doprowadzi do zalania elementu grzejnego a w konsekwencji może spowodować zwarcie lub pożar.

Mieszadło magnetyczne. Służy do mieszania cieczy w naczyniach laboratoryjnych za pomocą umieszczonego wewnątrz naczynia elementu magnetycznego (mieszadła). Moc mieszadła magnetycznego oraz wielkość elementu magnetycznego decydują o objętości cieczy, którą można wymieszać przy jego użyciu. Zazwyczaj jest to objętość rzędu kilkuset centymetrów sześciennych. Duże mieszadła magnetyczne są w stanie mieszać od 10 do 20 litrów roztworu. Większe objętości cieczy, cieczy o dużej lepkości oraz gęste zawiesiny miesza się za pomocą mieszadeł mechanicznych. Mieszadło magnetyczne wyposażone jest w precyzyjną kontrolę prędkości obrotowej, którą należy dobrać tak, aby element mieszający obracał się w sposób płynny i nie podskakiwał. Pamiętać należy także o tym, że włączając mieszadło magnetyczne w celu uniknięcia rozbicia szklanego sprzętu obroty mieszadła powinny być skrócone na wartość minimalną i dopiero potem stopniowo podnoszone. Niektóre mieszadła wyposażone są dodatkowo w funkcję grzania z jego precyzyjną kontrolą. Kontrola temperatury może odbywać się na drodze ustawienia temperatury samej tylko płyty grzejnej, co niekiedy może powodować przegrzewanie cieczy w naczyniu. Bądź jak ma to miejsce w bardziej zaawansowanych modelach jest dodatkowo sterowana poprzez termoparę umieszczoną wewnątrz ogrzewanego roztworu. Współczesne mieszadła z grzaniem i precyzyjną kontrolą temperatury są wykorzystywane do prowadzenia procesów w łaźniach grzejnych umieszczonych bezpośrednio na płycie mieszadła.

Palnik gazowy. Stosowany jest do ogrzewania naczyń laboratoryjnych, łaźni i prażenia substancji. Palnik podłączony jest do instalacji gazowej gumowym węzłem. Na wyjściu instalacji (przed węzłem) znajduje się zawór kulowy, który po zakończonej pracy powinien być **bezwzględnie zamknięty**. Nie służy on do regulacji dopływu gazu. Do tego celu wykorzystywany jest dodatkowy mały kurek umieszczony przy samej podstawie palnika. Podstawowym typem palnika jest palnik Bunsena zbudowanym z metalowej rurki z nałożonym na nim w dolnej części pierścieniem z dwoma otworami. Ilość doprowadzanego powietrza reguluje się przez zmianę położenia ruchomego pierścienia. Ulepszonym typem palnika o większej wydajności jest palnik Teclu, który pozwala na dokładniejszą regulację dopływu powietrza poprzez przekręcanie metalowej płaskiej nakrętki. Innym spotykanym typem jest palnik Meckera zakończony u wylotu nasadką z metalową siatką dzielącą płomień na wiele krótszych stożków. Ze względu na większą powierzchnię ogrzewania lepiej nadaje się do prażenia w tyglach i ogrzewania płytek umieszczonych na trójnogach.

2.5. Laboratoryjne palniki gazowe – budowa, zasada działania i obsługa

Palniki gazowe są nieodzownym elementem wyposażenia każdej pracowni chemicznej. Stanowią źródło czystego i łatwo regulowanego ognia, niezbędnego do ogrzewania, prażenia, topienia substancji oraz przeprowadzania wielu reakcji chemicznych w podwyższonych temperaturach. Choć na przestrzeni lat powstało wiele ich konstrukcji, wszystkie opierają się na tej samej, prostej zasadzie: kontrolowanym spalaniu gazu (najczęściej metanu, propanu-butanu lub ich mieszaniny) z odpowiednią ilością powietrza.

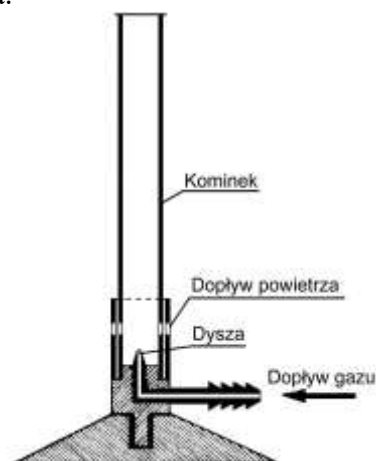
Poniżej przedstawiono charakterystykę trzech podstawowych typów palników laboratoryjnych, ze szczególnym uwzględnieniem budowy i obsługi palnika Meckera, przeznaczonego do prac w wysokich temperaturach.

2.5.1. Typy palników gazowych

W historii chemii laboratoryjnej wykształciły się trzy klasyczne konstrukcje palników, różniące się stopniem skomplikowania, wydajnością i charakterystyką płomienia.

- Palnik Bunsena

Jest to najstarszy i najbardziej rozpowszechniony typ palnika, skonstruowany w 1850 roku przez niemieckiego chemika Roberta Bunsena. Jego budowa jest prosta i składa się z dwóch głównych części: podstawy z doprowadzeniem gazu oraz pionowego kominka. Gaz wpływa do kominka przez wąską dyszę w jego dolnej części. Zasysanie powietrza niezbędnego do spalania odbywa się przez dwa otwory umieszczone w ściankach kominka, tuż nad dyszą. Na tę część nałożona jest obrotowa nasadka z analogicznymi otworami. Obracając nią, można precyzyjnie zwiększać lub zmniejszać prześwit, regulując tym samym ilość mieszanego z gazem powietrza. Gdy dopływ powietrza jest niewielki, spalanie jest niecałkowite, a płomień jest duży, świecący i kopzący (to świecenie powodują rozżarzone cząstki sadzy). Zwiększenie dopływu powietrza prowadzi do uzyskania wysokiego, nieświecącego, niebieskiego płomienia.

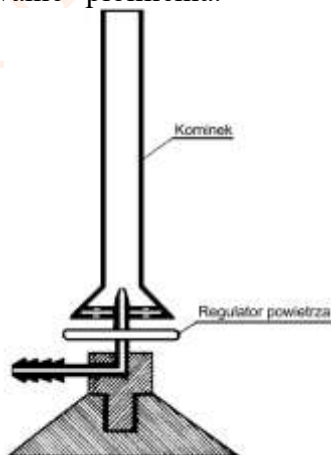


Zdjęcie 1: Palnik Bunsena.



- Palnik Teclu

To udoskonalona wersja palnika Bunsena, zaprojektowana przez rumuńskiego chemika Nicolae Teclu. Podstawowa zasada działania pozostaje taka sama, ale konstrukcja wprowadza znacznie wygodniejsze i precyzyjniejsze mechanizmy regulacyjne. Dopływ gazu reguluje się tutaj za pomocą śrubki umieszczonej z boku podstawy. Natomiast dopływ powietrza kontrolowany jest przez obrotowy krążek z nacięciami, osadzony na gwincie w dolnej części kominka. Obracanie krążkiem powoduje jego podnoszenie lub opuszczanie, co płynnie odsłania lub zasłania szczelinę doprowadzającą powietrze. Taka konstrukcja pozwala na uzyskanie wyższej temperatury niż w palniku Bunsena i jest bardziej odporna na niepożądane "przeskakiwanie" płomienia.

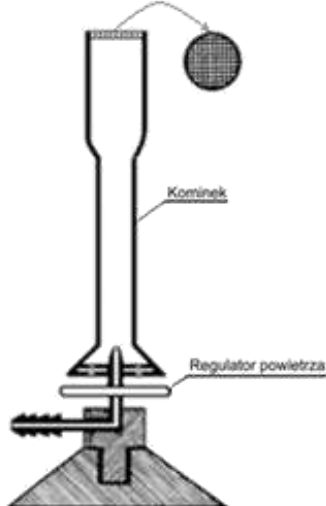


Zdjęcie 2: Palnik Teclu.



- Palnik Meckera (Mékera)

Jest to konstrukcja francuskiego inżyniera Georges Mékera z 1903 roku, zaprojektowana specjalnie do zadań wymagających uzyskania wysokich, równomiernych temperatur, takich jak prażenie substancji czy topienie metali i stopów. Dzięki swoim rozwiązaniom konstrukcyjnym eliminuje główne wady poprzedników: zbyt niską temperaturę i niejednorodność płomienia. Jego szczegółowa budowa i zasada działania zostały opisane w kolejnym podpunkcie.



Zdjęcie 3: Palnik Meckera

2.5.2. Szczegółowa budowa i zasada działania palnika Meckera

Palnik Meckera, choć opiera się na tej samej fizycznej zasadzie co palnik Bunsena, wprowadza trzy kluczowe modyfikacje, które rewolucjonizują jego parametry:

1. Zwiększony i regulowany dopływ powietrza: u nasady kominka znajduje się szereg otworów, co umożliwia zassanie znacznie większej ilości powietrza. Regulacja odbywa się za pomocą ruchomego pierścienia, podobnie jak w palniku Bunsena, ale precyzja i zakres regulacji są znacznie większe. Pozwala to na uzyskanie optymalnej mieszanki gazu z powietrzem, zbliżonej do stechiometrycznej (ok. 1:6 objętościowo), co jest warunkiem całkowitego spalania.
2. Poszerzony wylot kominka: górna część kominka ma wyraźnie większą średnicę. To rozszerzenie spowalnia przepływ mieszanki palnej, przygotowując ją do końcowej, bardzo intensywnej fazy spalania.
3. Siatka lub krata niklowa: to najbardziej charakterystyczny i najważniejszy element konstrukcyjny. Na rozszerzonym wylocie kominka umieszczona jest nasada z wtopioną siatką lub, w bardziej zaawansowanych wersjach, kratką o strukturze plastra miodu (komórki o przekroju kwadratowym ok. 4 mm² i głębokości ok. 10 mm). Nikiel został użyty ze względu na swoją odporność na wysoką temperaturę i korozję. Siatka ta spełnia dwie zasadnicze funkcje:
 - Zapobiega cofaniu się płomienia: siatka działa jako przerywacz płomienia. Odprowadza ciepło, uniemożliwiając rozprzestrzenianie się płomienia w dół kominka, co jest częstym i niebezpiecznym zjawiskiem w palniku Bunsena (tzw. "przeskoczenie").

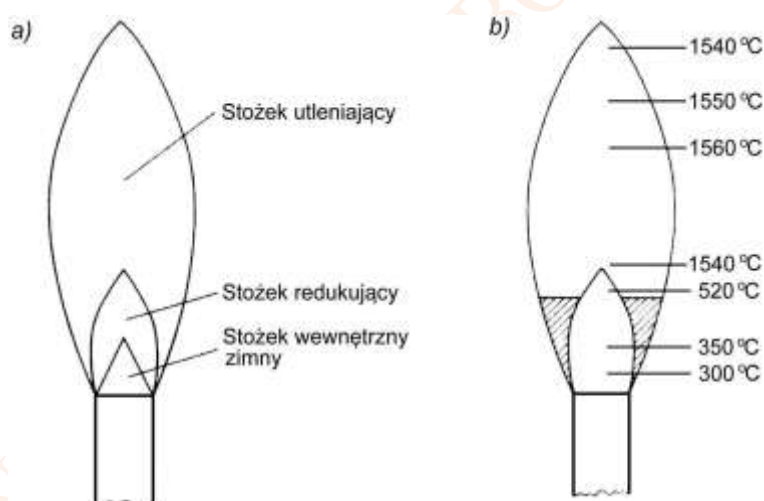
- Rozbija płomień: siatka dzieli jeden duży strumień mieszanki palnej na setki drobnych, równoległych strumyczków. W efekcie zamiast jednego dużego płomienia, nad siatką tworzy się jednorodne pole małych, stożkowatych płomyków. Dzięki temu powierzchnia grzewcza jest dużo większa, a rozkład temperatury w jej obrębie jest niezwykle równomierny.

2.5.3. Stożek płomienia i temperatury

W palniku Bunsena, przy odpowiednim dopływie powietrza, wyraźnie widoczne są trzy stożki: wewnętrzny (najchłodniejszy, niebieskawy), środkowy (redukujący, o niecałkowitym spalaniu) i zewnętrzny (utleniający, najgorętszy, prawie bezbarwny).

W palniku Meckera, dzięki idealnemu wymieszaniu gazu z powietrzem, tradycyjny podział ulega zatarciu. Płomień staje się bardziej jednorodny.

- Strefa wewnętrzna: tuż nad powierzchnią siatki nie ma jednego, dużego, chłodnego stożka. Zamiast tego powstaje warstwa setek drobnych, intensywnie niebieskich stożków. Jest to strefa wstępnego spalania, ale ze względu na intensywność procesu, jej temperatura jest znacznie wyższa niż analogicznego stożka w palniku Bunsena.
- Strefa zewnętrzna: nad polem małych stożków rozwija się jednolity, jasnoniebieski lub jasnofioletowy płomień. To strefa całkowitego spalania, charakteryzująca się wyjątkowo wysoką i stabilną temperaturą na dużej przestrzeni.



Zdjęcie 4: a) Schemat płomienia palnika Bunsena z zaznaczonymi 3 stożkami; b) Rozkład temperatur w palniku Bunsena – schematyczny rysunek płomienia z naniesionymi wartościami temperatur w różnych punktach.

- Równomierność temperatury: podstawową zaletą palnika Meckera jest minimalna różnica temperatur w obrębie płomienia. O ile w palniku Bunsena temperatura może wahać się od ok. 300 °C do 1560 °C (różnica ponad 1200 °C), o tyle w palniku Meckera różnice te są zredukowane do zaledwie około 150 °C. Oznacza to, że praktycznie cała objętość płomienia ma temperaturę bardzo bliską maksymalnej.
- Maksymalna temperatura: palnik Meckera umożliwia osiągnięcie temperatury do 1750 °C bez użycia dodatkowych urządzeń. Pozwala to na swobodne prażenie tygli, topienie wielu metali i stopów. Co więcej, zastosowanie dmuchawy (wprowadzającej dodatkowe powietrze lub tlen pod ciśnieniem) pozwala podnieść temperaturę płomienia nawet do 1800 °C, a w wersjach zasilanych tlenem zamiast powietrza – do ok. 2200 °C, co dorównuje parametrom specjalistycznych pieców laboratoryjnych.

2.5.4. Instrukcja obsługi palnika Meckera

Czynności przygotowawcze:

1. Kontrola głównego zaworu gazu: przed przystąpieniem do jakichkolwiek czynności przy stanowisku pracy, należy upewnić się, czy główny zawór odcinający dopływ gazu do całej sekcji (stołu lub wyciągu laboratoryjnego) jest otwarty. Jeśli jest zamknięty (ramię zaworu prostopadle do kierunku rury), należy go otworzyć (ramię równolegle do kierunku rury). Jest to warunek konieczny, aby gaz mógł w ogóle dopłynąć do stanowiska pracy.
2. Sprawdzenie stanu zaworów na stanowisku:
 - Zawór przy krućcu (przy stole): sprawdź, który z zaworów przy dwudrożnym krućcu odpowiada twojemu stanowisku. Powinien być on w pozycji zamkniętej.
 - Zawór przy palniku: upewnij się, że zawór na palniku Meckera (służący do regulacji ilości gazu) jest w pozycji zamkniętej (ramię zaworu prostopadle do kierunku rury). Zapobiegnie to niekontrolowanemu ulatnianiu się gazu po otwarciu głównego dopływu do krućca.
3. Kontrola połączeń: sprawdź, czy palnik jest stabilnie podłączony do jednego z wyjść dwudrożnego krućca za pomocą węża gumowego. Upewnij się, że wąż nie jest załamany, przetarty, a wszystkie połączenia są szczelne.
4. Kontrola siatki: obejrzyj niklową siatkę na szczycie palnika. Musi być czysta, wolna od nagaru i nieuszkodzona. Jeśli zauważysz zabrudzenie siatki oczyść ją.
5. Wietrzenie: upewnij się, że wyciągi laboratoryjne są włączone.

Zapalanie palnika:

6. Otwórz dopływ gazu do stanowiska: otwórz zawór przy krućcu (na stole) odpowiadający Twojemu palnikowi. Ramię zaworu ustaw równolegle do kierunku rury. Gaz dociera teraz do zaworu przy palniku, ale dalej nie płynie, ponieważ ten zawór jest zamknięty.
7. Zamknij dopływ powietrza w palniku: zakręć ruchomy pierścień u nasady palnika Meckera, aby odciąć dostęp powietrza. Zapobiegnie to "przeskoczeniu" płomienia w momencie zapłonu.
8. Przygotuj źródło ognia: przygotuj zapaloną zapałkę, zapalniczkę lub iskrownik laboratoryjny. Źródło ognia trzymaj przy krawędzi wylotu palnika, tuż nad siatką.
9. Wpuść gaz i zapal: trzymając źródło ognia przy wylocie palnika, energicznie i całkowicie otwórz zawór przy palniku. Dzięki temu gaz natychmiast wypłynie z odpowiednim ciśnieniem i zapali się od płomienia. Palnik powinien zapalić się stosunkowo dużym, żółtym, kopcącym płomieniem.
10. Uwaga: nigdy nie otwieraj zaworu przy palniku, zanim nie przygotujesz ognia. Zawsze najpierw ogień, potem gaz.
11. Regulacja dopływu powietrza (optymalizacja płomienia): gdy palnik pali się stabilnie żółtym płomieniem, przystąp do regulacji, w tym celu powoli odkręcaj ruchomy pierścień, zwiększając dopływ powietrza.
12. Obserwuj zmiany: płomień stopniowo zmieni barwę z żółtej na niebieską, stanie się krótszy i bardziej sztywny.
13. Stan optymalny to taki, w którym nad siatką wyraźnie widać pole drobnych, ostrych, niebieskich stożków, a nad nimi jednolity, jasnoniebieski płomień (stożek zewnętrzny). Praca palnika powinna być cicha lub z ledwie słyszalnym, równomiernym szumem. Jeśli

pojawi się głośny "huk", oznacza to, że dopływ powietrza jest zbyt duży – należy go nieco zmniejszyć (przymknąć obręczkę).

14. Ostateczna regulacja ilości gazu: jeśli potrzebujesz zmienić całkowitą wielkość (wysokość) płomienia, użyj zaworu przy palniku. Pamiętaj, że po zmianie ilości gazu może być konieczna ponowna, delikatna korekta dopływu powietrza.

Zasady bezpieczeństwa podczas pracy z palnikiem laboratoryjnym:

- Palnik należy ustawiać w bezpiecznej odległości od krawędzi stołu, aby zapobiec jego przypadkowemu straceniu. Przed rozpoczęciem pracy upewnij się, że w bezpośrednim sąsiedztwie palnika nie znajdują się naczynia z substancjami łatwopalnymi (np. rozpuszczalnikami organicznymi) ani cieczami o niskiej temperaturze wrzenia (np. eterem, alkoholem).
- Podczas ustawiania palnika lub trójnogu na stole zwracaj uwagę na ewentualne nierówności blatu (np. przerwy pomiędzy płytkami). Upewnij się, że palnik i trójnog są ustawione stabilnie.
- Niedopuszczalne jest dokonywanie regulacji wielkości płomienia (poprzez zmianą dopływu gazu) w sytuacji, gdy nad palnikiem znajduje się trójnog z siatką. W razie potrzeby zmiany intensywności grzania należy najpierw delikatnie wysunąć palnik spod trójnogu (nigdy odwrotnie), wyregulować płomień, a następnie ostrożnie wsunąć go z powrotem na właściwe miejsce.
- Używaj odpowiednich narzędzi (szczypce, rękawice żaroodporne), aby uniknąć poparzenia.
- Nie pozostawiaj włączonego palnika bez nadzoru.
- Unikaj gwałtownych ruchów w pobliżu palnika oraz przeciągów, które mogą zdmuchnąć płomień lub zaburzyć proces spalania.
- Uważaj na nierówności na stole podczas przesuwania palnika lub trójnogu nad nim umieszczonego.

Gaszenie i sytuacje awaryjne:

1. Aby bezpiecznie zgasić palnik, po prostu zakręć zawór dopływu gazu. Płomień zgaśnie natychmiast. Zamknij również zawór gazu przy krućcu (przy stole).
2. Sytuacja awaryjna – cofnięcie się płomienia ("przeskoczenie"): choć konstrukcja z siatką znacząco minimalizuje to ryzyko, może ono wystąpić w skrajnych przypadkach (np. zbyt duży dopływ powietrza, bardzo mały dopływ gazu, gwałtowny podmuch powietrza). Objawia się to:
 - Charakterystycznym, głośnym „huczeniem”.
 - Zmianą wyglądu płomienia: staje się on wąski, wysoki, ostry, często o zielonkawej barwie, i nie zajmuje całego przekroju wylotu palnika.
 - Szybkim i silnym nagrzewaniem się korpusu palnika.
3. POSTĘPOWANIE: NATYCHMIAST ZAKRĘĆ DOPLYW GAZU! Jest to bezwzględnie konieczne, aby zapobiec uszkodzeniu węża i potencjalnemu pożarowi.
4. Po ostygnięciu palnika (kilka minut), sprawdź stan siatki. Jeśli jest uszkodzona, nie używaj palnika. Jeśli jest sprawna, zapal palnik ponownie (pamiętaj o całkowitym zamknięciu dopływu powietrza).

3. Oznakowanie substancji chemicznych, klasyfikacja i informacja o zagrożeniach

Źródła:

<https://www.gov.pl/web/chemikalia/clp>

<https://echa.europa.eu/pl/regulations/clp/legislation>

<https://www.gov.pl/web/chemical/reach>

<https://echa.europa.eu/pl/regulations/reach/understanding-reach>

Substancje chemiczne mogą wykazywać działanie niebezpieczne zarówno dla samych użytkowników jak i dla otoczenia oraz środowiska. Z tego powodu wymagają one odpowiedniej klasyfikacji i formy przekazu informacji o powiązanych zagrożeniach. W tym celu tworzy się rozporządzenia, które określają wspólne dla wszystkich zasady związane z wprowadzaniem do użytkowania tego typu substancji czy też mieszanin. Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1272/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie klasyfikacji, oznakowania i pakowania substancji i mieszanin, w skrócie rozporządzenie **CLP (ang. Classification, Labelling and Packaging)**. Celem rozporządzenia jest zapewnienie wysokiego poziomu ochrony zdrowia człowieka i środowiska, a także swobodnego przepływu substancji chemicznych, mieszanin i wyrobów za pomocą zharmonizowania kryteriów klasyfikacji substancji i mieszanin oraz przepisów dotyczących oznakowania i pakowania substancji i mieszanin stwarzających zagrożenie. Jednym z kluczowych celów funkcjonowania zasad wprowadzonych przez rozporządzenie CLP jest ustalenie, czy dana substancja chemiczna bądź mieszanina charakteryzuje się właściwościami kwalifikującymi ją jako stwarzającą zagrożenia. Gdy to kryterium jest spełnione należy ją odpowiednio sklasyfikować na podstawie zebranych informacji, np. na temat danych toksykologicznych. Jeżeli substancja bądź mieszanina spełni warunki danej klasyfikacji to w kolejnym kroku należy ocenić klasę, a także kategorię związanych z nią zagrożeń. Klasy te dzielą zagrożenia na:

- zagrożenia fizyczne
- zagrożenia dla zdrowia
- zagrożenia dla środowiska
- inne zagrożenia

Informacje na temat zagrożeń powiązanych z substancjami bądź mieszaninami, które zostały sklasyfikowane, przekazywane są do pozostałych uczestników łańcucha dostaw, w tym także konsumentów. Jednym z istotnych sposobów jest odpowiednie oznakowanie chemikaliów przedstawiające zagrożenia związane z użytkowaniem. Jest ono umieszczane na etykietach bądź w kartach charakterystyki. Zwraca to uwagę użytkowników potencjalne zagrożenia i konieczność zarządzania związanym z tym ryzykiem. Wśród elementów wykorzystywanych do oznakowania wg. rozporządzenia CLP znajdują się:

- hasła ostrzegawcze
- piktogramy określające rodzaj zagrożenia
- standardowe zwroty, które wskazują rodzaj danego zagrożenia
- sposoby zapobiegania zagrożeniom
- metody przechowywania substancji
- sposoby utylizacji substancji dla każdej klasy jak i kategorii zagrożenia

3.1. System klasyfikacji i oznakowanie substancji i mieszanin chemicznych GHS

Rozporządzenie CLP wdraża do europejskiego porządku prawnego zharmonizowany system klasyfikacji i oznakowania substancji i mieszanin chemicznych (**Globally Harmonized System – GHS**) opracowany w ramach struktur Organizacji Narodów Zjednoczonych, a wykorzystywany przez państwa z całego świata. W ramach systemu CLP/GHS przyjęto

dziewięć zunifikowanych graficznie znaków, które odpowiadają poszczególnym klasom i kategoriom zagrożenia. Do każdego dopasowano stosowne numeryczne oznaczenia niebezpiecznych substancji chemicznych: od GHS01 do GHS09. Według obowiązującego systemu, piktogram określający rodzaj zagrożenia ma postać białego rombu z czerwonym obramowaniem oraz czarnym symbolem przedstawiającym w domyślny sposób rodzaj ryzyka. Piktogramy umieszcza się na etykiecie produktu w widocznym miejscu opakowania. Dodatkowo na etykiecie mogą znajdować się zwroty wskazujące rodzaje zagrożeń, zwroty wskazujące środki ostrożności oraz hasła ostrzegawcze.

3.1.1. Piktogramy określające rodzaj zagrożenia

Zagrożenia fizyczne

GHS01  Substancje wybuchowe	Klasa i kategoria zagrożenia - Niestabilne materiały wybuchowe - Materiały wybuchowe z podklas 1.1, 1.2, 1.3, 1.4 - Substancje i mieszaniny samoreaktywne, typy A, B - Nadtlenki organiczne, typy A, B
GHS02  Substancje łatwopalne	Klasa i kategoria zagrożenia - Gazy łatwopalne, kategoria zagrożenia 1 - Wyroby aerozolowe, kategorie zagrożeń 1, 2 - Substancje ciekłe łatwopalne, kategorie zagrożeń 1, 2, 3 - Substancje stałe łatwopalne, kategorie zagrożeń 1, 2 - Substancje i mieszaniny samoreaktywne, typy B-F - Substancje ciekłe piroforyczne, kategoria zagrożenia 1 - Substancje stałe piroforyczne, kategoria zagrożenia 1 - Substancje i mieszaniny samonagrzewające się, kategorie zagrożeń 1, 2 - Substancje i mieszaniny, które w kontakcie z wodą wydzielają gazy łatwopalne, kategorie zagrożeń 1, 2, 3 - Nadtlenki organiczne, typy B, C, D, E, F
GHS03  Substancje utleniające	Klasa i kategoria zagrożenia - Gazy utleniające, kategoria zagrożenia 1 - Substancje ciekłe utleniające, kategorie zagrożeń 1, 2, 3 - Substancje stałe utleniające, kategorie zagrożeń 1, 2, 3

GHS04

Gazy pod ciśnieniem

Klasa i kategoria zagrożenia
Gazy pod ciśnieniem: • Gazy sprężone • Gazy skroplone • Gazy skroplone schłodzone • Gazy rozpuszczone

GHS05

Substancje korodujące metale

Klasa i kategoria zagrożenia
• Substancje korodujące metale, kategoria zagrożenia 1

Zagrożenia dla zdrowia

GHS05

Substancje żrące

Klasa i kategoria zagrożenia
• Działanie żrące na skórę, kategorie zagrożeń 1A, 1B, 1C • Poważne uszkodzenie oczu, kategoria zagrożenia 1

GHS06

Substancje toksyczne

Klasa i kategoria zagrożenia
• Toksyczność ostra (droga pokarmowa, po naniesieniu na skórę, po narażeniu inhalacyjnym), kategorie zagrożeń 1, 2, 3

GHS07  Substancje drażniące	Klasa i kategoria zagrożenia • Toksyczność ostra (droga pokarmowa, po naniesieniu na skórę, po narażeniu inhalacyjnym), kategoria zagrożenia 4 • Działanie drażniące na skórę, kategoria zagrożenia 2 • Działanie drażniące na oczy, kategoria zagrożenia 2 • Działanie uczulające na skórę, kategorie zagrożeń 1, 1A, 1B • Działanie toksyczne na narządy docelowe – jednorazowe narażenie, kategoria zagrożenia 3 • Działanie drażniące na drogi oddechowe • Skutek narkotyczny
GHS08  Substancje rakotwórcze\mutagenne	Klasa i kategoria zagrożenia • Działanie uczulające na drogi oddechowe, kategorie zagrożeń 1, 1A, 1B • Działanie mutagenne na komórki rozrodcze, kategorie zagrożeń 1A, 1B, 2 • Rakotwórczość, kategorie zagrożeń 1A, 1B, 2 • Działanie szkodliwe na rozrodczość, kategorie zagrożeń 1A, 1B, 2 • Działanie toksyczne na narządy docelowe – jednorazowe narażenie, kategorie zagrożeń 1, 2 • Działanie toksyczne na narządy docelowe – powtarzane narażenie, kategorie zagrożeń 1, 2 • Zagrożenie spowodowane aspiracją, kategoria zagrożenia 1
Zagrożenia dla środowiska	
GHS09  Substancje szkodliwe dla środowiska	Klasa i kategoria zagrożenia • Stwarzające zagrożenie dla środowiska wodnego • Toksyczność ostra, kategoria zagrożenia 1 • Toksyczność przewlekła, kategorie zagrożeń 1, 2

3.1.2. Hasło ostrzegawcze

Etykieta zawiera odpowiednie hasło ostrzegawcze zgodnie z klasyfikacją danej substancji lub mieszaniny stwarzającej zagrożenie. Hasło ostrzegawcze oznacza wyraz wskazujący na odpowiedni stopień zagrożenia, w celu ostrzeżenia czytającego o potencjalnym zagrożeniu. Wyróżnia się następujące dwa poziomy:

a) **niebezpieczeństwo** oznacza hasło ostrzegawcze wskazujące na bardziej poważne kategorie zagrożeń,

b) **uwaga** oznacza hasło ostrzegawcze wskazujące na kategorie zagrożeń niższego stopnia.

Jeżeli na etykiecie występuje hasło ostrzegawcze „niebezpieczeństwo”, nie umieszcza się dodatkowo hasła ostrzegawczego „uwaga”.

3.1.3. Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia

Zwrot określający zagrożenie oznacza zwrot przypisany klasie i kategorii zagrożenia opisujący rodzaj zagrożeń wywoływanych przez substancję lub mieszaninę stwarzającą zagrożenie, w tym, w odpowiednich przypadkach, stopień zagrożenia. Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia zgodnie z rozporządzeniem 1272/2008/WE (CLP) znakowane są symbolami „H” wraz cyfrą oznaczającą rodzaj zagrożenia:

- H 2** zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia odnośnie zagrożeń fizykochemicznych
- H 3** - zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia dotyczące zdrowia ludzi
- H 4** – zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia dla środowiska

Oraz dwoma kolejnymi cyframi odpowiadającymi kolejnemu numerowi zagrożenia.

3.1.4. Zwroty wskazujące środki ostrożności

Zwrot określający środki ostrożności oznacza zwrot opisujący zalecane środki służące zmniejszeniu lub zapobieganiu szkodliwym skutkom, które wynikają z narażenia na substancję lub mieszaninę stwarzającą zagrożenie podczas jej stosowania lub unieszkodliwiania. Zwroty są zakodowane przy użyciu symboli alfanumerycznych, które składają się z: litery „P”, cyfry określającej środek ostrożności

- „1” – ogólne
- „2” – zapobieganie
- „3” – reagowanie
- „4” – przechowywanie
- „5” – usuwanie

oraz dwóch cyfr odpowiadających kolejnemu numerowi środka ostrożności.

3.2. Karta charakterystyki produktu

Karta charakterystyki (ang. Safety Data Sheet, w skrócie SDS) to dokument zawierający kluczowe informacje o właściwościach substancji chemicznej, jej potencjalnych zagrożeniach oraz zasadach bezpiecznego użytkowania. W języku polskim przyjęło się określenie karta charakterystyki substancji chemicznej lub po prostu karta charakterystyki. W Polsce, tak jak w całej UE, obowiązek przygotowania kart charakterystyki substancji/mieszaniny stwarzających zagrożenie wynika z art. 31 Rozporządzenia w sprawie rejestracji, oceny, udzielania zezwoleń i stosowanych ograniczeń w zakresie chemikaliów (REACH). Rozporządzenie REACH dotyczy rejestracji (Registration), oceny (Evaluation), autoryzacji (Authorisation) i ograniczeń chemikaliów (Restriction of Chemicals). Format SDS określa załącznik II do Rozporządzenia REACH. Karta charakterystyki musi być zawsze dostępna podczas ich transportu, używania i przechowywania. Odbiorcy takich substancji i preparatów mają obowiązek przechowywać kartę w taki sposób, aby każda osoba mająca z nimi do czynienia mogła w dowolnej chwili zapoznać się z zagrożeniami opisanymi w karcie. Struktura karty i jej zawartość są precyzyjnie określone międzynarodowymi przepisami. Karta charakterystyki zawiera datę sporządzenia, datę aktualizacji, numer wersji i następujące numerowane punkty:

- Sekcja 1: Identyfikacja substancji/mieszaniny oraz firmy/przedsiębiorstwa
- Sekcja 2: Identyfikacja zagrożeń
- Sekcja 3: Skład/informacja o składnikach
- Sekcja 4: Środki pierwszej pomocy
- Sekcja 5: Postępowanie w przypadku pożaru
- Sekcja 6: Postępowanie w przypadku niezamierzonego uwolnienia do środowiska
- Sekcja 7: Postępowanie z substancjami i mieszaninami oraz ich magazynowanie
- Sekcja 8: Kontrola narażenia i środki ochrony indywidualnej
- Sekcja 9: Właściwości fizyczne i chemiczne

- Sekcja 10: Stabilność i reaktywność
- Sekcja 11: Informacje toksykologiczne
- Sekcja 12: Informacje ekologiczne
- Sekcja 13: Postępowanie z odpadami
- Sekcja 14: Informacje dotyczące transportu
- Sekcja 15: Informacje dotyczące przepisów prawnych
- Sekcja 16: Inne informacje

4. Podstawowe czynności laboratoryjne.

4.1. Przelewanie

Do jednej z najczęściej wykonywanych czynności podczas pracy laboratoryjnej należy przelewanie cieczy i zawiesin. Powinno być ono prowadzone ostrożnie i w taki sposób aby uniknąć ich rozpryskiwania i rozchlapywania. Wiele naczyń laboratoryjnych takich jak zlewki, parownice, cylindry miarowe czy krystalizatory posiada odpowiedni „dziobek”, tzw. wylew, który ułatwia tę czynność. W precyzyjnym wylewaniu roztworu ze zlewki pomaga także zastosowanie bagietki, którą przystawia się do jej wylewu, a koniec kieruje do naczynia, do którego wlewamy ciecz. Dzięki temu ciecz płynie po szklanym przecie bez rozlewania. Mając nieco więcej wprawy bagietkę można położyć płasko na krawędziach zlewki, w taki sposób aby jeden jej koniec opierał się o wylew i wystawał poza obwód zlewki. Tak położoną bagietkę można przytrzymywać palcem wskazującym co umożliwia operowanie zlewką nadal tylko jedną ręką.

4.2. Strącanie osadów

W preparatyce laboratoryjnej strącanie osadów przeprowadza się w zlewkach. Obliczoną ilość odczynnika strącającego dodaje się ostrożnie, lejąc po bagietce, małymi porcjami, jednocześnie mieszając bagietką roztwór. Po opadnięciu osadu na dno naczynia sprawdza się czy wytrącanie jest całkowite poprzez wprowadzenie kilku kropli odczynnika strącającego. Z reguły stosuje się pewien niewielki nadmiar odczynnika strącającego.

4.3. Ogrzewanie

Palnik gazowy jeszcze do niedawna był powszechnie używanym urządzeniem grzewczym w laboratorium. Obecnie w wielu zastosowaniach został wyparty przez elektryczne czasy grzejne i mieszkadła magnetyczne z płytami grzejnymi. Należy też pamiętać, że cieczy palnych, a więc większości rozpuszczalników organicznych, nie wolno ogrzewać nad palnikiem gazowym i w otwartym naczyniu. Jest jednak nadal niezastąpiony w niektórych zastosowaniach takich jak prażenie niewielkich ilości substancji, ich stapianie czy też szybkie ogrzanie roztworu w zlewce.

- ogrzewanie i prażenie substancji powinno odbywać się w stożku utleniającym.
- ogrzewanie roztworu w probówce w płomieniu palnika należy prowadzić trzymając ją za pomocą łapy do probówek, pod pewnym kątem, z wylotem skierowanym od siebie, oraz z dala od innych osób pracujących na laboratorium. Należy starać się ogrzewać probówkę lekko poniżej wysokości lustra cieczy, a nie od samego dna. Podczas ogrzewania zawartość probówki należy także energicznie potrząsać aby zapobiec wyrzuceniu zawartości probówki przez przegrzaną parę wodną. Z tego też powodu nie powinno zapełniać się probówki do więcej niż 1/3 objętości.
- w celu ogrzania większej objętości cieczy naczynie, najczęściej zlewkę lub erlenmajerkę, z roztworem umieszcza się na trójnogu przykrytym płytką metalową lub ceramiczną i ogrzewa od spodu palnikiem odpowiednio regulując dopływ gazu i powietrza. Do zlewki

należy włożyć bagietkę, która zabezpiecza roztwór przed przegrzaniem. Podobne działanie ma dodanie na dno naczynia kilku kamyków wrzennych lub potłuczonej porcelany. W przypadku ogrzewania roztworu o dużej lepkości, lub zawierającego na dnie osad, tak jak ma to miejsce podczas zatężania wodnych roztworów soli, zawartość zlewki należy dodatkowo mieszać bagietką oraz pocierać jej końcem o dno naczynia w celu uwolnienia pęcherzyków przegrzanej pary wodnej.

- ogrzewanie probówek w łaźni wodnej. Jeśli reakcje chemiczne prowadzone w probówkach wymagają ogrzewania przez dłuższy okres czasu lub chcemy uniknąć przegrzewania cieczy należy zastosować odpowiednią łaźnię. Do ogrzewania roztworów wodnych do temperatury 100°C wystarczająca będzie łaźnia wodna. W tym celu stosuje się zlewkę napełnioną wodą, którą ustawia się na trójnogu przykrytym płytką ogrzewaną od spodu palnikiem. W zlewce umieszcza się dopasowany wkład, w którym znajdują się odpowiednie do umieszczenia probówek otwory. Ponieważ wkład opiera się o dno zlewki, nie ma potrzeby umieszczania dodatkowej bagietki lub kamyków wrzennych. Należy jednak uważać, aby woda z takiej łaźni nie odparowała całkowicie.
- ogrzewanie cieczy można także prowadzić na płytach grzejnych mieszadeł magnetycznych. Do naczynia z cieczą wprowadza się wówczas element mieszający, którego praca zapewnia równomierne ogrzewanie cieczy i zapobiega miejscowemu przegrzewaniu roztworu w pobliżu styku naczynia z płytą grzejącą.
- ogrzewanie cieczy w czaszach grzejnych prowadzi się w kolbach kulistych o dopasowanej do czaszy średnicy, natomiast w kolbie umieszcza się kamyki wrzenne. Taki sposób ogrzewania jest często wykorzystywany, kiedy kolba jest częścią większego zestawu aparatury i jest połączona na przykład z chłodnicą zwrotną lub nasadką destylacyjną.

4.4. Przygotowywanie roztworów o określonym stężeniu

W praktyce laboratoryjnej bardzo wygodnie jest posługiwać się roztworami o znanym stężeniu molowym. Przygotowanie takich roztworów zakłada operowanie odpowiednio dokładnymi objętościami, a więc wymaga posługiwania się szkłem miarowym.

Sporządzenie roztworu przez rozcieńczanie. W tym celu potrzebny jest roztwór mianowany o wyższym od zadanego stężeniu oraz odpowiednie szkło miarowe. Ponieważ końcowa objętość roztworu musi być precyzyjna, roztwór musi być przygotowany w kolbie miarowej, a nie na przykład w zlewce. Do przenoszenia ściśle określonych i dokładnych objętości roztworów należy wykorzystywać w pierwszej kolejności pipety jednomiarowe. Dlatego czynności laboratoryjne przygotowania roztworu przez rozcieńczenie obejmują kolejno:

- obliczenie objętości pipet i kolb miarowych potrzebnych do przygotowania roztworu
- odmierzenie za pomocą pipety porcji roztworu i przeniesienie go do kolby miarowej
- uzupełnienie wodą roztworu w kolbie do kreski oraz jego wymieszanie.

W miarę możliwości, aby nie kumulować błędów, należy tak dobierać objętości stosowanych kolb i pipet, żeby unikać sytuacji, w której na przykład do kolby odmierza się dwie porcje roztworu po 10 cm^3 zamiast użyć pipety o pojemności 20 cm^3 bądź kolby miarowej o dwa razy mniejszej objętości. Często stosowaną procedurą jest przygotowanie roztworów przez kolejne rozcieńczanie otrzymanywanych roztworów.

Uwaga: Szczegółowe zasady posługiwania się szkłem laboratoryjnym opisano przy okazji omawiania poszczególnych naczyń i powinny być przestrzegane na każdym etapie pracy.

Przykład 1. Jak przygotować 50 cm^3 roztworu HCl o stężeniu $0,05\text{ mol/dm}^3$ dysponując jego $0,1\text{ M}$ roztworem?

W celu sporządzenia zadanego roztworu należy przygotować pipetę jednomiarową o objętości 25 cm^3 i za jej pomocą odmierzyć porcję roztworu kwasu solnego o stężeniu $0,1\text{ mol/dm}^3$, a

następnie przenieść go do kolby miarowej o objętości 50cm^3 i uzupełnić objętość kolby wodą destylowaną do kreski. W trakcie przygotowywania roztworów należy pamiętać o przelaniu porcji około 50 cm^3 $0,1\text{ M}$ kwasu do osobnej zlewki, dwukrotnym przemyciu pipety tym roztworem kwasu, błędzie paralaksy, kalibracji pipety "na wylew", dokładnym wymieszaniu otrzymanego roztworu oraz o możliwej kontrakcji objętości w kolbie.

Przykład 2. Jak przygotować roztwór NaOH o stężeniu $0,02\text{ mol/dm}^3$ dysponując jego $0,1\text{ M}$ roztworem oraz pipetami jednomiarowymi o pojemnościach 10 i 20 cm^3 ?

Mając do dyspozycji pipetę o pojemności 10 cm^3 potrzebna będzie kolba miarowa o pojemności 50 cm^3 . Po przeniesieniu do niej porcji 10 cm^3 $0,1\text{ M}$ roztworu zasady i uzupełnieniu wodą do kreski otrzymamy 50 cm^3 roztworu zasady o stężeniu $0,02\text{ M}$. Alternatywnie można przygotować 100 cm^3 roztworu o stężeniu $0,02\text{ M}$ wykorzystując pipetę o pojemności 20 cm^3 oraz kolbę miarową o pojemności 100 cm^3 . Wybrany wariant będzie zależał od potrzebnej do dalszych działań objętości przygotowywanego roztworu.

Przykład 3. Do pomiarów przewodności na pewnym stanowisku wykorzystuje się zlewki pomiarowe o objętości około 20 cm^3 . Jakie czynności należy wykonać, aby zmierzyć przewodność trzech roztworów octanu sodu o stężeniach $0,1$, $0,01$ i $0,002\text{ mol/dm}^3$. Na stanowisku dostępny jest w butelce zbiorczej roztwór CH_3COONa o stężeniu $0,1\text{ mol/dm}^3$, kolby miarowe 50 cm^3 oraz pipety jednomiarowe 5 i 10 cm^3 .

Roztwór soli o stężeniu $0,1\text{ M}$ najwygodniej jest przelać z butelki zbiorczej do zlewki pomocniczej. Przybliżona objętość przelanego roztworu powinna wynieść około 30 cm^3 . Z tej zlewki można bezpośrednio przelać około 20 cm^3 roztworu do zlewki pomiarowej nr 1. Pozostałe 10 cm^3 zostanie wykorzystane na przepłukanie pipety o objętości 5 cm^3 i odmierzenie za jej pomocą porcji $0,1\text{ M}$ roztworu i przeniesienie go do kolby miarowej o objętości 50 cm^3 . Po uzupełnieniu wodą do kreski i wymieszaniu w kolbie uzyskamy roztwór o stężeniu $0,01\text{ mol/dm}^3$. Porcję około 20 cm^3 tego roztworu przelewamy do zlewki pomiarowej nr 2. Pozostałą część wykorzystujemy do otrzymania trzeciego roztworu. W tym celu do kolby z roztworem $0,01\text{ M}$ zanurzamy pipetę o objętości 10 cm^3 i po uprzednim przepłukaniu odmierzamy nią porcję roztworu, którą przenosimy do drugiej kolby miarowej o objętości 50 cm^3 . Po uzupełnieniu w drugiej kolbie objętości wodą do kreski otrzymujemy roztwór o stężeniu $0,002\text{ mol/dm}^3$. Roztwór ten przelewamy w ilości około 20 cm^3 do zlewki nr 3, a następnie wykonujemy pomiary przewodności w zlewkach pomiarowych 1-3.

Sporządzenie roztworu o znanym stężeniu przez rozpuszczenie odważki.

Roztwory mianowane można otrzymywać w wygodny sposób przez odważenie odpowiedniej ilości substancji, a następnie jej rozpuszczenie w precyzyjnie określonej objętości roztworu, a więc w kolbie miarowej. Ponieważ naczyń miarowych nie wolno ogrzewać, a rozpuszczanie substancji bezpośrednio w kolbach nie jest zbyt wygodne pomocniczo do rozpuszczania stosuje się zlewki.

Czynności laboratoryjne podczas przygotowania roztworu obejmują kolejno:

- obliczenie masy odważanej substancji oraz objętości kolby miarowej
- odważenie odpowiedniej ilości substancji
- przeniesienie odważki do zlewki i rozpuszczenie jej w jak najmniejszej porcji wody (z ewentualnym podgrzaniem roztworu)
- ilościowe przeniesienie roztworu ze zlewki do kolby miarowej
- uzupełnienie wodą roztworu w kolbie do kreski oraz jego wymieszanie.

Uwagi: W trakcie ważenia należy zwrócić uwagę, czy dokładność wagi jest wystarczająca do przygotowania roztworu o zadanym stężeniu. Czasem należy przygotować roztwór o stężeniu większym, a następnie kolejno go rozcieńczyć do uzyskaniażądanego stężenia.

Podczas rozpuszczania substancji w zlewce należy zwrócić uwagę, aby objętość dodawanej wody nie była zbyt duża, tak aby łączna objętość roztworu nie przekroczyła pojemności zastosowanej kolby miarowej. Ilościowe przeniesienie roztworu oznacza, że po przelaniu roztworu ze zlewki do kolby miarowej należy do zlewki wlać niewielką ilość wody z tryskawki opłukując dokładnie ścianki zlewki, a następnie roztwór dolać do kolby miarowej. Takie opłukiwanie naczynia należy powtórzyć co najmniej dwa razy. Jeżeli dodatkowo używana była bagietka lub lejek, to ich powierzchnie także powinny być opłukane wodą z tryskawki a roztwór umieszczony w kolbie. Oznacza to, że porcje wody użyte zarówno do rozpuszczenia jak i do opłukiwania zlewki i sprzętu należy tak dobrać, aby w kolbie miarowej zostało jeszcze trochę miejsca na dokładne dolanie do kreski. W przypadku roztworów o dużych stężeniach należy zwrócić szczególną uwagę na kontrakcję objętości i ewentualnie powtórzyć dolewanie roztworu do kreski.

5. Obsługa podstawowego sprzętu pomiarowego.

5.1. Zespolona elektroda pH.

Zespolona elektroda szklana służy do pomiaru pH czystych cieczy i roztworów o niewielkiej zawartości osadów. Podczas pomiaru mierzona jest aktywność jonów wodorowych w badanym roztworze. Elektroda zespolona zawiera dwie elektrody: odniesienia i pomiarową, które są zespolone w jednej obudowie zewnętrznej. Elektroda odniesienia ma stały potencjał i w stosunku do niej następuje porównanie potencjału elektrody pomiarowej, który zależy od badanego roztworu. Wartości te są przeliczane na jednostki pH za pomocą danych uzyskanych podczas kalibracji we wzorcowych roztworach buforowych. Elementem pomiarowym jest jonoczuła membrana szklana o kulistym kształcie stanowiąca końcową część elektrody pomiarowej. Nad membraną znajduje się ceramiczny łącznik elektrolityczny, w postaci niewielkiego punktu wtopionego w szkło, stanowiący część elektrody odniesienia. Łącznik ten jest elementem przepuszczalnym, przez który podczas pomiaru następuje kontakt roztworu badanego z elektrolitem znajdującym się w elektrodzie odniesienia, stąd musi być on zanurzony podczas pomiaru w roztworze badanym. Na końcu elektrody nasadzony jest pojemniczek z tworzywa z nasyconym roztworem KCl, który zapewnia aktywność membrany i przedłuża żywotność elektrody. Przed przystąpieniem do pomiaru lub kalibracji należy ten pojemniczek zdjąć. W tym celu należy przytrzymać jego nakrętkę i odkręcić pojemniczek na tyle żeby wystarczająco poluznić pierścień uszczelniający, co umożliwi zsuniecie pojemniczka z elektrody wraz z poluzowaną nakrętką i uszczelką. Podczas przechowywania elektrody pojemnik powinien być nasunięty na elektrodę i mieć dokręconą nakrętkę co uszczelni połączenie.

Zasady postępowania z elektrodą.

1. Elektrode należy chronić przed stłuczeniem. Elektroda ze stłuczoną, pękniętą lub uszkodzoną membraną nie nadaje się do użytku.
2. Końcówkę elektrody należy przetrzymywać w nasuniętym pojemniku z nasyconym roztworem KCl. Pozostawienie membrany "na sucho" po kilkunastu minutach zmniejsza jej zdolność pomiarową, a po kilku godzinach aktywność membrany zanika całkowicie powodując nieodwracalne uszkodzenie elektrody. Należy zwracać uwagę na poziom płynu w pojemniczku ochronnym i okresowo go uzupełniać.
3. Membrana elektrody powinna być bezwzględnie czysta. Po każdym pomiarze należy wypłukać elektrodę wodą destylowaną. W przypadku pomiarów z tłuszczami lub osadami elektrodę należy wypłukać najpierw rozpuszczalnikiem lub innym związkami

rozpuszczającym tworzące się osady, dobranym w zależności od ich składu, a następnie wodą destylowaną.

4. Używanie elektrody do pomiaru pH cieczy ze znaczną ilością osadów może spowodować zatkanie łącznika i spowodować "skakanie" lub "pełzanie" wyniku, a w krańcowym przypadku całkowicie uniemożliwić pomiar lub uszkodzić elektrodę.

Kalibracja. Parametry elektrody zespolonej ulegają zmianom w czasie. Zmienia się sprawność i aktywność membrany szklanej oraz zmianom może ulegać potencjał elektrody odniesienia na skutek zmiany składu lub zanieczyszczenia elektrolitu w elektrodzie. Dlatego po podłączeniu elektrody do pH-metru należy ją skalibrować na wzorcowe roztwory buforowe zgodnie z instrukcją obsługi używanego pH-metru. Dopiero wówczas można wykonywać serie pomiarowe. Pomiar bez uprzedniej kalibracji może być obarczony znacznym błędem.

Pomiar. Elektrodę podłączamy do pH-metru, zdejmujemy naczynie ochronne, opłukujemy elektrodę i po jej wykalibrowaniu wykonujemy pomiary. Przed zanurzeniem w badanym roztworze należy zwrócić uwagę, czy wprowadzenie wody nie wpłynie na parametry pomiaru i ewentualny nadmiar wody należy usunąć za pomocą kawałków bibuły osuszając delikatnie elektrodę. W celu pomiaru bądź kalibracji należy zanurzyć elektrodę w badanym roztworze na taką głębokość, aby łącznik znajdował się poniżej poziomu badanego roztworu, a elektrolit znajdujący się wewnątrz elektrody powyżej. W praktyce elektrodę zanurza się na głębokość około 3 cm i najczęściej do jednostkowego pomiaru wystarczają zlewki o pojemności około 20 ml, które napełnia się cieczą badaną do 1/3 ich wysokości. Należy pamiętać, że podczas wykonywania pomiarów w naczyniu, nie wolno dotykać elektrodą jego dna lub boków oraz trzymać elektrody za kabel. Drgania elektrody podczas pomiaru mogą powodować błędne wskazania mierzonych wartości pH. Dlatego elektroda powinna być zawieszona nieruchomo w odpowiednim statywie. Niedopuszczalne jest wykonywanie pomiarów elektrodą trzymaną w ręce. Elektroda zespolona wykazuje pewną bezwładność zależną od siły jonowej mierzonego roztworu. Po zanurzeniu elektrody w badanym roztworze należy odczekać do czasu ustabilizowania się wskazywanego wyniku. W praktyce, czas potrzebny na ustabilizowanie się wyniku wynosi od co najmniej 30 sekund do kilku minut. Szczególną uwagę należy na to zwrócić podczas kalibracji, gdzie odpowiednio długi czas stabilizacji jest kluczowy dla precyzji pomiarów. Bezpośrednio po zakończonym pomiarze należy elektrodę wyjąć z naczynia i dokładnie opłukać w wodzie destylowanej. Ponieważ silnie alkaliczne roztwory mogą uszkodzić membranę szklaną, szczególnie istotne jest jak najkrótsze trzymanie elektrody w roztworach o $\text{pH} > 12$ i jak najszybsze ich wyciągnięcie i opłukanie. Po zakończeniu pomiarów należy ostrożnie nasunąć pojemniczek ochronny na elektrodę i w celu uszczelnienia dokręcić go trzymając nakrętkę.

5.2. Czujnik konduktometryczny

Jest to system dwóch elektrod platynowych w postaci dwóch pierścieni lub blaszek umieszczonych wewnątrz szklanej celi pomiarowej. Elektrody pokryte są czernią platynową w celu zwiększenia ich aktywnej powierzchni, redukcji występowania niekorzystnego zjawiska polaryzacji elektrod oraz zmniejszenia wpływu objętości na impedancję czujnika. Szklana celda ogranicza wpływ ścianek naczynia na wynik pomiaru. Małe otwory w górnej części celi umożliwiają usuwanie powietrza z celi pomiarowej. Typowa konstrukcja czujnika oraz użyte materiały umożliwiają pomiar przewodności roztworów wodnych w szerokim zakresie wartości przewodności od $1\mu\text{S}/\text{cm}$ do $100\text{mS}/\text{cm}$. Pomiary konduktometryczne posiadają wiele zalet takich jak łatwa kalibracja, duża powtarzalność, możliwość pomiarów w szerokim zakresie temperatur i ciśnień. Główną wadą pomiarów konduktometrycznych jest duży wpływ temperatury na pomiar.

Kalibracja czujnika. Charakterystyczną cechą czujnika konduktometrycznego jest jego stała K. Jej wartość jest określana w cm^{-1} i zazwyczaj podawana jest przez producenta na korpusie czujnika lub na przewodzie podłączeniowym. Typowe wartości stałej naczynka konduktometrycznego oscylują w granicach $1.0 \pm 0,2 \text{ cm}^{-1}$. Pod wpływem długotrwałego użytkowania lub zanieczyszczenia efektywna powierzchnia elektrod zmniejsza się prowadząc do zmiany stałej naczynka. Dlatego przed pomiarami przewodności właściwej za pomocą czujnika konduktometrycznego należy zmierzyć jego stałą naczynka przez wykonanie pomiaru przewodności wzorcowego roztworu, najczęściej KCl, o znanym stężeniu i temperaturze i porównaniu otrzymanej wartości z tablicową przewodnością właściwą tego roztworu.

Pomiar. Czujnik opłukujemy przemywając cele pomiarową dokładnie wodą destylowaną. W tym celu można dodatkowo wykorzystać otwory w górnej części celi przelewając przez nie silny strumień wody z tryskawki. Czujnik osuszamy paskami bibuły i jeśli to możliwe przepłukujemy niewielką ilością roztworu badanego. Następnie czujnik zanurzamy w badanym roztworze i odczytujemy wynik. Stabilizacja wyniku powinna być praktycznie natychmiastowa. Należy uważać aby czujnik nie dotykał dna ani ścianek naczynia. Zalecane jest użycie odpowiedniego statywu. Należy również zwrócić uwagę aby elektrody pomiarowe były zanurzone w cieczy, a w celi pomiarowej nie było pęcherzyków powietrza. Praktycznie w typowych czujnikach konduktometrycznych minimalny poziom zanurzenia zapewniający optymalne warunki pomiaru to 3-4 cm. W przypadku zaobserwowania problemów ze stabilizacją wyników lub ich "płynięciem" zaleca się mieszanie próbki za pomocą mieszadła magnetycznego, tak aby ujednorodnić roztwór i zapewnić jego wymianę w celi pomiarowej.

Przechowywanie. Elektrody w czujniku powinny być utrzymywane w czystości. Osady mogą powodować uszkodzenie ich powierzchni, która nie może być czyszczona ręcznie, dlatego roztwory zawierające nierozpuszczalne zanieczyszczenia powinny być przefiltrowane przed pomiarem. Po pomiarach czujnik powinien być dokładnie opłukany a następnie umieszczony w buteleczce wypełnionej wodą destylowaną, tak aby elektrody były całkowicie zanurzone.

Opracował: dr hab. inż. Maciej Dranka, dr inż. Andrzej Ostrowski