

Bezpečnostní předpisy a organizace práce v základním praktiku z analytické chemie

I. Bezpečnost práce v praktiku

1. Základním bezpečnostním pravidlem je vědět **CO** děláme a **PROČ** tak činíme.
2. V průběhu praktika je třeba důsledně zachovávat bezpečnost práce – neohrozit ani sebe, ani ostatní.
3. Pravidla bezpečnosti práce visí na nástěnce u vchodu do laboratoře. V den zahájení praktika potvrdí posluchači jejich znalost podpisem.
4. Do laboratoře mají přístup pouze posluchači, kteří mají laboratorní cvičení. V žádném případě nesmějí do laboratoře přicházet návštěvy kolegů či jiných osob.
5. V laboratoři se nejí, nepije, nekouří, nežvýká a nepoužívají se mobilní telefony.
6. V laboratoři se neustále nosí ochranné brýle.
7. V laboratoři se používají přezůvky (nikoliv však pantofle) a laboratorní plášť (vždy zapnutý).
8. Pipetuje se zásadně **POUZE** pomocí balónek a pipetovacích nástavců. **NIKDY** ne ústy (ani destilovanou vodou).
9. Každou případnou nehodu či úraz je třeba **OKAMŽITĚ** hlásit pedagogickému doзору.
10. Těhotná studentka **NESMÍ** praktikum absolvovat.

II. Organizace práce v praktiku

1. Pracovní doba praktika je od 13.00 do 17.00 hod.
2. Čas od 17.00 do 17.30 hod je určen pro úklid laboratoře.
3. Oděv a tašky patří do skříňky na chodbě (cennosti a větší peněžní obnosy zanechejte raději doma). Do laboratoře si vezměte pouze psací potřeby, laboratorní deník a kalkulačku. Klíče od skříňky se vyzvedávají z desky u pedagogického doзору.
4. Na plášti noste vždy přidělený identifikační štítek s Vaším jménem a kódem. Štítek neztraťte, na konci semestru jej vrátíte.
5. Před započítím vlastní práce si zkontrolujte pracovní stůl podle seznamu (seznam nepodepisujte a neodnášejte). Případné závady (rozbité nebo chybějící části) ihned nahlase laborantovi. Součástí některých úloh je speciální chemické nádobí a pomůcky, které jsou u příslušné úlohy nebo v pracovním stole. Po ukončení práce dbejte na to, aby nedošlo k záměně tohoto nádobí a pomůcek.
6. Každý zodpovídá za své pracovní místo. Protože jste v analytické laboratoři, pracujte s úzkostlivou čistotou. Stoly udržujte stále čisté (rozlité roztoky ihned utřete hadrem) a věci na stole mějte řádně uspořádány.
7. Po ukončení práce umyjte použité laboratorní nádoby, srovnejte stůl podle seznamu a nákresu a uklizený pracovní stůl předejte laborantovi.
8. Po předání stolu si vyzvedněte věci ze skříňky, kterou uzamkněte a klíč vraťte na desku u pedagogického doзору.
9. Ve stole ani ve skřínce na chodbě neponechávejte své věci. Každý den jsou stůl a skříňka obsazeny jiným posluchačem.

10. Za úklid laboratoře jsou odpovědní poslední tři posluchači, kteří jsou v laboratoři. Pokyny k úklidu jsou vyvěšeny na digestoři.

III. Obecné připomínky k práci

1. Před vstupem do praktika je zcela nezbytné provést domácí přípravu prostudováním si návodu k práci, případně provedením příslušných výpočtů a úvah.
2. Čas pro práci v praktiku je omezený a je nutno jej maximálně využít.
3. Úlohy provádí každý posluchač sám za sebe.
4. Výsledky práce si v praktiku zaznamenávejte do laboratorního deníku, teprve později vypracujete řádný protokol, jenž odevzdáte na počátku příštího praktika.
5. Pevné vzorky se váží zásadně na analytických vahách, kapalně vzorky se odměřují nedělenými pipetami.
6. K odměřování reagensů postačují odměrné válce.
7. Některé potřebné roztoky naleznete v digestoři, případně si je musíte připravit vhodným naředěním koncentrovaných chemikálií. Žíraviny a amoniak nalévejte pouze v digestoři.
8. Rozbité sklo patří do speciální nádoby pod sušárnu. Rozbité sklo se hlásí laborantovi a rozbité sklo se platí.
9. Při práci s analytickými vahami pracujte jemně a s úzkostlivou čistotou. Případné rozsypané látky ihned odstraňte štětcem (k vyzvednutí u pedagogického dozoru). Po každém vážení se zapište do sešitu u příslušných vah.
10. Zbytečně neplýtvajte destilovanou vodou; čištěné nádoby je účinnější vypláchnout stříčkou.
11. Návody nevyjímejte z ochranných obalů ani z vazby a neodnášejte z praktika. (Návody jsou k dispozici na www.natur.cuni.cz/analchem/.)

IV. Vzorky

1. Vzorky k jednotlivým stanovením se vyzvedávají u pedagogického dozoru.
2. Vzorky v odměrných baňkách doplňte před vlastním stanovením destilovanou vodou po rysku a řádně promíchejte.
3. U některých kvantitativních úloh musíte před započítím stanovení provést kvalitativní rozbor vzorku.
4. V případě potřeby dalšího množství vzorku se obračejte na laboranty.
5. Po ukončení práce lahvičku od vzorku umyjte, vypláchněte destilovanou vodou a po sejmutí štítku odložte na nosítka u dveří do laboratoře.
6. Zbytky vzorků obsahující jedy (rtuť, arsen, antimon) se ukládají do dózy na nosítkách u dveří do laboratoře.
7. Zbytky kapalných vzorků a roztoků obsahujících kyanidy se slévají do láhve k tomu určené, umístěné v digestoři.
8. Zbytky organických rozpouštědel (amylalkohol, chloroform) se slévají do láhve na organický odpad na nosítkách u dveří do laboratoře.

Protokol z analytického praktika

Výsledky jednotlivých praktických úloh provedených v analytickém praktiku se odevzdávají zásadně pouze formou protokolu. Protokol shrnuje všechny potřebné údaje a výpočty vedoucí k závěru s výsledkem stanovení. Protokol se píše na volné listy formátu A4, čitelně a bez přepisování (s jednoduchým škrtnutím při omylu). Jednotlivé listy se vzájemně sešijí. Protokol začíná normalizovanou hlavičkou, která je k dispozici v podobě razítka u pedagogického dozoru. Protokol má zpravidla tyto části:

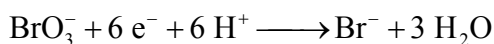
1. *Teoretický princip* – v němž se stručně uvede princip stanovení (chemické rovnice, instrumentální metoda použitá pro stanovení) a případně i vzorec vedoucí k vyjádření množství stanovované látky.
2. *Popis vzorku* – v němž se stručně charakterizuje vzhled a složení vzorku vzatého ke stanovení.
3. *Popis práce* – stručně se popíše postup práce (vždy v minulém čase, buď v 1. osobě nebo v trpném rodě).
4. *Naměřené hodnoty, výpočty* – prezentované nejlépe ve formě tabulky. Uvedou se množství vzorku použité ke stanovení (navážka, pipetáž), koncentrace a faktor odměrného roztoku, spotřeby odměrného roztoku apod., a jim odpovídající vypočítané výsledky jednotlivých stanovení. Uvedené hodnoty je třeba uvádět ve správném tvaru, včetně příslušných jednotek. Proveďte se i příslušné statistické zhodnocení výsledků.
5. *Statistické vyhodnocení* – umožňuje vyloučit odlehlé výsledky, vypočítat interval spolehlivosti a relativní odchylku stanovení.
6. *Závěr* – uvede se ve formě jednoduché, jasně formulované věty o výsledku stanovení ve formátu požadovaném v zadání, včetně příslušných jednotek.
7. *Graf* – součástí protokolu může být i graf kreslený na milimetrovém papíru nebo vytvořený v počítači. Součástí každého grafu musí být jasný popis o jaký graf se jedná (např. závislost absorbance komplexu Fe-fenathrolin na vlnové délce). Jednotlivé osy musí mít jasný popis včetně jednotek. Rozměry os musí být voleny tak, aby graf zaujímal co největší plochu.

Vzorový protokol

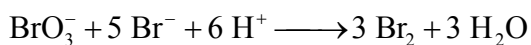
Katedra analytické chemie PŘF UK			
Příjmení:	Novák	Datum:	23. listopadu 2003
Jméno:	Jan	Obor:	Analytická chemie
Kód studenta:	15	Ročník:	II.
Kód úlohy:	BrT	Hodnocení:	
Název úlohy:	Bromátometrické stanovení oxidu arsenitého.		

Teoretický princip

Titrace bromičnanem draselným (bromátometrie) patří mezi oxidačně-redukční odměrné metody. Při stanovení se využívají oxidační vlastnosti bromičnanu, který je redukujícími látkami redukován na bromid

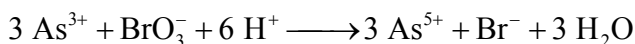


Jakmile je redukující látka zcela zoxidována, reaguje nadbytečný bromičnan s bromidem v roztoku za vzniku elementárního brómu.



Uvolněný bróm rozrušuje strukturu methylové oranže nebo methylové červeně, které se do roztoku přidávají jako indikátor, takže se roztok v bodě ekvivalence odbarví.

V silně kyselém prostředí lze za zvýšené teploty snadno oxidovat bromičnanem arsenité soli na soli arseničné podle rovnice



Procentuální obsah oxidu arsenitého ve vzorku se vypočítá s ohledem na stechiometrii reakce:

$$n_{\text{KBrO}_3} = c_{\text{KBrO}_3} f_{\text{KBrO}_3} \frac{V_{\text{KBrO}_3}}{1000}$$

$$n_{\text{As}^{3+}} = 3 n_{\text{KBrO}_3}$$

$$n_{\text{As}_2\text{O}_3} = \frac{n_{\text{As}^{3+}}}{2} = \frac{3}{2} n_{\text{KBrO}_3} = \frac{3}{2} c_{\text{KBrO}_3} f_{\text{KBrO}_3} \frac{V_{\text{KBrO}_3}}{1000}$$

$$m_{\text{As}_2\text{O}_3} = n_{\text{As}_2\text{O}_3} M_{\text{As}_2\text{O}_3}$$

$$p_{\text{As}_2\text{O}_3} = \frac{m_{\text{As}_2\text{O}_3}}{m} \cdot 100 = \frac{3}{2} \frac{c_{\text{KBrO}_3} f_{\text{KBrO}_3} V_{\text{KBrO}_3} M_{\text{As}_2\text{O}_3}}{1000 m} \cdot 100$$

- kde $p_{\text{As}_2\text{O}_3}$ – procentuální obsah oxidu arsenitého ve vzorku (%),
 c_{KBrO_3} – molární koncentrace odměrného roztoku bromičnanu draselného (mol mL^{-1}),
 V_{KBrO_3} – spotřeba odměrného roztoku bromičnanu draselného (mL),
 f_{KBrO_3} – faktor odměrného roztoku bromičnanu draselného,
 $M_{\text{As}_2\text{O}_3}$ – molární hmotnost oxidu arsenitého ($197,84 \text{ g mol}^{-1}$),
 m – navážka vzorku (g).

Popis vzorku

Vzorek číslo 15BrT byl bílý, sypký prášek, uchovávaný ve zkumavce uzavřené korkovou zátkou.

Postup práce

Do titrační baňky jsem odvážil asi 0,1 g vzorku přesně a rozpustil jej ve 4 mL roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 4 mol mL^{-1} . Poté jsem přidal 20 mL roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 6 mol mL^{-1} a směs zředil vodou na 100 mL. Přidal jsem 2 kapky methylové červeně, roztok zahřál na $60 \text{ }^\circ\text{C}$ a titroval jej odměrným roztokem bromičnanu draselného o koncentraci $0,015 \text{ mol mL}^{-1}$ ($f = 1,0747$) až do odbarvení.

Naměřené hodnoty, výpočty

Titrační činidlo: $0,015 \text{ mol mL}^{-1} \text{ KBrO}_3$ ($f = 1,0747$).

číslo stanovení	m g	V_{KBrO_3} ml	$p_{\text{As}_2\text{O}_3}$ %
1	0,1139	18,90	79,38
2	0,1197	20,40	81,53
3	0,1120	19,00	81,16
4	0,1344	22,80	81,16

Statistické vyhodnocení

Uspořádání výsledků: $79,38 < 81,16 \leq 81,16 < 81,53$

$$R = 81,53 - 79,38 = 2,15$$

$$Q_1 = \frac{81,16 - 79,38}{2,15} = 0,828$$

Protože $Q_{K, n=4} = 0,765 < Q_1$ je výsledek 1. stanovení vyloučen jako odlehlý.

Znovu uspořádání výsledků: $81,16 \leq 81,16 < 81,53$

$$R = 81,53 - 81,16 = 0,37$$

$$\bar{x} = 81,16$$

$$s = k_3 \cdot R = 0,591 \cdot 0,37 = 0,22$$

$$s_r = \frac{0,22}{81,16} = 0,0027$$

$$L_{1,2} = K_3 \cdot R = 1,30 \cdot 0,37 = 0,48$$

Závěr

Vzorek číslo 15BrT obsahoval $81,16 \pm 0,48$ % oxidu arsenitého ($s_r = 0,27$ %).

Bezpečnostní předpisy pro chemické laboratoře

Tyto předpisy jsou výtahem z ČSN 01 9003, pořízeným podle konkrétních podmínek pracovišť. Většina jejich ustanovení je doslovnou citací této normy. Další doporučující předpisy, přicházející v úvahu pro chemické laboratoře, zahrnují zejména:

ČSN 65 0201 – Hořlavé kapaliny

ČSN 73 5195 – Výstavba a úprava chemických laboratoří

ČSN 07 8305 – Ocelové láhve se stlačenými a zkapalněnými plyny

ČSN 34 1720 – Rentgenové záření a pracoviště

ČSN 34 1730 – Radioaktivní látky

ČSN 34 1730 – Elektrická zařízení

ČSN 34 3500 – První pomoc při úrazech elektřinou

ČSN 34 6601 – Plynové spotřebiče

Vyhláška 50/1979 Sb. – odborná způsobilost v elektrotechnice

Nařízení vlády 10/1999 Sb. – o jedech a některých jiných látkách

Nařízení vlády 114/1999 Sb. – o jedech a nakažlivých chorobách a škůdcích

Zákon 157/1998 Sb. – o chemických látkách a přípravcích

Vyhláška 110/1975 a 274/1999 Sb. – o pracovních úrazech

Vyhláška 204/1994 Sb. – o poskytování osobních ochranných prostředků

Nařízení vlády 252/1992 Sb. – o poskytování zvláštních příplatků ve zdraví škodlivých podmínkách

Příslušné předpisy jsou k dispozici u bezpečnostního technika fakulty a u odborných referentů bezpečnosti práce jednotlivých oborů. Všichni zaměstnanci, kteří mají přístup do chemických laboratoří, musí být **prokazatelně** seznámeni s předpisy, přicházejícími v úvahu podle pracovního zařazení, jsou povinni tyto předpisy dodržovat a počínat si v souladu se svojí odbornou kvalifikací i v těch situacích, které nejsou doslovně dány předpisem. Dále jsou povinni účastnit se pravidelných školení bezpečnosti práce. Kontrolu těchto opatření provádějí vedoucí kateder a samostatných pracovišť nebo jimi pověřeni zaměstnanci.

1. Bezpečnost práce v chemické laboratoři vyžaduje dodržování bezpečnostních opatření, odpovídajících povaze prostředí a látek, s nimiž se pracuje.
2. Laboratoře musí být vybaveny dostatečným počtem hasicích přístrojů, které musejí být umístěny na viditelném a přístupném místě a pravidelně kontrolovány odbornými pracovníky.
3. Laboratoře musejí být vybaveny dostatečným množstvím vhodných pracovních ochranných pomůcek (brýle, štíty, rukavice, zástěry, apod.), které musejí být udržovány ve funkčním stavu. Zaměstnanci musejí být **prokazatelně** s užíváním ochranných pomůcek seznámeni. Vedoucí laboratoře určí zaměstnance, který odpovídá za stav pomůcek.
4. Laboratoře musí být vybaveny prostředky pro poskytování první pomoci podle charakteru provozu (lékárničky).

5. Chemikálie musí být ukládány v uzavřených nádobách (obalech) z vhodného materiálu a označeny přesným názvem nebo vzorcem. Uskladnění a manipulace s jedy musí být prováděna v souladu s nařízením vlády 192/88 Sb.
6. Nádoby s kapalinami se musí chránit před přímými slunečními paprsky a ohřevem.
7. Alkalické kovy musí být ukládány pod ochrannou vrstvou inertního rozpouštědla, bílý fosfor pod ochrannou vrstvou vody. Úbytek kapalin se musí doplňovat.
8. Rtuť se musí přechovávat pouze v nerozbitných nádobách. Množství nad 3 kg pouze v ocelových láhvích se šroubovým uzávěrem.
9. Látky, jejichž smícháním může být způsobena nebezpečná reakce, se musí ukládat odděleně.
10. V laboratořích musí být udržována čistota a pořádek. Únikové cesty musejí být udržovány trvale volné.
11. Zaměstnanci musejí být seznámeni se zacházením s hasicími přístroji, s požárními poplachovými směrnicemi a s tím, jak se chovat při úniku jedovatých plynů.
12. Laboratorní nádobí se nesmí používat k jídlu, pití a k přechovávání potravin. Poživatiny nesmí být přechovávány v chladničkách určených pro laboratorní použití.
13. Vyžaduje-li to charakter práce, musí se při práci používat ochranné pomůcky.
14. Každý zaměstnanec, který po skončení práce opouští laboratoř, se musí přesvědčit, zda je pracoviště v bezpečném a požárně nezávadném stavu
15. Do odpadního potrubí je zakázáno vylévat rozpouštědla, která se nemísí s vodou, dále jedy, látky výbušné, louhy, koncentrované silné kyseliny, amoniak, perhydrol a takové látky a jejich roztoky, které stykem s vodou, kyselinami nebo louhy uvolňují jedovaté nebo dráždivé plyny. Rovněž je zakázáno vylévat do odpadního potrubí biologický odpad.
16. Do odpadního potrubí se smějí vylévat v omezeném množství jednorázově nejvýše 0,5 L (po zředění vodou alespoň 1:10 rozpouštědla s vodou dokonale mísitelná a kyseliny a louhy zředěné nejméně 1:30 vodou).
17. Zbytky sodíku se likvidují rozpouštěním v ethanolu a vylitím roztoku do odpadního potrubí po patřičném zředění vodou.
18. Nádobí, které je znečištěno látkami zdraví nebezpečnými, musí být očištěno před předáním k umytí. Je zakázáno dávat k umytí poškozené nádobí.
19. Obsah olejové lázně se musí při zahřívání chránit před stykem s vodou a jinými kapalinami.
20. Střepy a jiné odpadky s ostrými hranami musí být odkládány do zvláštní odpadní nádoby.
21. Při práci s vakuem nebo přetlakem ve skle se musí používat jen vhodné nepoškozené nádobí, jehož odolnost vůči vakuu nebo přetlaku musí být předem přezkoušena. Aparatura musí být zakryta štítem nebo drátěnou sítí.
22. Při práci s látkami škodlivými zdraví je třeba dbát, aby nedocházelo k jejich styku s pokožkou, dýchacími orgány, atd.
23. Veškerou manipulaci s látkami dýmavými, zapáchajícími, dráždivými a jedovatými je dovoleno provádět jen v digestoři s dostatečným odtahem.
24. Látky, jejichž rozpouštěním se uvolňuje teplo, se musí rozpouštět po částech za míchání a chlazení.
25. Při destilaci nízkovroucí hořlaviny se musí kontrolovat přívod vody do chladiče a odstranit z okolí všechny jiné hořlaviny do bezpečné vzdálenosti.

26. Při rozliti hořlaviny je nutno okamžitě zhasnout otevřený oheň, vypnout elektrický proud (v laboratoři) opustit místnost a postarat se o důkladné vyvětrání. Kapalina se asanuje vhodným porézním materiálem. Nepolární rozpouštědla se nesmějí roztírat na plastické hmotě (nebezpečí statické elektřiny).
27. Je zakázáno vytápět laboratoře přímým plamenem.
28. Hořlaviny je možno přechovávat v laboratoři pouze v množství, určeném pro bezprostřední použití.
29. Není dovoleno nechávat hořet kahany bez dozoru.
30. Při zjištění závady na plynovém spotřebiči nebo na instalaci je nutno příslušný úsek uzavřít a zajistit opravu.
31. Ocelové láhve se stlačenými plyny je nutno zajistit proti pádu třmeny, řetízky nebo uchycením ve stojanu. Vzdálenost ocelové láhve od otevřeného ohně musí být nejméně 3 m.
32. Místnosti, v nichž jsou ocelové láhve s plyny, musí být na dveřích označeny tabulkou s označením druhu plynu.
33. Plyny se smějí vypouštět z láhví pouze přes redukční ventil, určený pro daný plyn.
34. V laboratoři smějí být uloženy v blízkosti pracoviště nejvýše 2 láhve stejného druhu plynu. Láhve nesmějí být skladovány na volně přístupných místech.
35. V případě požáru je nutno z pracoviště nejprve odstranit ocelové lahve.
36. Uvnitř budovy smějí být ocelové láhve transportovány jedinečně na vozíku a s našroubovaným kloboučkem.
37. Osoby bez elektrotechnické kvalifikace mohou:
 - a) samostatně obsluhovat jednoduchá elektrická zařízení provedená tak, že při jejich obsluze nemohou přijít do styku s částmi pod napětím vyšším než 50 V.
 - b) pracovat v blízkosti části pod napětím jen při dodržování bezpečných vzdáleností.
38. Opravovat, udržovat a rozšiřovat elektrické spotřebiče a instalaci elektrické energie je dovoleno pouze osobám s příslušnou kvalifikací.
39. Tam, kde je pro objekt, budovu nebo její část vyhlášen zákaz kouření, musí být tento zákaz dodržován. Určené prostory, kde je dovoleno kouřit, musí být zřízeny v bezpečném prostředí, nesmějí být komunikačně spojeny s prostory, kde se předpokládá nebezpečí výbuchu nebo požáru a musí být zřetelně označeny.
40. V odůvodněných případech může vedoucí pracoviště po předchozím projednání s bezpečnostním technikem připojit k těmto předpisům doplňky, platné pro práce speciálního charakteru.

Sestavil: útvar BOZP a PO 04/96

Doplnil: Josef Wudy 01/2000