



Univerza v Mariboru

Fakulteta za kemijo
in kemijsko tehnologijo

Navodila za vaje pri predmetu Varnost kemijskih procesov

2. letnik programa Kemijska tehnologija (VS)

Zorka Novak Pintarič

Maribor, 2013

KAZALO

1. vaja Priprava varnostnega lista
2. vaja Modeliranje scenarijev nesreč s programom ALOHA
3. vaja Določanje temperature plamenišča
4. vaja Sežigni test
5. vaja Termični razpad snovi

1. vaja - Priprava varnostnega lista

Namen vaje:

Namen vaje je pripraviti varnostni list za določeno substanco v skladu z zakonodajnimi zahtevami. Varnostni list pripravimo po priloženem vzorcu in mora vsebovati vse točke, ki so navedene.

VARNOSTNI LIST

1. Identifikacija snovi/pripravka in podatki o dobavitelju

1.1. Identifikacija snovi ali pripravka

Ime snovi, sinonimi:

Trgovsko ime:

1.2. Podatki o dobavitelju

2. Sestava s podatki o nevarnih sestavinah

Nevarne komponente zmesi:

Formula:

Vsebnost:

Indeks število:

EC število:

CAS število:

Oznaka nevarnosti:

Glavni R-stavki:

Glavni S-stavki:

3. Ugotovitve o nevarnih lastnostih

Oznaka nevarnosti

Posebna nevarnost za človeka in okolje

4. Ukrepi za prvo pomoč

Pri vdihavanju

Pri stiku s kožo

Pri stiku z očmi

Pri zaužitju

5. Ukrepi ob požaru

Primerna gasilna sredstva
Nepripravljena gasilna sredstva
Posebne nevarnosti pri gorenju
Druga navodila v primeru požara

6. Ukrepi ob nezgodnih izpustih

Osebni varnostni ukrepi
Okoljevarstveni ukrepi
Postopek čiščenja razlite snovi

7. Ravnanje z nevarno snovjo in skladiščenje

Ravnanje
Skladiščenje

8. Nadzor nad izpostavljenostjo ter varnost in zdravje pri delu

Splošni varnostni in higienski ukrepi
Maksimalno dovoljena koncentracija (v ml/m³ in v mg/m³)
Osebna varnostna oprema
 Zaščita dihal
 Zaščita oči
 Zaščita rok
 Zaščita kože

9. Fizikalne in kemijske lastnosti

Izgled (agregatno stanje in barva):
Vonj:
pH:
Vrelišče (°C):
Tališče (°C):
Parni tlak pri temperaturi °C (mbar):
Relativna gostota hlapov glede na zrak (zrak = 1):
Relativna gostota glede na vodo (voda = 1):
Topnost v vodi:
Plamenišče (°C):
Vnetišče (°C):
Spodnja eksplozijska meja (vol %):
Zgornja eksplozijska meja (vol %):

10. Obstočnost in reaktivnost

Stabilnost
Pogoji, ki se jim je treba izogniti
Nezdružljive snovi
Nevarnost polimerizacije (da ali ne)
Nevarni produkti razkroja

11. Toksikološki podatki

Akutna toksičnost (opis, LD50)
Kronična toksičnost

12. Ekotoksikološki podatki

13. Odstranjevanje

(Uradni list RS, št. 84/98 in 45/00)

14. Transportni podatki

Cestni in železniški promet (ADR/RID)
Pomorski promet (IMDG)
Letalski promet (ICAO/IATA)

(UN številka, razred, podrazred, naziv za transport...)

15. Zakonsko predpisani podatki/podatki o predpisih

88/379/EEC in Uradni list RS, št. 73/99

Vsebuje:
Simboli za nevarnost:
R-stavki (z besedilom):
S-stavki (z besedilom):

16. Druge informacije

Viri:

- <http://www.ilo.org/dyn/icsc/showcard.home>
- <http://www.hazchem.freeuk.com/unsin.htm>
- Kühn, Birett, Merkblätter Gefährliche Arbeitsstoffe (5)
- Sax N.I., Dangerous Properties of Industrial Materials, Reinhold Publishing Corporation, New York, 1957.
- R.P. Pohanish, Sittig's Handbook of Toxic and Hazardous Chemicals and Carcinogens, William Andrew Publishing, New York, 2002.
- Uradni list Republike Slovenije, št. 73, 1999.

2. vaja - Modeliranje scenarijev nesreč s programom ALOHA

1. Primer – iztekanje benzena

V industrijskem obratu v okolici Lendave se nahaja vertikalni rezervoar s tekočim benzenom prostornine 2 m³ in premera 1,2 m. Dne 26. avgusta 2013 ob 22.30 so odkrili, da rezervoar pušča skozi okroglo luknjo premera 15 cm, ki je nastala 25 cm nad dnom rezervoarja. Tehnologi predvidevajo, da je rezervoar do vrha poln. Tekočina izteka na asfaltirano površino, lovilnega bazena ni. Temperatura je 21 °C, veter piha iz jugozahodne smeri s hitrostjo 11 km/h (merjeno na višini 10 m). Nebo je pretežno oblačno, vlažnost 75 %, inverzije ni. Obrat je lociran na travnatem terenu, v okolici je le malo zgradb. Odgovorni želijo vedeti, do kod bi segalo območje vpliva za koncentracije ERPG, če se benzen ne bi vžgal in območje nevarnosti toplotnega sevanja, če bi se benzen vžgal ob nevihti.

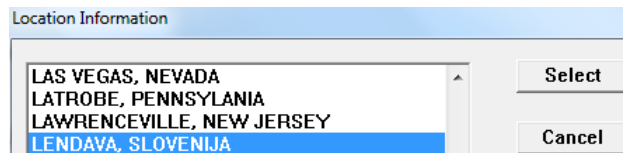
Določite:

- nevarnost zaradi povišanih koncentracij benzena, če benzen hlapi iz luže in tvori strupen oblak
- območje vnetljivost/eksplozivnosti
- nevarnost zaradi nadtlača, če bi prišlo do eksplozije hlapov
- nevarnost toplotnega sevanja, če strela povzroči požar in nastane goreča luža.

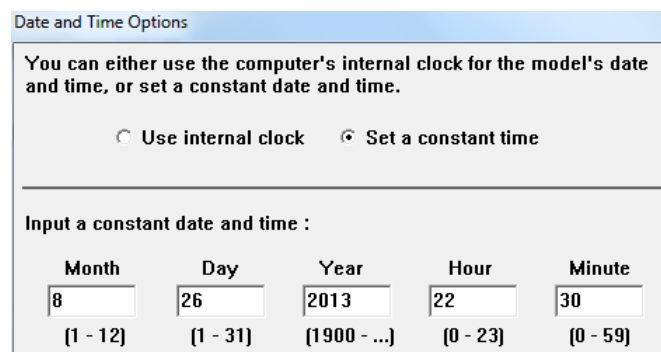
1.1. Modeliranje strupenega oblaka hlapov

Definiranje lokacije, časa in kemikalije

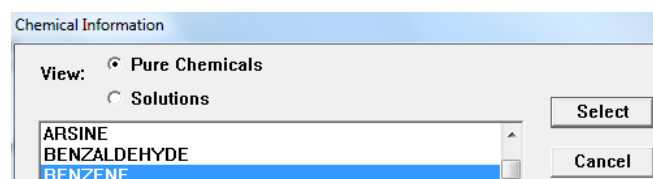
- Zaženite program
- Definirajte lokacijo v Lendavi (*Site Data, Location*)



- Definirajte čas izpusta (*Site Data, Date & Time*)



- Definirajte kemikalijo (*SetUp, Chemical*)



Definiranje vremenskih pogojev



- Definirajte vremenske pogoje (*SetUp, Atmospheric, User Input*)

Atmospheric Options

Wind Speed is : knots mph meters/sec

Wind is from : Enter degrees true or text (e.g. ESE)

Measurement Height above ground is:




  OR enter value : feet meters

Ground Roughness is :

Open Country Urban or Forest OR Input Roughness (Z₀) :

Open Water

Select Cloud Cover :

complete cover partly cloudy clear OR enter value : (0 - 10)

Atmospheric Options 2




Air Temperature is : Degrees F C

Stability Class is : A B C D E F

Inversion Height Options are :

No Inversion Inversion Present, Height is : feet meters

Select Humidity :

wet medium dry OR enter value : % (0 - 100)

Podatki, ki ste jih vstavili do sedaj, so zbrani v oknu Text Summary:

```

Text Summary
SITE DATA:
Location: LENDAVA, SLOVENIJA
Building Air Exchanges Per Hour: 0.51 (unsheltered single storied)
Time: August 26, 2013 2230 hours DST (user specified)

CHEMICAL DATA:
Chemical Name: BENZENE Molecular Weight: 78.11 g/mol
AEGL-1 (60 min): 52 ppm AEGL-2 (60 min): 800 ppm AEGL-3 (60 min): 4000 ppm
IDLH: 500 ppm LEL: 12000 ppm UEL: 80000 ppm
Carcinogenic risk - see CAMEO Chemicals
Ambient Boiling Point: 79.5° C
Vapor Pressure at Ambient Temperature: 0.10 atm
Ambient Saturation Concentration: 105,378 ppm or 10.5%

ATMOSPHERIC DATA: (MANUAL INPUT OF DATA)
Wind: 3 meters/second from SW at 10 meters
Ground Roughness: open country Cloud Cover: 7 tenths
Air Temperature: 21° C Stability Class: D
No Inversion Height Relative Humidity: 75%
    
```


Definiranje izpusta

- Definirajte rezervoar (*SetUp, Source, Tank*)

Tank Size and Orientation

Select tank type and orientation:

Horizontal cylinder Vertical cylinder Sphere

Enter two of three values:

diameter: 1.2 feet meters

length: 1.77

volume: 2 liters cu meters

OK Cancel Help

- Definirajte agregatno stanje in temperaturo

Chemical State and Temperature

Enter state of the chemical: Help

Tank contains liquid

Tank contains gas only

Unknown

Enter the temperature within the tank: Help

Chemical stored at ambient temperature

Chemical stored at 21 degrees F C

- Definirajte maso ali volumen tekočine v rezervoarju

Liquid Mass or Volume

Enter the mass in the tank OR volume of the liquid

The mass in the tank is: 1.93 pounds

tons(2,000 lbs)

kilograms

OR

Enter liquid level OR volume

The liquid volume is: 2 gallons

cubic feet

liters

cubic meters

100.0 % full by volume

OK Cancel Help

- V tem modelu predpostavimo, da benzen izteka iz rezervoarja, vendar se ne vname. Izberite možnost *Leaking tank, chemical is not burning and forms an evaporating puddle*.

Type of Tank Failure

Scenario:
Tank containing an unpressurized flammable liquid.

Type of Tank Failure:
 Leaking tank, chemical is not burning and forms an evaporating puddle

- Definirajte odprtino in njeno višino nad dnom rezervoarja

Area and Type of Leak

Select the shape that best represents the shape of the opening through which the pollutant is exiting

Circular opening Rectangular opening

Opening diameter: 15

inches
 feet
 centimeters
 meters

Is leak through a hole or short pipe/valve?
 Hole Short pipe/valve

OK Cancel Help

Height of the Tank Opening

liq.level

The bottom of the leak is:
 25 in ft cm m
 above the bottom of the tank

OR

14.1 % of the way to the top of the tank

OK Cancel Help

- Definirajte podlago/tla

Puddle Parameters

Select ground type Help

Default soil [select this if unknown]
 Concrete
 Sandy dry soil
 Moist sandy soil
 Water

Input ground temperature Help

Use air temperature [select this if unknown]
 Ground temperature is 21 deg. F C

Input maximum puddle diameter or area Help

Unknown
 Maximum diameter is ft
 Maximum area is yds meters

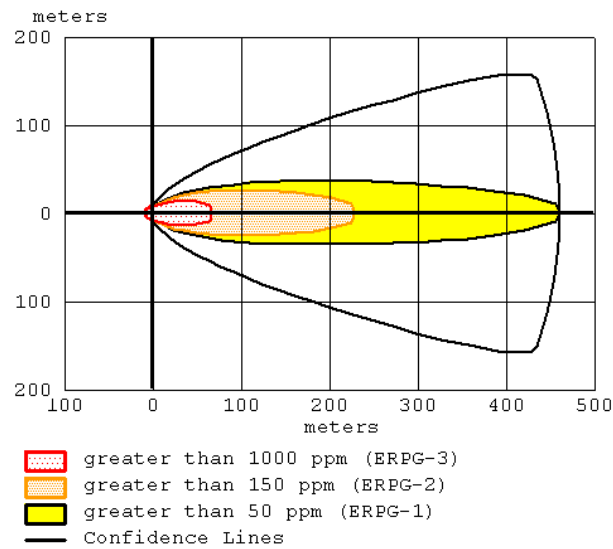
OK Cancel

- S tem je vnos podatkov končan. V oknu Text Summary, poglavje Source Strength razberete trajanje izpusta, maksimalni povprečni masni pretok, maso iztekle snovi in očenjen premer luže na tleh.

SOURCE STRENGTH:

Leak from hole in vertical cylindrical tank
 Flammable chemical escaping from tank (not burning)
 Tank Diameter: 1.2 meters Tank Length: 1.77 meters
 Tank Volume: 2 cubic meters
 Tank contains liquid Internal Temperature: 21° C
 Chemical Mass in Tank: 1.93 tons Tank is 100% full
 Circular Opening Diameter: 15 centimeters
 Opening is 25 centimeters from tank bottom
 Ground Type: Concrete
 Ground Temperature: equal to ambient
 Max Puddle Diameter: Unknown
 Release Duration: ALOHA limited the duration to 1 hour
 Max Average Sustained Release Rate: 28.3 kilograms/min
 (averaged over a minute or more)
 Total Amount Released: 1,502 kilograms
 Note: The chemical escaped as a liquid and formed an evaporating puddle.
 The puddle spread to a diameter of 21 meters.

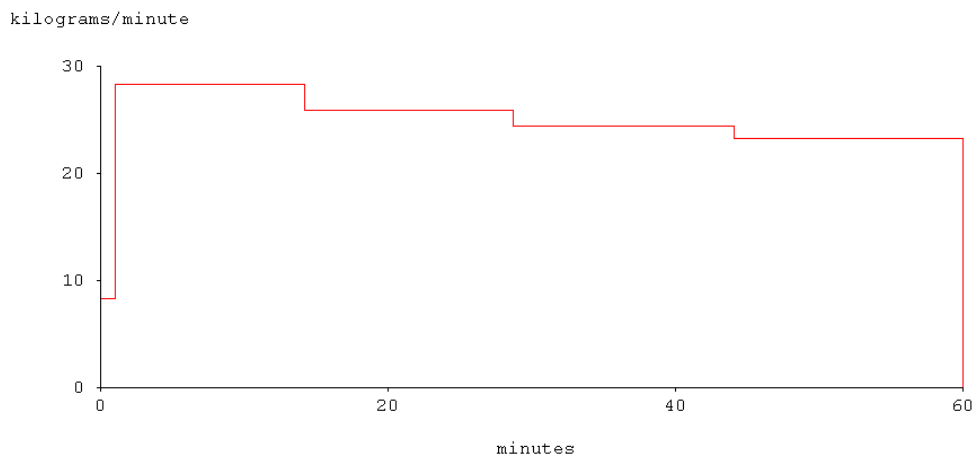
- Grafični prikaz koncentracij dobite z ukazi *Display, Threat Zone, Toxic Area of Vapor Cloud* in izborom treh LOC vrednosti: ERPG-3, ERPG-2 in ERPG-1. Razdalje do teh koncentracij vidite v oknu Text Summary poglavje Threat Zone.



THREAT ZONE:

Model Run: Heavy Gas
 Red : 66 meters --- (1000 ppm = ERPG-3)
 Orange: 228 meters --- (150 ppm = ERPG-2)
 Yellow: 461 meters --- (50 ppm = ERPG-1)

- Grafični prikaz masnega pretoka dobite z ukazi *Display, Source Strength*.

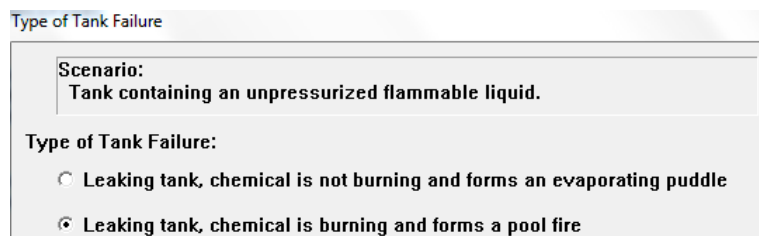


- Na podoben način lahko razberete in grafično prikažete območja vnetljivosti oz. eksplozivnosti z ukazi *Display*, *Threat Zone*, *Flammable Area of Vapor Cloud*, pri čemer za LOC vrednosti izberete zgornjo mejo vnetljivosti, spodnjo mejo vnetljivosti in polovico spodnje meje vnetljivosti.
- Na podoben način lahko razberete in grafično prikažete nevarna območja zaradi nadtlake ob eksploziji z ukazi *Display*, *Threat Zone*, *Blast Area of Vapor Cloud Explosion*, pri čemer za LOC vrednosti izberete nadtlake 0.204 atm, 0.138 atm in 0.034 atm.

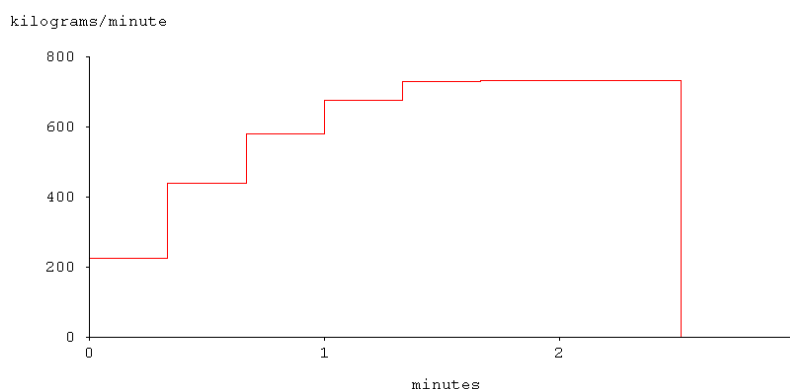
1.2. Modeliranje goreče luže

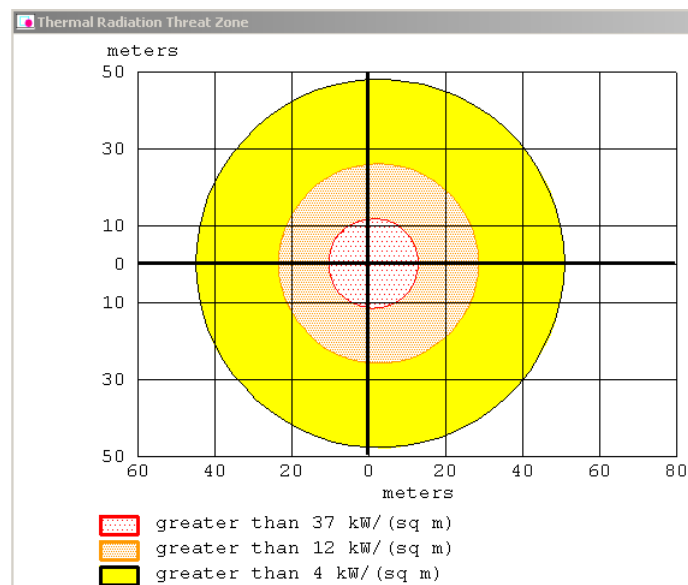
S tem modelom želimo oceniti toplotno sevanje, ki bi nastalo, če bi se razlit benzen vžgal. Ob spremembi vhodnih podatkov scenarija bodo novi rezultati 'prekrili' stare, zato si slednje prenesemo v drug dokument.

- V tem modelu predpostavimo, da se benzen, ki izteka iz rezervoarja, vname. Izberite ukaze *SetUp*, *Source*, *Tank* in s pritiskanjem na gumb OK poiščite okno *Type of Tank Failure*. Izberite možnost *Leaking tank, chemical is burning and forms a pool fire*. Stisnite OK in enako pri preostalih oknih.



- V oknu *Text Summary* poglavje *Source Strength* razberete trajanje gorenja, dolžino plamena, maksimalno hitrost gorenja, maso zgorele snovi in premer luže.
- Grafični prikaz hitrosti gorenja dobite z ukazi *Display*, *Source Strength*.
- Grafični prikaz razdalj za toplotno sevanje dobite z ukazi *Display*, *Threat Zone*, kjer izberete tri LOC vrednosti za toplotno sevanje: 37 kW/m², 12 kW/m² in 4 kW/m². Razdalje do teh vrednosti vidite v oknu *Text Summary* poglavje *Threat Zone*.





1.3. Poročilo

Za modeliranje strupenega oblaka (poglavje 1.1) navedite:

- trajanje izpusta,
- maksimalni povprečni masni pretok,
- maso iztekle snovi,
- premer luže,
- razdalje do koncentracij ERPG-3, ERPG-2, ERPG-1,
- grafični prikaz za koncentracije ERPG in masni pretok.

Za modeliranje goreče luže (poglavje 1.2) navedite:

- trajanje gorenja,
- dolžino plamena,
- maksimalno hitrost gorenja,
- maso zgorele snovi,
- premer luže,
- razdalje do toplotnega sevanja 37 kW/m^2 , 12 kW/m^2 in 4 kW/m^2 ,
- grafični prikaz za sevanje in za hitrost gorenja.

2. Primer – iztekanje propana

V skladišču naftnih derivatov v bližini Celja se je 25. junija 2013 ob 12.30 iztirila železniška cisterna s propanom. Propan v cisterni je pod tlakom in pri temperaturi okolice v tekočem stanju. Tekoči propan napolnjuje cisterno do dveh tretjin prostornine. Cisterna je dolga 21 m in ima prostornino 128 m^3 . Propan izteka skozi pravokotno odprtino dimenzije 1 m x 2,54 mm, ki se nahaja na dnu cisterne.

V času nesreče je bila temperatura **21 °C**¹, veter s hitrostjo **16 km/h** (merjeno na višini 10 m) je pihal iz zahodne smeri. Lokacija izpusta je v bližini stanovanjskih hiš. Nebo je popolnoma prekrito z oblaki, relativna vlažnost je **67 %**.

¹ Podčrtane vrednosti ima vsaka skupina drugače.

Določite:

- nevarnost zaradi toplotnega sevanja ob trenutnem izpustu propana, ki bi vodil do eksplozije BLEVE
- vnetljivo območje in nevarnost toplotnega sevanja zaradi požara ali eksplozije hlapov propana
- nevarnost toplotnega sevanja zaradi gorečega curka.

2.1. Modeliranje eksplozije BLEVE

- Zaženite program in definirajte lokacijo in čas izpusta, kemikalijo in vremenske pogoje.
- Izberite model *SetUp, Source, Tank* in vstavite podatke o cisterni.
- V oknu *Type of Tank Failure* izberite možnost *BLEVE, tank explodes and chemical burns in a fire ball* (BLEVE, rezervoar eksplodira, nastane goreča krogla).
- Prikaz rezultatov (*Display, Threat Zone*): v oknu *Thermal Radiation Level of Concern* nastavite vrednosti LOC na 37 kW/m², 12 kW/m² in 4 kW/m².
- V poročilu podajte:
 - premer ognjene krogle
 - trajanje gorenja
 - razdalje do vrednosti toplotnih sevanj 37 kW/m², 12 kW/m² in 4 kW/m²,
 - grafični prikaz vplivnih območij toplotnih sevanj

2.2. Modeliranje požara in eksplozije parnega oblaka

V naslednjem koraku ocenite nevarnost, do katere bi prišlo, če bi propan iztekal iz cisterne in bi se tvoril parni oblak, zaradi katerega bi nastalo vnetljivo območje. Če pride do vžiga v tem območju, nastane požar ali eksplozija. Pri slednji predpostavite za vir vžiga iskro/plamen in slabo prehodnost terena (*Congested*).

- Z začetnimi ukazi *SetUp, Source, Tank* poiščite okno *Type of Tank Failure* in izberite možnost *Leaking tank, chemical is not burning as it escapes into the atmosphere* (puščanje rezervoarja, snov se ne vname; s tem bomo določili območje vnetljivosti).
- V naslednjem oknu podajte podatke za odprtino, ki je na dnu cisterne.
- V poročilu navedite:
 - trajanje izpusta
 - maksimalni povprečni pretok
 - celotno maso izpuščenega propana
 - razdalje do zgornje in spodnje meje vnetljivosti in polovične vrednosti spodnje meje vnetljivosti (*Display, Threat Zone, Flammable Area of Vapor Cloud*); meje vnetljivosti poiščite sami
 - grafični prikaz območja vnetljivosti
 - razdalje do nadtlakov 20 000 Pa, 14 000 Pa in 4000 Pa v primeru eksplozije parnega oblaka (*Display, Threat Zone, Blast Area of Vapor Cloud Explosion*)
 - grafični prikaz vplivnih območij nadtlaka.

2.3. Modeliranje gorečega curka

V tem primeru ocenite nevarnost toplotnega sevanja za iztekanje propana iz cisterne, če bi se le-ta takoj vnel in bi nastal goreč curek.

- Z začetnimi ukazi *SetUp, Source, Tank* poiščite okno *Type of Tank Failure* in izberite možnost *Leaking tank, chemical is burning as a jet fire* (puščanje rezervoarja, goreč curek).

- Prikaz rezultatov (*Display, Threat Zone*): v oknu Thermal Radiation Level of Concern nastavite vrednosti LOC na 37 kW/m², 12 kW/m² in 4 kW/m².
- V poročilu navedite:
 - največjo dolžino plamena
 - trajanje gorenja
 - največjo hitrost gorenja
 - skupno masa zgorele snovi
 - razdalje do vrednosti toplotnih sevanj 37 kW/m², 12 kW/m² in 4 kW/m²,
 - grafični prikaz vplivnih območij toplotnih sevanj
 - v skupni tabeli podajte vplivna območja (rdeče, oranžno, rumeno) za vse modelirane izide: BLEVE, eksplozijo parnega oblaka in goreči curek. Diskutirajte dobljene rezultate.

3. Primer – iztekanje klora

Dne 4. junija 2013 ob 15. uri je prišlo do nesreče vlaka, ki je prevažal jeklenke s klorom. Ob tem so bile poškodovane tri 68 kg jeklenke, iz katerih je ušel klor.

Vremenski pogoji ob izpustu: **22 °C**², vzhodni veter **10 km/h** (3 m nad tlemi), nebo pretežno jasno, vlažnost **80 %** brez inverzije. Teren v okolici nesreče je raven brez ovir.

Določite nevarnost zaradi izpostavljenosti kloru.

- Zaženite program in definirajte lokacijo (poljubno), čas izpusta, kemikalijo in vremenske pogoje.
- Izberite model *SetUp, Source, Direct*
- Izberite nenaden izpust (*Instantaneous source*) in za izpuščeno maso klora vstavite skupno maso treh jeklenk. Izpust je na višini tal.
- V poročilu prikažite:
 - trajanje izpusta
 - pretok
 - skupno maso izpuščenega klora
 - razdalje do treh AEGL koncentracij in grafični prikaz (*Display, Threat Zone*)
 - razdalje do treh ERPG koncentracij in grafični prikaz (*Display, Threat Zone*)
 - kakšni koncentraciji klora so bili izpostavljeni ljudje, ki so bili od točke izpusta oddaljeni 1000 m v smeri vetra in 10 m bočno na smer vetra (*Display, Threat at Point*). Komentirajte ogroženost teh ljudi.

² Podčrtane vrednosti ima vsaka skupina drugačne.

3. vaja - Določanje temperature plamenišča za solventno rafinirano bazno olje

Namen vaje

Namen vaje je določiti temperaturo plamenišča danega vzorca in opredeliti izvedbo vaje z varnostnega vidika.

Osnove

Temperatura plamenišča je najnižja temperatura, pri kateri se vnamejo hlapci nad vzorcem, če se jim približamo s plamenom. Po odstranitvi plamena se gorenje ustavi, ker vzorec še ni segret na tako visoko temperaturo, ki bi zagotavljala zadostno količino hlapov za vzdrževanje gorenja.

Metode za določanje temperature plamenišča so standardizirane z različnimi standardi, npr. ASTM, BS, ISO, DIN ipd. Pri nekaterih metodah je vzorec v zaprti posodi (closed cup) pri drugih v odprti posodi (open cup). Najbolj znana je družina aparatov Pensky-Martens.

Opis aparature

Temperaturo plamenišča bomo določili z uporabo aparature po Marcussonu v odprti posodi. Aparatura je sestavljena iz grelne posode z električnim gretjem, ki je nameščena na trinožnem stojalu in napolnjena s peskom. Na grelno posodo je nameščeno držalo za keramični lonček, ki ga napolnimo z vzorcem. Aparaturo sestavlja tudi nosilec, v katerega vstavimo termometer ter gibljiva jeklena cevka, ki je priključena na dovod plina in služi kot vir plamenčka. Namesto nje bomo kot vir plamena uporabljali vžigalnik s podaljšano cevko.

Keramični lonček je označen z dvema črtama; do zgornje črne črte ga napolnimo z vzorci, ki imajo temperaturo plamenišča nižjo od 250 °C, do spodnje rdeče črte pa z vzorci, ki imajo temperaturo plamenišča višjo od 250 °C. Pri izvedbi vaje uporabljamo termometer z merilnim območjem od 40 °C do 260 °C.

V prostoru, kjer izvajamo merjenje temperature plamenišča, ne sme biti prepaha. Po možnosti naj bo prostor nekoliko zatemnjen, da lažje opazimo pojav plamena.

Izvedba vaje

Priprava lončka

Lonček dobro očistimo in sušimo v sušilniku pri 100 °C vsaj dve uri. Pred izvedbo meritve ga ohladimo.

Priprava vzorca

Temperaturo plamenišča določamo s vzorcem, ki še niso bili uporabljeni za nobeno drugo meritve. Vzorec mora biti čist in dobro premešan. Če vsebuje emulgirano vodo, moramo vodo odstraniti. Prav tako odstranimo sledi topila, s katerim smo čistili lonček.

Delo

V lonček nalijemo vzorec do oznake. Pri tem pazimo, da ne omočimo stene nad oznako.

Lonček vstavimo v peščeno kopel. S previdnim obračanjem levo in desno ga potopimo v pesek, dokler rob ne nasede na nosilec. Nato ga pričvrstimo s privitjem posebnih ploščic. Pesek okrog lončka uravnamo tako, da bo vzorec v celoti v peščeni kopeli.

Termometer vstavimo v držalo in ga previdno potopimo do dna lončka. Nato ga dvignemo za približno 2 mm. Pričnemo s segrevanjem in vsako minuto zabeležimo temperaturo.

Ko je temperatura okoli 30 °C pod pričakovano temperaturo plamenišča, pričnemo s prehajanjem plamena vžigalnika preko lončka tik nad gladino vzorca. Prehod plamena ponovimo vsakič, ko temperatura naraste za 2 °C. Prehod plamena preko vzorca naj traja približno 1 s.

Ko dosežemo temperaturo plamenišča, zaslišimo ob prehodu plamenčka čez lonček rahel pok in opazimo majhen ogenj na gladini vzorca. Ogenj ugasne takoj, ko plamenček umaknemo. Prehod plamenčka nekajkrat ponovimo, nato prekinemo s segrevanjem in ugasnemo plin. Vključimo ventilator v digestoriju in počakamo, da se aparatura in vzorec ohladita.

Meritve

Zapišite meritve čas – temperatura v tabeli.

Narišite diagram temperatura v odvisnosti od časa, $T=f(t)$, pri čemer je čas neodvisna spremenljivka (x), temperatura odvisna spremenljivka (y).

Izračun

Izračunajte povprečno hitrost segrevanja v temperaturnih intervalih velikosti 20°C, npr. sobna temperatura do 40°C, 40°C do 60°C, 60°C do 80°C, 80°C do 100°C, 100°C do 120°C in tako naprej do konca meritev. Povprečno hitrost segrevanja izračunajte za vsak interval tako, da razliko temperatur delite z ustrežno razliko časov. Npr. v temperaturnem intervalu 80°C - 100°C je povprečna hitrost segrevanja:

$$\frac{100 - 80}{\Delta t_{80-100}} \left[\frac{^{\circ}\text{C}}{\text{min}} \right]$$

kjer je Δt_{80-100} dolžina časovnega intervala (v min), v katerem temperatura naraste od 80 °C do 100 °C. Podobno izračunate hitrosti segrevanja za vse temperaturne intervale velikosti okoli 20 °C od sobne temperature do konca meritev.

Rezultat

Navedite temperaturo plamenišča za vzorec; t.j. temperaturo, kjer ste prvokrat povsem očitno zaznali pok in ogenj na gladini vzorca.

Opažanja

1. Opišite lokacijo izvedbe eksperimenta.
2. Opišite namestitev, oddaljenost in vrsto najbližjega gasilnega aparata.
3. Definirajte možne nevarnosti pri izvedbi vaje.
4. Opišite uporabljena zaščitna sredstva in druge ukrepe za varno izvedbo vaje.

Poročilo o opravljeni vaji

Skupno poročilo o opravljeni vaji pripravi skupina študentov in ga odda najkasneje 1 teden po opravljeni vaji.

4. vaja - Sežigni test

Vaja je sestavljena iz dveh delov. V prvem delu preskušamo gorljivost referenčnih substanc pri sobni temperaturi. Drugi del vaje pa zajema test o hitrosti gorenja teh substanc.

1. Namen vaje

Je preizkušanje vnetljivosti in gorljivosti substanc po naslednjih kriterijih:

- ali lahko produkt sploh zagori?
- se lahko ogenj razširi?
- poteka reakcija s plamenom ali brez?
- kakšna je hitrost gorenja?

2. Gorljivost pri sobni temperaturi

2.1. Oprema za oba dela vaje

- Električno ogrevalna nitka iz platine do 1000 °C
- Toplotno odporna plošča
- Podpora
- Specialna posoda za vzorec
- Posoda za vzorec
- Štoparica
- Ravnilo
- Žličke

2.2. Substance

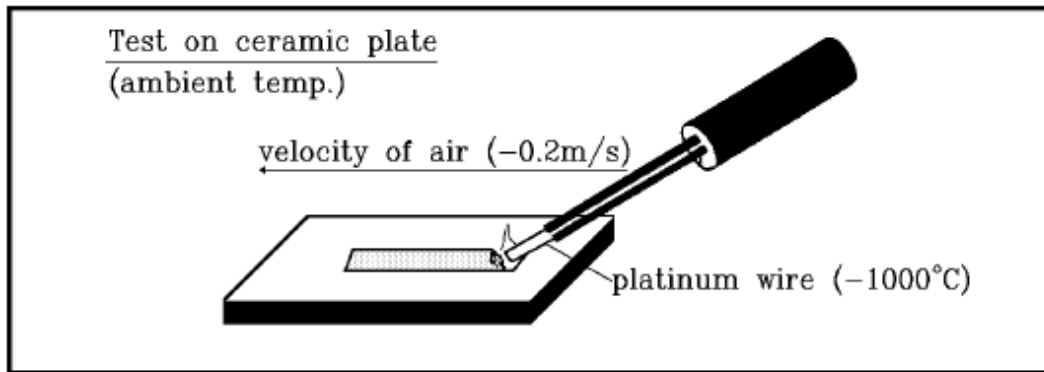
Standardne substance

- Natrijev klorid
- Vinska kislina
- D + Laktoza
- 4-Amino-5-hidroksi-2,7-naftalen dižveplova kislina
- Žveplo

Nestandardne substance

- Dekstrin
- Cis-1,2,3,6 tetrahidroftalni anhidrid
- 2-diazo -1-naftol-4-anhidrid žveplove kisline

2.3. Skica



Slika1: Gorljivost pri sobni temperaturi

2.4. Postopek: Gorljivost pri sobni temperaturi

- Nasipajte testni material na keramično ploščo v obliki traku, ki naj bo dolg približno 2 cm in širok 1 cm.
- Prižgite napravo in nastavite z nastavljivim gumbom tok na 0,6 A. Ta tok bo približno enak toku 30 A skozi platinasto žičko.
- Vstavite žarečo platinasto nitko za 5 sekund v testni material na enem koncu traku. Ne segrevajte materiala do konca, ampak samo 5 sekund!
- Standardne substance uvrstite v ustrezne razrede gorenja in opišite svoja opažanja.

Obnašanje med gorenjem je ocenjeno ustrezno s potekom reakcije. Ocenitev gorljivosti je klasificirana sledeče:

Tabela 1: Rezultati gorenja

		razred gorenja
ni gorenja	ni širjenja ognja	1
kratko gorenje, viden dim		2
lokalno gorenje ali plamen brez širjenja ognja		3
žarenje z iskrami ali počasno razpadanje s plamenom	razširitev ognja	4
Gorenje z vidnimi mehurčki ali počasno tiho gorenje s plamenom		5

- Postopek ponovite še z dvema nestandardnima substancama iz točke 2.2 in ju uvrstite v ustrezna razreda gorenja iz zgornje tabele.

3. Hitrost gorenja

Razred gorenja v tabeli 1 karakterizira miren vžig produkta ter pojav in razširitev plamena, vendar ne podaja informacije, kako hitro se ogenj razširi. S tem se ukvarja ta test.

3.1. Skica

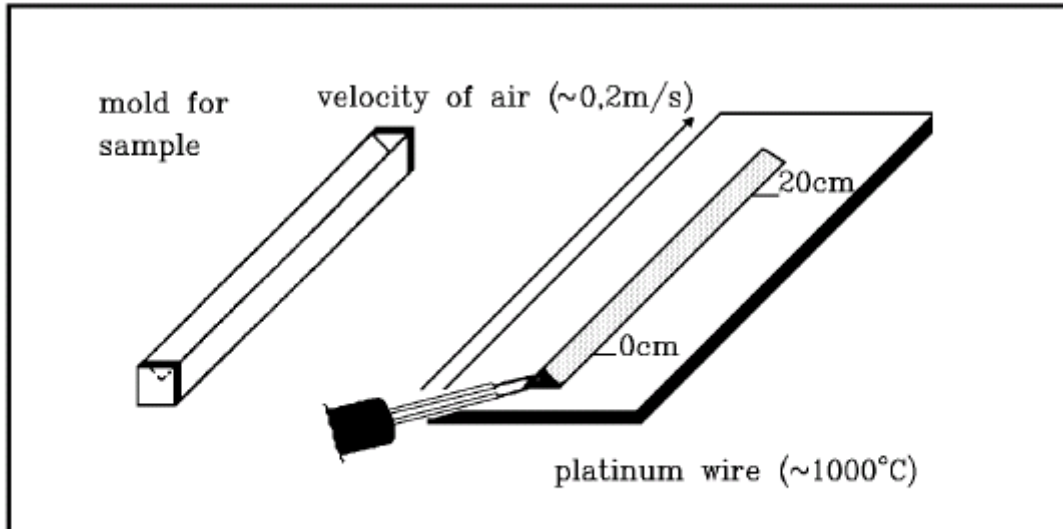


Figure 3: Burning rate test

3.2. Postopek: Hitrost gorenja

- Delamo z eno izmed substanc iz 4. ali 5. razreda gorenja. Premislite, zakaj ne delamo s substancami iz nižjih razredov gorenja.
- S pomočjo specialnega kalupa nasipamo na negorljivo podlago material v obliki 25 cm dolge črte.
- Ta trak s pomočjo platinaste goreče žice na enem koncu prižgemo.
- S štoparico merimo čas, ki je potreben, da zgore 20 cm traku. Pazite, da začnete meriti čas šele, ko je zgorelo 3 cm traku.
- Produkt je klasificiran kot hitro vnetljiv z visoko hitrostjo gorenja, če je potrebno manj kot 90 sekund, da trak materiala zgore.

4. Poročilo o opravljeni vaji

Skupno poročilo o opravljeni vaji pripravi skupina študentov in ga odda najkasneje 1 teden po opravljeni vaji.

Poročilo vsebuje namen vaje, opis eksperimentalnega dela in rezultate, ki jih podate v naslednjih tabelah:

Tabela 2: Primer podajanja rezultatov za gorljivost snovi

standardne substance	razred gorenja	Opažanja
NaCl	1	

Tabela 3: Primer podajanja rezultatov za hitrost gorenja

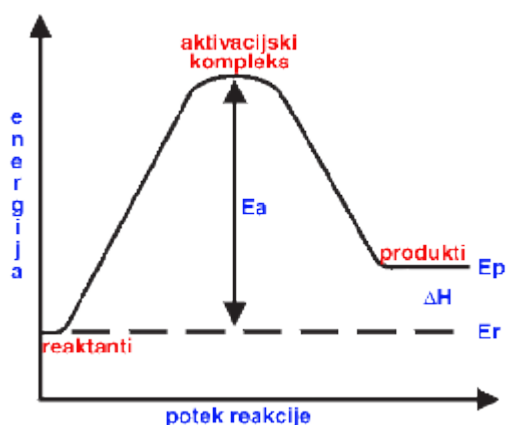
standardne substance	Visoka hitrost gorenja
NaCl	Ne

Podajte čas, v katerem je zgorel 20 cm trak izbrane snovi.

5. vaja - Termični razpad snovi

Večina produktov postane nestabilna pri temperaturah višjih od določene vrednosti. Pri tem pride do kemijskega razpada produkta, ki je lahko eksotermen ali endotermen. Pri endotermni reakciji se toplota porablja, zato je energija produktov večja kot energija reaktantov oz. sprememba entalpije je pozitivna ($\Delta H > 0$). Iz varnostnega vidika so eksotermne dekompozicije veliko nevarnejše od endotermnih, zato se bomo pri izvedbi eksperimentalnega dela omejili na endotermni razpad.

Pri endotermni dekompoziciji hidratov in hidroksidov se izloči voda in govorimo o dehidraciji, ki je analogna izparevanju. Pri dekompoziciji karbonatov se izloči CO_2 .



1. Namen vaje

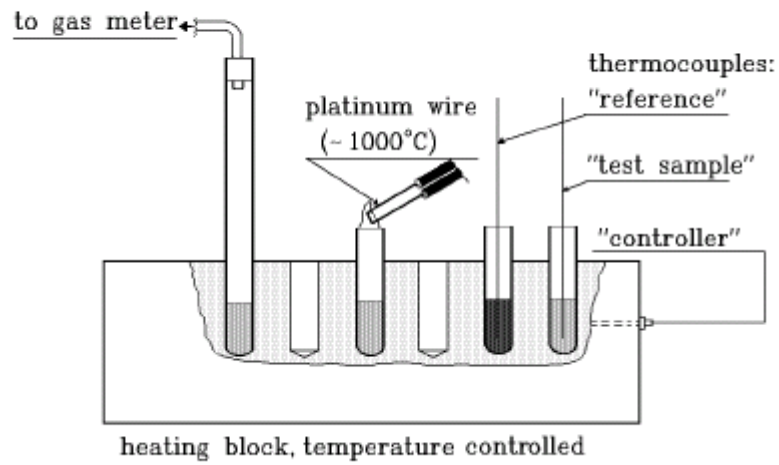
- Ugotavljanje temperature, pri kateri pride do termičnega razpada testnih substanc
- Ugotavljanje vpliva materiala, iz katerega je embalaža ali procesna oprema, na razpad testne substance.

Za referenčno substanco si izberemo grafit, ker ima stabilno strukturo in prenese velike temperature.

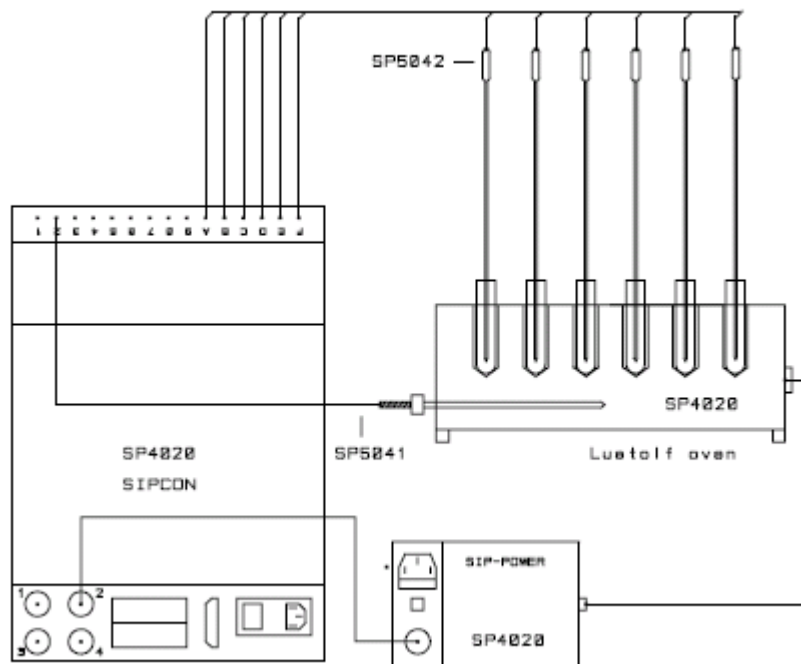
2. Oprema

- Električni grelnik z luknjami za testne epruvete (Lütolfova pečica)
- Regulator za temperaturo (SIPCON)
- Kovinski armirani železni termočlen v stekleni cevki, ki je s tem zaščiten pred korozijo
- Računalnik in miška
- Tehnica
- Testne epruvete
- Posodice za tehtanje

3. Slika aparature



Slika 1: Pečica po Lütolfu



Slika 2: Pečica po Lütolfu povezana z regulacijskim sistemom SIPCON

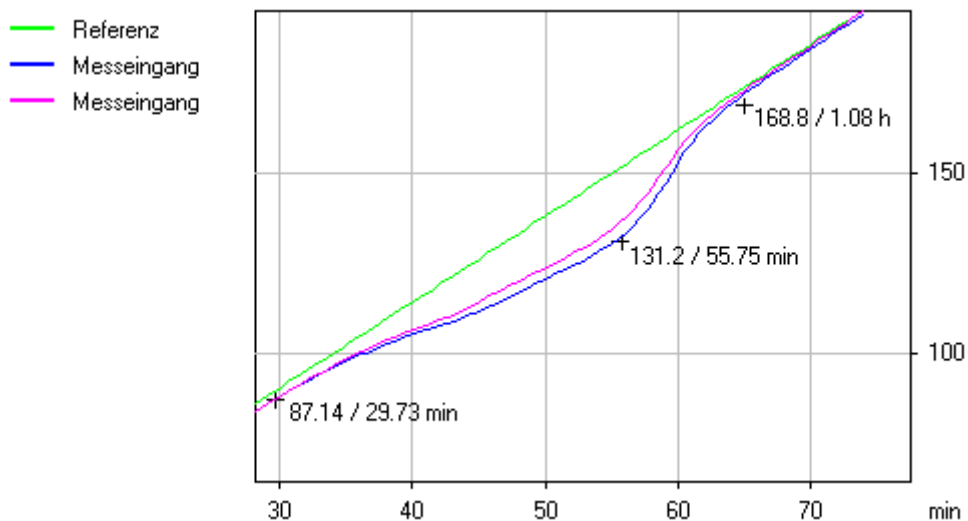
4. Uporabljene substance

- Grafit - referenčna substanca, ki služi za primerjavo
- Pralni prašek – preiskovana substanca
- Sredstvo za odstranjevanje madežev – preiskovana substanca
- Železo v prahu – material, ki ga vsebuje procesna oprema in vpliva na temperaturo dekompozicije

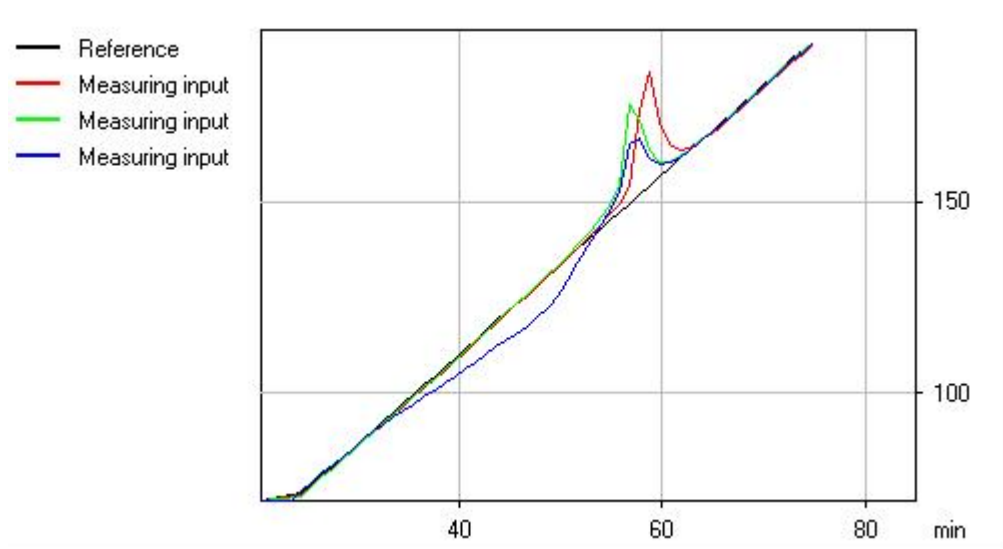
5. Postopek

5.1. Priprava aparature in vzorcev

- V prvo epruveto dajte približno 1 cm referenčne substance, t.j. grafita in jo postavite v hladno peč. V nadaljnje epruvete dajte po 2 g ustrezne testne substance po navodilih asistenta.
- V vsako od epruvet vstavite termočlen. Termočlen je v stekleni cevki in je tako zaščiten pred korozijo. V epruveto naj bo vstavljen tako, da je merilna konica oddaljena enako od obeh strani epruvete, t.j. na sredini.
- Povežite aparature med seboj, kot kaže slika 2.2. Na regulatorju za temperaturo so mesta 1 do 4 rezervirana za kontrolni člen (C), mesto 5 za referenčni člen (R), ostala mesta pa so za merilni člen (M).
- Endotermnost se kaže v tem, da temperaturna krivulja testne substance ne preseže krivulje referenčnega materiala, kot prikazuje slika 2.3. Pri eksotermnem razpadu temperaturna krivulja testne substance preseže krivuljo referenčnega materiala (slika 2.4).



Slika 3: Endotermni razpad

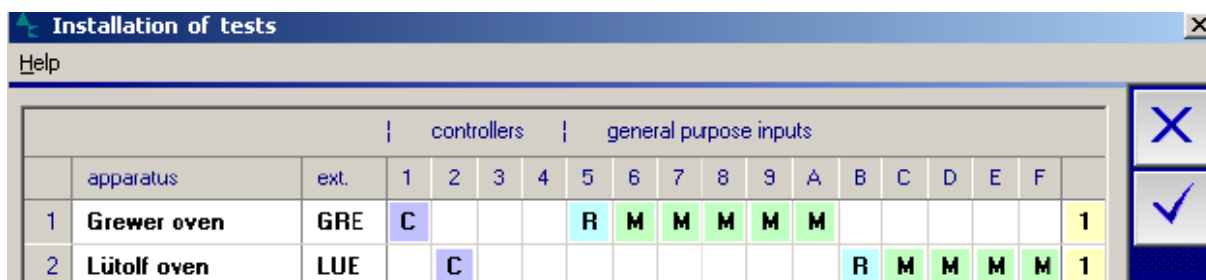


Slika 4: Eksotermni razpad

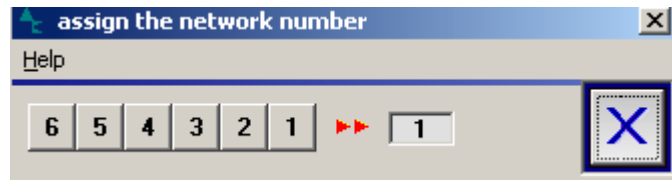
5.2. Nastavitev programa Sipcon

- a. Zaženite bližnjico na namizju ([Sipcon](#))
- b. Kliknite na ikono Tools, izberite Sistem Installation ter ustrezno izpolnite polja. To pomeni, da črke vpišete tako, kot ste povezali merilne člene z regulatorjem temperature:
 - C za regulator temperature (izberete eno mesto od 1 do 4)
 - R za referenčno substanco grafit (mesto 5)
 - M za oba vzorca (izberete dve mesti od 6 do 9)

Vsak ukaz potrdite s kljukico. Primer je prikazan na spodnji sliki pod številko 2.



- c. Ponovno kliknete ikono Tools in izberete Assign number ter izberete številko 1, tako kot kaže spodnja slika. Številko 1 pomeni, da smo povezani z želenim regulatorjem za temperaturo (SIPCON).



- d. Zdaj kliknite na črko a, da se vam odpre novi meni, ki ga prikazuje spodnja slika. V našem primeru bo navedena samo ena vrstica, ker imamo priključeno samo eno peč (peč po Lütolfu)

apparatus	controller	reference	filename	recorded [h]
1 Grewer oven	dyn	182.4	177.3	m010412a.gre on 7.39
1 Lütolf oven	off	25.6	25.6	m010412a.lue off 0.00
1 BAM oven	iso	250.0	232.8	m010412a.bam on 0.00

- e. Tukaj lahko nastavite barvo črte, lahko pripišete komentar in nastavite ostale parametre tako, da kliknete na oznako, kjer je narisana roka. Najboljše je, da barvo za kontrolni člen spremenite na brezbarvno in to tako, da kliknete na samo črto in izberete brez barve.

no.	actual	input	color	comments
1	118.5	Controller	Red	15 lines of comments ...
5	115.4	Reference	Green	e.g. graphite
6	115.3	Measuring input	Blue	e.g. product 1
7	115.6	Measuring input	Yellow	e.g. product 2
8	115.7	Measuring input	Cyan	e.g. product 3
9	129.8	Measuring input	Magenta	e.g. product 4
A	115.5	Measuring input	Grey	e.g. product 5

data acquisition

22.42 h recorded

100 sec sampling

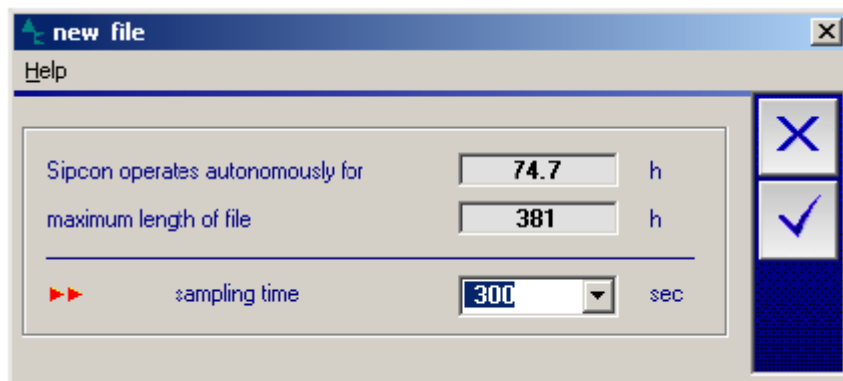
new on off

controller

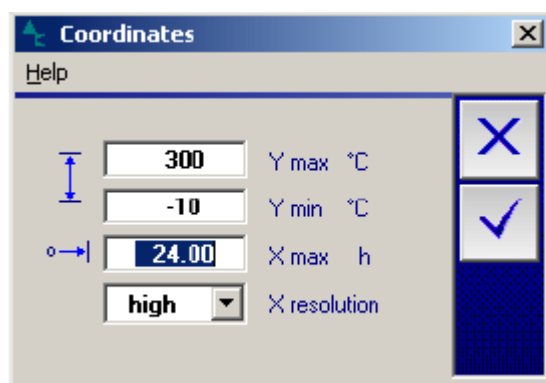
120.0 °C

iso dyn off

- f. V naslednjem koraku izberete ukaz new in nastavite čas med dvema zaporednima meritvama - sampling time na 60 s. Ostali parametri naj ostanejo nespremenjeni. Primer je prikazan na sliki.

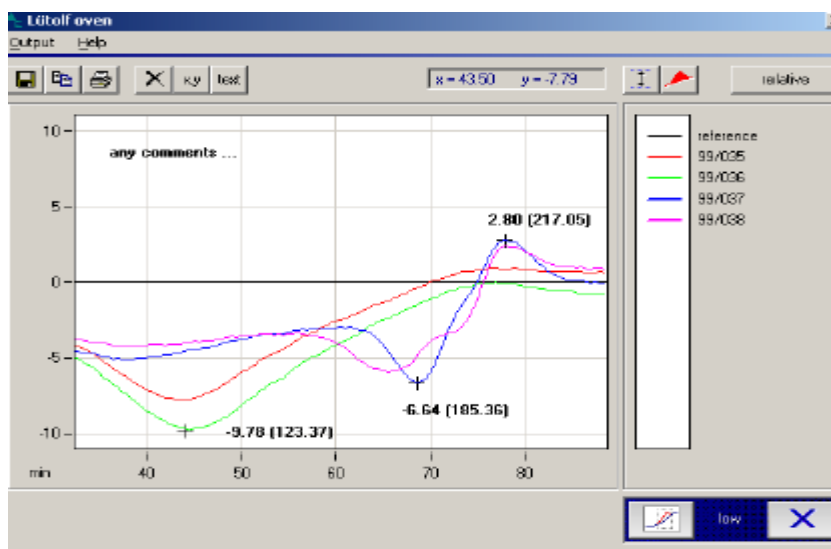


- g. Nato vstavimo podatke za controller tako, da kliknemo na rokico in nastavimo končno vrednost final value na 200 °C in hitrost segrevanja na 2,4 °C/min. Nastavimo še koordinate za risanje grafa tako, da kliknemo spet rokico spodaj, kjer je označen graf. Maksimalno temperaturo nastavimo na 250 °C in maksimalni čas na 2 h ter kliknemo kljukico. Ostalih parametrov ne spreminjamo.



- h. Za začetek segrevanja kliknemo na ikono dyn in zatem na ikono on. Oznaka dyn nam pove, da gre za dinamični test, oznaka on pa označuje začetek eksperimenta. Ostali parametri ostanejo nespremenjeni.
- i. Potek eksperimenta zasledujemo tako, da spremljamo graf, ki ga dobimo s klikom na ikono graf. Posamezne dele grafa lahko povečamo, tako da jih označimo in kliknemo ikono z lupo. V povečanem merilu je možno spremljati absolutne vrednosti časa in temperature vseh vzorcev in referenčne substance, pa tudi odstopanja temperature vzorcev od temperature referenčne substance bodisi pri danem času ali pri dani temperaturi. Eksperiment lahko spremljamo tudi tako, da spremljamo trenutne izmerjene temperature, ki jih dobimo, če pritisnemo tipko X spodaj desno. Pojavi se nam slika, kot je prikazana v točki e), na kateri so izmerjene temperature vidne v drugem stolpcu z imenom actual.

- j. Ko je dosežena končna vrednost temperature (final value), zaključimo eksperiment s klikom na tipki off v območju »controller« in »data acquisition«.
- k. V oknu povečanih grafov (kot je opisano v točki i) lahko po končanem eksperimentu prenesemo graf v Wordov dokument. Graf najprej opremimo s komentarji in pomembnimi točkami, ki jih vnesemo z uporabo ikone xy. Pri tem se z miško postavimo na točko, katere podatke želimo in dvakrat kliknemo miško. Ko je graf pripravljen za prenos, kliknemo ikono drugo po vrsti od leve proti desni (copy to clipboard), kot kaže naslednja slika. Odpremo Wordovo datoteko in prenesemo graf z ukazom paste (ctrl v).



6. Poročilo o opravljeni vaji

Skupno poročilo o opravljeni vaji pripravi skupina treh študentov in ga odda najkasneje 1 teden po opravljeni vaji. Poročilo vsebuje namen vaje, opis eksperimentalnega dela, priložen diagram in rezultate, v katerih

- primerjate diagram segrevanja grafita in vzorcev testnih substanc,
- navedete temperaturni in časovni interval dekompozicije,
- razložite morebitna pozitivna ali negativna odstopanja testnih substanc od grafita.