

Nikola Simović
Ivana Kljajić
Gordana Krulanović
Željko Jaćimović

ANALITIČKA ISPITIVANJA

KVALITATIVNA I KVANTITATIVNA
HEMIJSKA ANALIZA

udžbenik za II i III razred srednje stručne škole



Zavod za udžbenike i nastavna sredstva
PODGORICA, 2025.

mr Nikola Simović
mr Ivana Kljajić
Gordana Krulanović
prof dr Željko Jaćimović

ANALITIČKA ISPITIVANJA

udžbenik za II i III razred srednje stručne škole

Izdavač	Zavod za udžbenike i nastavna sredstva – Podgorica
Za izdavača	mr Aleksandra Hajduković, direktorica
Glavni urednik	mr Radule Novović
Odgovorni urednik	Lazo Leković
Urednik izdanja	Radiša Ščekić
Recenzenti	Prof. dr. Refik Zejnilović Prof. dr. Nada Blagojević Marijana Peković Tanja Kraguj Vesna Četković
Lektura	Jasmina Radunović
Korektura	Dragan Batrićević
Dizajn i tehnička priprema	Branka Gardašević
Tehnička urednica	Dajana Vukčević

CIP – Каталогизација у публикацији
Национална библиотека Црне Горе, Цетиње

ISBN 978-86-303-2500-7
COBISS.CG-ID 33305604

Nacionalni savjet za obrazovanje, Rješenjem br. 08/2-119/25-484/17
od 28. 01. 2025. godine, odobrio je ovaj udžbenik za upotrebu u srednjim
stručnim školama.

Copyright © Zavod za udžbenike i nastavna sredstva – Podgorica, 2025.

RIJEČ AUTORA

Draga učenice, dragi učenice,

Udžbenik Analitička ispitivanja napisan je prema Nastavnom planu i programu za module Analitička ispitivanja I i Analitička ispitivanja II za drugi i treći razred srednje stručne škole, za obrazovne programe Tehničar hemijsko-farmaceutskih procesa i ispitivanja (IV stepen) i Operater hemijskih procesa i ispitivanja (III stepen). Udžbenik mogu koristiti i učenici koji pohađaju druge obrazovne programe (Farmaceutski tehničar, Tehničar zaštite životne sredine, Prehrambeni tehničar, Zdravstveno-laboratorijski i sanitarni tehničar itd.) u čijim nastavnim planovima je zastupljen predmet Analitička hemija.

Ovaj udžbenik ti omogućava da u drugom i trećem razredu stekneš znanja iz analitičke hemije koja će ti olakšati izučavanje stručnih modula u narednim razredima. Steći ćeš osnovna znanja o značaju analitičkog ispitivanja; uzorkovanju kao početnoj aktivnosti u ispitivanju neke sredine; značaju pravilnog uzorkovanja za tok analize, načinima i postupcima uzimanja uzoraka u zavisnosti od: vrste uzoraka, sredine iz koje se uzimaju uzorci i od parametara koji se određuju. Analitička ispitivanja obuhvataju kvalitativnu i kvantitativnu analizu ispitivane supstance. Kvalitativnom analizom se dokazuje sastav, a kvantitativnom određuje sastav u ispitivanom uzorku. Kvalitativnom hemijskom analizom obuhvaćene su reakcije odvajanja i dokazivanja katjona i anjona po analitičkim grupama, dok su u kvantitativnoj obrađene osnovne klasične metode: gravimetrija i volumetrija. Upoznaćeš metode ispitivanja hemijskog sastava supstanci; pomoću eksperimenata ćeš saznati koji je hemijski element, u kojoj količini i kakvom obliku zastupljen u ispitivanom uzorku.

Udžbenik se sastoji iz devet poglavlja. Na početku svakog poglavlja nalaze se ishodi učenja – ono što se očekuje da naučiš, kao i pitanja koja te upućuju na razmišljanja u vezi s najavljenom temom. Cilj ovih pitanja jeste da ti omoguće da nastavni sadržaj povežeš sa svakodnevnim životom, prethodnim znanjima, a učenje učine lakšim i zanimljivijim. U okviru svake teme date su i zanimljivosti koje pobuđuju interesovanje i pružaju dodatna saznanja. Na kraju svakog poglavlja dat je projektni zadatak koji podrazumijeva timski rad zajedno sa ostalim učenicima u grupi istražuješ izučavani nastavni sadržaj, povezuješ i rješavaš zadate probleme koristeći stečeno znanje. Pomoću pitanja i zadataka različitog tipa i nivoa znanja imaš mogućnost da provjeriš naučeno, a iz rezimea koji slijedi dobiješ sažet uvid u usvojena znanja.

Nadamo se da će ti ovaj udžbenik omogućiti da što bolje savladaš predviđene sadržaje, da uz praktične i projektne zadatke lakše/jednostavnije usvojiš i primijeniš stečeno znanje. Takođe, vjerujemo da će te podstaći na dalje sticanje znanja, vještina i kompetencija neophodnih za struku.

SADRŽAJ

UVOD U ANALITIČKU HEMIJU	10
1. UZORKOVANJE ČVRSTIH, TEČNIH I GASOVITIH MATERIJALA	11
1.1. Pojam i značaj uzorkovanja, podjela uzoraka	12
1.1.1. Uzorkovanje	13
1.1.2. Vrste uzoraka	14
1.1.2.1. Pojedinačni, zbirni i reprezentativni uzorak	15
1.2. Priprema i odabir pribora i posuđa za uzorkovanje	16
1.2.1. Priprema pribora i posuđa za uzorkovanje	17
1.2.2. Pribor i posuđe za uzorkovanje	17
1.2.3. Kontejneri za uzorke	24
1.3. Standardi, metode i uputstva za uzorkovanje	25
1.3.1. Standardi i standardizacija	25
1.3.2. Plan uzorkovanja	28
1.3.3. Metode uzimanja uzoraka	29
1.4. Postupak uzorkovanja čvrstih materijala	31
1.4.1. Uzorkovanje zemljišta	31
1.5. Postupak uzorkovanja tečnih materijala	34
1.5.1. Uzorkovanje vode za različite analize	37
1.5.2. Uzorkovanje otpadne vode	38
1.5.3. Uzorkovanje sedimenta	39
1.6. Uzimanje uzoraka vazduha okoline	40
1.6.1. Uzimanje uzoraka vazduha radi određivanja čvrstih čestica	42
1.6.2. Uzorkovanje gasova	43
1.6.3. Uzimanje uzoraka otpadnih gasova	44
1.7. Uzorkovanje sirovina, poluproizvoda i gotovih proizvoda	45
1.7.1. Uzorkovanje farmaceutskih proizvoda	45
1.7.2. Uzorkovanje mineralnih sirovina	46
1.7.3. Uzorkovanje gotovih proizvoda	48
1.8. Mogući rizici kontaminacije uzoraka	48
1.9. Uzimanje reprezentativnog uzorka	49
1.10. Provjeri svoje znanje	52
1.11. Rezime	56
2. KONZERVIRANJE, OBILJEŽAVANJE I ODLAGANJE UZORAKA ČVRSTIH I TEČNIH MATERIJALA	57
2.1. Konzerviranje uzoraka čvrstih i tečnih materijala	58
2.1.1. Konzerviranje uzoraka vode	58
2.1.2. Konzerviranje uzoraka sedimenta	60
2.1.3. Konzerviranje uzoraka zemljišta	60
2.2. Hemikalije koje se koriste za konzerviranje uzoraka	60
2.3. Konzerviranje uzoraka	61
2.4. Obilježavanje uzoraka čvrstih i tečnih materijala	62

2.5	Obilježavanje uzoraka	64
2.6.	Čuvanje uzoraka prije analize	65
2.7.	Čuvanje uzoraka nakon analize	66
2.8.	Pravilno odlaganje uzoraka	67
2.9.	Provjeri svoje znanje	68
2.10.	Rezime	70
3.	PRIPREMA UZORAKA ZA HEMIJSKU ANALIZU	71
3.1.	Postupak pripreme čvrstih uzoraka	72
3.1.1.	Fizičke metode pripreme čvrstih uzoraka	73
3.1.1.1.	Greške prilikom pripreme uzoraka i moguća kontaminacija	75
3.1.2.	Hemijske metode pripreme čvrstih uzoraka	75
3.1.3	Savremeni uređaji za pripremu uzoraka	78
3.2.	Postupak pripreme tečnih uzoraka	79
3.2.1.	Ekstrakcija farmaceutskih proizvoda	80
3.3.	Zagađenja prisutna u vazduhu	81
3.4.	Priprema uzoraka apsorpcijom	82
3.4.1.	Priprema filtera nakon uzorkovanja različitih čestica iz vazduha	83
3.5.	Priprema uzoraka za analizu	84
3.6.	Provjeri svoje znanje	89
3.7.	Rezime	92
4.	KVALITATIVNA HEMIJSKA ANALIZA – DOKAZIVANJE KATJONA I ANJONA	93
	UVOD U KVALITATIVNU HEMIJSKU ANALIZU	94
4.1.	Podjela analitičkih reakcija	94
4.1.1.	Analitičke reakcije suvim putem	95
4.1.2.	Analitičke reakcije mokrim putem	96
4.1.3.	Uslovi izvođenja analitičkih reakcija	97
4.1.4.	Osnovne karakteristike analitičkih reakcija	98
4.2.	Podjela katjona po analitičkim grupama	99
4.3.	Dokazne reakcije katjona	100
4.3.1.	Prva analitička grupa katjona	100
4.3.1.1.	Srebro (argentum): Ag	100
4.3.1.2.	Olovo (plumbum): Pb	102
4.3.1.3.	Živa (hydrargyrum): Hg	104
4.3.2.	Druga analitička grupa katjona	105
4.3.2.1.	Živa (hydrargyrum): Hg	105
4.3.2.2.	Bakar (cuprum): Cu	107
4.3.2.3.	Kadmijum (cadmium): Cd	108
4.3.2.4.	Bizmut (bismuthum): Bi	109
4.3.2.5.	Arsen (arsenum): As	110
4.3.2.6.	Antimon (stibium): Sb	111
4.3.2.7.	Kalaj (stannum): Sn	112
4.3.3.	Treća analitička grupa katjona	113
4.3.3.1.	Gvožđe (ferrum): Fe	113
4.3.3.2.	Aluminijum (aluminium): Al	115

4.3.3.3. Hrom (chromium): Cr	117
4.3.3.4. Nikl (niccolum): Ni	117
4.3.3.5. Kobalt (cobaltum): Co	118
4.3.3.6. Mangan (manganum): Mn	119
4.3.3.7. Cink (zincum): Zn	120
4.3.4. Četvrta analitička grupa katjona	121
4.3.4.1. Kalcijum (calcium): Ca	121
4.3.4.2. Stroncijum (strontium): Sr	122
4.3.4.3. Barijum (barium): Ba	123
4.3.5. Peta analitička grupa katjona	124
4.3.5.1. Natrijum (natrium): Na	124
4.3.5.2. Kalijum (kalium): K	125
4.3.5.3. Magnezijum (magnesium): Mg	126
4.3.5.4. Amonijum(i)-jon: NH_4^+	127
4.3.5.5. Litijum (lithium): Li	128
4.4. Odvajanje i dokazivanje katjona po analitičkim grupama	128
4.4.1. Odvajanje i dokazivanje katjona I analitičke grupe	128
4.4.2. Odvajanje i dokazivanje katjona II analitičke grupe	130
4.4.3. Odvajanje i dokazivanje katjona III analitičke grupe	135
4.4.4. Odvajanje i dokazivanje katjona IV analitičke grupe	140
4.4.5. Odvajanje i dokazivanje katjona V analitičke grupe	142
4.5. Podjela anjona po analitičkim grupama	145
4.6. Dokazne reakcije anjona	145
4.6.1. Prva analitička grupa anjona	145
4.6.1.1. Sulfat-jon: SO_4^{2-}	145
4.6.1.2. Fosfat-jon: PO_4^{3-}	146
4.6.1.3. Karbonat-jon: CO_3^{2-}	147
4.6.1.4. Oksalat-jon: $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	147
4.6.1.5. Tartarat-jon: $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$	148
4.6.2. Druga analitička grupa anjona	148
4.6.2.1. Hlorid-jon: Cl^-	148
4.6.2.2. Cijanid-jon: CN^-	149
4.6.2.3. Sulfid-jon: S^{2-}	149
4.6.3. Treća analitička grupa anjona	150
4.6.3.1. Hlorat-jon: ClO_3^-	150
4.6.3.2. Perhlorat-jon: ClO_4^-	150
4.6.3.3. Nitrat-jon: NO_3^-	151
4.6.3.4. Acetat-jon: CH_3COO^-	151
4.7. Odvajanje i dokazivanje anjona po analitičkim grupama	152
4.8. Dokazivanje jona u realnom uzorku	157
4.9. Provjeri svoje znanje	161
4.10. Rezime	163

5. GRAVIMETRIJSKE METODE HEMIJSKE ANALIZE **165**

UVOD U KVANTITATIVNU HEMIJSKU ANALIZU **166**

5.1. Značaj, upotreba i principi gravimetrijskih metoda analize	167
5.2. Pribor i posude za izvođenje gravimetrijskih metoda	168

5.3.	Operacije u gravimetriji	168
5.3.1.	Taloženje	168
5.3.2.	Filtriranje	171
5.3.3.	Ispiranje taloga	172
5.3.4.	Sušenje i žarenje taloga	172
5.3.5.	Mjerenje mase	173
5.3.6.	Izračunavanje rezultata	173
5.4.	Izračunavanje sadržaja supstanci	173
5.4.1.	Izračunavanje sadržaja pepela	173
5.4.2.	Izračunavanje sadržaja vlage (vode)	174
5.4.3.	Izračunavanje rezultata gravimetrijskih određivanja metodama taloženja	174
5.4.3.1.	Izračunavanje mase tražene supstance	174
5.4.3.2.	Izračunavanje masenog udjela supstance	176
5.4.3.3.	Izračunavanje zapremine rastvora ispitivane supstance	177
5.5.	Izvođenje gravimetrijske analize	178
5.5.1.	Gravimetrijsko određivanje ukupnog gvožđa	178
5.5.2.	Gravimetrijsko određivanje sulfata	179
5.5.3.	Gravimetrijsko određivanje nikla	182
5.6.	Provjeri svoje znanje	184
5.7.	Rezime	186
6.	VOLUMETRIJSKE METODE NEUTRALIZACIJE	187
6.1.	Princip i podjela volumetrijskih metoda analize	188
6.1.1.	Princip volumetrijskih metoda analize	188
6.1.2.	Podjela volumetrijskih metoda analize	189
6.1.3.	Metode neutralizacije	190
6.1.4.	Krive titracije	190
6.2.	Pribor i posuđe za izvođenje volumetrijskih metoda	191
6.3.	Vrste standardnih rastvora	191
6.3.1.	Primarni standardni rastvori	191
6.3.2.	Sekundarni standardni rastvori	192
6.3.3.	Stabilnost standardnih rastvora	192
6.4.	Indikatori	193
6.4.1.	Indikatori u metodi neutralizacije	194
6.4.1.1.	Metil-oranž	195
6.4.1.2.	Fenolftalein	195
6.5.	Priprema i standardizacija rastvora za metode neutralizacije	197
6.5.1.	Priprema i standardizacija rastvora hloridne kiseline	197
6.5.1.1.	Priprema rastvora hloridne kiseline	197
6.5.1.2.	Standardizacija rastvora hloridne kiseline	198
6.5.2.	Priprema i standardizacija rastvora natrijum-hidroksida	199
6.5.2.1.	Priprema rastvora natrijum-hidroksida	200
6.5.2.2.	Standardizacija rastvora natrijum-hidroksida	200
6.6.	Izračunavanje sadržaja supstanci	201
6.7.	Izvođenje metoda neutralizacije	205
6.7.1.	Titracija jake kiseline jakom bazom	205
6.7.2.	Titracija jake baze jakom kiselinom	208

6.7.3.	Titracija slabe kiseline jakim bazom	209
6.7.4.	Titracija slabe baze jakim kiselinom	211
6.7.5.	Titracija slabe kiseline slabom bazom	211
6.8.	Provjeri svoje znanje	212
6.9.	Rezime	213
7.	VOLUMETRIJSKE OKSIDO-REDUKCIONE METODE	215
7.1.	Princip i podjela oksido-redukcionih metoda	216
7.1.1.	Princip oksido-redukcionih metoda	216
7.1.2.	Podjela oksido-redukcionih metoda	217
7.1.2.1.	Permanganometrija	218
7.1.2.2.	Jodimetrija i jodometrija	220
7.2.	Indikatori u oksido-redukcionim metodama	220
7.3.	Priprema i standardizacija rastvora za oksido-redukcione metode	221
7.3.1.	Priprema i standardizacija rastvora kalijum-permanganata	222
7.3.1.1.	Priprema rastvora kalijum-permanganata	222
7.3.1.2.	Standardizacija rastvora kalijum-permanganata	222
7.3.2.	Priprema i standardizacija rastvora natrijum-tiosulfata	224
7.3.2.1.	Priprema rastvora natrijum-tiosulfata	224
7.3.2.2.	Standardizacija rastvora natrijum-tiosulfata	225
7.4.	Izračunavanje sadržaja supstanci	227
7.5.	Izvođenje oksido-redukcionih metoda	229
7.5.1.	Određivanje gvožđa	229
7.5.2.	Određivanje hroma	231
7.5.3.	Određivanje bakra	232
7.6.	Provjeri svoje znanje	234
7.7.	Rezime	236
8.	VOLUMETRIJSKE KOMPLEKSOMETRIJSKE METODE	237
8.1.	Značaj i princip kompleksometrijskih metoda	238
8.1.1.	Selektivnost kompleksometrijskih titracija	238
8.2.	Vrste kompleksona	240
8.3.	Tipovi kompleksometrijskih titracija	241
8.3.1.	Direktna titracija	241
8.3.2.	Obrnuta titracija	241
8.3.3.	Povratna titracija (indirektna titracija, retitracija)	241
8.3.4.	Titracija supstitucijom	242
8.3.5.	Indirektno određivanje	242
8.4.	Indikatori u kompleksometrijskim metodama	242
8.4.1.	Metalohromni indikatori	242
8.4.2.	Metalofluorescentni indikatori	244
8.4.3.	Instrumentalne metode	244
8.5.	Priprema i standardizacija rastvora edta	244
8.6.	Izračunavanje sadržaja supstance	246
8.7.	Izvođenje kompleksometrijskih metoda	247

8.7.1. Određivanje kalcijuma	247
8.7.2. Određivanje magnezijuma	248
8.7.3. Određivanje kalcijuma i magnezijuma u vodi	249
8.8. Provjeri svoje znanje	252
8.9. Rezime	254
9. VOLUMETRIJSKE TALOŽNE METODE	255
9.1. Princip i podjela taložnih metoda	256
9.1.1. Princip taložnih metoda	256
9.1.2. Podjela taložnih metoda	256
9.2. Indikatori kod taložnih metoda	257
9.2.1. Kalijum-hromat	257
9.2.2. Amonijum-gvožđe(iii)-sulfat	258
9.2.3. Fluorescein	259
9.3. Priprema i standardizacija rastvora srebro-nitrata	259
9.3.1. Priprema primarnog standardnog rastvora natrijum-hlorida	261
9.3.2. Priprema sekundarnog standardnog rastvora srebro-nitrata	262
9.3.3. Standardizacija rastvora srebro-nitrata titracijom po moru	262
9.4. Izračunavanje sadržaja supstanci	263
9.5. Izvođenje taložnih metoda	264
9.6. Provjeri svoje znanje	265
9.7. Rezime	266
POJMOVNIK	267
LITERATURA	270

UVOD U ANALITIČKU HEMIJU

Analitička hemija je nauka koja se bavi određivanjem hemijskog sastava neke supstance, odabirom metoda koje se koriste za dato određivanje, kao i određivanjem količine elemenata u ispitivanoj supstanci. Supstance koje se mogu ispitati metodama analitičke hemije su veoma raznovrsne, a mogu se naći u prirodi ili dobiti vještačkim putem.

Uobičajena podjela analitičke hemije u odnosu na zadatak koji rješava je na kvalitativnu i kvantitativnu analizu. **Kvalitativna analiza** ima cilj da dokaže prisustvo hemijskih elemenata, jona ili hemijskih jedinjenja u ispitivanoj supstanci. **Kvantitativna analiza** ima cilj da utvrdi količinu hemijskih elemenata, jona ili hemijskih jedinjenja u ispitivanoj supstanci. Drugim riječima, kvalitativna analiza daje odgovor na pitanje o tome šta je prisutno u uzorku, a kvantitativna analiza koliko je čega prisutno, pa se metode kvantitativne hemijske analize u odnosu na veličinu koja se mjeri dijele na gravimetrijske metode (mjerenje mase), volumetrijske metode (mjerenje zapremine rastvora), instrumentalne metode (mjerenje neke fizičko-hemijske veličine koja je povezana s hemijskim sastavom ispitivanog uzorka) i gasne analize (mjerenje zapremine gasova).

Danas se primjenjuju metode analize kojima se istovremeno može saznati i kvalitativni i kvantitativni sastav supstance.

Raznovrsnost metoda analitičke hemije iziskuje potrebu za njihovom podjelom. Sve metode analitičke hemije mogu se podijeliti na hemijske, fizičko-hemijske i fizičke.

Fizičke i hemijske metode su različiti postupci koji se koriste za proučavanje, analizu, promjenu svojstava materijala i identifikaciju supstanci. Fizičke metode su postupci koji se baziraju na fizičkim svojstvima materijala, i ne mijenjaju njihov hemijski sastav. Takve metode su: filtracija, destilacija, centrifugiranje, kristalizacija, sublimacija i dr. Hemijske metode su postupci koji se baziraju na hemijskim reakcijama koje mijenjaju hemijski sastav supstanci. Najčešće korišćene hemijske metode su: titracija, hromatografija, spektroskopija, elektroliza, precipitacija, ekstrakcija i dr.

Kombinacijom fizičkih i hemijskih postupaka dobijamo fizičko-hemijske metode, kojima mijenjamo i fizičke osobine i hemijski sastav. Ove metode su ključne u analitičkim ispitivanjima jer omogućavaju detaljno proučavanje i kontrolu materijala.

Metode analitičke hemije mogu se podijeliti i prema količini supstance koja se uzima za analizu. Razlikuju se makroanaliza ili gram metoda, semimikroanaliza ili centigram metoda, mikroanaliza ili miligram metoda itd.

Analitička hemija ima velik naučni, praktični i obrazovni značaj i pruža dragocjenu pomoć u naučnoistraživačkom radu. Ona čini osnovu na kojoj se izgrađuje znanje hemičara i omogućava lakše i brže razumijevanje drugih naučnih disciplina. Kao naučna disciplina, analitička hemija se i dalje neprestano razvija. Ima velik značaj u medicini, farmaciji, zaštiti životne sredine, modernoj industriji i slično.

1

UZORKOVANJE ČVRSTIH, TEČNIH I GASOVITIH MATERIJALA

U OVOM POGLAVLJU NAUČIĆEŠ DA:

- objasniš vrste uzoraka
- opišeš pripremu pribora i posuđa za uzorkovanje čvrstih i tečnih materijala i gasova u zavisnosti od vrste analize
- objasniš standarde, metode i uputstva za uzorkovanje
- opišeš postupak uzorkovanja čvrstih materijala u skladu s odgovarajućim uputstvom
- opišeš postupak uzorkovanja tečnih materijala u skladu s odgovarajućim uputstvom
- objasniš postupak apsorpcije ispitivanih gasova i provođenje vazduha kroz odgovarajuće filtre
- objasniš uzorkovanje sirovina, poluproizvoda i gotovih proizvoda u skladu s odgovarajućim standardnim metodama
- objasniš moguće rizike od kontaminacije uzorka
- demonstriraš uzimanje reprezentativnog uzorka čvrstih i tečnih materijala i gasova na zadatom primjeru.

RAZMISLI I ODGOVORI

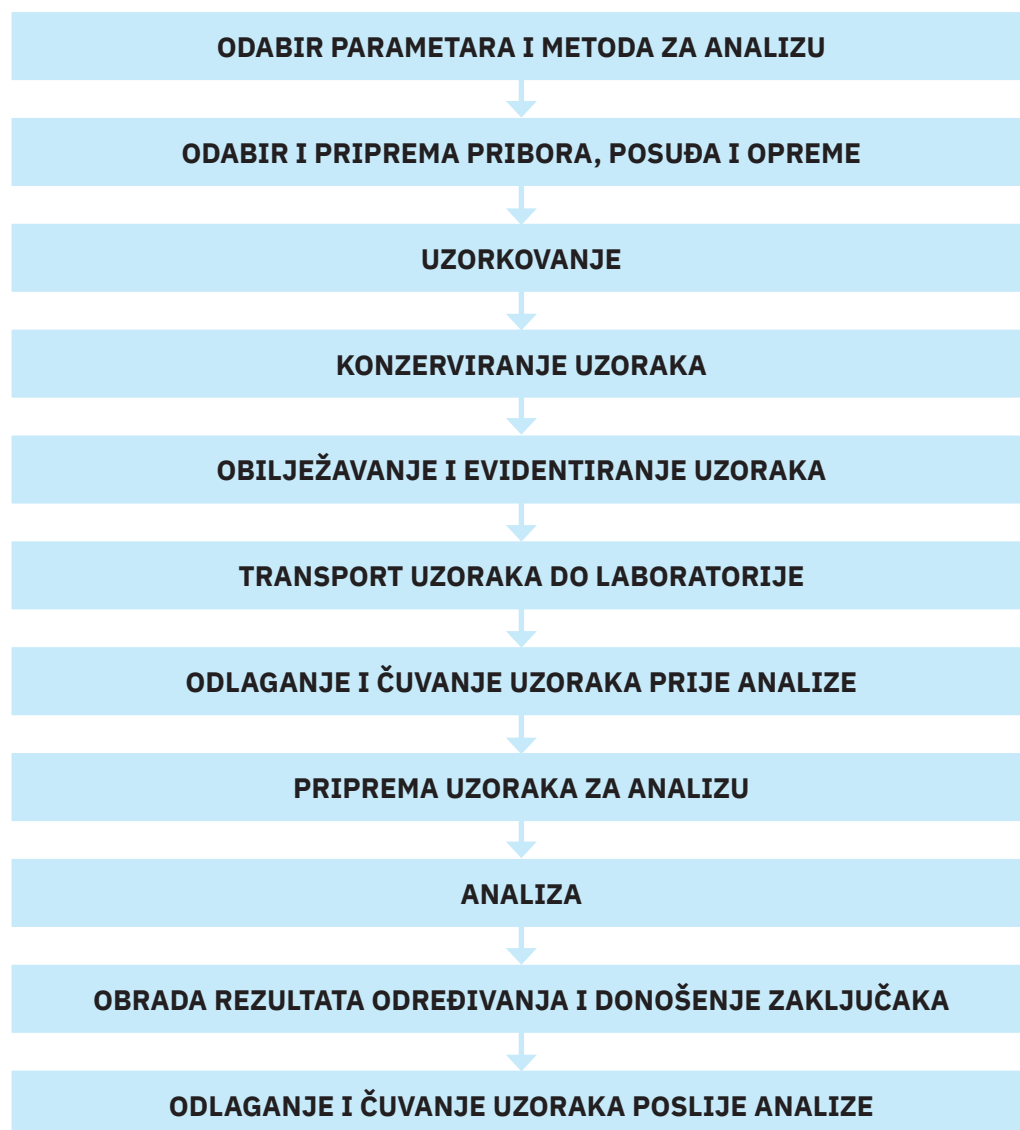
1. Napiši pojmove koje možeš da povežeš s dosadašnjim znanjem o uzorkovanju.
2. Osnovni zadatak svakog istraživanja je dobijanje novih informacija. Da bi neki proizvod imao upotrebnu vrijednost, on se mora ispitati. Pokušaj da objasniš na koji način vršimo ispitivanje i dolazimo do informacija o proizvodu.
3. Svako od nas je u nekom periodu života kontrolisao svoje zdravlje pomoću analize krvi. Kako se vrši analiza krvi? U kakvim se posudama čuva krv, i koje informacije dobijamo tom analizom?

1.1. POJAM I ZNAČAJ UZORKOVANJA, PODJELA UZORAKA

Nema stvari koja bi bila tako vredna proučavanja kao priroda.

Nikola Tesla

Proces analitičkog ispitivanja neke supstance podrazumijeva više aktivnosti koje su neophodne da bi cjelokupna analiza bila uspješno realizovana. Svaki postupak ovog procesa zahtijeva određeno vrijeme i preciznost onog ko izvodi proces, koji u određenoj mjeri utiče na kvalitet dobijenih rezultata. Prvi zadatak u analitičkom ispitivanju jeste definisanje problema, tj. određivanje cilja samog ispitivanja. Pod tim se podrazumijeva pravilno određivanje parametara koji će se ispitati, kontrolisati i analizirati. Drugi zadatak je odabir metoda za analizu, koji je usko povezan s parametrima koji se određuju i shodno njima se koristi najprihvatljivija metoda. Koja metoda će biti odabrana, zavisi od cilja analize, sastava supstance, opremljenosti laboratorije uređajima, i naravno, od znanja samog analitičara. Izbor metode zahtijeva pisanje procedura za odgovarajući problem, a često i preispitivanje u procjeni izabrane metode. Svaki segment je usko povezan, sinhronizovan i zahtijeva tačnost, preciznost i pouzdanost. Tok analitičkog ispitivanja podrazumijeva (šema 1.1):



Šema 1.1. Redosljed analitičkog ispitivanja

Redosljed analitičkog ispitivanja može se prikazati na primjeru ispitivanja vode za piće. Tok analitičkog ispitivanja vode za piće obuhvata nekoliko ključnih koraka, koji su često definisani standardima i propisima. Prvi korak u analitičkom ispitivanju vode jeste definisanje parametara koji će se analizirati. Analitičar određuje koju analizu će koristiti, da li je fizičko-hemijska ili mikrobiološka analiza. Odabir analize definiše parametare. Fizički parametri su: boja, zamućenost, ukupne čvrste materije, miris suspendovane materije. Hemijski parametri su: pH vrijednost, ukupna tvrdoća vode, prisustvo anjona i katjona (npr. nitrati, sulfati, natrijum), biocidi, biološka potrošnja kiseonika i dr. Fizičko-hemijska ispitivanja obuhvataju analizu svih ovih parametara. Mikrobiološka analiza obuhvata analizu ukupnog broja bakterija, prisustvo koliformnih i patogenih bakterija. Parametri su: mjerenje broja bakterija koje mogu rasti na hranljivim podlogama, testiranje prisustva bakterija (npr. *Escherichia coli*), detekcija patogenih bakterija. Kada analitičar definiše parametre koji su mu potrebni za analizu, sljedeći korak je planiranje uzorkovanja. Planom uzorkovanja se definišu tačke uzorkovanja – izbor lokacije, odabir posuđa, pribora i opreme za uzorkovanje. Uzorkovanje se vrši korišćenjem sterilnog posuđa i odgovarajućom tehnikom da se izbjegne kontaminacija. Ako se uzorkovanje obavlja na terenu, potrebno je pripremiti kontejnere za transport uzoraka u laboratoriju u kojima se uzorci čuvaju, na odgovarajućoj temperaturi i u adekvatnim uslovima, do same analize. Priprema uzorka na terenu obuhvata filtraciju, kojom se uklanjaju suspendovane materije, i konzerviranje, koje podrazumijeva dodavanje hemikalija za očuvanje uzoraka, ako je primjenljivo i potrebno. Svaki analitičar koji uzorkuje iz iskustva zna da se neke analize vrše na licu mjesta, kao što su sadržaj rastvorenog kiseonika, pH vrijednost, elektroprovodljivost. Potrebno je ponijeti i instrumente kao i zapisnik u kojima se bilježe rezultati ispitivanja na terenu.

Po dolasku na teren odrediti i obezbijediti bezbjedno mjesto za uzimanje uzorka. Postupak uzorkovanja se vrši prema propisima i pravilima za uzorkovanje. Dolaskom u laboratoriju uzorak se pripremi za analizu i vrši se analiza. Obrada rezultata, bilježenje i donošenje zaključaka se vrši u laboratoriji. Obrada rezultata podrazumijeva upoređivanje rezultata sa nacionalnim i međunarodnim standardima za kvalitet vode i priprema detaljnog izvještaja sa nalazima i preporukama.

Definisanje problema odnosi se na definisanje parametara koji su predmet ispitivanja. Parametri mogu biti anjoni i katjoni, zagađivači u životnoj sredini (NO_x , SO_x , CO_x , čađ, prašina...), glavni i sporedni produkti u procesu proizvodnje, supstance koje ometaju neki tehnološki proces i dr. Kada se definišu parametri koji se određuju i ispituju, odabir metoda treba da bude takav da se dobiju precizni i pouzdani rezultati, koji će dati prave informacije o tom problemu. Koliko je bitan rezultat analize, još je značajniji postupak definisanja parametara i način pristupanja samom problemu.

1.1.1. UZORKOVANJE

Kvalitet neke sirovine, poluproizvoda i proizvoda procjenjuje se određenim fizičkim i hemijskim analizama. Određivanje hemijskog sastava i analiza fizičkih i mehaničkih svojstava vrši se na manjem dijelu te sirovine, poluproizvoda ili proizvoda koji se naziva uzorak. **Uzorak** je dio sredine/medijuma, dio sirovine, poluproizvoda ili proizvoda koji ima isti hemijski sastav, fizičke, mehaničke i biološke osobine kao materijal iz koga je uzet. Uzorak je „prava slika“ materijala koji se želi ispitati. Postupak uzimanja uzorka iz neke sredine naziva se **uzorkovanje**. Uzorkovanje je širok pojam. Obuhvata proces koji se sastoji od dvije različite grupe operacija:

1. Predlaboratorijske operacije, koje se sastoje od:

- uzimanja uzoraka na licu mjesta;
- konzerviranja i obilježavanja uzoraka;

- transporta;
- skladištenja.

2. Laboratorijske operacije, u koje spada:

- tretman uzoraka;
- priprema uzoraka za analizu; prečišćavanje, odvajanje; homogenizacija.

Analit je sastavni dio uzorka koji se može odrediti kvantitativnom i kvalitativnom analizom.

Uzorkovanje je veoma važan proces u analitičkom ispitivanju. Nepravilno uzet uzorak može dovesti do grešaka u samom procesu ispitivanja, a samim tim ni rezultat ispitivanja neće biti pouzdan i kvalitetan. Stoga uzorkovanju treba pristupiti s velikom odgovornošću i preciznošću, kao i adekvatnim znanjem. Uzorkovanje zavisi od složenosti analize i količine uzorka i **analita**; opremljenosti i zahtjeva laboratorije; dostupnih standarda za analitičke metode koje će se koristiti, osposobljenosti osoblja za rad.

Svaka informacija o samom analitu je od velike važnosti kako za postupak uzorkovanja tako i za odabir metoda za analizu i ispitivanje. Ispravno uzorkovanje jedan je od najtežih zadataka u analitičkom procesu, pa je nužno definisati svrhu i cilj uzorkovanja i željenu hemijsku informaciju. Da bi se dobili kvalitetni podaci, potrebno je tokom izrade plana uzorkovanja razmotriti sve elemente i činjenice (kako bi se izbjegle greške prilikom uzimanja uzorka). Tačnost i pouzdanost rezultata analize umnogome zavisi od postupka uzorkovanja.

Svi postupci od izbora mjesta i vremena uzorkovanja pa do reprezentativnog uzorka i analize su standardizovani i za svaku vrstu uzorka postoje tačno definisana pravila.

1.1.2. VRSTE UZORAKA

U zavisnosti od toga koju vrstu analiza radimo i koji oblik uzorka nam je potreban, uzorke možemo podijeliti na više načina:

- prema agregatnom stanju – tečan, čvrst i gasovit uzorak;
- prema količini ispitivanog uzorka – makrouzorak (od 1 do 10 g) i mikrouzorak (od 10^{-3} do 10^{-6} g);
- prema planu uzorkovanja – selektivan, slučajan i integralni uzorak:
 - *selektivni* ili birani uzorak predstavlja odabrani materijal s određenim osobinama ili s određenim ciljem – da se ispita samo određena osobina;
 - *slučajni* uzorak je onaj koji je izabran nasumice, bez nekog unaprijed određenog plana uzorkovanja;
 - *integralni srednji* uzorak je onaj koji zavisi od potrebe ispitivanja, ako se želi ispitati materijal iz određenog mjesta u određenom periodu. Razlikujemo integralni uzorak po dubini i po površini. Integralni uzorak po dubini je kada se uzmu dva ili više uzoraka između dvije utvrđene dubine, a zatim se pomiješaju. Integralni uzorak po površini je uzorak dobijen miješanjem serija uzoraka koji su uzeti na različitim lokacijama na određenoj površini;
- prema vrsti analize – uzorke za fizičko-hemijsku analizu i uzorke za mikrobiološku analizu;
- prema toku proizvodnje – uzorak iz sirovina, uzorak iz poluproizvoda u toku tehnološkog procesa i uzorak iz gotovog proizvoda.

Postoje još i prosječni, radni, konzervirani, laboratorijski i analitički uzorak.

Prosječni uzorak je onaj uzorak proizvoda koji se dostavlja u laboratoriju radi ispitivanja, uzorak uzet bez unaprijed određenog plana uzorkovanja.

Radni uzorak je dio uzorka uzetog iz prosječnog ili cio prosječni uzorak na kome se vrši dio

ispitivanja ili cijela analiza.

Konzervirani uzorak je onaj kome su dodate određene supstance koje ga čuvaju jedan period radi dalje analize.

Laboratorijski ili konačni uzorak je određena količina uzorka koja je uzeta iz zbirnog uzorka, a namijenjen je za laboratorijska ispitivanja.

Analitički uzorak ili uzorak za ispitivanje jeste homogenizovani laboratorijski uzorak od kojeg se uzima dio za analizu.

Uzorak za superanalizu je uzorak koji je nadležni organ zadržao radi dodatnih analiza.

Uzorak duplikat je jedan od dva uzorka koji su dobijeni odvojeno, u isto vrijeme istom procedurom uzorkovanja.

1.1.2.1. Pojedinačni, zbirni i reprezentativni uzorak

Pojedinačni ili primarni uzorak je mala količina nekog materijala ili sredine uzetog jednim zahvatom s jednog mjesta, iz jedne određene količine ili **partije**. Ovakvi uzorci se mogu uzeti u više odvojenih tačaka iz više partija u jednakim količinama u određenom periodu, ako se želi uporediti koncentracija određenih komponenti ili **polutanata**. To je uzorak uzet tokom početne faze ispitivanja.

Kada se uzorkuje voda, pojedinačni uzorak predstavlja onu količinu vode koja se uzme jednim potezom, tj. zahvatom pomoću posude iz određene dubine na jezeru, rijeci ili moru. Pojedinačni uzorak zemljišta predstavlja onu količinu zemljišta koja se sondom izvuče u jednom potezu.

Kada se uzorkuje vazduh, sam postupak uzorkovanja razlikuje se od uzorkovanja vode i zemljišta, pa se kod njih uzima integrisani uzorak (uzorak koji će sadržati spoj više djelova sredine, koji će sadržati sve parametre koji se ispituju). **Integrisani uzorak** vazduha je uzorak prikupljen pasivnom metodom uzorkovanja u toku određenog perioda, pomoću određene opreme, tzv. uzorkivača, s pogodnim **adsorbentima**.

Zbirni ili kompozitni, mješoviti uzorak dobija se miješanjem više pojedinačnih uzoraka. Na primjer, ako kofom izvučemo određenu količinu vode iz jedne tačke na sredini jezera i to ponovimo još tri puta, ali na različitim tačkama i mjestima na jezeru, a zatim sve te uzorke sjedinimo u jednu posudu. Kompozitni uzorak može da se uzme na više različitih mjesta u isto vrijeme: na izvorištu rijeke, u sredini toka i pri obali rijeke u istom periodu. Broj komponenti koji se uzima i čini jedan ovakav uzorak zavisi od veličine uzorka koji se ispituje i vrste analize koja se radi. Kompozitni uzorak se često koristi i kao osnovni i jedini uzorak koji se sastoji od dva ili više djelova materijala koje treba ispitati. Uzet je tako da predstavlja reprezentativnu sliku tog materijala. Pojedinačni uzorci su pogodni za utvrđivanje raspodjele i koncentracije polutanata, dok su kompozitni pogodni za određivanje ukupnog kvaliteta sredine koja se ispituje.

Reprezentativni uzorak je onaj uzorak koji je po osobinama koje se ispituju isti kao i materijal iz kog je uzet. On treba da ima isti sastav i karakteristike kao i sredina iz koje je uzet (da ostane takav, nepromijenjen, sve do trenutka analize).

U velikom broju industrijskih postrojenja postoji masovna proizvodnja u kojoj se na dnevnom nivou potroši velika količina sirovina. Takav tehnološki proces zahtijeva permanentnu nabavku sirovine i njen transport u pogon radi ostvarivanja kontinuiteta u procesu proizvodnje. Sirovina kao osnovna komponenta ima važnu ulogu u tehnološkom procesu, a samim tim je vrlo bitan njen sastav i kvalitet. Za nastajanje gotovog proizvoda veoma je važna kontrola/provjera hemijskog sastava sirovine. Najčešće se prati jedna, a nekad i sve komponente. Da bi se odredili radni parametri prerade, važno je i određivanje hemijskog sastava kako polaznih sirovina tako i poluproizvoda. Zato je proces uzorkovanja i dobijanje reprezentativnog uzorka veoma važan postupak u svakom tehnološkom procesu, te se stoga i

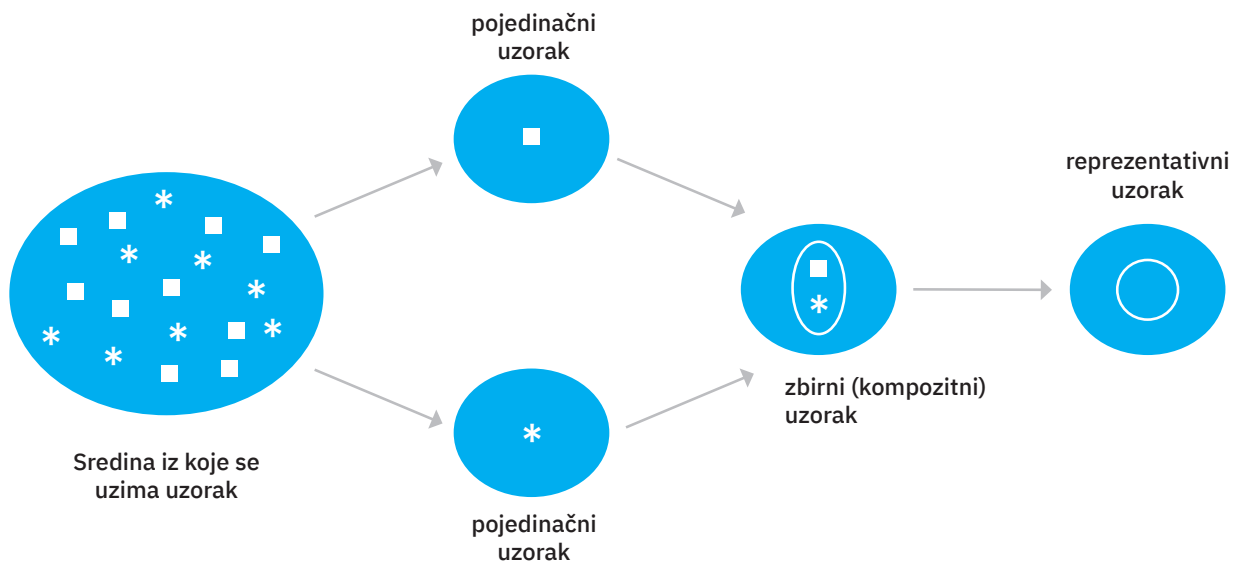
Partija je jasno definisana određena količina materijala.

Polutanti su supstance koje zagađuju ili onečišćavaju životnu sredinu.

Adsorbent (lat. *adsorbere*) jeste hemijska supstanca koja ima svojstvo da na svojoj površini fizički veže mnogobrojna hemijska jedinjenja.

Integrisan – povezan, više manjih djelova povezano u jednu cjelinu.

stiče potreba da se uz najveću tačnost i preciznost odredi hemijski sastav uzorka koji predstavlja ili reprezentuje ukupnu količinu sirovine jer jedino na taj način analiza ima smisla. Takav uzorak naziva se reprezentativni uzorak, a uzima se na način koji garantuje dobijanje prosječnog uzorka od proizvoljno velike količine sirovine. Na primjer, ako je materijal koji se uzorkuje u homogenom tečnom agregatnom stanju, a nalazi se u tri cisterne ili tri bureta, onda se uzorak uzima tako što se iz svake cisterne ili bureta uzme ista količina uzorka i izmiješa. Tako dobijamo zbirni uzorak od kog se uzme količina potrebna za obavljanje najmanje tri serije ispitivanja. Ta količina uzorka (koja se dobija iz zbirnog uzorka) predstavlja reprezentativni uzorak. Primjer dobijanja reprezentativnog uzorka prikazan je šemom 1.2.



Šema 1.2. Dobijanje reprezentativnog uzorka

Kada se uzorkuju čvrsti materijali, postupak je složeniji, jer često takav materijal nije homogen. Samim tim je i postupak uzimanja pojedinačnog i reprezentativnog uzorka složeniji. Kompozitni uzorak kod čvrstih materijala uzima se posebnom opremom koja se ubada u materijal i sjedinjuje u cjelinu, ako je tako propisano procedurom. Tako uzet uzorak je najpribližniji prosječnom sastavu u odnosu na ukupnu količinu i ujedno predstavlja reprezentativan uzorak.

Često se reprezentativni uzorak dijeli na tri jednaka dijela: jedan za analizu, drugi za isporučioća sirovine, a treći se zapečati i čuva u slučaju spora između prodavca i kupca sirovine.

1.2. PRIPREMA I ODABIR PRIBORA I POSUĐA ZA UZORKOVANJE

Uzimanje uzorka može se obavljati ručno i automatski. Ručno se obavlja pomoću plastičnih i staklenih bočica, sondi, sisaljki, kašika, lopata, menzura, a automatski pomoću uređaja uzorkivača koji sadrže pumpe i automatski uzorkuju određenu količinu uzorka. Automatsko uzorkovanje često prati i automatsko praćenje i bilježenje određenih parametara, kao što su: protok, brzina vode ili vjetra, pH vrijednost, elektroprovodljivost itd. U zavisnosti od toga da li se uzorkovanje vrši ručno ili automatski, razlikuje se i oprema za uzorkovanje. Izbor opreme za uzorkovanje zavisi od:

- osobina uzorka;
- tipa i osobina sredine koja se uzorkuje;
- obima uzorkovanja;
- količine uzorka koja je potrebna za analizu;
- cilja analize.

Pribor i posuđe koji se koriste treba da obezbijede:

- reprezentativan uzorak bez mogućnosti kontaminacije ili hemijske promjene uzorka;
- siguran transport i skladištenje;
- sigurnost i zaštitu za uzorkivača u zavisnosti od prirode analita.

Osoba koja vrši uzorkovanje treba da nosi zaštitne rukavice, zaštitnu obuću i odjeću kako bi zaštitila sebe, a istovremeno spriječila dodir i mogućnost **kontaminacije** uzorka. Kod nekih vrsta uzorkovanja, kao npr. za mikrobiološku analizu, potrebna je i zaštitna maska. Kod uzimanja uzoraka nekog radiološkog sastava potrebna su specijalna odijela.

Kontaminacija

(lat. *contaminatio* – kvarenje, prljanje) jeste zagađenje životne sredine i živih organizama otrovnim supstancama ili korišćenje materijala koji narušava zdravlje korisnika.

1.2.1. PRIPREMA PRIBORA I POSUĐA ZA UZORKOVANJE

Sva oprema koja je namijenjena za uzorkovanje mora biti izrađena od materijala koji ne može da kontaminira uzorak. Posuđe koje je namijenjeno za višestruko uzorkovanje treba da bude jednostavno za čišćenje, bez mogućnosti kontaminacije. Prije upotrebe neophodno je provjeriti je li posuđe čisto, a nakon upotrebe potrebno ga je očistiti. Priprema i čišćenje posuđa i pribora vrši se u laboratoriji, kao i na terenu prije samog uzorkovanja. Način čišćenja posuđa je određen analitom koji se ispituje. Na primjer, za isparljiva organska jedinjenja posuđe treba zagrijavati na temperaturi od 105°C tri sata, a zatim ga ohladiti u eksikatoru, neposredno prije upotrebe, da bi se izbjegla kontaminacija. Za poluisparljiva i neisparljiva organska jedinjenja koristi se posuđe koje je oprano odgovarajućim rastvaračem i osušeno neposredno prije upotrebe. Za teške metale koristi se posuđe koje je oprano 10% nitratnom kiselinom ili 16% hloridnom kiselinom, tako što se preko noći potopi i ostavi u kiselini, a zatim se ispere destilovanom vodom. Prije uzimanja uzorka vode posuđe treba oprati tri do četiri puta vodom iz mjesta uzorkovanja. Radi određivanja nitrata i fosfata posuđe se očisti beznutritivnim deterdžentom, ispere čistom vodom i potopi preko noći u 10% hloridnu kiselinu, a zatim dobro ispere destilovanom vodom. Za pranje i čišćenje posuđa od stakla koristi se hromna ili hrom-sumporna kiselina. Zidovi posuđa za uzorkovanje su odlična podloga za razvoj i širenje raznih bakterija i zato ih je potrebno detaljno očistiti i **sterilisati**.

Sterilizacija

(lat. *sterilis* – neplodan) jeste proces kojim se potpuno odstranjuju ili uništavaju svi mikroorganizmi i njihove spore s predmeta, instrumenata, pribora, posuda do te mjere da se na standardnim medijima za kultiviranje ne mogu dokazati.

1.2.2. PRIBOR I POSUĐE ZA UZORKOVANJE

Pribor i posuđe za uzorkovanje izrađeni su od visokokvalitetnog materijala, kao što je: nerđajući čelik, bor-silikatno staklo, kvarc, polietilen, polipropilen. Svi njihovi dijelovi moraju biti izrađeni od materijala otpornog na djelovanje sredine koja se uzorkuje (npr. kiseline ili neke druge hemikalije) i na sredstva za čišćenje. Ako su namijenjeni za uzorkovanje naftnih proizvoda, organskih rastvora, zapaljivih tečnosti i gasova, moraju biti izrađeni od materijala slabe električne provodljivosti kako bi se spriječilo stvaranje elektriciteta u dodiru s drugim metalnim predmetima. Odabir pribora i posuđa koji su potrebni za uzorkovanje vode zavisi od:

- mjesta uzorkovanja;
- vrste uzorka koji treba uzeti.

Uzimanje uzorka vode može se vršiti korišćenjem kofe, staklene i plastične flaše, pomoću hvatača za uzimanje uzoraka površinskih voda (slika. 1.1), ili pomoću vertikalnih i horizontalnih uzorkivača.

Slika 1.1. Posuđe za uzorkovanje vode:
 hvatač (a)
 kofa (b)
 plastično posuđe (c)
 stakleno posuđe (d)



Ako se u uzorku vode određuje sadržaj rastvorenog kiseonika, uzorak se uzima u Vinklerovu bocu (slika 1.2), iz koje se uklone mjehurići vazduha i fiksira se rastvoreni kiseonik.



Slika 1.2.
 Boca po Vinkleru

Postoji više vrsta posuda ili ručnih uzorkivača, koji su konstruisani za uzorkovanje površinskih voda, tako da se uzimanje uzoraka vrši zahvatanjem s većih dubina. Razlikujemo horizontalne i vertikalne uzorkivače (slika 1.3), koji su izrađeni od plastike i stakla. Princip uzorkovanja je jednostavan: zatvorene posude spuštaju se na određenu dubinu; pomoću vođića otvori im se poklopac koji se nalazi na vrhu posude, pune se vodom, zatvaraju i izvlače na površinu.



Slika 1.3. Horizontalni i vertikalni uzorkivači za vodu

Uzorkovanje podzemnih voda vrši se pomoću pumpe ili ručno pomoću **pijezometra** i specijalnog posuđa prikazanog na slici 1.4. Posuđe je izrađeno od nerđajućeg čelika ili plastike u obliku vrećica ili uskih posudica koje se spuštaju kroz pijezometar do određene dubine. Uzorkovanje se vrši tako što voda nesmetano ulazi u vrećicu/posudicu. Na donjem dijelu se nalazi teg, a pomoću kanapa se vrećica izvlači van.

Pijezometar (engl. *piezometer*) predstavlja osmatrački bunar manjeg prečnika koji služi za mjerenje nivoa podzemnih voda ili piiezometarskog pritiska, tako da nivo vode u njemu odgovara nivou podzemne vode u njejoj okolini. Nivo vode se određuje mjerenjem rastojanja od vrha njegove konstrukcije do nivoa vode. Pijezometar se po potrebi koristi za uzorkovanje podzemnih voda, kao i za mjerenje temperature vode.



Slika 1.4. Posuđe za uzimanje uzoraka podzemnih voda pomoću piiezometra

Veličina i tip uzorka koji se uzima, njegova hemijska svojstva, određuju vrstu, oblik i materijal posuđa koje je potrebno za uzorkovanje. Za isparljiva organska jedinjenja koriste se prozirne ili smeđe boce/bočice s poklopcima na navoj ili sa čepom obloženim folijom od tetrafluoretenske smole, koji obezbjeđuju gasno zaptivanje (slika 1.5a). Za poluisparljiva ili neisparljiva organska jedinjenja koriste se prozirne tegle sa čepovima ili teflonski obloženi poklopci (slika 1.5b). Za uzorkovanje neorganskih jedinjenja, kao što su metali, koristi se polietilensko ili stakleno posuđe s produženom ručkom.

Za uzimanje uzorka tečnosti iz industrijskih postrojenja upotrebljavaju se pipete, vakuumske sisaljke, lopatice i klipne štrcaljke (slika 1.6). Pipeta prikazana na slici 1.6a, koristi se za uzorkovanje tečnosti kao što su alkoholna i bezalkoholna pića iz cisterne i bačve. Na slici 1.6b prikazano je posuđe za uzorkovanje mineralnih ulja, a na 1.6c



Slika 1.5. Posuđe za uzorkovanje isparljivih (a) neisparljivih (b) organskih jedinjenja

klipne sisaljke i čaša. Najčešće se koriste klipne sonde za uzorkovanje tečnosti i ulja male viskoznosti.



a)



b)



c)



Slika 1.6. Posuda za uzorkovanje alkoholnih i bezalkoholnih pića (a), posude za uzorkovanje mineralnih ulja (b), klipne štrcaljke, sisaljke, čaša (c)



Putem linka i QR koda možete saznati više o uzorkovanju sondom.

<https://www.youtube.com/watch?v=EmxECH-gIGA>



Vakuumske sisaljke se koriste za uzorkovanje tečnosti koje se nalaze na dubini do 4 m. Rade tako što se stvara vakuum u boci koja je spojena crijevom s tečnošću koja se uzorkuje. Tečnost se vakuumom usisava i tako se boca puni. S njima se uzima uzorak naftnih proizvoda, prehrambenih i agresivnih hemikalija iz cisterni, bačvi ili raznih rezervoara kao i iz farmaceutskih proizvoda (slika 1.7).

Slika 1.7. Vakuumske sisaljke

Posuđe koje se koristi za uzorkovanje agresivnih tečnosti: kiseline, baze, deterdženti, rastvarači, jesu sonde, boce, zahvatači i precizni uzorkivači, prikazani na slici 1.8, izrađeni od polipropilena sa fiksiranom i produženom drškicom.



Slika 1.8. Uzorkivači i zahvatači za agresivne tečnosti



Putem linka i QR koda možete saznati više o uzorkovanju agresivnih tečnosti.

<https://www.youtube.com/watch?v=LM-JqsfRvrs>

Za uzorkovanje čvrstih materijala u obliku praha ili granula upotrebljavaju se sonde, cjevčice, svrdla, lopatice, ručne bušilice itd. Za uzimanje mekih i polučvrstih uzoraka koriste se ručne bušilice (slika 1.9). Uzorak se uzima tako što se ručne bušilice unesu u proizvod ili sirovinu koja se uzorkuje i laganim pokretom izvuče van. Jedna strana bušilice je otvorena i lako prihvata materijal.



Slika 1.9. Ručna bušilica za meke i polučvrste uzorke

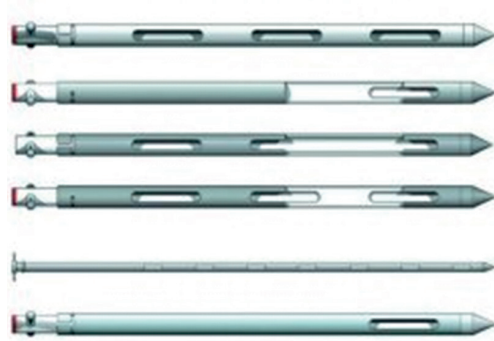


Na slici 1.10 prikazano je svrdlo s valjkom koje se koristi za uzorkovanje zamrznute hrane ili koncentrata voćnih sokova. Materijal se istovremeno izvlači i odlaže u valjak za uzorkovanje koji je napravljen od nerđajućeg čelika.

Slika 1.10. Svrdlo s valjkom

Uzorkovanje materijala kao što su pijesak, pepeo, žitarice, šećer, brašno, cement i drugih materijala u rasutom stanju vrši se pomoću sondi (slika 1.11). Sonde se upotrebljavaju za uzimanje uzoraka sirovina ili proizvoda koji su u rasutom stanju u magacinima, silosima ili iz vreća, buradi i ambalaže na dubini do 3,5 m. Sondu čine unutrašnja i spoljašnja cijev koje imaju otvore. Vrh sonde je zašiljen. Sonda se uvodi u materijal od vrha ka dnu i pomoću drške kružnim pokretom otvara se njena komora. Kada se napuni materijalom, pomoću drške se zatvori a uzorak se izvači van. U zavisnosti od namjene, sonde se razlikuju po dužini i promjeru.

Slika 1.11.
Razni oblici sondi
za uzorkovanje
praškastog
materijala



Za uzorkovanje praškastih materijala, pijeska, pepela, prehrambenih proizvoda, osim sondi koriste se i lopatice, koje su izrađene od nerđajućeg čelika i plastike u zavisnosti od namjene (slika 1.12).

Slika 1.12.
Razni oblici lopatica
za uzorkovanje
praškastog
materijala



Slika 1.13.
Svrkla različitih
oblika



Svrlo se koristi za uzorkovanje proizvoda u obliku paste, biljnih i životinjskih masti i ulja, voska, vazelina, kao i za uzorkovanje zemljišta (slika 1.13).

Kada se ispituju struktura i hemijski sastav zemljišta, potrebna je oprema: pedološki nož, ašov, lopate i komplet opreme koji podrazumijeva plastične kese za uzorke,

svrdla, sonde različitog oblika, cilindri po Kopeckom. Jedan takav komplet opreme za uzorkovanje zemljišta prikazan je na slici 1.14.

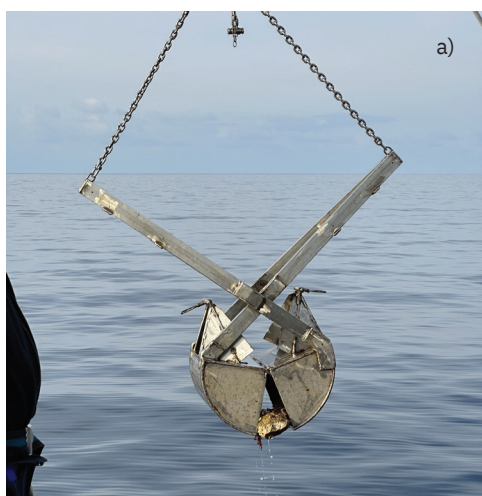


a)

b)

Slika 1.14. Komplet opreme za uzorkovanje zemljišta cilindrima po Kopeckom (a), cilindar (b)

Za uzimanje uzorka sedimenta, kao što su mulj i pijesak, koriste se bager ili hvatači (slika 1.15a), koji se sastoje od posude sa zglobom koji se zatvara poslije zahvata određene količine materijala. Kada se hvatač spusti u vodu, zahvata određenu količinu sedimenta i izvlači se na površinu, gdje ostavlja uzorak na već pripremljenu podlogu. Sediment se može uzorkovati i pomoću ručnih i klipnih sondi (slika 1.15b).



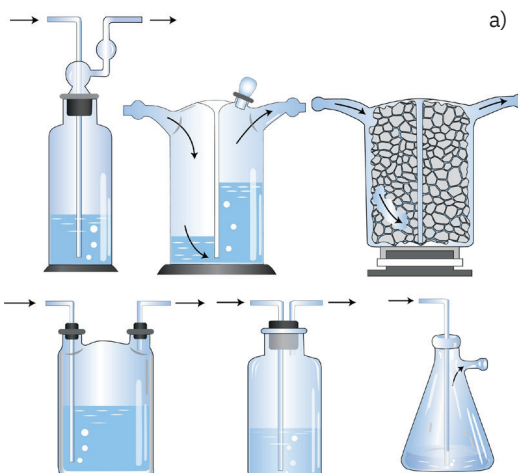
a)



b)

Slika 1.15. Hvatač za sediment (a)
ručna sonda za sediment (b)

Uzorkovanje gasova obavlja se u staklenim posudama od inertnog materijala (zapremine od 100 do 250 cm³), koje se nazivaju ispiralice (slika 1.16a), ili pomoću raznih pipeta. Ispiralice ili Vulfova boca je laboratorijska posuda koja je zatvorena čepom kroz koji prolaze dvije cijevi (slika 1.16b). Jedna cijev je duža i bliža dnu posude, a druga je kraća i nalazi se ispod čepa. Boca se dopola napuni vodom ili nekom drugom tečnošću koja služi kao adsorbent nečistoća iz vazduha ili nekog drugog gasa. Ubrizgavanje vazduha se vrši kroz dužu cijev, pri čemu se stvaraju mjehurići u tečnosti, a prečišćeni gas izlazi kroz kraću cijev.



a)

Slika 1.16. Posude za uzorkovanje gasova: ispiralice (a), Vulfova boca (b)

b)



1.2.3. KONTEJNERI ZA UZORKE

Kontejneri su posude u kojima se čuvaju uzorci do analize i transportuju na analizu, a u nekim slučajevima služe za uzorkovanje. Izbor kontejnera za uzorkovanje je od ključne važnosti za očuvanje integriteta uzorka. Kontejner treba da spriječi kontaminaciju uzorka, gubitak usljed adsorpcije ili isparavanja. Standard EN ISO 5667-3 sadrži detaljan popis i svojstva kontejnera koji se mogu koristiti u zavisnosti od parametara koji se ispituju (više o standardu i standardizaciji u narednom poglavlju 1.3.1). Prilikom izbora kontejnera treba voditi računa o:

- mehaničkoj i termičkoj otpornosti;
- efikasnosti zatvaranja i ponovnog otvaranja;
- jednostavnosti čišćenja i ponovnoj upotrebi;
- praktičnosti u pogledu veličine, oblika i mase.

Za uzorkovanje i čuvanje otpadnih, površinskih voda za fizičko-hemijsku analizu koriste se plastični kontejneri za većinu parametara koji se ispituju, dok se stakleni kontejneri koriste za uzorkovanje i čuvanje ulja, masti, deterdženata, pesticida, ugljovodonika, voda za mikrobiološku analizu, određivanje sadržaja kiseonika i dr. U plastičnim kontejnerima čuvaju se farmaceutski i prehrambeni praškasti proizvodi (slika 1.17).



Slika 1.17. Plastični i stakleni kontejneri za čuvanje i uzorkovanje

Kontejneri koji se koriste za transport i čuvanje posebne vrste tečnosti, kao što su benzin, alkohol, alkoholna pića, organski rastvarači jesu boce od inertnog materijala sa uskim otvorom (slika 1.18).



Slika 1.18. Kontejneri od inertnog materijala

U plastičnim i papirnim vrećicama čuvaju/skladište se i transportuju uzorci kao što brašno, pijesak, šećer, suvo voće i dr. (slika 1.19).



Slika 1.19. Plastične i papirne vrećice za čuvanje i transport uzorka

1.3. STANDARDI, METODE I UPUTSTVA ZA UZORKOVANJE

1.3.1. STANDARDI I STANDARDIZACIJA

Standardizacija je ujednačavanje postupaka i procedura čiji je cilj da završni proizvod zadovolji određene kvalitete, odnosno norme. To je proces implementacije i razvoja tehničkih standarda zasnovanih na konsenzusu različitih strana: firmi, korisnika, interesnih grupa, organizacija i vlade. Proces pripreme, donošenja, usvajanja i primjene propisa naziva se standardizacija, a sami propisi se nazivaju **standardi**.

Svaki proizvod od momenta proizvodnje, stavljanja u promet, analize, ispitivanja i uzorkovanja podliježe određenim pravilima, smjernicama koje propisuje Institut za standardizaciju Crne Gore (ISME), a koji su u skladu sa standardima koje propisuju Međunarodna organizacija za standardizaciju (ISO) i Regionalna organizacija za standardizaciju (CEN). Međunarodna organizacija za standardizaciju je agencija Ujedinjenih nacija, osnovana 23. februara 1947. godine, sa sjedištem u Ženevi (Švajcarska). Organizacija razvija i objavljuje međunarodne standarde u svim oblastima tehnike i netehnike (osim elektrotehnike i elektronike za koje je zadužen IEC). Regionalni nivo standardizacije čine regionalne organizacije za standardizaciju u kojoj mogu da učestvuju odgovarajuća tijela za standardizaciju zemalja jednog geografskog, ekonomskog ili političkog područja svijeta. Evropski komitet za standardizaciju (CEN) osnovan je 1961. godine sa sjedištem u Briselu. On obezbjeđuje platformu za razvoj evropskih standarda i drugih tehničkih specifikacija. CEN čine nacionalna tijela za standardizaciju iz 34 evropske zemlje. Nacionalna organizacija za standardizaciju je organizacija priznata za nacionalnog člana odgovarajuće međunarodne ili regionalne organizacije za standardizaciju. (ISME)

ISME – Institut za standardizaciju Crne Gore

ISO – Međunarodna organizacija za standardizaciju (*International Organization for Standardization*)

CEN – Evropski komitet za standardizaciju (*The European Committee for Standardization*)

Standardi su opšteprihvaćena pravila i odredbe koje obuhvataju tehničke specifikacije,

Standard je dokument uspostavljen konsenzusom i odobren od priznatog tijela, koji pruža, za zajedničku i ponovljenu upotrebu, pravila, smjernice ili karakteristike za aktivnosti ili njihove rezultate, usmjerene na postizanje optimalnog stepena poretka u datom kontekstu. (Institut za standardizaciju Crne Gore)

postupke za izradu proizvoda, ispitivanje i metode ocjenjivanja usaglašenosti. Primjena standarda obezbjeđuje bolju efikasnost u proizvodnji, poboljšava kvalitet usluga.

Međunarodni standard je standard koji su donijele evropske organizacije za standardizaciju koji je dostupan javnosti.

Crnogorski standardi se razvijaju i objavljuju uz poštovanje principa i pravila koje su uspostavile međunarodne i evropske organizacije za standardizaciju.

Vrste standarda:

- Osnovni standard koji pokriva široko područje (MEST EN 45020, definicija 5.1)
- Terminološki standard koji se odnosi na termine (MEST EN 45020, definicija 5.2)
- Standard za ispitivanje koji se odnosi na metode za ispitivanje, ponekad dopunjen drugim odredbama kao što su uzorkovanje, upotreba statističkih metoda, redosljed ispitivanja (MEST EN 45020, definicija 5.3)
- Standard za proizvodnju koji specificira zahtjeve koje mora zadovoljiti proizvod da bi se osigurala njegova spremnost za namjenu. On može da sadrži i aspekte u vezi s terminologijom, uzorkovanjem, ispitivanjem, pakovanjem i označavanjem, a ponekad i zahtjeve u vezi s procesom (MEST EN 45020, definicija 5.5).

U našoj zemlji za kvalitet i uzorkovanje vode važe „crnogorski standardi“:

- Smjernice za izradu programa uzimanja uzoraka i postupaka uzimanja uzoraka (MEST EN ISO 5667-1, dio 1)
- Smjernice za zaštitu i rukovanje uzorcima vode (MEST EN ISO 5667-3, dio 3)
- Uputstvo za uzorkovanje rijeka i potoka (MEST EN ISO 5667-6, dio 6)
- Uputstvo za obezbjeđivanje kvaliteta pri uzimanju i rukovanju uzorcima vode iz životne sredine (MEST EN ISO 5667-14, dio 14).

Za uzorkovanje vazduha važe standardi:

- Dio 2: Uzorkovanje gasova – uzorkovanje čestica i gasova iz vazduha u zoni disanja operatera (MEST EN ISO 10882-2)
- Uređaji za difuzno uzorkovanje za određivanje koncentracije gasova i para (MEST EN 13528-3)
- Kvalitet vazduha u zatvorenom prostoru – Difuzni uređaji za uzorkovanje za određivanje koncentracije gasova i para (MEST EN 14412)
- Kvalitet vazduha ambijenta – Standardna metoda za određivanje koncentracija benzina, Dio 1: Uzorkovanje pompom, termalna desorpcija i gasna hromatografija (MEST EN 14662-1)
- Vazduh na radnom mjestu – Uređaji za volumetrijsko određivanje bioaerosola: zahtjevi i metode ispitivanja (MEST EN 14583).

Za uzorkovanje vještačkih đubriva važe standardi:

- Vještačka đubriva i materijali za kalcifikaciju – Uzorkovanje statičkih gomila MEST (CEN/TR 17040)
- Vještačka đubriva i materijali za kalcifikaciju – Uzorkovanje i priprema uzorka, Dio 1: Uzorkovanje (MENS EN 1482-1), Dio 2: Priprema uzorka (MENS EN 1482-2)
- Mjerenje radioaktivnosti u životnoj sredini – Zemljište, Dio 2: Uputstvo za izbor strategije uzimanja uzoraka, uzimanje uzoraka i priprema uzoraka (MEST EN ISO 18589-2).

Svi postupci uzorkovanja, počev od izbora mjesta i vremena za uzorkovanje pa do reprezentativnog uzorka, standardizovani su i za svaku vrstu uzorka postoje tačno definisana pravila.

Određena analiza neke sirovine, proizvoda ili poluproizvoda, kontrola fizičko-hemijskih parametara u toku procesa proizvodnje propisana je standardima. Na osnovu standarda se pišu

procedure, a na osnovu njih se određuju postupci u samoj analizi.

Protokol uzimanja uzorka sadrži podatke o:

- određivanju supstanci;
- potrebnoj mjeri preciznosti;
- metodama i tehnikama uzorkovanja;
- veličini i broju uzoraka;
- mjestu uzorkovanja;
- priboru i posuđu za uzorkovanje;
- vremenu uzorkovanja i transportu;
- načinu konzerviranja i skladištenja;
- pripremi uzoraka za analizu;
- nadzoru nad postupkom uzorkovanja;
- načinu obilježavanja i označavanja uzoraka;
- bezbjednosnim mjerama u skladu sa zakonskim propisima.

Proizvodnja i stavljanje u promet farmaceutskih proizvoda u Crnoj Gori uređeni su Zakonom o lijekovima (Službeni list CG, br. 80/2020 od 4. 8. 2020. god.). Ovim zakonom se uređuju uslovi za proizvodnju, promet i ispitivanje lijekova za humanu upotrebu i upotrebu u veterinarstvu, mjere za obezbjeđivanje kvaliteta i bezbjednost i efikasnosti lijekova, nadležnosti organa u oblasti lijekova, kao i druga pitanja koja su od značaja u ovoj oblasti. U ovaj zakon preneseni su propisi Evropske agencije za lijekove (EMA).

Ocjenu kvaliteta, bezbjednosti i efikasnosti proizvoda koji se smatraju lijekovima, kao i druge slične poslove u vezi s lijekovima obavlja Institut za lijekove i medicinska sredstva Crne Gore (CInMED).

EMA – Evropska agencija za lijekove je agencija Evropske unije, osnovana u skladu s regulativom za 726 / 2004 / EC

CInMED – Crnogorski institut za lijekove i medicinska sredstva



Putem linka i QR koda možete saznati više o standardizaciji koristeći sajt Instituta za standardizaciju Crne Gore.

https://isme.me/sr_ME/what-is-a-standard_p5022.html



Putem linka i QR koda možete saznati više o ocjeni kvaliteta, bezbjednosti i efikasnosti proizvoda koji se smatraju lijekovima koristeći sajt Instituta za lijekove i medicinska sredstva Crne Gore.

<https://cinmed.me/>

1.3.2. PLAN UZORKOVANJA

Nauka ide korak po korak i svaki čovjek se oslanja na rad svojih prethodnika.

Ernest Raderford

Plan uzorkovanja je tačno definisana procedura kojom se vrši odabir reprezentativnog uzorka koji je usko povezan s ciljem analize. Pod planom uzorkovanja podrazumijeva se tačno definisanje parametara ispitivanja; odabir lokacije za uzorkovanje; odabir tehnika i metoda uzimanja uzorka; definisanje količine i broja uzoraka, kao i način čuvanja, transporta i konzerviranja uzorka. Dobro definisan plan uzorkovanja garantuje dobru analizu, tačne i pouzdane rezultate. Plan uzorkovanja može da se temelji na odabranom tipu (tehnicu) uzorkovanja. Razlikujemo tri tipa uzorkovanja:

- intuitivno uzorkovanje;
- sistemsko uzorkovanje;
- slučajno uzorkovanje.

Intuitivno uzorkovanje se temelji na znanju i iskustvu osobe koja vrši uzorkovanje. Pri čemu se vodi računa o svim faktorima koji mogu uticati na kvalitet uzorka. Ovaj tip uzorkovanja je podložan grešci. *Sistemsko uzorkovanje* se temelji na unaprijed određenom planu uzorkovanja, a uzorak se uzima u određenim vremenskim razmacima. Uzorkovanje se temelji na prikupljanju uzoraka prema principima vjerovatnoće ili statistike. *Slučajno ili statističko uzorkovanje* se primjenjuje kada nemamo dovoljno informacija o sredini koju treba uzorkovati, a treba je ispitati. Tada uzorke uzimamo nasumično i svaki uzorak ima podjednaku važnost, ili vršimo uzorkovanje prema određenoj šemi. Slučajnim uzorkovanjem se pretpostavlja da se sve čestice ili djelovi materijala nalaze u uzorku. Najbolje je primjenljivo za homogenu sredinu; na primjer, kada se želi utvrditi koncentracija polutanata u određenoj sredini. Na slici 1.20 prikazan je primjer ova tri načina uzorkovanja otpadnih voda, koji su obilježeni pomoću tačaka. Uzorkovanje se vrši na izlazu industrijskog postrojenja za odvod otpadnih voda u toku procesa proizvodnje, gdje je koncentracija zagađujućih supstanci najveća. Ličnom procjenom uzorkivača, uzorci su uzeti na samom izlazu otpadnih voda u blizini cijevi (slika 1.20a). Na slici 1.20b prikazano je sistemsko uzorkovanje s unaprijed određenim tačkama ili mjestima uzimanja uzorka. Slučajnim uzorkovanjem (slika 1.20c), uzorak se uzima nasumično s više različitih mjesta.



Slika 1.20.

Intuitivno uzorkovanje (a),
sistemsko uzorkovanje (b)
i slučajno uzorkovanje (c)

1.3.3. METODE UZIMANJA UZORAKA

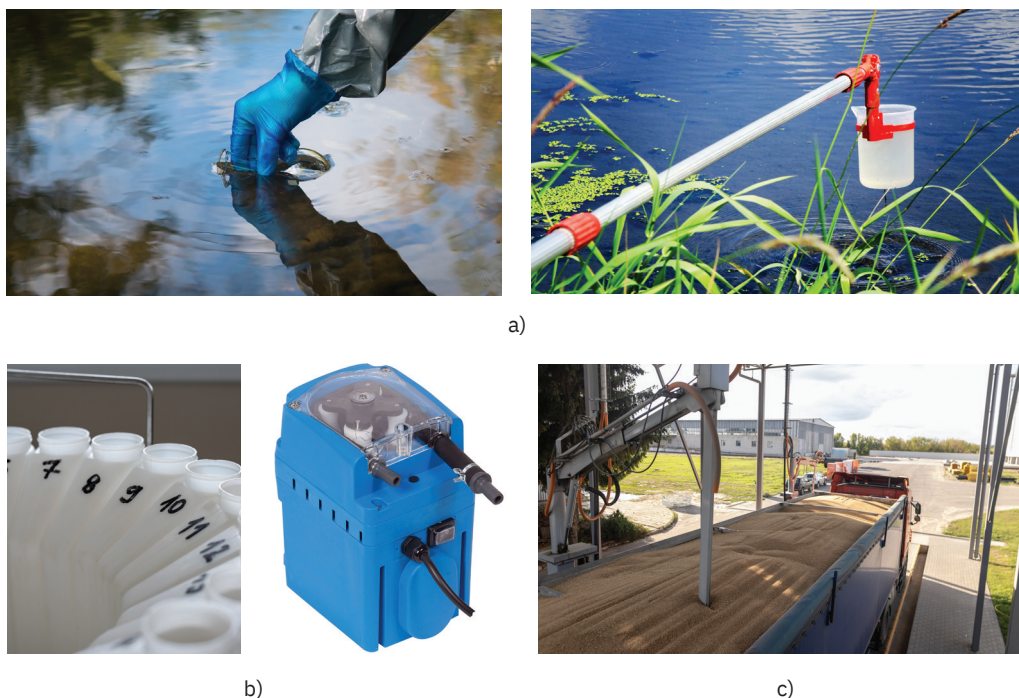
Izbor metode kojom će se određeni uzorci uzeti zavisi od više faktora: cilja uzorkovanja; stanja u kom se materijal odnosno sirovina nalazi; tačnosti uzorkovanja; ekonomičnosti.

Uzimanje uzoraka može se obavljati ručno i automatski (slika 1.21). *Ručno ili manuelno* uzorkovanje vrši se pomoću određenog pribora i posuđa (lopatice, sonde, svrda, staklene ili plastične bočice, čaše i dr.) a *automatsko uzorkovanje* pomoću različitih automatskih uzorkivača koji sadrže uz posude i određene pumpe (lančana, peristaltička i vakuum pumpa), mjerače protoka (slika 1.21b) i automatizovane sonde (slika 1.21c). Ručno uzimanje uzoraka vrši se uranjanjem otvorene posude u vodu ili ubadanjem svrdla ili sonde u zemljište/prškasti materijal. Automatskim uzorkivačima uzorak se može uzimati kontinualno i u serijama. Ovi uređaji su obično prenosivi i njima se tačno može odrediti zapremina, protok, temperatura, pH vrijednost, elektroprovodljivost uzorka.

Automatskim uzorkovanjem dobijaju se uzorci proporcionalni protoku i vremenu uzorkovanja. Razlikujemo dva tipa automatskih uzorkivača: vremenski i protočni uzorkivači. Vremenski uzorkivači vrše uzimanje uzoraka u određenim vremenskim periodima, dok se kod protočnih mjeri protok vode ili vazduha i uzima se uzorak nakon isteka određene količine vode ili vazduha. Važni su kod ispitivanja otpadnih voda i gasova, pri čemu se mogu dobiti značajni podaci na dnevnom, nedjeljnom, sezonskom i godišnjem nivou.

Znati ne znači biti.
Naučeno morate
pokušati prenijeti u
svakodnevni život.

Paskal



Slika 1.21.
Ručno uzorkovanje (a),
automatsko uzorkovanje
tečnosti (b), automatsko
uzorkovanje praškastih
materijala (c),

Zavisno od cilja ispitivanja, odabir automatskih uređaja ima više prednosti:

- jednostavno rukovanje;
- mogućnost uzimanja zbirnih uzoraka proporcionalnih protoku ili vremenu;
- mogućnost podizanja uređaja na određenu visinu;
- mogućnost funkcionisanja bez nadzora duži period;
- mogućnost podešavanja intervala između uzoraka;
- mogućnost uzorkovanja pod pritiskom;
- mogućnost hlađenja uzoraka ili dodavanja hemikalija za konzerviranje.

Koja će se metoda uzorkovanja koristiti, definisano je standardima i propisima.

Uzorkovanje može biti aktivno i pasivno. Kada govorimo o vazduhu, aktivno uzorkovanje podrazumijeva propuštanje određene zapremine vazduha kroz uređaj za uzorkovanje, npr. klipna sisaljka koja se koristi u industrijskim postrojenjima. Kod pasivnog uzorkovanja uzorak se postepeno izdvaja na nekom medijumu, kao što je filter ili rastvor, tokom određenog vremena procesom difuzije ili taloženjem. Pasivno uzorkovanje predstavlja oblik savremenih tehnika uzorkovanja koje se koriste za mjerenje nivoa koncentracije polutanata u životnoj sredini (vodi, vazduhu). Omogućava prikupljanje podataka na određenom mjestu pomoću pasivnih uzorkivača.

Greške prilikom uzorkovanja mogu biti sistemske i slučajne. Sistemske su uslovljene heterogenošću sredine, pogrešnom primjenom protokola uzorkovanja, nepoznavanjem sredine koja se uzorkuje, gubitkom i onečišćenjem uzorka, interakcijom s posuđem. Slučajne greške mogu nastati usljed promjene hemijskog sastava uzorka s obzirom na mjesto i vrijeme uzorkovanja. Zato je odabir metode uzorkovanja veoma značajan kao i postupanje prema pravilniku za određeni materijal.

Za farmaceutske proizvode postoje tačno određene, tj. propisane procedure uzorkovanja: metode uzorkovanja, oprema za uzorkovanje, količina uzoraka koja se mora uzeti i sve mjere predostrožnosti kojih se treba pridržavati radi izbjegavanja kontaminacije uzorka ili ugrožavanja njegovog kvaliteta. Uzorkovanje lijekova vrši se iz dva razloga: da se obezbijedi uzorak za analitičko ispitivanje i da se obezbijedi primjerak gotovih proizvoda. Uzorci se stoga svrstavaju u dvije kategorije:

- referentni uzorak
- kontrolni uzorak.

Referentni uzorak je uzorak koji se uzima iz sirovina, materijala za pakovanje, međuproizvoda ili gotovih proizvoda koji se čuva radi analize dok ne istekne rok upotrebe date serije. Kontrolni uzorak je uzorak upakovanog proizvoda iz serije gotovih proizvoda, i čuva se radi identifikacije, pakovanja, obilježavanja, datuma isteka roka upotrebe. Za gotove proizvode, u većini slučajeva, referentni i kontrolni uzorci su identični i čuvaju se kao potpuno upakovane jedinice proizvoda.

Uzorkovanje lijekova predstavlja veoma važnu operaciju tokom koje se uzima samo mali dio čitave serije. Validni zaključci o toj seriji lijeka ne mogu biti zasnovani na ispitivanjima koja su sprovedena na nereprezentativnim uzorcima. Zato je pravilno uzorkovanje značajan dio sistema obezbjeđenja kvaliteta. Osoblje koje vrši uzorkovanje treba da prođe redovnu obuku za uzorkovanje, koja obuhvata:

- plan uzorkovanja;
- pisane procedure i metode uzorkovanja;
- vrstu opreme i posuđe za uzorkovanje;
- rizike od unakrsne kontaminacije;
- mjere koje moraju da se preduzmu za nestabilne i sterilne supstance;
- vizuelni pregled sirovina, posuđa, kontejnera i etiketa;
- značaj održavanja lične higijene i higijene prostora;
- značaj bilježenja svih neočekivanih događaja.

1.4. POSTUPAK UZORKOVANJA ČVRSTIH MATERIJALA

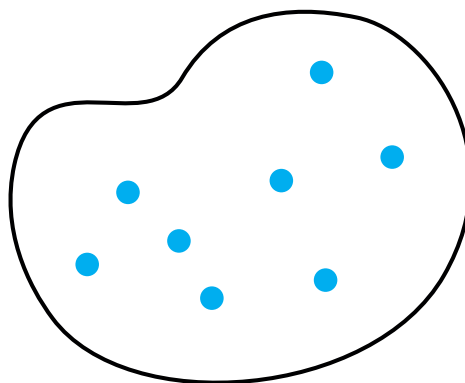
Postupak uzimanja uzoraka čvrstih materijala zavisi od karaktera istraživanja i ispitivanja. Predmet analize može biti ruda, sadržaj metala u njoj, zemljište, minerali, ugalj, keramika, staklo, cement itd. Pošto uzorak mora biti reprezentativan, njegova veličina odnosno masa i zapremina moraju obezbijediti reprezentativnost. Veličina uzetog uzorka određena je heterogenošću materijala, veličinom čestica od kojih potiče heterogenost i vrstom analize koja se obavlja. Metode za uzimanje uzorka su različite. Zavise od toga je li čvrsta supstanca u obliku šipke, **ingota**, ili je u rasutom stanju. Ako je cilj uzorkovanja neki čvrsti predmet, mora se imati u vidu da i on može biti heterogen. Na primjer, kada liveno gvožđe očvrsne, njegove nečistoće su neravnomjerne unutar samog ingota.

Usljed nehomogenosti materijala prilikom uzimanja uzorka iz legura metala, uzorak se drobi ili siječe u pravilnim intervalima, ili se bušenjem dobijaju strugotine na različitim mjestima. Strugotine, komadići ili jedan veći komad predstavljaju reprezentativni uzorak. Prilikom uzorkovanja materijala u rasutom stanju cijela masa se miješa i uzorak se uzima na različitim mjestima, na različitim dubinama. Ovako uzet uzorak mora sadržati sve prisutne čestice različitih veličina kako bi u potpunosti prikazao sastav cijelog uzorka.

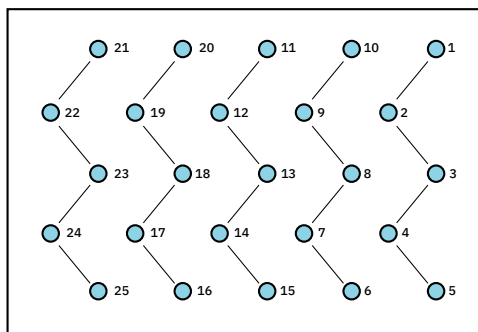
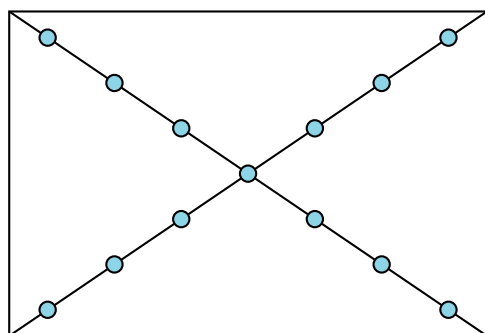
1.4.1. UZORKOVANJE ZEMLJIŠTA

Zemljište je samo po sebi heterogeno i kompleksno. Plan uzorkovanja zemljišta podrazumijeva dobro izabrano mjesto za uzorkovanje, u zavisnosti od cilja analize. Jedan od načina odabira mjesta jeste nasumičan odabir (slika 1.22), a drugi je na osnovu procjene mjesta koje je možda zagađeno.

Broj uzoraka se kreće od jedan do deset. Mjesto uzorkovanja se može odrediti prema različitim šemama (slika 1.23). Redosljed uzimanja uzorka može biti cik-cak ili dijagonalno, u zavisnosti od toga koji je cilj ispitivanja i koji su parametri potrebni za analizu. Za uzimanje uzoraka koriste se posebne sonde, ašovi, pedološki nož, pri čemu se mora voditi računa o čistoći pribora – da nema ostataka zemljišta od prethodnog uzorkovanja.



Slika 1.22.
Plan uzorkovanja nasumično



Slika 1.23.
Različite šeme uzorkovanja zemljišta



Uzimanje uzorka zemljišta vrši se ručno i mašinski. Za ručno uzorkovanje koriste se alati od nerđajućeg čelika. Mašinsko uzimanje uzorka u nenarušenom (prirodnom) zemljištu vrši se pomoću hidrauličnih sondi koje su priključene na neku pokretnu poljoprivrednu/industrijsku mašinu (slika 1.24).

Slika 1.24.
Hidraulična sonda



Putem linka i QR koda možete saznati više o uzorkovanju sondom.

<https://www.youtube.com/watch?v=GBkjMwauEzE>

Uzorkovanje pomoću sondi naziva se *sondiranje*. Predstavlja relativno brz proces prikupljanja uzorka na osnovu koga se određuje profil i tip zemljišta. Rezultati koji se dobijaju sondiranjem pomažu u odabiru lokacije na kojoj će se otvoriti glavni profil zemljišta na kome će se vršiti uzorkovanje za dobijanje informacija o morfologiji zemljišta i uzimanja uzorka za fizičke, hemijske i biološke analize. Postupak uzorkovanja započinje čišćenjem površine zemljišta od biljnih ostataka, kamenja i drugih nečistoća. Zatim se dio sonde kojim se uzima uzorak postavi na površinu zemljišta i snažnim pokretom utisne vrhom u zemljište, pri čemu se pravi bušotina, a sonda se puni zemljištem. Kada se sonda napuni, okretanjem se zatvara i izvadi se van. Zemlja se istrese na tvrdom kartonu ili se uzme uzorak pomoću noža i prebaci u posudu, zatim se sonda očisti od ostataka zemljišta a postupak sondiranja nastavi na drugom mjestu (slika 1.25). Dužina sonde je 30–60 cm u zavisnosti od cilja analize.

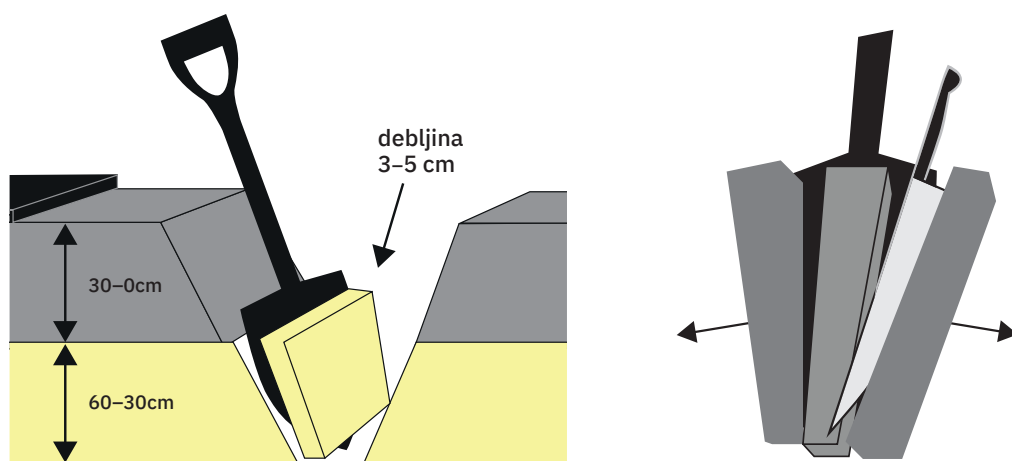
Slika 1.25.
Sondiranje



U odnosu na dubinu iz koje se uzima uzorak zemljišta, postoje dva tipa uzorka zemljišta:

- površinski uzorak;
- dubinski uzorak.

Površinski uzorak je uzorak uzet na dubini od 0 do 0,7 m, a dubinski uzorak na dubini većoj od 0,7 m. Prosječan uzorak se sastoji od 20 do 25 pojedinačnih uzoraka koji se uzimaju s određene parcele. Broj pojedinačnih uzoraka zavisi od veličine parcele i načina ispitivanja zemljišta. Tokom uzimanja pojedinačnih uzoraka potrebno je ašovom iskopati rupu u dubini 30–60 cm, zatim pažljivo izvaditi zemljište, tako da ostane na ašovu. Nožem se zasiječe središnji dio u obliku trake debljine 3–5 cm, a ostatak se odbaci (slika 1.26). Dobijena količina zemljišta predstavlja pojedinačni uzorak koji se prebaci u posudu – kofu ili kutiju. Postupak se ponavlja na nekom drugom mjestu. Ovako prikupljeni uzorci se pomiješaju, i na taj način dobijamo prosječan uzorak zemljišta koji se stavlja u veću kesu.



Slika 1.26.
Uzimanje pojedinačnog uzorka zemljišta pomoću lopate

Opšta podjela postupaka uzorkovanja zemljišta zavisi od vrste istraživanja i ispitivanja.

Za laboratorijska ispitivanja uzimaju se tri vrste uzorka zemljišta:

- u narušenom stanju;
- u nenarušenom stanju;
- u polunarušenom stanju.

Uzorci zemljišta u narušenom stanju uzimaju se za određivanje fizičkih i hemijskih osobina zemljišta pomoću pedološkog noža ili lopatice (slika 1.27). Prvo se površinski sloj zemljišta očisti ašovom ili pedološkim nožem odozgo nadolje. Uzorak se uzima lopaticom ili nožem, prvo iz najdubljih horizonata pa na kraju iz površinskih horizonata (odozdo nagore), da ne bi došlo do kontaminacije. Uzorci se uzimaju s više mjesta u okviru jednog horizonta (sloja). Masa uzorka iz svakog horizonta je od 1 kg do 1,5 kg.



Slika 1.27.
Postupak uzimanja uzorka lopaticom

Uzorci u polunarušenom stanju uzimaju se za analizu strukture zemljišta tako što se izvadi veliki komad zemlje, podigne se na visinu 0,5–1 m iznad površine zemlje i pusti da slobodno padne na kartonsku podlogu, pri čemu dolazi do razdvajanja agregata. Veći komadi se nježno rukama rastave na sitne komade, veličine 1–2 cm. Masa uzorka je od 2 kg do 2,5 kg. Transportuje se u otvorenim kartonskim kutijama da ne bi došlo do gnječenja zemljišta.

Uzorci zemljišta u prirodnom nenarušenom stanju uzimaju se za mehanička i morfološka istraživanja. Uzorkovanje se vrši cilindrima valjkastog oblika različite zapremine: od 100, 250, 500 i 1000 cm³. Najčešće se koriste cilindri po Kopeckom zapremine 100 cm³, visine 4,4 cm i prečnika 5,5 cm. Donja strana cilindra je oštra kako bi lakše prodirala u zemljište. Uzorak se uzima tako što se površina zemljišta očisti nožem ili ašovom. Potom se postavi postolje za utiskivanje cilindra i pomoću čekića cilindar se ravnomjerno utisne u zemlju. Zatim se odstrani postolje a cilindar se izvadi otkopavanjem. Neravni djelovi se poravnaju nožem, zatvore poklopcem i odlože u kutiju za transport. U slučaju da dođe do oštećenja zemljišta u cilindru, postupak se ponavlja. Uzorak se najbolje uzima iz navlaženog zemljišta (slika 1.28).

Slika 1.28.
Cilindri po Kopeckom



Količina zemljišta koja se uzima kao uzorak zavisi od vrste i načina ponavljanja analize, i kreće se 0,5–1 kg. Jedan uzorak se čuva kao duplikat u slučaju spora – arbitraže.

1.5. POSTUPAK UZORKOVANJA TEČNIH MATERIJALA

Batometar je uređaj za mjerenje dubine vode (mora, jezera).

Uzorkovanje tečnosti se razlikuje za homogene i heterogene sisteme. Budući da homogeni uzorci imaju visok stepen homogenosti, i metode koje se koriste za uzorkovanje su jednostavne. Uzorci iz homogenog sistema uzimaju se pipetom, čašom, bocom i sl. Ako je uzorak potrebno uzeti iz nekog bureta/kontejnera, onda se uzorkovanje vrši tek nakon intenzivnog miješanja. Ako se radi o cisternama, rezervoarima, kontejnerima velike zapremine u kojima nije moguće vršiti miješanje, onda se uzorak uzima na različitim dubinama i na različitim mjestima. U zavisnosti od vrste analize ovi uzorci se miješaju ili analiziraju odvojeno. Kada se uzorkovanje vrši na velikim dubinama, onda se uzorak uzima posebnim uređajima, tzv. **batometrma** i uzorkivačima.

Uzorkivači su uređaji koji se sastoje od cilindra zapremine 1–3 dm³, koji s obje strane ima poklopce. Potapanjem u tečnost do potrebne dubine, poklopci se pomoću zateznog dijela zatvaraju i uzorak se izvlači na površinu. Način zahvatanja zavisi od cilja analize. Ako je cilj

utvrđivanje koncentracije suspendovanih čestica po dubini, onda se uređaj postavlja vertikalno u tačno određene tačke (slika 1.29).



Slika 1.29.
Dubinski vertikalni
uzorkivač



Putem linka i QR koda možete saznati više
o uzorkivačima tečnosti.

<https://www.youtube.com/watch?v=O546U3xx3oo>

Najčešće analizirani uzorak iz homogene sredine jeste voda: voda za piće, površinske (morske, jezerske i riječne), podzemne, otpadne vode i atmosfere padavine. Postupak uzorkovanja vode u rijekama, jezerima i morima zahtijeva pravilan odabir mjesta i vremena uzorkovanja. Mjesto uzorkovanja se odabira prema cilju analize, pri čemu se mora voditi računa o svim faktorima koji mogu uticati na sastav samog uzorka. Kod površinskih i podzemnih voda prilikom odabira mjesta uzorkovanja vodi se računa o identifikaciji mogućih izvora zagađenja, identifikaciji mogućih **efluenata**.

Odabir mjesta uzorkovanja za otpadne vode vrši se tek nakon detaljnog upoznavanja s tehnologijom proizvodnje, kanalizacijom, načinom rada postrojenja za prečišćavanje.

Uzorkovanje voda može biti *jednokratno* ili *serijsko*. Ako se vrši jednokratno uzorkovanje, onda se uzorak uzima samo jednom na određenom mjestu. Ovo uzorkovanje se primjenjuje rjeđe, jer su rezultati nepouzdana i služe samo za orijentacionu ocjenu. Serijsko uzorkovanje se vrši kada se sastav vode mijenja u zavisnosti od mjesta i vremena uzorkovanja. Na primjer, ako tehnološki proces podrazumijeva postrojenje za prečišćavanje otpadnih voda, vrijeme uzorkovanja se odnosi na period prolaska otpadnih voda kroz samo postrojenje. Serijsko uzorkovanje vode podrazumijeva i prikupljanje uzoraka vode s različitih dubina duž izabranog dijela ili uzorkovanje u redovnim intervalima, čime se vrši kontrola kvaliteta vode tokom vremena ili u zavisnosti od protoka. Serijskim uzorkovanjem dobijaju se tačniji rezultati u odnosu na rezultate dobijene jednokratnim uzorkovanjem. Tačnost rezultata zavisi i od broja ponavljanja proba.

U zavisnosti od cilja analize ili ispitivanja potrebno je uzeti pojedinačni ili mješoviti uzorak.

Efluent je jedinstven naziv za tehnološke otpadne vode koje se prečišćene ili neprečišćene ispuštaju u sistem javne kanalizacije ili u površinske vode.

Pojedinačni ili jednostavni uzorak vode dobija se zahvatom određene količine vode. Koristi se za analizu sastava vode u određenom trenutku na datoj lokaciji. **Mješoviti ili kompozitni** uzorak dobija se spajanjem više pojedinačnih uzoraka iste zapremine uzetih iz istog mjesta u određenom vremenskom intervalu ili istovremeno na više različitih mjesta. Ovako uzet uzorak koristi se za dobijanje informacija o prosječnom sastavu vode za određeni period, koji može biti jedan sat, dan itd. Takav uzorak se ne smije uzimati u periodu dužem od jednog dana.

Mješoviti uzorak se ne može koristiti kao uzorak ako se koristi za određivanje komponenti u vodi koje se lako mijenjaju tokom određenog vremena, kao npr. sadržaj rastvorenih gasova, pH itd.

Kada je sredina heterogena, uzimanje uzorka vrši se po zapremini i po masi. U takvoj sredini uzorak se prvo homogenizuje. Ukoliko postoji mogućnost odvajanja komponenti, prvo se vrši potpuno odvajanje. *Homogenizacija smješe* ovakve heterogene sredine postiže se miješanjem, protresanjem, promjenom temperature (zagrijavanjem) ili pomoću centrifuge (vibracijama).

Ako homogenizaciju nije moguće obaviti miješanjem, protresanjem ili protokom kroz pumpe, smješa se **stratifikuje** i uzima se uzorak svake faze pomoću specijalnih uzorkivača (slika 1.30), koji se sastoje od većeg broja komora za uzorkovanje. Na primjer, prilikom uzorkovanja naftnih proizvoda u rafinerijama poslije taloženja u cistijernama ili buradima.

Stratifikacija – raspoređivanje u različite slojeve.



Slika 1.30.
Različiti uzorkivači za naftne derivate

Uzimanje uzoraka agresivnih materijala, kiselina i baza iz zatvorenih buradi, bačvi, tankova, silosa vrši se pomoću klipnih i vakuum sonde (slika 1.31). Sonde različitih dužina uranjaju se u zatvorene sisteme. Jednostavnim izvlačenjem klipa, koji se nalazi na vrhu sonde, upumpava se tečnost u sondu. Pritiskanjem ručice istiskujemo tečnost u posudu za čuvanje uzorka.



Slika 1.31.
Postupak uzorkovanja agresivne tečnosti pomoću sonde

1.5.1. UZORKOVANJE VODE ZA RAZLIČITE ANALIZE

Postupak uzimanja uzorka vode propisuje se pravilnicima. U zavisnosti od toga za koju vrstu analize su potrebni uzorci vode, način uzimanja i vrsta posuda za uzorke se razlikuju.

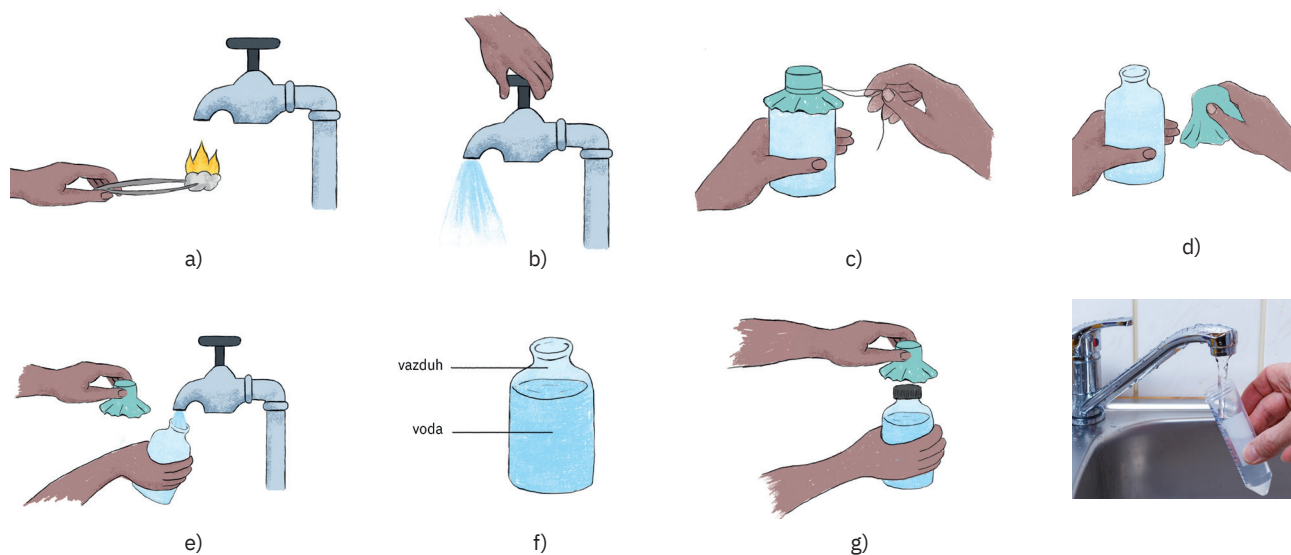
Za *mikrobiološku analizu* uzorak vode se uzima u čiste staklene boce zapremine od 250 do 1000 cm³, koje su prethodno sterilisane u suvom sterilizatoru, na temperaturi 160–180°C, u trajanju od jednog sata. U boce za uzimanje hlorisane vode prije sterilizacije dodaje se 0,15 cm³ 5% natrijum-tiosulfata (Na₂S₂O₃) radi redukcije hlora. Za uzorkovanje se mogu koristiti i plastične boce, koje su prethodno sterilisane etilen-oksikom.

U zavisnosti od toga iz koje se sredine uzima uzorak vode za analizu, razlikuju se i načini uzorkovanja. Ako se uzorak vode uzima iz vodovoda (slika 1.32), prije uzorkovanja otvor slavine je potrebno kratko izložiti plamenu ili dobro izbrisati vatrom natopljenom 70% **denaturisanim etil-alkoholom** i pustiti vodu da teče tri do pet minuta. Zatim postaviti bocu pod mlaz vode i napuniti do ³/₄ zapremine, zatvoriti pažljivo zapašaćem i staviti zaštitnu kapicu.

Ono što se treba cijeniti je ozbiljnost, a ne broj eksperimenata.“

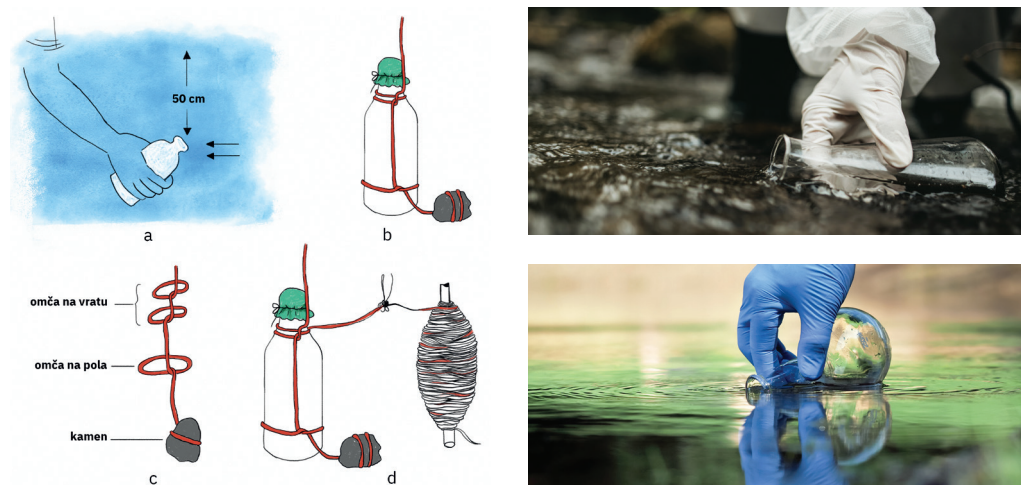
Isak Njutn

Denaturisani etil-alkohol je etil-alkohol kome se dodaju denaturanti, supstance koje ga čine otrovnim i daju mu loš ukus, čime se smanjuje njegovo konzumiranje.



Uzorak vode iz površinskih voda uzima se posebnim bocama za dubinsko uzorkovanje ili bocama za koje je zakačen teg. Uzorak se uzima na dubini 20–50 cm ispod površine vode (slika 1.33). Ako se uzorkuje voda iz jezera ili rijeke, koristi se čamac. Veoma je važno voditi računa o tome da se uzorak uzima sa suprotne strane od mjesta na kojem se nalazi motor

Slika 1.32.
Ilustracija uzimanja vode iz vodovodne cijevi



Slika 1.33.
Postupak uzimanja uzorka površinskih voda

čamca, zabacivanjem kofe ili zaranjanjem Vinklerove boce ispod površine vode. Prilikom uzorkovanja vode iz rijeke za mikrobiološku analizu, sterilna boca se postavlja prema toku struje, tako da voda koja ulazi u bocu ne dolazi u dodir s rukama. Svi uzorci za mikrobiološku analizu transportuju se u rashladnim uređajima najkasnije do šest sati od uzorkovanja. Za neke uzorke je potrebna priprema na licu mjesta, zasijavanje na podloge. Takvi uzorci se transportuju bez rashladnih uređaja. Kada se dostave u laboratoriju, takvi uzorci se čuvaju u zamrzivačima na temperaturi od 4°C maksimalno 12 sati.

Uzorci vode za *virusološku analizu* uzimaju se u plastične sudove od 10 dm³, koji se steriliziraju etilen-oksikom ili radijacijom. Transportuju se do laboratorije u rashladnim uređajima najkasnije 12 časova. Poželjno je analize odraditi odmah, u protivnom uzorak se centrifugira, priprema i čuva zamrznut do same analize.

Uzorci vode za *fizičko-hemijsku analizu* uzimaju se u hemijski čistu, dobro opranu staklenu ili plastičnu bocu, koja je hemijski inertna, zapremine od jednog litra. Uzorak vode koji je potreban za hemijsku analizu uzima se u čiste boce, koje se prije punjenja isperu dva-tri puta vodom koja se ispituje. Ako je potrebno odraditi više analiza, uzima se uzorak od pet litara vode. Prilikom uzimanja uzoraka vode za piće potrebno je pustiti vodu da teče iz slavine 3–5 minuta, a zatim oprati bocu najmanje tri puta vodom koju treba uzorkovati i ispitati. Boca se postavi ispod mlaza vode i napuni tako što se ostavi od 10 do 20 cm³ praznog prostora. Zatim se dobro zatvori zapušačem da uzorak ne bi došao u kontakt s vazduhom, koji bi uticao na koncentraciju sastojaka u uzorku. Za određivanje fenola, cijanida i mineralnih ulja u vodi koristi se posude od različitog materijala. Na primjer, za uzorke vode iz kojih se određuju fenoli, uzorak se uzima u čiste staklene boce i odmah doprema u laboratoriju. Ukoliko uslovi ne dozvoljavaju transport, dodaje se fero-sulfat ako je voda hlorisana, i uzorak se konzervira fosfatnom kiselinom do pH = 4 uz metil-oranž i 1 g bakar-sulfata. Nehlorisanoj vodi dodaju se samo fosfatna kiselina i bakar-sulfat. Kada se određuju cijanidi, uzorak se uzima u plastične boce i konzervira NaOH do pH = 12. Staklene boce zapremine od jednog litra, koje su oprane hrom-sulfatnom kiselinom, osušene i isprane CCl₄, koriste se kada se uzima uzorak vode u kome se određuju mineralna ulja.

Za *radiološku analizu* uzorak se uzima u staklene boce, i to najmanje tri litra.

1.5.2. UZORKOVANJE OTPADNE VODE

Uzimanje uzorka otpadne vode zavisi od promjene sastava otpadne vode u vremenu i prostoru. Mjesto uzorkovanja otpadne vode je:

- mjesto izliva otpadne vode u prijemnik;
- mjesto prije i poslije postrojenja za prečišćavanje;
- mjesto na unutrašnjem toku otpadne vode ukoliko sadrže opasne materije.

Uzorkovanje prečišćenih i neprečišćenih otpadnih voda vrši se uzimanjem kompozitnog ili trenutnog uzorka u zavisnosti od tehnološkog procesa i dinamike ispuštanja. Kompozitni uzorak otpadne vode dobija se miješanjem pojedinačnih uzoraka otpadne ili prečišćene vode uzet u određenom vremenskom intervalu. Takav uzorak se uzima u periodu od 24 sata, automatski, ako uslovi dozvoljavaju, gdje se istovremeno vrši mjerenje protoka i uzorkovanje (slika 1.34). Vrijeme između pojedinačnih uzoraka jednakih količina ne smije biti duže od 60 minuta. Ukoliko je to nemoguće, istovremeno se ručno uzimaju pojedinačni uzorci i mjeri se protok. Ako je sastav otpadne vode konstantan, kada sadrže mineralna ulja, isparljive supstance ili razgradljive materije, onda se uzimaju trenutni uzorci. Kada se uzima uzorak vode po izlasku iz postrojenja za prečišćavanje otpadne vode, važno je znati vrijeme zadržavanja otpadne vode u postrojenju, zbog parametara koji se ispituju.

Svi uzorci uzeti za fizičko-hemijsku i biološku analizu dopremaju se u laboratoriju u što kraćem periodu, po pravilu odmah poslije uzorkovanja, osim za radiološku analizu, gdje je

rok isporuke do pet dana. Ako uslovi ne dozvoljavaju, uzorak se konzervira i čuva u frižideru na temperaturi od 4°C.

Prilikom uzorkovanja vode neki parametri se određuju na licu mjesta, kao što su:

- temperatura vazduha i vode;
- pH vrijednost;
- elektroprovodljivost;
- redoks-potencijal;
- miris;
- boja;
- mutnoća.



Slika 1.34. Automatski uzorkivači otpadnih voda

Kod otpadne vode određuju se i taložne materije, barometarski pritisak, prisustvo kapljica ulja i raznih nečistoća.

1.5.3. UZORKOVANJE SEDIMENTA

Sediment je esencijalna, dinamička komponenta svih vodenih sistema koja zbog snažno izražene tendencije vezivanja predstavlja rezervoar toksičnih i perzistentnih jedinjenja antropogenog porijekla (USEPA). Sastav sedimenta može da varira kako vertikalno tako i horizontalno.

Površina sedimenata može se uzeti hvatačem ili bagerom i ručno pomoću uzorkivača za uzorkovanje neporemećenog sedimenta. Kada se uzorkuju sedimenti iz mirnih i plitkih voda, koristi se hvatač (slika 1.35). Uzorak se hvata u košare koje su izgrađene od nerđajućeg čelika, a spremnici su od nekog drugog nerđajućeg materijala.

USEPA (engl. *United States Environmental Protection Agency*) – Agencija za zaštitu životne sredine Sjedinjenih Država jeste agencija federalne vlade SAD koja je formirana radi zaštite ljudskog zdravlja i životne sredine.



Slika 1.35. Ekmanov bager (a) i Van Veen Grab (b)

U dubljim slojevima za neporemećene sedimente uzorkovanje se vrši pomoću uzorkivača koji se sastoji od dugačke šuplje cijevi i klipa (slika 1.36). Cijev se uranja u sediment, pomoću klipa uvlači se sadržaj do vrha i izvlači van. Ukoliko se ne profilišu na terenu, uzorci se postavljaju uspravno u cijevima i tako se transportuju do laboratorije.

Slika 1.36.
Neporemećeno
uzorkovanje
sedimenta



PM čestice (*particulate matter*), skraćena za mješavinu čvrstih čestica i tečnih kapljica koje se nalaze u atmosferi. Neke čestice su vidljive golim okom, kao što su: prašina, prljavština, čađ ili dim, dok su druge toliko male da se mogu vidjeti samo pomoću mikroskopa. Ove čestice se u atmosferi nalaze u različitim veličinama i oblicima, a nastaju kao posljedica kombinovanog uticaja saobraćaja, industrije i grijanja. Većina ovih čestica se formira u atmosferi kao rezultat složenih hemijskih reakcija, kao što su sumpor(IV)-oksid i azotovi oksidi. PM čestice sadrže mikroskopske čvrste materije ili tečne kapljice toliko male da se mogu udahnuti i izazvati ozbiljne zdravstvene probleme. Neke čestice manje od 10 mikrometara u prečniku mogu ući duboko u pluća, a neke čak i u krvotok. Čestice manje od 2,5 mikrometara u prečniku, poznate i kao fine čestice ili $PM_{2,5}$, predstavljaju najveći rizik po zdravlje.

1.6. UZIMANJE UZORAKA VAZDUHA OKOLINE

Praćenje kvaliteta vazduha podrazumijeva redovno mjerenje zagađujućih supstanci u vazduhu i istraživanje njihovog uticaja na životnu sredinu. U urbanoj sredini praćenje je obuhvaćeno redovnim mjerenjem osnovnih zagađujućih supstanci, kao što su sumpor(IV)-oksid, ugljenik(II)-oksid, azotovi oksidi, PM_{10} i $PM_{2,5}$ čestice i čađ, aerosedimenti i dr. U industrijskoj sredini vrši se mjerenje specifičnih zagađujućih supstanci, kao što su PAU (policiklični aromatični ugljovodonici), amonijak, vodonik-sulfid, hlorovodonik, dimetilamin, linearni alkil-benzen i mnogi drugi. Analiza zagađivača vazduha vrši se na uzorku koji je uzet u:

- otvorenom prostoru;
- zatvorenom prostoru – radne prostorije, kancelarije, fabrička postrojenja ili radionice.

Na koncentraciju zagađujućih supstanci u otvorenom prostoru utiču:

- blizina izvora zagađenja;
- meteorološki uslovi;
- topografski činioci;
- uticaj energije zračenja.

Ukoliko je mjesto uzorkovanja blizu izvora zagađenja, očekivano je da je i koncentracija zagađujućih supstanci povećana u tom mjestu. Pod normalnim uslovima temperatura vazduha opada s visinom, pa dolazi do miješanja donjeg toplijeg vazduha s gornjim hladnijim i gušćim. Takođe, do miješanja dolazi i pod dejstvom vjetrova. U toku **temperature inverzije** dolazi do pojave magle i gomilanja zagađujućih čestica u donjim slojevima atmosfere. Padavine mogu uticati na smanjenje koncentracije zagađujućih čestica u vazduhu, ali, s druge strane, i sunčevi zraci i visoka vlažnost vazduha dovode do stvaranje sekundarnih zagađivača.

Monitoring kvaliteta vazduha omogućava praćenje eventualnog zagađenja vazduha i određuje koje će zagađujuće supstance biti mjerene na području gdje se kvalitet vazduha ispituje.

Prva mjera u kontroli kvaliteta vazduha jeste organizovanje sistema za kontinuirano praćenje i ispitivanje najvažnijih zagađujućih supstanci u atmosferi. U industrijskim postrojenjima potrebno je izvršiti prečišćavanje gasa prije puštanja u atmosferu.

Praćenje efikasnosti postrojenja za prečišćavanje gasa nije moguće bez potpune analize emitovanog gasa. U pogonima i radionicama zagađenje vazduha može da nastane od havarije u postrojenju, pukotina na cjevovodima, aparatima, curenjem gasa iz peći i uređaja u kojima se izvode tehnološki procesi ili od dimnih gasova koji dopijevaju spolja. Zato je vrlo bitno da se prilikom uzorkovanja vazduha sagledaju svi činioci koji bi dali realnu sliku o samom uzorku. Cilj uzimanja ovih uzoraka je:

- procjena rizika izloženosti radnika zagađujućim materijama;
- praćenje uticaja zagađujućih materija na kvalitet vazduha u cilju preduzimanja mjera prevencije i zaštite;
- određivanje potencijalne opasnosti po ljudsko zdravlje i životnu sredinu;
- određivanje emisije čestica;
- utvrđivanje rada ventilacionog sistema u radionicama, postrojenjima i dr.

Prilikom uzimanja uzorka vazduha treba odrediti:

- mjerno mjesto;
- vrijeme potrebno za uzimanje uzorka;
- brzinu protoka vazduha;
- učestalost mjerenja;
- vrijeme trajanja mjerenja (dan, mjesec ili godina).

Mjesto na kojem se uzima uzorak ili postavlja mjerna stanica naziva se mjerno mjesto za uzorkovanje. Izbor mjernog mjesta zavisi od vrste zagađivača, od položaja izvora zagađenja i od meteoroloških uslova. Na mjernim mjestima vrši se i mjerenje temperature vazduha, brzine vjetra, vlažnosti vazduha, količine padavina, vakušnog pritiska. Vrijeme i učestalost mjerenja zavise od same analize, tj. od onoga što se želi utvrditi: koncentracija zagađivača u kratkoročnom, srednjem ili dugoročnom periodu. Kratkoročni period se odnosi na period uzorkovanja od jednog do tri sata, srednji na period od jednog dana, a dugoročni na jedan mjesec. Ako je cilj analize srednja koncentracija zagađivača, uzorkovanje se vrši kontinualno u toku 24 sata. Na ovaj način je moguće dobiti prosječne koncentracije polutanata u određenom periodu. Za kratkotrajne analize uzorak se uzima u periodu od trideset minuta do tri sata. U fabričkim pogonima i radionicama potrebno je odrediti mjesto gdje je najveća koncentracija zagađenja koju udiše radnik, i na tom mjestu uzeti uzorak. Kod uzorkovanja vazduha primjenjuju se dvije metode: **aktivno** i **pasivno uzorkovanje**. Aktivno uzorkovanje predstavlja oblik uzorkovanja kod koga se koriste automatski uzorkivači koji istovremeno uzimaju uzorak i mjere koncentraciju zagađujućih supstanci – polutanata (autosampler, slika 1.37)

Slika 1.37.
Automatski uzorkivač



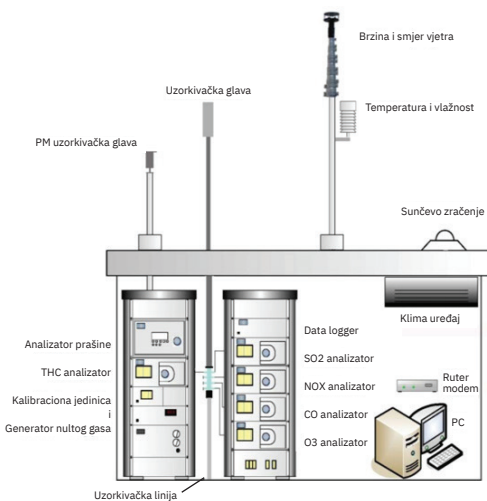
Temperaturna inverzija ili inverzija temperature je porast temperature s nadmorskom visinom.

Ovim uzorkivačem se istovremeno mjeri protok gasa kroz adsorbent i određuju zagađujuće supstance kao što su ugljenik(II)-oksid, azotni oksidi, sumpor(IV)-oksid, vodonik-sulfid, ozon, lako isparljive čestice, PM₁₀ i PM_{2,5} čestice. Sistem uzorkovanja zavisi od parametara analize.

Pasivnim uzorkovanjem dobija se uzorak vazduha koji je prikupljen u tačno definisanom vremenskom periodu: jedna sedmica ili 30 dana. Uzorak se dobija putem difuzije zagađujućih čestica u specijalnim adsorptivnim materijalima, kao što su razni filteri, membrane, tečnosti, rastvori, silikagel, aktivni ugalj itd. Ovaj način uzorkovanja se zasniva na propuštanju vazduha kroz adsorbent u određenom periodu, pri čemu se na njemu zadržavaju zagađujuće materije. Da bi se izračunala koncentracija zagađujućih supstanci u vazduhu, važno je pratiti zapreminu vazduha koja je prošla kroz adsorbent.

Danas se sve više koriste automatske mjerne stanice koje su opremljene instrumentima koji prate dnevno kretanje koncentracije čestica: automatski analizatori i sistem za prenos i obradu podataka. Oni omogućavaju dobijanje podataka o kvalitetu vazduha određenog područja slika (1.38).

Slika.1.38.
Stacionarna automatska mjerna stanica



1.6.1. UZIMANJE UZORAKA VAZDUHA RADI ODREĐIVANJA ČVRSTIH ČESTICA

Postupci uzimanja uzorka vazduha radi određivanja čvrstih čestica jesu *inercioni*, *gravitacioni*, *difuzioni*, *filtracioni*, *gradijentni* i *prosijavanje*. Inercioni postupak se vrši postavljanjem prepreke brzom strujanju vazduha, pri čemu čestice udaraju u samu prepreku i talože se,

jer je inercija čestica veća nego molekula gasa. To se postiže i pomoću ispiralica s tečnošću tako što se brze struje vazduha sprovode kroz ispiralicu. Kraj cijevi za dovođenje vazduha je sužen i udaljen od dna ispiralice 5 mm (slika 1.39). Ovakvim uređajima uzima se uzorak preko jednog kanala u toku 24 sata, a svakog drugog dana kroz drugi kanal. Pomoću pumpe uduvava se vazduh, a digitalni mjerač protoka bilježi vrijednosti protoka u toku 24 sata. Uređaj koji sadrži više

Slika 1.39.
Višekanalni uzorkivač vazduha



ispiralica povezanih u jednu cjelinu naziva se višekanalni uzorkivač vazduha (slika 1.39). Ovakvim uređajima uzima se uzorak preko jednog kanala u toku jednog dana, a svakog drugog dana kroz drugi kanal. Pomoću pumpe uduvava se vazduh, a digitalni mjerač protoka bilježi vrijednosti protoka u toku 24 sata. Uređaj automatski mjeri: trenutno vrijeme protoka, zapreminu vazduha, srednju temperaturu, vrijeme uzorkovanja kroz aktivni kanal. Uređaj sadrži i kućište za filter-papir na kome se uzorkuje čađ.

Taloženje čestica pod uticajem gravitacije moguće je za one čestice čija je veličina iznad 20 mikrometara. Čestice se talože u komorama za sedimentaciju, staklenim sudovima, zdjela, pločama. Prednost ove metode u tome je što se čestice razdvajaju po veličini. Pored gravitacije, za uzimanje uzoraka mogu se koristiti i drugi gradijenti, na primjer električno polje pod čijim se uticajem čestice kreću (elektroforeza). Za elektrostatičko taloženje koriste se instrumenti koji sadrže dvije elektrode. Potencijalna razlika između elektroda utiče na čestice prašine koje se kreću od negativne ka pozitivnoj elektrodi koja je u obliku cijevi, koja se može oprati i očistiti radi analize. Postupkom prosijavanja skupljaju se velike čestice, i njihovo razdvajanje se vrši na osnovu širine čestica, dok debljina može biti različita. Strujanjem vazduha fine čestice prolaze kroz sito, a krupne se zadržavaju, i na taj način se vrši prosijavanje. Za uzorkovanje čestica iz vazduha najčešće se koristi postupak filtriranja. Filter treba da zadrži najmanje 99% atmosferskih čestica veličine 0,3 μm , da nije higroskopan i da ne sadrži nečistoće.

1.6.2. UZORKOVANJE GASOVA

Veličina uzorka vazduha zavisi od načina uzorkovanja, procjene koncentracije komponente koja se analizira, osjetljivosti analitičke metode, vrijednosti maksimalno dozvoljene koncentracije za zadatak komponentu i od instrumenata koji se koriste za analizu. Uzorkovanje gasova i pare u vazduhu vrši se na dva načina:

- uzimanje uzorka bez obogaćivanja (koncentrisanje) komponenta prije analize;
- uzimanje uzoraka uz obogaćivanje (koncentrisanje) komponenta prije analize.

Uzimanje uzorka bez obogaćivanja zagađujuće komponente vrši se pomoću boca, pipeta, plastičnih kesa, ampula od stakla, špriceva od stakla ili teflona. Postupak uzorkovanja pomoću bočica ili pipeta određene zapremine sastoji se od punjenja sudova vodom pomoću pumpe i istovremenog izlivanja vode iz suda i ulaska vazduha u sud (slika 1.40a). Ovaj način uzorkovanja koristi se u onim slučajevima kada je za analizu potreban manji uzorak neke visoke koncentracije nečistoća. Pomoću mehumpumpe uzorak se uzima u plastične kесе. Ampule se koriste za slabo reaktivne gasove kao što su ugljenikovi oksidi: vakuumirana ampula se otvori na vrhu, gasovi ulaze u nju, zatim se zatvori voskom i transportuje u laboratoriju (slika 1.40b).

Uzimanje uzorka s obogaćivanjem ili koncentrisanjem zagađujućih komponenti vrši se:

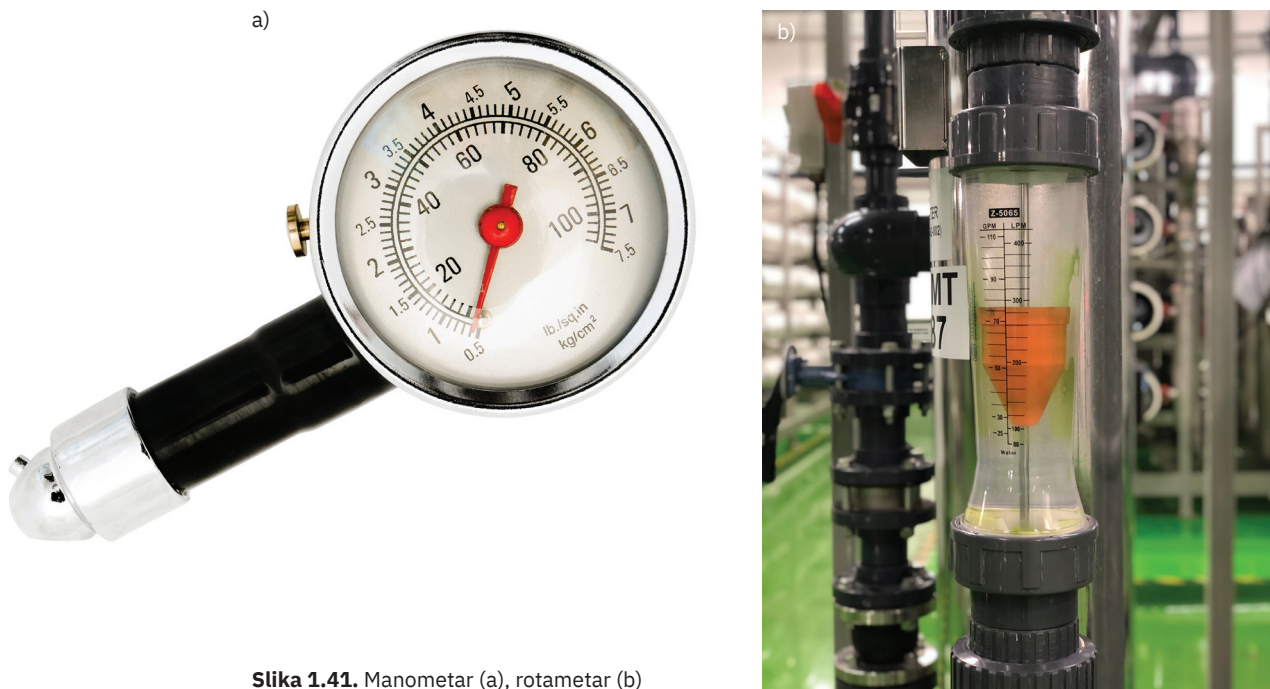
- apsorpcijom u nekom hemijskom reagensu ili rastvaraču koji se nalazi u apsorpcionom uređaju;
- adsorpcijom na aktivnom uglju, silikagelu, na niskim temperaturama na odgovarajućem supstratu;
- kondenzacijom na niskim temperaturama.

Uzimanje uzorka **metodom apsorpcije** vrši se apsorberima tako što se upijanje gasa i pare vrši tečnim ili čvrstim supstancama koje se nazivaju apsorpciona sredstva, i mogu biti kiseline, baze ili voda. **Metoda adsorpcije** koristi se kada se žele odrediti azotni oksidi i organski gasovi. Vrši se tako što gasove upija tanki sloj aktivnog uglja



Slika 1.40. Pipeta (a) i ampule za uzimanje uzorka gasova (b)

ili silikagel. Kondenzacijom se gasovi i pare, pomoću sudova za kondenzaciju, prevode u tečno stanje. Uređaj za uzimanje ovakvog uzorka sastoji se od suda (u kojem se vrši uzimanje uzorka i istovremeno vrši obogaćivanje zagađivača), filtera, aparata za mjerenje zapremine ili protoka gasa, manometra i slavine kojom se reguliše protok pumpe. Manometar je uređaj za mjerenje pritiska gasova i tečnosti koji je veći od atmosferskog pritiska, a uređaj koji se koristi za mjerenje protoka naziva se rotametar (slika 1.41)



Slika 1.41. Manometar (a), rotametar (b)

1.6.3 UZIMANJE UZORAKA OTPADNIH GASOVA

Uzorkovanje otpadnih gasova podrazumijeva uzimanje gasova iz cijevi, dimnjaka, izduvnih cijevi motornih vozila, raznih ventilatora i drugih vodova. Kod otpadnih gasova iz dimnjaka i motornih vozila uglavnom se određuju koncentracije kiseonika, ugljen-dioksida, ugljen-monoksida i koncentracija azota. Da bi se pravilno uzeo uzorak gasova i odredilo vrijeme uzimanja uzorka, neophodno je:

- upoznati se s procesom proizvodnje;
- ustanoviti da li se u toku procesa proizvodnje koncentracija otpadnih gasova mijenja;
- ustanoviti da li se proces odvija s prekidima ili bez prekida;
- ustanoviti postoji li sistem za prečišćavanje otpadnih gasova.

Kada se utvrdi plan uzorkovanja, pristupa se uzimanju uzorka u određenom trenutku ili u određenom periodu. Prvi korak je izbor mjesta s kojeg se uzima uzorak, jer koncentracija gasova nije ista na svim mjestima. Mjesto iz kog se uzima uzorak treba da bude ono u kome je koncentracija gasa najveća, a ujedno da bude bezbjedno i pristupačno. Uzorak se uzima u vertikalnom dijelu cijevi, dimnjaku, gasovodu, na udaljenosti od 10 cm od ulaza gdje su ventili, suženja i proširenja cijevi. Ako su cijevi gasovoda kružne, uzimanje uzoraka vrši se najmanje u deset tačaka presjeka cijevi. Ako je cijev pravougaonog oblika, uzima se uzorak s devet različitih mjesta. Pri tome treba voditi računa da uzorkovanje ne bude uz zidove cijevi. Mjerenja koja treba obaviti prije uzimanja uzoraka jesu protok gasa, temperatura, pritisak, sadržaj vlage, kiseonika, ugljen-dioksida.

Uzimanje uzorka radi određivanja **aerosola** je usko povezano s brzinom i periodom uzimanja uzorka. Kada je brzina protoka veća od brzine uzimanja uzorka, dolazi do ulaska krupnih čestica u usisnu cijev, i koncentracija čestica će biti manja u uzorku. Zato su kod uređaja koji se koriste za uzorkovanje aerosola pored usisne cijevi, filtera i ispiralica obavezan dio i uređaji za mjerenje protoka – rotametar, gasni sat i pumpa. Otvor usisne cijevi je okrenut prema struji gasa. Cijev je od nerđajućeg čelika, blago savijena tako da se jednim dijelom nalazi u sredini iz koje se uzima uzorak.

Aerosoli su čvrste ili tečne čestice koje lebde u vazduhu u vidu dima, prašine, magle i sl. Nastaju kao posljedica procesa u industrijskim postrojenjima, na deponijama, sagorijevanja fosilnih goriva, vulkanskih erupcija, požara itd. Veoma su štetne po zdravlje čovjeka.

1.7. UZORKOVANJE SIROVINA, POLUPROIZVODA I GOTOVIH PROIZVODA

Uzimanje uzoraka sirovina, poluproizvoda i proizvoda je neophodan dio kontrole kvaliteta tehnološkog procesa proizvodnje. Često su u proizvodnom pogonu, na određenim mjestima, postavljeni ventili ili otvori koji služe za uzimanje uzoraka i kontrolu proizvodnje. Polazni materijal se uzorkuje tako što se uzmu pojedinačni uzorci iz svih kontejnera, čime se vrši identifikacija serije sirovina. Prilikom izrade plana za uzorkovanje pakovanog materijala mora se uzeti u obzir traženi kvalitet, priroda materijala i metode proizvodnje. Kontrola tehnološkog procesa proizvodnje obuhvata uzorkovanje, specifikaciju, testiranje, organizaciju, dokumentaciju i procedure odobravanja materijala za upotrebu za proizvodni proces ili proizvoda za prodaju. Prema fazama tehnoloških procesa kontrola kvaliteta može biti ulazna, procesna i završna kontrola. Ulazna kontrola obuhvata kontrolisanje svih sirovina koje ulaze u proizvodni proces. Ova kontrola se može odnositi na sirovine, materijale, poluproizvode, **međuproizvode** i proizvode koji se transformišu tokom procesa proizvodnje. Procesna kontrola podrazumijeva praćenje određenih parametara u toku same proizvodnje, ili nakon proizvodnih operacija, kako bi se osigurao kvalitet i ispravnost finalnog proizvoda. Završna kontrola kvaliteta realizuje se nakon završetka proizvodnog procesa, a prije zaštite, pakovanja, skladištenja i puštanja u promet.

Međuproizvod je supstanca ili materijal koji se mora podvrgnuti nekom od djelova procesa proizvodnje prije nego postane gotov poluproizvod.

1.7.1. UZORKOVANJE FARMACEUTSKIH PROIZVODA

U farmaceutskoj industriji kontrola kvaliteta obuhvata uzorkovanje i sve kontrole koje se odnose na kvalitet lijeka, dokumentaciju, snabdijevanje i puštanje lijeka u prodaju. Kontrola kvaliteta se obavlja:

- u proizvodnji (na početku i tokom procesa proizvodnje);
- na uzorcima serije proizvedenih lijekova;
- na uzorcima uzetim iz prometa (kontrola poslije stavljanja u promet).

Uzimanje uzoraka farmaceutskih proizvoda obavlja se i evidentira u skladu s pisanom procedurom, koja podrazumijeva:

- postupak/metode uzimanja uzoraka;
- opremu, pribor i posuđe koje se koristi;
- količinu uzoraka koja se uzima;

Specifikacije detaljno opisuju zahtjeve kojima se usaglašavaju lijekovi ili polazni materijali korišćeni ili dobijeni tokom proizvodnje i predstavljaju bazu za procjenu kvalitet lijekova.

Unakrsna kontaminacija je kontaminacija materijala ili lijeka drugim materijalom ili proizvodom.

Poluproizvod je rezultat proizvodnog procesa, ali se mora podvrgnuti daljnjoj doradi – poluprodukt ili proizvod koji nije potpuno zadovoljio kvalitetom.

- uputstvo za dijeljenje/smanjivanje uzoraka;
- vrstu i kvalitet kontejnera koji se koriste;
- obilježavanje kontejnera sa uzorkom;
- mjere predostrožnosti u pogledu uzorkovanja sterilnih i štetnih materijala;
- uputstvo za transport i skladištenje;
- uputstvo za čišćenje i čuvanje pribora za uzorkovanje.

Uzorkovanje je postupak baziran na statističkim metodama kojim se obezbjeđuje reprezentativan uzorak posmatrane serije. Reprezentativni uzorak treba po sastavu da bude identičan s ukupnim materijalom koji se analizira. Uzorci su reprezentativni za seriju polaznih materijala ili lijekova od koje su uzeti. Radi praćenja najkritičnijeg dijela procesa (npr. početak ili kraj procesa) mogu se uzeti i drugi uzorci. Pravilnicima je propisan način uzorkovanja polaznih materijala; uzorkovanja poluproizvoda; uzorkovanja lijekova, uzorkovanja za mikrobiološku čistoću, uzorkovanja opasnih materija itd. „Broj jedinica uzoraka određuje se na osnovu dokumentacije za dobijanje dozvole za stavljanje lijeka u promet. Prilikom planiranja kontrole kvaliteta potrebno je uzeti u obzir sve segmente tržišta uz poštovanje geografskih i demografskih kriterijuma.” (Član 16 Pravilnika o sadržaju i načinu sprovođenja farmaceutskog ispitivanja lijeka u cilju kontrole kvaliteta, objavljen u Službenom listu CG, br. 4/2010 od 22. 1. 2010.)

Osoblje, laboratorije i oprema koja se koristi u kontroli kvaliteta podliježu opštim i specifičnim zahtjevima pravilnika kako bi se izbjegla slučajna **unakrsna kontaminacija**. Naročito se mikrobiološka laboratorija organizuje tako da je rizik od unakrsne kontaminacije minimiziran.



Putem linkova i QR kodova možete saznati više o uzorkivačima za farmaceutske praškaste proizvode.

<https://www.youtube.com/watch?v=2w5tDyGZWAq>



<https://www.youtube.com/watch?v=DWKmI7HSDxs>

1.7.2. UZORKOVANJE MINERALNIH SIROVINA

Uzorkovanje mineralnih sirovina i proizvoda neophodan je postupak kontrole tehnoloških procesa radi utvrđivanja kvaliteta sirovina u ležištu ili pogonu, priprema sirovina za proizvodnju, kao i kontrola kvaliteta gotovog proizvoda.

Prema mjestu i metodama prikupljanja uzorci se mogu podijeliti na uzorke:

- uzete iz samog ležišta;
- prikupljene s gomile, skladišnog prostora;
- uzete iz industrijskog procesa s transportne trake, vagona.

Podjela uzorkovanja može se vršiti i prema planu uzorkovanja: hemijsko uzorkovanje,

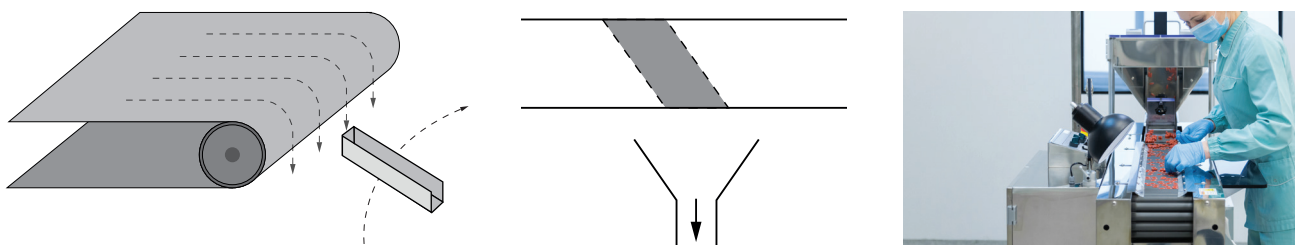
tehničko uzorkovanje i tehnološko uzorkovanje. **Hemijsko uzorkovanje** se vrši radi određivanja hemijskog sastava ispitivanog materijala. Često se koristi u fazi istraživanja i eksploatacije ležišta sirovine, kontroli sadržaja komponenata u proizvodima. Svi vidovi hemijskog uzorkovanja mogu se podijeliti na:

- operativno uzorkovanje;
- kontrolno uzorkovanje;
- eksperimentalno uzorkovanje.

Tehničko uzorkovanje se vrši u onim slučajevima kada se o kvalitetu mineralne sirovine ne može dobiti potrebna informacija na osnovu hemijskog uzorkovanja. Na primjer, sirovine koje se upotrebljavaju kao građevinski i ukrasni materijal.

Tehnološko uzorkovanje se sprovodi radi određivanja tehnološke osobine mineralnih sirovina, čime se određuje mogućnost i ekonomska isplativost njene prerade u cilju iskorišćenja svih korisnih komponenata.

Metode uzimanja uzoraka u industrijskim procesima razlikuju se po tome uzorkuju li se materijali u obliku krupnih komada ili u obliku sitnih i zrnastih. Ako je krupni materijal, uzorkovanje treba izvršiti nakon usitnjavanja sirovine (ukoliko je moguće). Uzorkovanje nepokretnog materijala vrši se izdvajanjem manjih količina ili komada. Ako se materijal prenosi pokretnom trakom, uzorak se uzima zaustavljanjem trake između dvije tačke, presijecanjem toka na transportnoj traci ili uzdužnim zasijecanjem i uzimanjem uzorka s kraja trake slobodnim padom (slika 1.42). Ovaj način uzorkovanja vrši se nekim mehaničkim uzorkivačem tako što se zahvata jedna ili više partija materijala. Uzorkovanje se može vršiti i ručno, pomoću lopate ili nekog drugog pribora.



Slika 1.42.

Uzorkovanje rasutog materijala na pokretnoj traci

Uzimanje uzoraka u industrijskom postrojenjima vrši se ručno i mašinski. Ručno uzorkovanje se vrši sa nasute skladištene sirovine parcijalno, tako što se materijal formira u obliku gomile ili kupe i uzima pomoću lopate, kašike, sonde ili svrdla (slika 1.43). Tačke uzimanja uzoraka obilježavaju se na oformljenom konusu u odnosu od 120° jedna prema drugoj. Mehanički način uzorkovanja vrši se mehaničkim uzorkivačima koji se stavljaju na mjesta gdje se materijal presipa s jednog na drugi transportni uređaj ili na mjesta gdje iz jednog proizvodnog procesa prelaze u drugi. Uzorkovanje ulazne sirovine (koja ulazi u industrijski proces) vrši se na takozvanim stanicama za izdvajanje uzoraka. Pojedinačni uzorci se spajaju na jednom mjestu i dobija se srednji uzorak. Tačke izdvajanja pojedinačnih uzoraka

rude ili proizvoda koji se nalazi u željezničkim vagonima vrši se pomoću šeme uzorkovanja, kao što su dijagonalno i pravougaono uzimanje uzoraka, najčešće pomoću različitih sondi. Pri tome se vodi računa da tačke pojedinih uzoraka budu udaljene jedna od druge najmanje 0,5 m.



Slika 1.43.

Uzorkovanje rasutog materijala sondom

1.7.3. UZORKOVANJE GOTOVIH PROIZVODA

Uzorci gotovih proizvoda uzimaju se:

- u proizvodnji – iz proizvodne partije ili dijela proizvodne partije;
- u prometu – iz ambalažnih jedinica.

Uzorci uzeti u proizvodnji i/ili prometu moraju biti takvi da svaka jedinica može biti uzorak i predstavljati prosječan sastav cijelog proizvoda. Iz svake serije uzima se po jedan proizvod, koji se dijeli na tri dijela, jedan dio se ostavlja kao duplikat, drugi se koristi za analizu, treći dio za superanalizu. Zapremina uzorka je najmanje 0,5 dm³. Ako je čvrst proizvod do 1 kg uzima se cijeli, i predstavlja reprezentativni uzorak; ako je masa preko 1 kg proizvod se rasparčava, homogenizuje i uzima se uzorak. Proizvodi u originalnim ambalažama se, ako su velike zapremine, pakuju u plastične sudove/kese, označavaju se i utiskuje se službeni pečat; a ako su manje zapremine, svaka nasumična jedinica proizvoda može predstavljati uzorak.



Putem linkova i QR kodova možete saznati više o uzorkovanju prehrambenih proizvoda.

<https://www.youtube.com/watch?v=WSgRhKyCvHI>



<https://www.youtube.com/watch?v=FnVQ-wSerAY>

1.8. MOGUĆI RIZICI KONTAMINACIJE UZORAKA

Uzorkovanje, pakovanje i transport uzoraka do laboratorije podjednako su važni kao i sama laboratorijska analiza. Tokom uzorkovanja i transporta uzoraka ne smije doći do kontaminacije. Kontaminacija uzorka najčešće može nastati:

- od nečistih ruku osobe koja vrši uzorkovanje;
- od neoprano posuđa i pribora za uzorkovanje;
- od prljavih kontejnera u kojima se vrši transport i pakovanje;
- usljed neadekvatnog pakovanja i produženog transporta;
- usljed neadekvatnog skladištenja.

Budući da su bakterije organizmi koji se nalaze svuda oko nas, da bi se izbjegla kontaminacija uzorka, neophodno je obezbijediti potpunu sterilnost opreme za uzorkovanje. Ne smiju se dodirivati zatvarači/čepovi, grlo boce i kontejneri. Svaki kontakt sa sterilnim posuđem je potencijalni rizik kontaminacije uzorka.

1.9. UZIMANJE REPREZENTATIVNOG UZORKA

U narednom sadržaju koristićeš stečena teorijska znanja pri realizaciji praktičnih zadataka u laboratoriji i na terenu. Nastavnik/nastavnica će te upoznati s ciljevima i strukturom projektnog zadatka, odnosno uzorkovanjem i uzimanjem reprezentativnog uzorka, postupcima pripreme pribora i posuđa za uzorke, izvođenjem eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata projekta. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade projektnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Budi dio jedne od grupa koje imaju zadatak da uzmu reprezentativni uzorak u različitim agregatnim stanjima.

PRAKTIČNI ZADATAK 1.1:

Uzimanje reprezentativnog uzorka vode iz vodovoda za fizičko-hemijsku i mikrobiološku analizu

Pribor i posuđe: staklena boca sa zatvaračem, plastična boca, Vinklerova boca

Hemikalije: etil-alkohol

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada uzorkovanja potrebno je pripremiti posuđe u kojem se vrši uzorkovanje. Provjeriti je li posuđe čisto. Ukoliko nije, oprati ga i sterilisati. Prije uzimanja uzorka vode sa slavine skinuti sve dodatne metalne i plastične djelove. Uzorak vode za piće uzima se na sljedeći način: prije uzorkovanja metalni otvor slavine kratko izložiti otvorenom plamenu ili dobro izbrisati vatom natopljenom 70% etil-alkoholom. Pustiti vodu da teče tri do pet minuta. Zatim postaviti bocu pod mlaz vode i napuniti do $\frac{3}{4}$ zapremine. Zatvoriti pažljivo zapušačem i staviti zaštitnu kapicu. Uzeti tri uzorka, od kojih je jedan za fizičku analizu vode. Izmjeriti određene parametre, kao što su temperatura, pH, elektroprovodljivost, boja i miris. Rezultate zapisati u svesci u unaprijed pripremljenu tabelu. Drugi uzorak, iz kog će se odrediti sadržaj rastvorenog kiseonika u vodi, uzeti u Vinkleru bocu; ukloniti mjehuriće vazduha i fiksirati rastvoreni kiseonik. Treći uzorak (za mikrobiološku analizu) uzeti u staklenu posudu. Posuda se mora oprezno otvoriti i brzo podnijeti pod mlaz vode, pri čemu treba voditi računa da uzorkivač ne kontaminira uzorak. Potrebno je zadržati dah nekoliko sekundi (ili nositi zaštitnu masku preko usta i nosa) da ne bi došlo do kontaminacije mikroorganizmima iz usne duplje. Obavezno nositi zaštitne rukavice. Bocu puniti tako da ostane slobodna 1 do 2 cm do vrha.

PRAKTIČNI ZADATAK 1.2:

Uzimanje reprezentativnog uzorka vode iz rijeke

Pribor i posuđe: staklena boca sa zatvaračem, plastična boca, Vinklerova boca

Dodatna oprema: čamac, gumena obuća

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada uzorkovanja potrebno je pripremiti posuđe u kojem se vrši uzorkovanje. Prije upotrebe provjeriti je li posuđe čisto. Ako nije, oprati ga i sterilisati. Uz nadzor stručnog lica odabrati mjesto uzorkovanja i izvršiti uzorkovanje. Ukoliko se koristi čamac, uzorak vode uzeti s druge strane u odnosu na rad motora. Ako se uzima uzorak blizu korita rijeke, izabrati bezbjedno mjesto. Uzorak uzeti u bocu koja se prethodno ispere nekoliko puta vodom koja se uzorkuje. Uroniti bocu ispod površine vode tako da bocu držite za dno, a otvor boce bude ispod površine vode,

okrenut prema struji toka vode na dubini od 15 do 30 cm. Čep držati u drugoj ruci. Kada se boca napuni vodom, izvaditi je i dobro zatvoriti. Odložiti u rashladni uređaj za transport. Za uzimanje uzorka na većoj dubini potrebno je staviti teg na staklenu bocu s njene donje strane i uz pomoć kanapa spustiti je vertikalno u dublji sloj vode, sačekati nekoliko sekundi i izvući je na površinu, dobro zatvoriti i odložiti u rashladni uređaj.

PRAKTIČNI ZADATAK 1.3:

Uzimanje reprezentativnog uzorka zemljišta lopaticom ili ašovom

Pribor i posuđe: pedološki nož, lopata ili ašov, kanta, plastična ili papirna kesica za uzorke

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada uzorkovanja zemljišta potrebno je pripremiti pribor i posuđe u kojem se vrši uzorkovanje. Prije upotrebe provjeriti jesu li čisti (pribor i posuđe). Ako nisu, očistiti ih, oprati i osušiti. Po dolasku na teren, prema uputstvu nastavnika/nastavnice, odabrati mjesta za uzimanje uzoraka. Uzorke uzeti pomoću pedološkog noža, lopatice ili ašova. Površinu zemljišta očistiti od krupnog kamenja, grana, listova, insekata i drugih nečistoća. Pedološkim nožem skinuti površinski dio zemljišta. Pomoću ašova ili lopatice iskopati rupu u dubini od 30 cm. Zatim izvaditi zemljište tako da ostane na ašovu i položiti ga na pod. Nožem zasjeći središnji dio u obliku trake debljine 3 do 5 cm, a ostatak odbaciti. Postupak ponoviti na drugom mjestu i pomiješati uzorke. Dobijenu količinu zemljišta prebaciti u posudu – kanta, kutija ili kesica za uzorke.

PRAKTIČNI ZADATAK 1.4:

Uzimanje reprezentativnog uzorka zemljišta pomoću cilindra po Kopeckom

Pribor i posuđe: pedološki nož, cilindri po Kopeckom, kanta, plastična ili papirna kesica za uzorke

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada uzorkovanja zemljišta potrebno je pripremiti pribor i posuđe u kojem se vrši uzorkovanje. Prije upotrebe provjeriti jesu li čisti. Ako nisu, oprati ih i sterilisati. Po dolasku na teren, prema uputstvu nastavnika/nastavnice, odabrati zemljište u nenarušenom stanju za uzimanje uzoraka. Uzorke uzeti pomoću cilindra po Kopeckom. Površinu zemljišta nožem ili lopaticom očistiti od krupnog kamenja, grana, listova, insekata i drugih nečistoća. Donju stranu cilindra, koja je oštra, postaviti u postolje za utiskivanje cilindra i uz pomoć čekića cilindar ravnomjerno utisnuti u zemljište. Zatim odstraniti postolje, a cilindar izvaditi otkopavanjem; neravne djelove poravnati nožem i zatvoriti poklopcem i odložiti u kutiju za transport. Uzorak se najbolje uzima iz navlaženog zemljišta.

PRAKTIČNI ZADATAK 1.5:

Uzimanje reprezentativnog uzorka zemljišta pomoću sonde

Pribor i posuđe: pedološki nož, sonda, kanta, plastična ili papirna kesica za uzorke

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada uzorkovanja zemljišta potrebno je pripremiti pribor i posuđe u kojem se vrši uzorkovanje. Prije upotrebe provjeriti je li sonda čista, ako nije, očistiti je. Prema uputstvu nastavnika/nastavnice odabrati zemljište u nenarušenom stanju za uzimanje uzoraka. Uzorke uzeti pomoću sonde. Površinu zemljišta nožem ili lopaticom očistiti od krupnog kamenja, grana, listova, insekata i drugih nečistoća. Dio sonde kojim se uzima uzorak potrebno je staviti vertikalno na površinu i snažnim pokretom utisnuti vrhom u zemljište, pri čemu se pravi bušotina, a sonda se puni zemljištem. U trenutku kada se sonda napuni, okretanjem zavrtnja spoljašnje cijevi zatvoriti sondu i izvaditi je. Istresti sadržaj zemljišta na tvrd karton ili uzeti uzorak pomoću noža i prebaciti u posudu. Zatim je neophodno sondu očistiti od ostataka zemljišta i nastaviti postupak sondiranja na drugom mjestu. Uzorke pomiješati, spakovati u kesu za uzorke.

PRAKTIČNI ZADATAK 1.6:

Uzimanje uzorka vazduha pomoću ispiralice za određivanje sadržaja sumpor-dioksida

Pribor i posuđe: ispiralica

Hemikalije: vodonik-peroksid koncentracije $0,1 \text{ mol/dm}^3$

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada uzorkovanja vazduha potrebno je pripremiti pribor i posuđe u kojem se vrši uzorkovanje. Prije upotrebe provjeriti je li ispiralica čista. Ako nije, očistiti je, oprati i sterilisati. Prema uputstvu nastavnika/nastavnice, odabrati dio školskog prostora za uzimanje uzoraka u kome je povećana koncentracija zagađujućih čestica, po slobodnoj procjeni. Gasnu ispiralicu napuniti do polovine rastvorom vodonik-peroksida koncentracije $0,1 \text{ mol/dm}^3$. Uzorke uzeti pomoću ispiralice, provođenjem vazduha pomoću pumpe kroz rastvor u toku 24 sata.

PRAKTIČNI ZADATAK 1.7:

Uzimanje uzorka čestica iz vazduha pomoću otvorenih posuda (Taložne materije su sve one čestice koje nijesu sastavni dio atmosfere, a talože se gravitacijom – pepeo, čađ, čestice prašine.)

Pribor i posuđe: otvorena posuda, lijevak

Hemikalije: vodeni rastvor bakar-sulfata koncentracije $0,02 \text{ mol/dm}^3$

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada uzorkovanja vazduha potrebno je pripremiti pribor i posuđe u kojem se vrši uzorkovanje. Prije upotrebe provjeriti jesu li posuđe i lijevak čisti. Ako nijesu, očistiti ih, oprati i osušiti. Prema uputstvu nastavnika/nastavnice odabrati dio školskog prostora (koji nije direktno izložen uticaju zagađenja) za uzimanje uzorka. Uzorak s taložnim materijama uzeti pomoću otvorene posude, zapremine od 1 do 3 dm^3 , koju treba postaviti na postolje visine 1–5 m iznad površine tla. U otvorenu posudu sipati 10 cm^3 $0,02 \text{ mol/dm}^3$ rastvora bakar-sulfata. Na otvor posude staviti lijevak prečnika 20 cm. Taložne materije sakupljati 30 dana. U tabelu 1.1 unijeti podatke:

Parametri koji se određuju	Vrijeme uzorkovanja	Smjer, brzina, jačina vjetrova	Temperatura vazduha	Vlažnost vazduha	Atmosferski pritisak	Padavine

Tabela 1.1. Podaci za uzorkovanje taložnih materija u vazduhu

PROJEKTI ZADATAK

Istraži tehnike/metode pravilnog uzorkovanja

Formirati četiri grupe učenika/učenica koje imaju zadatak da odaberu vrste materijala koje će uzorkovati. Jedna grupa učenika će uzorkovati čvrsti materijal u rasutom stanju; druga grupa će uzorkovati tečni materijal; treća grupa će uzeti uzorke gotovih proizvoda koji su stavljeni u promet; četvrta grupa će uzeti uzorke sirovine, poluproizvoda i proizvoda koji prate određeni tehnološki proces proizvodnje. Tokom uzorkovanja primijeniti metodu istraživačkog rada kako bi prikupili informacije neophodne za njihovo istraživanje. Posebnu pažnju posvetiti: a) pravilima kojih se treba pridržavati prilikom uzorkovanja, b) mjerama sigurnosti koje treba preduzeti prilikom rada. U saradnji s nastavnikom/nastavnicom izvesti ogleda i analizirati postupak rada. Nakon izvedenih oglada prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentovati odjeljenju.

1.10. PROVJERI SVOJE ZNANJE

1. Koji je osnovni zadatak analitičkog ispitivanja materijala?
2. Rednim brojevima obilježi redosljed postupaka prilikom analitičkog ispitivanja.

	uzorkovanje
	transport
	odabir parametara i metoda za analizu
	konzerviranje
	priprema uzoraka za analizu
	odlaganje i čuvanje uzoraka poslije analize
	odlaganje i čuvanje uzoraka prije analize
	analiza
	obilježavanje uzoraka
	odabir i priprema pribora i posuđa za analizu
	obrada rezultata i donošenje zaključaka

3. Definiši pojmove *uzorak* i *uzorkovanje*.
4. Nabroj i objasni vrste uzoraka.
5. Šta je laboratorijski a šta analitički uzorak?
6. Objasni šta je pojedinačni a šta zbirni uzorak.
7. Objasni značenje pojma *reprezentativni uzorak*.
8. Šta je standard a šta standardizacija?
9. Objasni značenje skraćenica:
 - a. ISO _____
 - b. CEN _____
 - c. ISME _____
 - d. USEPA _____
 - e. CInMED _____
10. Šta je plan uzorkovanja?
11. Od čega zavisi izbor metoda za uzorkovanje?

12. Od čega zavisi izbor pribora, posuđa i opreme za uzorkovanje?
13. Koji se pribor i posuđe koriste za uzorkovanje tečnih i čvrstih materijala?
14. Prema datoj analizi odaberi vrste posuđa (u zavisnosti od materijala od kog je napravljeno) za uzorkovanje vode za:
- a) fizičko-hemijsku analizu _____
 - b) mikrobiološku analizu _____
 - c) radiološku analizu _____

15. Napiši koja se vrsta uzorka uzima:

- Vinklerovom bocom _____
- hidrauličnom sondom _____
- svrdlom _____
- ispiralicom _____
- klipnom sondom _____
- bagerom ili hvatačem _____
- cilindrima po Kopeckom _____
- ampulama _____
- lopaticom _____

16. Rednim brojevima (1–5) obilježi redosljed operacija prilikom uzorkovanja vode za piće.

- ispiranje posuđa vodom koja se uzorkuje _____
- otvaranje slavine da voda teče _____
- čišćenje i pripremanje posuđa za uzorkovanje _____
- izlaganje plamenu otvora slavine _____
- hvatanje uzorka u posudu _____

17. Opiši postupak uzorkovanja vode iz jezera i rijeke.

18. Koji tipovi uzorkovanja su prikazani na slikama a, b i c?



a

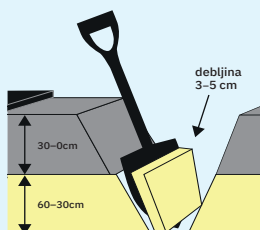


b

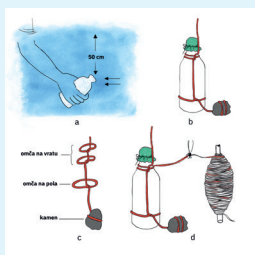


c

19. Šta je prikazano na slikama a i b?



a



b

20. Navedi prednosti uzorkovanja:

ručno uzorkovanje	automatsko uzorkovanje

21. Objasni postupak uzorkovanja zemljišta cilindrima po Kopeckom.

22. Kako uzeti uzorak koji je u rasutom obliku i nalazi se na pokretnoj traci?

23. Navedi načine kontaminacije uzoraka.

24. Koja je razlika između sondiranja i uzimanja čvrstog uzorka lopaticom?
25. Koja je uloga stacionarnih mjernih stanica?
26. Koji su pokretni a koji nepokretni izvori zagađenja vazduha? Objasni.
27. Objasni uzorkovanje vazduha ispiralicama.
28. Objasni pojmove kod uzorkovanja vazduha:
- a) inercioni _____
 - b) gravitacioni _____
 - c) difuzioni _____
 - d) filtracioni _____
 - e) gradijentni _____
 - f) prosijavanje _____
29. Šta je referentni a šta kontrolni uzorak u farmaceutskoj industriji?
30. Šta sadrži pisana procedura za uzorkovanje farmaceutskih proizvoda?
31. Šta obuhvata kontrola kvaliteta proizvoda?
32. Koja je razlika između hemijskog, tehničkog i tehnološkog uzorkovanja mineralnih sirovina?

1.11. REZIME

Uzorak je dio sredine/medijuma, dio sirovine, proizvoda ili poluproizvoda koji ima isti hemijski sastav, fizičke, mehaničke i biološke osobine kao materijal iz kojeg je uzet. Postupak uzimanja uzorka iz neke sredine naziva se uzorkovanje. Uzorkovanje je veoma važan proces u analitičkom ispitivanju. Nepravilno uzimanje uzoraka dovodi do grešaka u samom analitičkom ispitivanju i dobijanja nepouzdanih rezultata.

Standardizacija je ujednačavanje operacija čiji je cilj da završni proizvod zadovolji određene kvalitete, odnosno norme. Standard je dokument uspostavljen konsenzusom i odobren od priznatog tijela. On pruža (za zajedničku i ponovljenu upotrebu) pravila, smjernice ili karakteristike za aktivnosti ili njihove rezultate, usmjerene na postizanje optimalnog stepena poretka u datom kontekstu.

Prema planu uzorkovanja, razlikujemo pojedinačni, kompozitni i reprezentativni uzorak. **Pojedinačni** ili **primarni uzorak** je mala količina nekog materijala ili životne sredine uzetog jednim zahvatom s jednog mjesta, iz jedne određene količine ili partije. **Zbirni/kompozitni** ili mješoviti uzorak je uzet iz životne sredine, sirovine, proizvoda u nekoliko različitih tačaka, u malim i jednakim količinama, pri čemu se vrši njihovo miješanje, ujednačavanje. Reprezentativni uzorak je onaj uzorak koji je prema osobinama koje se ispituju isti kao i materijal iz kog je uzet. On treba da ima isti sastav i karakteristike kao i sredina iz koje je uzet i da ostane takav, nepromijenjen sve do trenutka analize. Integrisani uzorak vazduha je uzorak prikupljen pasivnom metodom uzorkovanja u toku određenog vremena, za sedam dana ili mjesec, uz pomoć opreme (uzorkivačima) u specijalnim adsorptivnim materijalima.

Uzimanje uzorka može se obavljati **ručno i automatski**. Ručno se obavlja pomoću plastičnih i staklenih flaša, sonda, sisaljki, kašika, lopata, menzura, a automatski pomoću uređaja – uzorkivača koji sadrže pumpe i automatski uzorkuju određenu količinu uzorka. Izbor opreme za uzorkovanje zavisi od osobina uzorka, tipa i osobina sredine koja će se uzorkovati, obima uzorkovanja, količine uzorka koja je potrebna za analizu, cilja analize.

Sva oprema koja je namijenjena za uzorkovanje mora biti izrađena od materijala koji ne može kontaminirati uzorak. Posuđe koje je namijenjeno za višestruko uzorkovanje treba da bude jednostavno za čišćenje, bez mogućnosti kontaminacije. Prije upotrebe provjeriti je li posuđe čisto, a nakon upotrebe ga očistiti.

Uzorkovanje zemljišta zavisi od analize. Može da se obavlja pomoću ašova, lopate, raznih oblika sonda, svrdla i dr. Uzorkovanje tečnosti vrši se pomoću posuda: kofe, boca ili pomoću raznih oblika ručnih i automatskih uzorkivača. U zavisnosti od toga koja se vrsta analiza radi, i postupak uzorkovanja se prilagođava. Postupci uzorkovanja su propisani pravilnicima u skladu s odgovarajućim standardima.

Postupci uzimanja uzorka vazduha radi određivanja čestica jesu: **inercioni, gravitacioni, difuzioni, filtracioni, gradijentni i prosijavanje**. Veličina uzorka vazduha zavisi od načina uzorkovanja, koncentracije komponenti koje se uzorkuju i instrumenata koji se koriste. Uzorkovanje gasova i para u vazduhu vrši se na dva načina: uzimanje uzorka bez obogaćivanja (koncentrisanja) komponenta prije analize; uzimanje uzorka uz obogaćivanje (koncentrisanje) komponenta prije analize. Uzorkovanje otpadnih gasova podrazumijeva uzimanje gasova iz cijevi, dimnjaka, vodovoda, izduvnih cijevi motornih vozila, raznih ventilatora.

U farmaceutskoj industriji kontrola kvaliteta se bavi uzorkovanjem, specifikacijom i ispitivanjem, kao i procedurama organizacije, dokumentacije i puštanja lijekova u promet, snabdijevanje ili prodaju.

Uzimanje uzorka sirovina, poluproizvoda i proizvoda je neophodan dio kontrole kvaliteta tehnološkog procesa proizvodnje. Ona obuhvata uzorkovanje, specifikaciju, testiranje, organizaciju, dokumentaciju i procedure odobravanja materijala za upotrebu za proizvodni proces ili proizvoda za prodaju.

Kontaminacija uzorka najčešće može nastati nepravilnom pripremom ili nepravilnim načinom uzimanja uzorka: uzorkivač ne koristi rukavice prilikom uzorkovanja; posuđe i pribor nisu adekvatno očišćeni neadekvatnog pakovanja i produženog transporta, usljed neadekvatnog skladištenja.

2

KONZERVIRANJE, OBILJEŽAVANJE I ODLAGANJE UZORAKA ČVRSTIH I TEČNIH MATERIJALA

U OVOM POGLAVLJU NAUČIĆEŠ DA:

- objasniš načine konzerviranja uzoraka čvrstih i tečnih materijala u zavisnosti od parametara koji se hemijskim putem određuju
- navedeš hemikalije koje se najčešće koriste za konzerviranje uzoraka čvrstih i tečnih materijala u cilju fiksiranja određenog parametra u analiziranom uzorku
- demonstriraš konzerviranje uzoraka čvrstih i tečnih materijala na zadatom primjeru
- objasniš načine obilježavanja uzoraka čvrstih i tečnih materijala u zavisnosti od parametara koji se hemijskim putem određuju
- na zadatom primjeru demonstriraš obilježavanje uzoraka čvrstih i tečnih materijala nakon uzorkovanja
- objasniš načine odlaganja uzoraka prije analize u zavisnosti od parametara koji se hemijskim putem određuju
- objasniš načine odlaganja uzoraka na adekvatno mjesto nakon završetka hemijske analize, u zavisnosti od vrste uzorka
- demonstriraš pravilno odlaganje uzorka, na zadatom primjeru.

RAZMISLI I ODGOVORI

1. Kakvu ulogu imaju konzervansi u namirnicama?
2. Namirnice biljnog i životinjskog porijekla se brzo kvare. Šta misliš, zašto? Kako bi se mogao usporiti proces njihovog kvarenja?
3. Kao što znaš, svaki proizvod ima svoju deklaraciju, svoj bar-kod. Istraži koje podatke o proizvodu sadrži deklaracija.

2.1. KONZERVIRANJE UZORAKA ČVRSTIH I TEČNIH MATERIJALA

Konzervansi su jedinjenja koja se koriste da bi onemogućila ili usporila promjene na životnim namirnicama (mikrobiološko kvarenje hrane).

Adsorpcija je proces koji se dešava na površini čvrstog materijala (ili rjeđe tečnosti) kada se akumulira tečni ili gasni rastvor.

Kvalitet uzetog uzorka zahtijeva pravilno postupanje s uzorkom sve do njegovog dostavljanja u laboratoriju. Neki parametri se određuju na licu mjesta jer se mogu promijeniti tokom protoka vremena, transporta, usljed promjene temperature. Za jedinjenja koja su stabilna i koja treba da budu sačuvana tokom transporta do procesa pripreme uzorka za analizu vrši se postupak konzerviranja. Sterilizacija sudova vrši se u laboratoriji, a konzerviranje uzoraka na terenu nakon uzorkovanja. Konzerviranje se vrši dodavanjem određenih hemikalija koje će spriječiti, onemogućiti, usporiti promjene na uzorcima. Ove hemikalije nazivaju se **konzervansi**.

S mjesta uzorkovanja konzervirani uzorci transportuju se u laboratoriju i skladište na odgovarajuće mjesto. Sve se obavlja u skladu sa standardima i procedurama. Čuvanje i skladištenje uzoraka su predlaboratorijske operacije koje su važne da bi se izbjegli fizički i hemijski procesi koji se mogu desiti na uzorku tokom transporta i čuvanja.

Konzerviranje se vrši hemijskim i fizičkim postupcima. U hemijski postupak spada dodavanje određenih hemijskih supstanci: antimikrobni konzervansi, antioksidansi, agensi za sprečavanje tamnjenja (*antibrowning* agensi). Njihova uloga je da spriječe ili uspore mikrobiološke procese u uzorku. U fizičke metode spadaju **sterilizacija** i **hlađenje**. Za fizičke metode koriste se razni kontejneri, sredstva za hlađenje, ručni frižideri, zamrzivači (slika 2.1). Odabir načina konzerviranja zavisi od samog uzorka, njegovih fizičko-hemijskih osobina. Često se kombinuju oba procesa konzerviranja. Za uzorke s karakterističnim fizičko-hemijskim osobinama kao što su isparavanje, difuzija, adsorpcija i **adsorpcija** poželjno je izbjeći način konzerviranja hlađenjem, kao i skladištenje u kontejnerima. Hlađenje kao vid konzerviranja i dodavanje hemijskih konzervansa izbjegava se i u uzorcima s hemijskim i biohemijskim procesima, kao što su mikrobna degradacija, hemijske i fotohemijske promjene.

2.1.1. KONZERVIRANJE UZORAKA VODE

Uzorci vode se konzerviraju odmah po uzimanju. U zavisnosti od parametara koji se ispituju, dodaju se konzervansi. Ako je uzorak površinska voda (i određuju se ukupni metali u njoj), uzorak se konzervira s nitratnom kiselinom. Vrijeme čuvanja ovih uzoraka je do šest mjeseci. Uzorci iz kojih se ispituju rastvoreni metali filtriraju se kroz membranski filter prije konzerviranja, a zatim se filter zakiseli nitratnom kiselinom. Filtriranje se vrši na terenu. Ukoliko za to ne postoji mogućnost, uzorak se brzo transportuje i filtrira u laboratoriji. Uzorku vode za analizu parametara kao što su polihlorovani bifenili i organohlorni pesticidi, ako nije ekstrahovan 72 sata od uzorkovanja, pH se podešava natrijum-hidroksidom i sulfatnom kiselinom na vrijednost od 5,0 do 9,0. Ako se određuje rezidualni hlor, u uzorak se dodaje natrijum-tiosulfat tako što se pripremi 11 uzoraka i u svaki od njih se doda po 80 mg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Benzen, toluen i etilenbenzen kada se nalaze u uzorku otpadnih voda u uslovima zagađenja sklone su biološkoj degradaciji. Zato se uzorak konzervira hlađenjem i zakiseli hloridnom kiselinom, a pH se podesi na 2. Ulje, mast i ugljovodonici koji se ispituju iz uzorka, nakon uzorkovanja – u staklenim sudovima se zakisele sulfatnom kiselinom do $\text{pH} < 2$. Kada se vrše mikrobiološka ispitivanja vode, uzorak se ne konzervira već se sakuplja u sterilne sudove. U tabeli 2.1 dati su parametri koji se ispituju u vodi, sredstva koja se dodaju za konzerviranje, način konzerviranja i čuvanja uzoraka. Uzorak se čuva u plastičnom i staklenom posudu zapremine 100 cm^3 za ispitivanje neorganskih parametara, a za organske parametre je 1000 cm^3 . U zavisnosti od zapremine uzorka dodaju se i različite količine sredstva za konzerviranje. Vrijeme čuvanja se razlikuje u zavisnosti od količine uzorka. Kod ispitivanja fizičkih parametara koji se određuju na terenu: boja, miris, mutnoća, taložne materije



Slika 2.1.
Ručni frižider (a),
kontejner za čuvanje i
transport uzoraka (b)

i elektroprovodljivost, uzorcima se ne dodaju sredstva za konzerviranje, ali se uzorci čuvaju hlađenjem do 4°C, a pH vrijednost i temperatura se mjere odmah po uzorkovanju.

**UZORAK VODA (POVRŠINSKE VODE) 100 cm³
(PLASTIČNO I STAKLENO POSUĐE)**

Parametri	Sredstva za konzerviranje	Način konzerviranja	Vrijeme čuvanja
NEORGANSKI PARAMETRI			
metali	HNO ₃ do pH < 2	filtrirati odmah	šest mjeseci
hrom	HNO ₃ do pH < 2	hlađenje na 4°C	24 sata
azot	H ₂ SO ₄ do pH < 2	hlađenje na 4°C	24 sata
rezidualni hlor	0,008% Na ₂ S ₂ O ₃	nije preporučeno	analizira se odmah
hloridi	nije preporučeno	nije preporučeno	28 dana
rastvoreni kiseonik	ne dodaju se	nije preporučeno	analizira se odmah
sulfiti, bromidi, fluoridi	nije preporučeno	nije preporučeno	analizira se odmah
cijanidi	NaOH do pH > 12	hlađenje na 4°C	24 sata
jodidi	ne dodaju se	hlađenje na 4°C	analizira se što prije
nitriti, nitrati, fosfati	ne dodaju se	hlađenje na 4°C	48 sati
sulfidi	2 cm ³ Zn(CH ₃ COO) ₂ + NaOH do pH > 9	hlađenje na 4°C	analizira se što prije
ORGANSKI PARAMETRI (POSUĐE ZAPREMINE OD 1000 cm³)			
BPK	ne dodaju se	hlađenje na 4°C	24 sata
HPK	H ₂ SO ₄ do pH < 2	hlađenje na 4°C	pet dana
organski ugljenik, ulja i masti	H ₂ SO ₄ do pH < 2	hlađenje na 4°C	analizira se što prije
fenoli, estri ftalata, nitroamini	0,008% Na ₂ S ₂ O ₃	hlađenje na 4°C	analizira se što prije (sedam dana prije ekstrakcije, 40 dana poslije ekstrakcije)
polihlorovani bifenili, pesticidi	ne dodaju se	hlađenje na 4°C	
deterdženti	cc H ₂ SO ₄ do pH < 2	hlađenje na 4°C	

Tabela 2.1. Konzerviranje i čuvanje uzoraka vode u zavisnosti od pramatera koji se određuju

2.1.2. KONZERVIRANJE UZORAKA SEDIMENTA

volatilne materije (lat. volatilis – oscilovati) su isparljive, nestabilne materije koje lako prelaze u gas i paru.

Organske komponente koje se ekstrahuju iz sedimenta i organske **volatilne** materije čuvaju se hlađenjem na 4°C u posudama od stakla ili teflona sa širokim grlom i zatvaračem. Uzorci se odmah dopremaju u laboratoriju i analiziraju. Metali koji se nalaze u mulju čuvaju se hlađenjem u polietilenskim posudama. Maksimalno vrijeme čuvanja uzorka je šest mjeseci.

2.1.3. KONZERVIRANJE UZORAKA ZEMLJIŠTA

Uzorke zemljišta poslije uzimanja odmah treba dopremiti u laboratoriju. Ukoliko to nije moguće (odmah izvršiti transport i analizu), uzorci se čuvaju u hladnjaku ili se konzerviraju dodatkom hloroforma ili toluena.

2.2. HEMIKALIJE KOJE SE KORISTE ZA KONZERVIRANJE UZORAKA

Postupak konzerviranja je definisan protokolom. Konzerviranje uzoraka na terenu zahtijeva određena pravila:

- konzervansi moraju biti svježe pripremljeni, neposredno prije svakog uzorkovanja;
- konzervansi moraju biti visokog stepena čistoće;
- konzervansi se dodaju u tačno određenoj zapremini;
- nakon dodavanja konzervansa podesi se pH;
- dodata količina konzervansa i izmjerena pH vrijednost se dokumentuju;
- ista količina konzervansa se dodaje u sve slijepo probe.

Hemikalije koje se koriste kao konzervansi transportuju se na teren tako što se pakuju u plastične i teflonske posude, odvojeno od sudova za uzorkovanje, da ne bi došlo do kontaminacije uzorka. Konzervansi će reagovati s određenim jedinjenjima prisutnim u uzorku sve dok je reakcija potpuno kvalitativno i kvantitativno kontrolisana. Ovi hemijski procesi će se uzeti u obzir prilikom proračuna. U zavisnosti od parametara koji se ispituju, dodaju se i različiti konzervansi, koristi posuđe od različitih materijala, a vrijeme čuvanja je od 24 sata do šest mjeseci. Kao konzervansi za tečne uzorke vode najčešće se koriste HNO₃ i H₂SO₄ od kiselina, a od baza NaOH, zatim Na₂S₂O₃, CHCl₃, Zn(CH₃COO)₂, HgCl₂. Za uzorke zemljišta koriste se hloroform i toluen.

2.3. KONZERVIRANJE UZORAKA

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja stečena prilikom realizacije praktičnih zadataka u laboratoriji i na terenu. Nastavnik/nastavnica će te upoznati s ciljevima i strukturom projektnog zadatka, odnosno konzerviranjem uzoraka i hemikalijama koje se koriste kao sredstva za konzerviranje; postupcima konzerviranja, čuvanja uzoraka i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata projekta. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade projektnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu. Podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

PRAKTIČNI ZADATAK 2.1:

Konzerviranje uzoraka površinske vode za određivanje hemijskih parametara: nitrata, gvožđa, deterdženta i rastvorenih metala

Pribor i posuđe: staklene boce od 500 cm³, menzura, čaša, kašičica, membranski filter

Hemikalije: sulfatna kiselina, živa(II)-hlorid, hloroform, hloridna kiselina, nitratna kiselina

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih ogleda konzerviranja uzorke odmah po uzorkovanju konzervirati tako što se u staklenu bocu zapremine od 500 cm³ u kojoj se nalazi uzorak površinske vode, iz koje se određuju nitrati, treba dodati 1 cm³ koncentrovane H₂SO₄. Uzorku iz koga se određuje sadržaj deterdženta treba dodati (u staklenu bocu) 5 cm³ 1% rastvora HgCl₂ ili 2 do 4 cm³ CHCl₃. Trećem uzorku, iz koga se određuje sadržaj gvožđa, treba dodati 40 cm³ HCl ili koncentrovanu HNO₃ do pH < 2. Pomoću pH metra iskontrolisati pH vrijednost. Sva tri uzorka po dodavanju hemijskih sredstava za uzorkovanje zatvoriti i staviti u rashladni uređaj. Uzorak iz kog se ispituju rastvoreni metali prije konzerviranja filtrirati kroz membranski filter, a zatim filter zakiseliti nitratnom kiselinom.

PRAKTIČNI ZADATAK 2.2:

Konzerviranje uzoraka zemljišta

Pribor i posuđe: plastična kesica za uzorak, lopatica

Hemikalije: hloroform

Postupak: Tokom izvođenja ogleda konzerviranja uzorke zemljišta treba odmah po uzorkovanju konzervirati tako što se uzorak zemljišta pomoću lopatice stavi u plastičnu kesu, doda se hloroform i potom se uzorak stavi u hladnjak.

PROJEKTNI ZADATAK

Istraži načine konzerviranja uzoraka

Formirati četiri grupe učenika/učenica koje imaju zadatak da odaberu vrstu materijala koji će konzervirati i predlože način konzerviranja. Svaka grupa osmišljava svoje aktivnosti i način konzerviranja.

Tokom konzerviranja uzoraka primijeniti metodu istraživačkog rada. Posebnu pažnju posvetiti: a) pravilima kojih se treba pridržavati prilikom konzerviranja uzoraka, b) postupcima konzerviranja, c) dokumentaciji o konzerviranju, d) mjerama sigurnosti koje treba preduzeti prilikom rada. U saradnji s nastavnikom/nastavnicom izvesti ogled i analizirati postupak rada. Nakon izvedenih ogleda prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentovati odjeljenju. Nakon izlaganja svih grupa izvedite zaključak o važnosti uzorkovanja.

2.4. OBILJEŽAVANJE UZORAKA ČVRSTIH I TEČNIH MATERIJALA

Um je kao padobran - funkcioniše jedino kada je otvoren.

Albert Ajnštajn

U zavisnosti od cilja ispitivanja i načina uzorkovanja, obilježavanje uzoraka može biti interni dogovor organizacije koja se bavi ispitivanjem i uzorkovanjem. Sastavni dio svakog uzorkovanja je dokumentacija koja prati uzorak od mjesta uzorkovanja, transporta i čuvanja do dolaska u laboratoriju. Dokument može biti sastavljen od više obrazaca ili pojedinačnih dokumenata u zavisnosti od sredine koja se uzorkuje. Treba da sadrži sljedeće podatke:

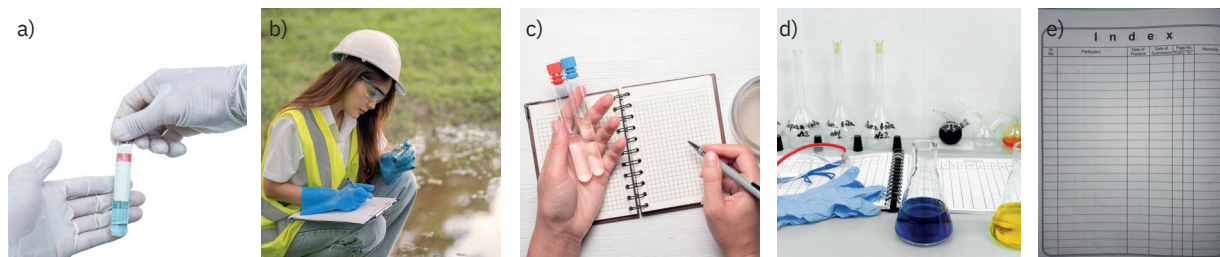
- ime osobe koja vrši uzorkovanje;
- datum i vrijeme uzorkovanja;
- opis mjesta uzorkovanja koji obuhvata adresu mjesta i tačke uzorkovanja;
- opis vremenskih uslova na terenu: temperatura vazduha, atmosferski pritisak, jačina vjehtra, padavine;
- evidenciju terenskih ispitivanja: pH vrijednost, elektroprovodljivost, temperatura, boja;
- vrstu opreme za uzorkovanje;
- opis i broj posuda za uzorkovanje;
- redosljed uzimanja uzoraka (broj uzorka po redosljedu uzimanja);
- identifikacioni broj uzorka;
- obilježja za kontrolne uzorke, tj. duplikate;
- zapise o tehnikama konzerviranja i hemikalijama koje se koriste kao konzervansi i uslovima konzerviranja;
- način transporta i pakovanja uzoraka.

Svako uzorkovanje se dokumentuje zapisnikom s terena, naljepnicom na uzorku, terenskom sveskom, dnevnicima za uzorke, konzerviranje, kontrola kvaliteta, pripremu uzoraka za analizu (slika 2.2). Kada se dođe na mjesto uzorkovanja, prvo se izvrši inspekcija terena, napiše zapisnik i obilježi posude u kojem se vrši uzorkovanje. **Zapisnik sa terena** predstavlja vrlo važan dokument koji sadrži opis trenutnog stanja mjesta i okoline, sa svim zapažanjima i skicom. Zapisnik često sadrži interne oznake i dodatnu dokumentaciju u zavisnosti od sredine koja se uzorkuje, npr. ako se uzorkuju otpadne vode, navodi se vrijeme početka i kraja uzimanja uzorka; ako se vrši sondiranje zemljišta, unosi se podatak o dubini na kojoj je uzet uzorak itd.

Svaki uzorak može biti obilježen brojem ili šifrom na naljepnici, koja se lijepi na posudi i mora se poklopiti sa zapisnikom.

Naljepnica kojom se markiraju uzorci sadrži sljedeće podatke:

- datum i vrijeme uzorkovanja;
- broj uzorkovanja po redu;
- broj uzoraka po redu;
- mjesto uzorkovanja;
- izvor uzorka;
- način konzerviranja;
- količina konzervansa;
- parametri koji se ispituju;
- primjedbe i zapažanja;
- potpis ovlašćene osobe.



Slika 2.2. Naljepnica za uzorke (a), zapisnik sa terena (b), terenska sveska (c), zapisnik o prijemu uzoraka (d), dnevnik uzoraka (e)

Terenska sveska pored osnovnih podataka o vremenu uzorkovanja i lokaciji, sadži i terenski broj uzoraka; vrste uzoraka; informaciju o tome je li uzorak pojedinačni ili kompozitni, kao i vrijeme miješanja i zapremenu uzoraka, mjerenja: pH, elektroprovodljivost, rastvoreni kiseonika, boja, mutnoća i komentar za svaki od uzoraka.

U **dnevnik uzoraka** unose se:

- svrha uzorkovanja;
- identifikacioni broj uzoraka;
- vrsta uzoraka;
- broj lokacije uzoraka;
- opis izvora uzoraka;
- vrsta i broj posuda za uzorkovanje;
- konzerviranje;
- zahtjev za analizu;
- primjedbe;
- datum, vrijeme i potpis osobe koja je uzorkovala.

Dokument o konzerviranju uzoraka sadži informacije o konzerviranju: koje se sredstvo koristi za konzerviranje uzorka; proceduru pripreme sredstava za konzerviranje, datum pripreme i rok trajanja; način konzerviranja. U dokumentaciju se unose i informacije o upotrijebljenim hemikalijama za konzerviranje: naziv, hemijska formula hemikalije, količina hemikalije, naziv proizvođača, rok trajanja hemikalije, datum prijema i otvaranja ambalaže, čuvanje hemikalije. Dokument potpisuje lice koje je zaduženo za pripremu i kontrolu konzerviranja uzoraka.

Ako je u pitanju tehnološki proces, o postupku uzorkovanja se vodi zapisnik koji sadži:

- mjesto i vrijeme uzorkovanja (godina, mjesec, dan i sat);
- naziv i vrsta proizvoda, količina, datum isporuke;
- naziv i sjedište vlasnika, skladišta, prodavca, špeditera;
- cilj uzorkovanja;
- transportno sredstvo;
- oznake uzoraka sa šiframa i masama uzoraka;
- rezultati ispitivanja koja su obavljena na mjestu uzorkovanja;
- zapažanja u slučaju nekih odstupanja;
- potpisi članova komisije;
- potpis i pečat.

Kada uzorak stigne u laboratoriju, odgovorno lice pravi zapisnik o prijemu uzorka u laboratoriju i o cilju analize. **Zapisnik o prijemu uzoraka** sadži:

- broj predmeta;
- šifru uzorka;

- datum i vrijeme prijema uzorka u laboratoriju;
- veličinu uzorka na prijemu u laboratoriju (kg, l);
- temperaturu uzorka na prijemu u laboratoriju (°C);
- prihvatljivost i neprihvatljivost uzorka;
- potpis osobe koja je primila uzorak.

Osoba koja je zadužena za sprovođenje analize vodi zapisnik u kome su jasno dokumentovane sve procedure odabira i pripreme uzorka i zabilježeni svi rezultati mjerenja koja su izvršena na uzorku. Laboratorijski uzorci se pažljivo obilježavaju, tako da se lako može identifikovati porijeklo bilo kakvog problema, ako se pojavi. Informacije koje se koriste za identifikaciju uzoraka uključuju:

- opis uzoraka;
- vrijeme uzorkovanja i dospijeca u laboratoriju;
- lokaciju s koje je uzet uzorak;
- ime osobe koja je uzorkovala;
- metode koje su korišćene za uzorkovanje.

Svaki zapisnik i obilježavanje uzoraka na terenu i u laboratoriji mora prikazati prave informacije o uzorku, tako da se u svakom trenutku mogu vidjeti svi potrebni podaci u slučaju analize ili u slučaju spora strana koje traže određenje informacije o sirovini ili sredini koja se ispituje.

Kada su u pitanju uzorci prehrambenih proizvoda, svaki uzorak se obilježava oznakom koja se može lako skinuti i obrisati (stavi se plomba ili službeni pečat). Sigurnosna plomba štiti uzorak od diranja ako ga treba naknadno ispitati.

Dokumentacija za uzorke farmaceutskih proizvoda podliježe Pravilniku o kontroli kvaliteta. Važan dio dokumentacije čine:

- specifikacije;
- procedure koje opisuju uzorkovanje, ispitivanje, zapise (uključujući analitičke radne liste i/ili laboratorijske sveske);
- procedure i zapisi o kalibraciji/kvalifikaciji instrumenata i održavanju opreme;
- procedure za istragu rezultata van specifikacije i rezultata van trenda;
- izvještaji analitičkog ispitivanja i/ili sertifikati analize;
- podaci o praćenju ambijentalnih uslova (voda, vazduh i ostali pomoćni sistemi);
- zapisi o validaciji analitičkih metoda.

Sva dokumentacija koja se odnosi na podatke o proizvodnji serije lijeka čuva se godinu dana nakon isteka roka upotrebe te serije lijeka ili najmanje pet godina od puštanja lijeka u promet.

2.5 OBILJEŽAVANJE UZORAKA

U narednom sadržaju koristićeš stečena teorijska znanja pri realizaciji praktičnih zadataka u laboratoriji i na terenu. Nastavnik/nastavnica će te upoznati s ciljevima i strukturom projektnog zadatka, odnosno obilježavanjem uzoraka na terenu i u laboratoriji. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade projektnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

PRAKTIČNI ZADATAK 2.3:

Obilježavanje i evidentiranje uzoraka vode i zemljišta na terenu i poslije prijema u laboratoriju

Potrebna pribor: naljepnica, zapisnik na terenu, terenska sveska, dnevnik uzoraka, dokument o konzerviranju, flomaster, olovka

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada obilježavanja uzoraka potrebno je svaki uzorak obilježiti – označiti identifikacionom šifrom. Na svaki uzorak nalijepiti naljepnicu i unijeti podatke. Popuniti zapisnik s terena, terensku svesku i dnevnik uzoraka. Uzorci vode i zemljišta su konzervirani. Sredstvo za konzerviranje uzoraka voda je nitratna kiselina, a za uzorak zemljišta je hloroform. U laboratoriji popuniti zapisnik o prijemu uzorka.

Rezultati, diskusija i zaključci:

1. Koje ste podatke unijeli u zapisnik s terena a koje u terensku svesku?
2. Koje ste podatke unijeli u dokument o konzerviranju uzoraka?
3. Koja je razlika između zapisnika koji se piše na terenu i zapisnika o prijemu uzoraka u laboratoriju?
4. Koju ste identifikacionu šifru dodijelili uzorku? Koje oznake sadrži?

PROJEKTI ZADATAK

Istraži potupke pravilnog obilježavanja i evidentiranja uzoraka

Formirati četiri grupe učenika/učenica koje imaju zadatak da osmisle šifre i/ili formule za obilježavanje uzorka različitih materijala. Jedna grupa će obilježavati agresivne materijale; druga sirovine i gotove proizvode iz prehrambene industrije; treća farmaceutske proizvode, a četvrta grupa filtere za uzorkovanje vazduha. Tokom obilježavanja uzoraka primijeniti metodu istraživačkog rada. Posebnu pažnju posvetiti: a) pravilima kojih se treba pridržavati prilikom obilježavanja uzoraka, b) mjerama sigurnosti koje treba preduzeti prilikom rada s uzorcima agresivnih materijala. U saradnji s nastavnikom/nastavnicom izvesti oglade i analizirati postupak rada. Nakon izvedenih oglada prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentovati odjeljenju. Na kraju, naglasiti značaj pravilnog obilježavanja i evidentiranja uzoraka – uzorkovanja.

2.6. ČUVANJE UZORAKA PRIJE ANALIZE

Uzorci se poslije uzorkovanja transportuju u laboratoriju u što kraćem roku. Uobičajeno vrijeme do kog uzorci treba da stignu u laboratoriju na obradu je 48 sati. Ako ne postoji mogućnost transporta u laboratoriju u predviđenom vremenu, uzorak se čuva u posudama i uređajima na način koji će obezbijediti potpunu očuvanost svakog uzorka. Odgovorno lice koje vrši uzorkovanje u obavezi je da izvrši pravilno pakovanje i odgovarajući transport uzorka do laboratorije; da proslijedi izvještaj o vremenu čuvanja uzorka; spriječi kontaminaciju uzorka – da nijedna supstanca ne izađe/ispari i ne uđe u posudu u kojoj se čuva uzorak. Uzorci moraju biti odvojeni po lokaciji uzorkovanja i po vrsti analize. Kontejneri ne smiju da uzrokuju površinsku adsorpciju, apsorpciju ili isparavanje analita. Uzorci za volatilne organske komponente pakuju se u posebne sudove – smještaju se u posebne frižidere u kojima se nalazi suvi led i čuvaju na temperaturi od 4°C. Svaki uzorak ima svoju identifikacionu šifru ili bar-kod. Svi podaci/informacije o uzorku unose se u dnevnik uzorka, a odnose se na:

- uslove čuvanja;
- transport;
- detalje o posudu i kontejnerima u kojima se čuva;
- dužinu čuvanja;
- osobine uzorka: isparljivost, osjetljivost na svjetlost, hemijska reaktivnost, termička stabilnost, potencijalna opasnost za osoblje.

Rukovanje uzorcima i postupci čuvanja su standardizovani. Prema pravilu uzorci se čuvaju u plastičnim ili staklenim bocama, ili uređajima za hlađenje na temperaturi od 1°C do 5°C. U zavisnosti od parametara koji se određuju maksimalno vrijeme čuvanja uzoraka je različito. Na primjer, za određivanje mutnoće, boje, mirisa, elektroprovodljivosti, ortofosfata itd. uzorci vode se čuvaju u plastičnom i/ili staklenom posudu maksimalno 24 sata, hlađenjem na temperaturi od 1°C do 5°C, dok je vrijeme čuvanja uzoraka za određivanje kalcijuma, magnezijuma i ukupnog fosfora 30 dana. Uzorci za određivanje hlorida čuvaju se 28 dana i nije preporučeno hlađenje.

Uzeti uzorci najčešće se čuvaju hlađenjem, zamrzavanjem, zakiseljivanjem, dodavanjem reagenasa, ekstrakcijom ili filtriranjem. Hlađenje uzoraka tokom transporta postiže se pomoću suvog leda ili transportnog frižidera. Zamrzavanje je karakteristično za uzorke vode i zemljišta, ali se mora voditi računa da posude s uzorcima ne bude napunjeno do vrha. Zakiseljivanje vode vrši se pomoću kiselina tako što se podesi pH vrijednost ispod 2, a vrši se (uglavnom) radi zaštite rijetkih metala ili mikrobioloških osobina. Kod uzoraka podzemnih voda prvo se uzorak filtrira pa se onda vrši zakiseljivanje. Dodavanjem reagenasa uzorci se čuvaju radi zaštite nekih parametara koji se ispituju, pri čemu se biraju oni reagensi koji ne zagađuju uzorak i ne utiču na parametar koji se određuje. Ekstrakcija se vrši kada se određuje samo jedan parametar, npr. prilikom određivanja pesticida. Filtriranje se vrši odmah poslije uzimanja uzoraka tj. kada suspendovane čestice adsorbuju zagađivače.

Ako se uzorak zemljišta iz nekog razloga ne može odmah poslati u laboratoriju, skladišti se na sljedeći način:

- uzorak se zatvara u plastične kese i čuva u zamrzivaču do tri mjeseca;
- uzorak se zatvara u plastične kese i čuva u hladnjaku najviše do sedam dana;
- uzorak se ostavi otvoren u suvoj prostoriji bez prašine, na sobnoj temperaturi i tako se čuva do 30 dana.

Kada se govori o zaštiti uzoraka zemljišta, ona se odnosi prije svega na zaštitu od vlažnosti: da prilikom transporta i čuvanja uzorka ne dođe do promjene vlažnosti sredine. Relativna vlažnost sredine utiče na rast i razmnožavanje mikroorganizama, a oni utiču na određene parametre koji se analiziraju. Zato je neophodno uzorke zemljišta čuvati u frižiderima na temperaturi ispod 6°C.

Uzorkovanje i čuvanje uzoraka vazduha je veoma specifičan proces, pa se samim tim i filteri čuvaju na temperaturi do -70°C na suvom ledu ili u zamrzivaču. Za manje isparljiva jedinjenja temperatura čuvanja je ispod -10°C.

Uzorci farmaceutskih proizvoda čuvaju se u sterilnim kontejnerima i posebnim prostorijama, pri čemu se vodi računa da se pravilno skladište različite vrste – polazne sirovine, poluproizvodi i gotovi proizvodi; da prostori budu čiste, suve, bez vlage, s određenom temperaturom i uređajima za praćenje tih parametara.

Ukoliko se uzorak unese u laboratoriju prije vremena predviđenog za analizu, on se mora čuvati u zatvorenim kontejnerima, frižideru ili zamrzivaču. Tečni uzorci se čuvaju na hladnom, tamnom mjestu, bez prisustva sunčeve svjetlosti. Uzorke koji su podložni oksidaciji ili su hemijski reaktivni treba čuvati u vakuumskom eksikatoru do početka analize. Vrijeme čuvanja je specifično za svaku hemijsku analizu. Zbog nepoznavanja kvaliteta uzoraka, preporuka je da se sedimenti čuvaju u mraku na 4°C bez slobodnog prostora radi minimiziranja promjena.

2.7. ČUVANJE UZORAKA NAKON ANALIZE

Uzorak se nakon analize čuva iz dva razloga: radi analitičkog ispitivanja (ponovno ispitivanje u slučaju sudskog spora) i za kontrolu gotovog proizvoda. Referentni uzorak sirovina, materijala za pakovanje ili gotovih proizvoda se čuva dok ne istekne rok upotrebe. U slučaju da stabilnost nekog proizvoda nije konstantna, čuvaju se njegovi uzorci i međuproizvodi. Kontrolni uzorak gotovog, potpuno upakovanog proizvoda čuva se radi identifikacije, npr. izgleda, pakovanja, obilježavanja, uputstva za pacijente (ako je u pitanju neki lijek),

datuma isteka roka upotrebe i dr. Za gotove proizvode, referentni i kontrolni uzorak uglavnom su identični i čuvaju se kao potpuno upakovane jedinice proizvoda. Oba uzorka bi prema pravilu trebalo čuvati godinu dana poslije isteku roka upotrebe.

Uzorak svake serije lijeka proizvođač treba da čuva najmanje godinu dana u strogo kontrolisanim i sterilnim prostorijama. Uzorak sirovine čuva se najmanje dvije godine.

U zavisnosti od toga koja vrsta uzoraka se čuva, uslovi i način skladištenja se razlikuju. Za svako skladištenje veoma su bitna dva parametra: temperatura i vlaga, koji se konstantno ili povremeno moraju mjeriti i kontrolisati. Uzorci suve hrane, brašna, žitarica, začina, masti, ulja, zemljišta i sl. skladište se u suvim skladištima, na temperaturi 10–21°C. Minimalna temperatura ne smije biti ispod 7°C, a maksimalna iznad 27°C. Relativna vlažnost vazduha u skladištu treba da bude od 50% do 60%. Za uzorke koji se čuvaju u hladnjačama mora se voditi računa o prostoru i mjestu u kojem se nalaze hladnjače, sanitarnim uslovima, protoku vazduha, temperaturi. Uzorci naftnih derivata čuvaju se maksimalno četiri mjeseca u posebnoj prostoriji zaštićenoj od požara. Uzorci se čuvaju na temperaturi ne većoj od 20°C u zamračenim prostorijama, u vatrostalnim ormarićima.

2.8. PRAVILNO ODLAGANJE UZORAKA

U narednom sadržaju koristićeš stečena teorijska znanja pri realizaciji praktičnih zadataka u laboratoriji i na terenu. Nastavnik/nastavnica će te upoznati s ciljevima i strukturom projektnog zadatka, odnosno odlaganjem uzoraka, uslovima za odlaganje uzoraka, kao i načinom predstavljanja rezultata projekta. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade projektnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu. Podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

PRAKTIČNI ZADATAK 2.4:

Odlaganje i skladištenje uzoraka vode, zemljišta i lijekova do analize

Pribor i posuđe: kontejneri, ručni hladnjaci, zamrzivači, plastične kese

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada odlaganja uzoraka vode svaki obilježeni i konzervirani uzorak odložiti u kontejnere za uzorke i/ili ručne frižidere. Provjeriti je li posuđe dobro zatvoreno i je li temperatura 1–5°C. U laboratoriji uzorke odložiti u hladnjak i voditi računa da se ne dodiruju. Tečne uzorke lijekova čuvati na hladnom, tamnom mjestu, bez prisustva sunčeve svjetlosti, dok ne budu spremni za analizu. Prije odlaganja uzoraka zemljišta važno je provjeriti vlažnost i temperaturu vazduha prostorije.

Rezultati, diskusija i zaključci:

1. Koje ste uslove obezbijedili za tečne uzorke?
2. Da li ste vlažne uzorke zemljišta odložili u frižider ili u suhu prostoriju bez svjetlosti? Objasnite svoj odgovor.
3. Koje ste uslove obezbijedili za skladištenje lijekova?

2.9. PROVJERI SVOJE ZNANJE

1. Definiši pojmove *konzervansi* i *konzerviranje*.
2. Navedi pravila kojih se moramo pridržavati prilikom konzerviranja uzoraka na terenu.
3. Popuni tabelu 2.9.1:

Parametri	Sredstva za konzerviranje
	HNO ₃ do pH < 2
hloridi	
rastvoreni kiseonik	
	NaOH do pH > 12
nitriti, nitrati, fosfati	
HPK	
organski ugljenik, ulja i masti	
	0,008% Na ₂ S ₂ O ₃
deterdženti	

Tabela 2.9.1. Konzerviranje uzoraka

4. Dopuni sljedeću rečenicu:
Kao konzervansi za tečne uzorke vode od kiselina se najčešće koriste _____ i _____, a od baza _____, zatim _____, _____, _____. Za uzorke zemljišta se koriste _____ i _____.
5. Zaokruži slovo ispred tačne tvrdnje:
 - a) Zapisnik s terena se popunjava po dolasku u laboratoriju.
 - b) Zapisnik koji se popunjava u laboratoriji nije obavezan dokument.
 - c) Svaki uzorak ima svoj identifikacioni broj ili šifru.
6. Navedi podatke koji se unose u terensku svesku.
7. Dokument o konzerviranju uzoraka sadrži: _____.

8. Odgovorno lice koje vrši uzorkovanje u obavezi je da (zaokruži slovo ispred tačnog odgovora):
- a) izvrši pravilno pakovanje i odgovarajući transport uzorka do laboratorije
 - b) ostavi uzorak u neodgovarajuće posuđe
 - c) spriječi kontaminaciju uzorka
 - d) odvoji uzorke ne vodeći računa o lokaciji uzorkovanja, ni o vrsti analize
 - e) za uzorkovanje koristi bilo koju posudu
9. Skladištenje uzorka vrši se (zaokruži slovo ispred tačnog odgovora):
- a) uvijek na sobnoj temperaturi
 - b) samo u frižideru i zamrzivaču
 - c) u zavisnosti od vrste uzoraka i analize

2.10. REZIME

Sterilizacija sudova vrši se u laboratoriji, a konzerviranje uzoraka vrši se na terenu nakon uzorkovanja. Konzerviranje se vrši dodavanjem određenih hemikalija koje će spriječiti, onemogućiti i usporiti promjene na uzorcima. Ono se vrši hemijskim supstancama i fizičkim metodama. U hemijski postupak spada dodavanje određenih hemijskih supstanci: antimikrobni konzervansi; antioksidansi, agensi za sprečavanje tamnjenja (*antibrowning* agensi). Njihova uloga je da spriječe ili uspore mikrobiološke procese u uzorku. U fizičke metode spadaju sterilizacija i hlađenje. Za fizičke metode koriste se razni kontejneri, sredstva za hlađenje, ručni frižideri, zamrzivači. Odabir načina konzerviranja zavisi od samog uzorka, njegovih fizičko-hemijskih osobina.

Postupak konzerviranja je definisan protokolom. Konzerviranje uzoraka na terenu zahtijeva određena pravila: konzervansi moraju biti svježije pripremljeni neposredno prije svakog uzorkovanja; moraju biti visokog stepena čistoće; dodaju se u tačno određenoj zapremini; nakon dodavanja konzervansa podesi se pH; dodata količina konzervansa i izmjerena pH vrijednost se dokumentuju; ista količina konzervansa se dodaje u sve slijepe probe. Kao konzervansi za tečne uzorke vode od kiselina se najčešće koriste HNO_3 i H_2SO_4 , a od baza NaOH, zatim $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, CHCl_3 , $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, HgCl_2 . Za uzorke zemljišta koriste se hloroform i toluen.

Svako uzorkovanje se dokumentuje zapisnikom sa terena, naljepnicom na uzorku, terenskom sveskom, dnevnicima za uzorke, konzerviranje, kontrolu kvaliteta, pripremu uzoraka za analizu. Dokument može biti sastavljen od više obrazaca ili pojedinačnih dokumenata u zavisnosti od sredine koja se uzorkuje. Mora da sadrži: ime osobe koja vrši uzorkovanje; datum i vrijeme uzorkovanja; opis mjesta uzorkovanja, koji obuhvata adresu mjesta i tačke uzorkovanja; opis vremenskih uslova na terenu – temperatura vazduha, atmosferski pritisak, jačina vjetra, padavine; evidenciju terenskih ispitivanja – pH vrijednost, elektroprovodljivost, temperatura i boja uzorka; vrstu opreme za uzorkovanje; opis i broj posuda za uzorkovanje; redosljed uzimanja uzoraka (broj uzorka po redosljedu uzimanja); identifikacioni broj uzorka; obilježja za kontrolne uzorke, tj. duplikate; zapise o tehnikama konzerviranja i hemikalijama koje se koriste kao konzervansi i uslovima konzerviranja; način transporta i pakovanja uzoraka.

Ukoliko se uzorak unese u laboratoriju prije vremena predviđenog za analizu, on se mora čuvati u zatvorenim kontejnerima, frižideru ili zamrzivaču. Tečni uzorci se čuvaju na hladnom, tamnom mjestu, bez prisustva sunčeve svjetlosti, dok ne budu spremni za analizu. Uzorke koji su podložni oksidaciji ili su hemijski reaktivni treba čuvati u vakuumskom eksikatoru do početka analize. Vrijeme čuvanja je specifično za svaku hemijsku analizu. Zbog nepoznavanja kvaliteta uzoraka, preporuka je da se sedimenti čuvaju u mraku na 4°C , bez slobodnog prostora radi minimiziranja promjena.

3

PRIPREMA UZORAKA ZA HEMIJSKU ANALIZU

U OVOM POGLAVLJU NAUČIĆEŠ DA:

- objasniš postupke pripreme čvrstih uzoraka za određivanje različitih parametara
- objasniš postupke pripreme tečnih uzoraka za određivanje različitih parametara
- opišeš zagađenja prisutna u vazduhu
- objasniš pripremu rastvora sa apsorbovanim gasovima za analizu određenog parametra, u skladu s metodom
- objasniš pripremu filtera nakon uzorkovanja različitih čestica iz vazduha
- demonstriraš pripremu uzoraka za analizu, na zadatom primjeru.

RAZMISLI I ODGOVORI

1. Navedi fizičke i hemijske metode koje se upotrebljavaju za analitička ispitivanja koje znaš.
2. Objasni razliku između filtriranja, uparavanja i žarenja.
3. Prisjeti se koje si postupke za razdvajanje dvije tečne supstance primjenjivao/primjenjivala do sada.

3.1. POSTUPAK PRIPREME ČVRSTIH UZORAKA

Sve što znamo o stvarnosti proističe iz eksperimenta i završava se njime.

Albert Ajnštajn

Priprema uzorka za analizu podrazumijeva prevođenje realnog uzorka u uzorak pogodan za analizu. Pošto se dopreme u laboratoriju, uzorci s terena se u većini slučajeva moraju pripremiti, odnosno prevesti u oblik pogodan za analizu. Priprema uzorka zavisi od fizičko-hemijskih svojstava samog uzorka i sredine iz koje je uzet. Većina operacija koje se koriste u pripremi uzorka za analizu ne mijenja njegove fizičko-hemijske osobine. Metode koje se primjenjuju za analizu uzorka mogu biti fizičke, hemijske i fizičko-hemijske. U zavisnosti od fizičko-hemijskih osobina uzorka koristimo i odgovarajuću metodu.

U **fizičke metode** ubrajaju se filtracija, uparavanje, sublimacija, centrifugiranje, kristalizacija (prekristalizacija), difuzija, dijaliza, elektroforeza i dr. Filtracija je metoda za odvajanja čvrste supstance od tečnosti u kojoj je dispergovana, korišćenjem porozne sredine (filtera) kroz koju tečnost prolazi, a čvrsta supstanca se zadržava na njemu. Supstanca koja se zadržala na njemu naziva se talog, a tečnost koja je prošla naziva se filtrat.

Uparavanje je metoda koja se koristi za razdvajanje sastojaka homogene/tečne smješe kada jedan sastojak relativno lako isparava. Sublimacija je metoda razdvajanja čvrstih supstanci. Zasniva se na osobini nekih supstanci da direktno prelaze iz čvrstog u gasovito agregatno stanje i na taj način se odvajaju od supstanci koje nemaju ovu osobinu.

Centrifugiranje je metoda odvajanja čvrste supstance od tečne pod uticajem centrifugalne sile.

Kristalizacija je veoma važna metoda za prečišćavanje čvrstih supstanci. Vršiti se na taj način što se odgovarajući rastvarač na toploti zasiti sirovim proizvodom, nakon čega se dobijeni vreo rastvor procijedi od nerastvornih sastojaka i filtrat ostavi da se ohladi, pri čemu supstanca ponovo kristališe. Za prečišćavanje čvrstih supstanci prekristalizacija je metoda koja se najčešće koristi. Bazira se na povećanoj rastvorljivosti čvrste supstance u rastvaraču na povišenoj temperaturi. Čvrsta supstanca se rastvori na tački ključanja zasićenog rastvora, topli rastvor se filtrira, pri čemu se uklanjaju nečistoće i nerastvorene primjese, a zatim se rastvor hladi, pri čemu se rastvorena supstanca kristališe. Kristali se od rastvarača odvajaju filtriranjem. Rastvarač može biti voda, metanol, etanol, etar, aceton itd.

Difuzija je spontani transport materije ili energije pod uticajem odgovarajućeg gradijenta iz zone više u zonu niže energije ili koncentracije. Difuzija materije se odvija pod uticajem gradijenta koncentracije, a difuzija toplote pod uticajem gradijenta temperature.

Dijaliza je proces razdvajanja molekula u rastvoru. Zasniva se na razlikama u brzini difuzije kroz polupropusnu membranu. Kroz takve membrane prolaze rastvorene supstance, a zaoštaju čestice koloidnih dimenzija.

Elektroforeza je kretanje naelektrisanih čestica u rastvoru pod uticajem električnog polja.

Hemijske metode su postprecipitacija, koprecipitacija, ekstrakcija, digestija, hromatografija i elektrohemijske metode. Prilikom postupka taloženja dolazi do pojave onečišćenja taloga. Razlikuju se dva tipa onečišćenja taloga: koprecipitacija i postprecipitacija.

Ekstrakcija je hemijski postupak prevođenja komponenti rastvorenih supstanci iz jedne faze u drugu, a zasniva se na rastvaranju u određenom rastvaraču.

Digestija je automatizovana metoda pripreme različitih uzoraka za instrumentalnu analizu. Ona podrazumijeva dekompoziciju i rastvaranje organskih i neorganskih uzoraka u zatvorenim i otvorenim sistemima primjenom termalne i energije zračenja (UV ili mikrotalasa). Mogu se tretirati uzorci hrane, životne sredine, mulj, ugalj, pepeo, metalne i sintetičke materije, biološki uzorci, kao i geološki.

Hromatografija je jedna od metoda za razdvajanje komponenti smješa, ali i za identifikaciju i kvantitativno određivanje supstanci koje čine tu smještu. Zasnovana je na principu da

različite komponente neke smješe različito interaguju s istom supstancom s kojom se dovede u kontakt. Uzorak koji se ispituje prvo se rastvori u nekom rastvaraču, a zatim se rastvor koji čini pokretnu fazu prevodi preko nepokretne faze. U dodiru s nepokretnom fazom svaka komponenta će različito reagovati. Kao posljedica interakcije, komponente uzorka će postepeno da se razdvoje. Ukoliko je nepokretna faza u tečnom agregatnom stanju, onda molekuli pokretne faze mogu da se rastvaraju u njoj (podiona hromatografija). Ukoliko je nepokretna faza čvrsta, molekuli iz pokretne faze mogu da se adsorbuju na nju (adsorpciona hromatografija). Kao nepokretna faza koriste se čvrste supstance – adsorbensi, koji su porozni, imaju veliku adsorpcionu površinu. Ukoliko su i same komponente uzorka u obliku jona, onda one mogu da se vezuju za jonsku grupu nepokretne faze (jonoizmjenjivačka hromatografija).

Elektrohemijske metode imaju široku primjenu u analitičkoj hemiji. Pomoću ovih metoda ispituju se hemijske promjene, odnosno interakcije molekul – atom, koje nastaju pod uticajem električne energije. Svojstva električne energije su direktno i indirektno povezana s koncentracijom analita koji se ispituje. Na osnovu toga razlikujemo amperometriju, potenciometriju, kulometriju, konduktometriju, elektrogravimetriju i dr.

U tabeli 3.1 date su neke od **fizičko-hemijskih** metoda, koje se najčešće koriste kada se vrši priprema uzoraka u zavisnosti od njegovog ravnotežnog stanja.

Ravnotežni sistem uzoraka	Priprema uzoraka
gas – tečnost	apsorpcija, ekstrakcija, destilacija, gasna hromatografija
gas – čvrsta supstanca	adsorpcija, ekstrakcija, adsorpciona hromatografija, gasna hromatografija
tečnost – tečnost	tehnike ekstrakcije, podiona hromatografija
tečnost – čvrsta supstanca	filtracija, centrifugiranje, adsorpcija, digestija, ekstrakcija, adsorpciona hromatografija

Tabela 3.1. Fizičko-hemijske metode za pripremu uzoraka

Svi ovi procesi pripreme doprinose izdvajanju nekih specifičnih analita iz uzorka. Izbor operacije razdvajanja zavisi od izbora metode ispitivanja i tehnike rada kao i znanja analitičara. Od adekvatno pripremljenog uzorka zavisi i konačni rezultat samog ispitivanja.

3.1.1. FIZIČKE METODE PRIPREME ČVRSTIH UZORAKA

Uzorak koji se šalje u laboratoriju obično je veći od količine potrebne za pojedinačne analize. Takav uzorak treba redukovati (smanjiti) ali tako da zadrži reprezentativnost. Kada je riječ o krupnom materijalu velike granulacije, potrebno je prije analize uzorak smanjiti i homogenizovati. To se čini na nekoliko načina:

- drobljenjem ili mljevenjem pomoću mehaničkih drobilica ili mlinova;
- homogenizacijom pomoću kugličnih mlinova ili pomoću avana s tučkom;
- smanjivanje uzorka tehnikom četvrtanja.

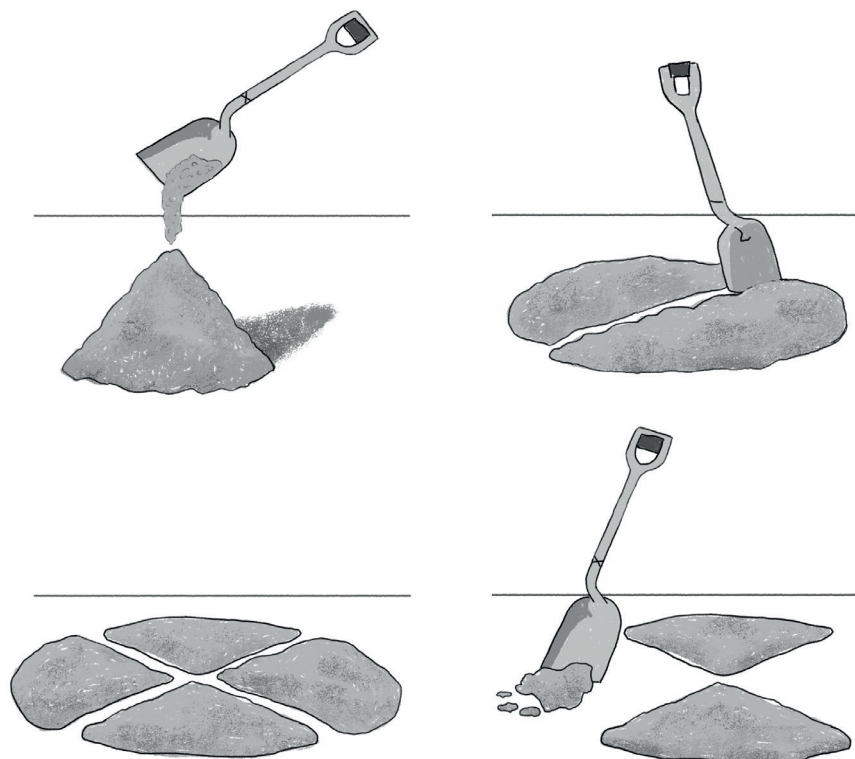
Nakon uzorkovanja uzorak se homogenizuje. Homogenizacija čvrstog uzorka obuhvata procese drobljenja i prosijavanja. Uzorci koji sadrže velike čestice homogenizuju se u

Mjeri ono što je mjerljivo, a učini mjerljivim ono što nije mjerljivo

Galileo Galilej

drobilicama i mlinovima raznih vrsta, a sitni komadi se drobe u mlinovima i porcelanskim i kvarcnim avanima s tučkom. Poslije mljevenja uzorak se prosijava, pri čemu se izdvajaju čestice različite granulacije. Krupne čestice koje su ostale na situ se odvajaju i opet melju. Nakon mljevenja i prosijavanja uzorak se usrednjava, a zatim miješa. Usrednjavanje se vrši najčešće tehnikom četvrtanja. Ovaj proces podrazumijeva miješanje, odvajanje i smanjenje količine uzorka na količinu prihvatljivu za analizu. Tehnika četvrtanja (slika 3.1) sastoji se od pripreme uzorka tako što se na čistoj inertoj podlozi pojedinačni uzorci objedine u zbirni u vidu kupe. Poslije homogenizacije zbirni uzorak se metalnim krstom, lopaticom ili pomoću noža podijeli na četiri jednaka dijela. Dvije naspramne četvrtine se zadrže, a druge dvije odbace. Zbirni uzorak se opet homogenizuje i formira se kupa koja se ponovo dijeli na četiri dijela. Postupak ponovljati sve dok se ne dobije količina prihvatljiva za analizu. Posljednjim četvrtanjem dobijaju se četiri uzorka koja se pakuju i označavaju. Na taj način dobijamo poduzorak koji je reprezentativan i koristimo ga za predviđenu analizu. Postupak smanjenja i homogenizacije može se obaviti na terenu, a po potrebi i u laboratoriji.

Slika 3.1.
Tehnika
četvrtanja
uzorka



Putem linka i QR koda možete saznati više o četvrtanju asfalta.

<https://www.youtube.com/watch?v=ocKGkr7kDUY>

Predtretman ili priprema uzorka za analizu je druga operacija na uzorku, i izvodi se u laboratorijama. Svrha pripreme uzorka za analizu jeste da se uzorak dovede u oblik koji se može izmjeriti i iskoristiti za sve potrebne analize. Priprema uzorka uključuje operacije koje imaju za cilj da utiču na uzorak, ali da ne mijenjaju hemijsku strukturu parametra koji se određuje.

Postupak pripreme uzorka za analizu u laboratoriji obuhvata:

- mjerenje uzoraka;
- sušenje uzorka;
- sitnjenje;
- prosijavanje;
- čuvanje.

Uzorcima se poslije dopremanja u laboratoriju dodjeljuju šifre; i ako su obilježeni na terenu, daju im se posebne oznake. Zatim se vrši mjerenje pomoću mjernih uređaja i bilježi se masa uzoraka. Ako je uzorak zemljište koje sadrži i određenu količinu vlage, uzorak se suši. Postupak sušenja se obavlja tako što se na većem komadu tvrde hartije uzorak raspe i poravna do debljine 1–2 cm. Za sušenje se koriste rerne i mikrotalasne pećnice koje su posebno dizajnirane za tu namjenu. Sitnjenje se vrši pomoću mlinova, drobilica ili porcelanskog avana s tučkom. Poslije sitnjenja vrši se prosijavanje u manjim porcijama kroz sita različite granulacije. Nakon sušenja vrši se mjerenje prosijanog i neprosijanog dijela.

3.1.1.1. Greške prilikom pripreme uzoraka i moguća kontaminacija

Prilikom uzorkovanja i skladištenja uzoraka mogući su gubici određene komponente, promjena hemijskog sastava, unošenje zagađivača i sl. Samim tim dolazi i do grešaka prilikom analize. Da bi se smanjili gubici, uzorak je poželjno prosijavati prilikom mljevenja. Na taj način smanjuje se gubitak čvrstih materijala koji su u obliku praha. Prilikom mljevenja dolazi i do gubitka isparljivih komponenti: voda, živa, sumpor. Veliki gubitak nastaje usljed adsorpcije koja se javlja na površini pribora za uzorkovanje ili ambalaže za skladištenje. Tokom uzorkovanja i mljevenja može doći i do hemijske reakcije u samom uzorku, a samim tim dolazi do promjene sastava, interakcije s atmosferom i kontaminacije koja potiče od uzorkivača, drobilica, mlinova, posuđa za skladištenje, transporta.

Da bi se izbjegle sve ove greške prilikom mljevenja uzoraka, potrebno je izabrati avan i tučak od tvrdog materijala: kvarc ili ahat. Za čuvanje uzoraka mora se koristiti posuđe od specijalnog stakla ili polietilena.

Uzimajući u obzir izvore mogućih grešaka ili kontaminacije prilikom uzorkovanja, potrebno je striktno regulisati:

- postupak uzorkovanja;
- broj i redosljed operacija mljevenja i prosijavanja;
- temperaturu uzorka;
- vrijeme mljevenja i kontakt s atmosferom;
- materijal posuđa za uzorkovanje, uređaja za mljevenje i dr.

3.1.2. HEMIJSKE METODE PRIPREME ČVRSTIH UZORAKA

Fizičkim metodama mijenjamo oblik, veličinu ili agregatno stanje uzorka, ali ne i njegov hemijski sastav. Hemijskim metodama se mijenja hemijski sastav uzorka, supstance prije i nakon hemijske promjene nijesu iste.

Hemijske metode koje utiču na uzorak jesu koncentracija analita, razblaživanje analita, rastvaranje, uklanjanje ometajućih jedinjenja, izdvajanje analita od interesa za analizu, modifikovanje hemijske strukture analita (hemijska derivatizacija), **helacija**.

Helacija (grč. *hele* – kandže ili kliješta) tip vezivanja jona i molekula (liganda) za metalne jone.

Predtretman pripreme čvrstog uzorka za analizu podrazumijeva rastvaranje u vodi (toploj ili hladnoj), mineralizaciju i zagrijavanje. Mineralizacija se sastoji od transformacije neorganskih i organskih materija u jednostavna jedinjenja.

Za pripremu uzorka za analizu koriste se dvije tehnike:

- suvo spaljivanje uzorka;
- mokra digestija.

Suvo spaljivanje uzorka primjenjuje se ako uzorak sadrži veliku količinu organskih materija kao što su biljni materijali, uzorci hrane, biološki materijali. Spaljivanje se vrši na temperaturi 450–500°C u posuđu od grafita i/ili platine. Količina uzorka koja se priprema može biti od nekoliko grama do sto grama.

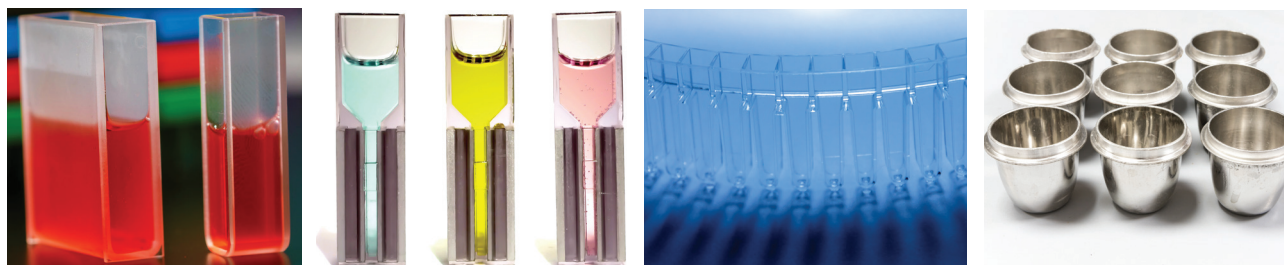
Prednosti ove metode su:

- u istom vremenskom periodu se može pripremiti veći broj uzoraka;
- reagensi se koriste u malim količinama.

Nedostaci su:

- moguća kontaminacija od posuda u kojima se spaljuje uzorak i od peći za žarenje;
- gubici komponenti iz uzorka, koji nastaju u vidu zaostajanja na zidovima posuda.

Mokra digestija je metoda prevođenja komponenata iz složenih jedinjenja u oblik pogodan za dalju analizu, dovođenjem toplote, primjenom hemijskih reagenasa ili kombinacijom ovih dviju metode. Vrsta hemijskog reagensa koji se koristi zavisi od prirode uzorka. Najčešće se koriste kiseline (HNO_3 , HClO_4 , H_2SO_4 ili smješa kiselina). Prednost ove metode u odnosu na suvo spaljivanje jeste njena podjednaka efikasnost i za organske i neorganske materije. Za ovaj postupak koriste se staklene i metalne kivete (slika 3.2).



Slika 3.2. Kivete za digestiju u zatvorenom sistemu

Postupci mokre digestije, u zavisnosti od toga radi li se o *otvorenom*, *zatvorenom* ili *protočnom* sistemu, dijele se na:

- konvencionalno zagrijavanje;
- mikrotalasno zagrijavanje;
- ultravioletna digestija.

Mokra digestija u otvorenom sistemu je najstariji, najjeftini i najprimjenjiviji postupak pripreme uzorka za analizu. Postupak pripreme uzoraka je jednostavan i bezbjedan jer se obavlja pri atmosferskom pritisku, a pribor i posuđe koje se koriste isti su kao za rutinske analize.

Konvencionalno zagrijavanje u otvorenom sistemu je jedna od najstarijih metoda, koja se najviše primjenjuje. Konvencionalni izvori zagrijavanja su pješčano kupatilo, Bunsenov plamenik, električni rešo itd. Maksimalna temperatura digestije jednaka je temperaturi, tj. tački ključanja odgovarajuće kiseline na atmosferskom pritisku. Ova metoda se najčešće koristi za uzorke površinskih voda, otpadnih voda, hrane, zemljišta, sedimenta, mulja,

tehničkih materijala i sl. Njene su prednosti u tome što je jednostavna i jeftina. Odvija se na atmosferskom pritisku i ne zahtijeva posebnu opremu. Mane su joj što postoji rizik od kontaminacije, gubitka elemenata iz uzorka, i za pripremu uzorka je potrebna velika količina reagensa.

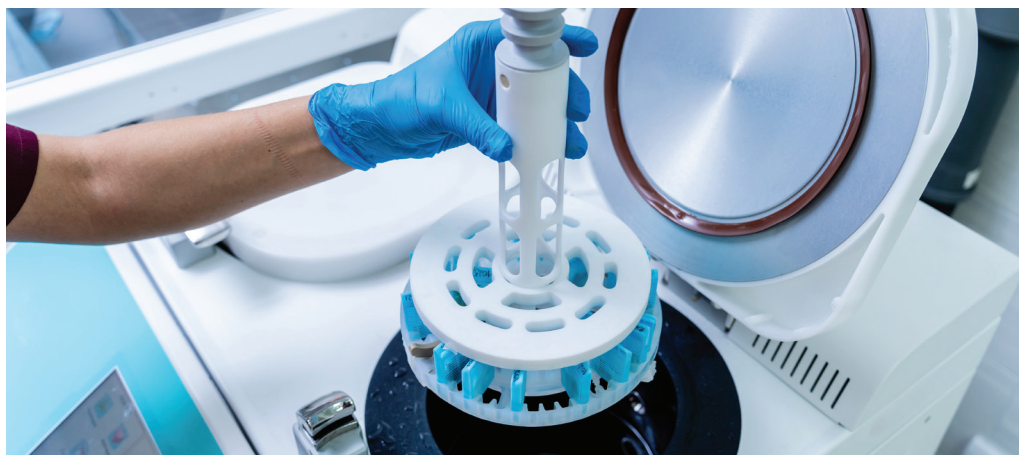
Mikrotalasno zagrijavanje u otvorenom sistemu vrši se unutar uzorka pomoću HNO_3 , HCl , HF , H_2SO_4 . Brzina i efikasnost ove digestije postižu su primjenom mikrotalasa i dodatkom sulfatne kiseline u cilju postizanja visoke temperature. Ovaj oblik digestije koristi se za uzorke geološkog porijekla, uzorke hrane, mulja, uglja i pepela, sintetičkih materijala.

Ultravioletna digestija (UV digestija) u otvorenom sistemu se izvodi dodavanjem nitratne kiseline i male količine vodonik-peroksida više puta u toku procesa. Koristi se za uzorke prirodnih voda koje su nezagađene ili slabo zagađene (morska, izvorska, podzemna, riječna i jezerska voda). UV digestija naziva se još i fotoliza.

Mokra digestija u zatvorenom sistemu odvija se pod povišenom temperaturom i pritiskom, pri čemu su izbjegnuti gubici komponenti iz uzorka. Može se podijeliti u dvije grupe: digestiju pri niskom pritisku (do 20 bari, koja se odvija na temperaturi do 180°C) i digestiju pri visokom pritisku iznad (70 bari) i temperaturi do 300°C . Koristi se za velik broj istih uzoraka, koji su u čvrstom agregatnom stanju.

Konvencionalno zagrijavanje u zatvorenom sistemu se izvodi na temperaturi od 250 do 300°C u staklenoj zatopljenoj kivetu. Pogodna je za čvrste uzorke koji se zagrijavaju najčešće u pećima za žarenje.

Mikrotalasno zagrijavanje u zatvorenom sistemu je oblik mokre digestije koja se odvija pod pritiskom od 60 do 100 bari i temperaturom do 260°C . Uređaj za mikrotalasnu digestiju u zatvorenom sistemu prikazan je na slici 3.3. Lako i bezbjedno razara uzorke zemljišta za geološka ispitivanja; hranu; uzorke iz životne sredine i farmaceutskih proizvoda. Uređaj istovremeno sadrži i sistem za prečišćavanje kiseline, što dodatno skraćuje vrijeme pripreme uzorka. Ovakav sistem je pogodan za uzorke koji se rastvaraju u HNO_3 ili u HCl . Kivete za uzorke izrađene su od teflona.



Slika 3.3.
Uređaj za mikrotalasnu digestiju

Digestija u protočnom sistemu se izvodi upumpavanjem uzoraka kroz kolonu koja sadrži hemijski reagens za digestiju, koja se zagrijava konvencionalno, UV ili mikrotalasno. U ovom sistemu se pripremaju uzorci koji mogu izazvati nagli porast temperature ili pritiska.

Konvencijalno zagrijavanje u protočnom sistemu se odvija na temperaturi od 210°C u dugačkoj koloni koja se zagrijava spolja. Uzorak i reagensi se u kolonu upumpavaju u jednom smjeru, smješa se kreće kroz zagrijanu kolonu nekoliko minuta i ispumpava se na drugom kraju kolone. **Mikrotalasno zagrijavanje u protočnom sistemu** omogućava kontinualnu pripremu uzorka, i vrijeme obrade uzorka je kraće u odnosu na mikrotalasno zagrijavanje u otvorenom i zatvorenom sistemu. **UV digestija u protočnom sistemu** je efikasna, brza i pogodna za malu količinu uzorka, koji prolazi kroz kolonu od kvarca koja je obmotana oko fiksne UV lampe.

3.1.3. SAVREMENI UREĐAJI ZA PRIPREMU UZORAKA

Zahvaljujući ogromnom napretku u industriji za proizvodnju analitičkih instrumenata, priprema uzoraka ostaje i dalje neophodan korak pri vršenju instrumentalnih analiza. Priprema uzoraka je neophodna zbog niske osjetljivosti analitičkih instrumenata, nekompatibilnosti uzoraka s analitičkim uređajima i metodama. Većina grešaka (koje nastaju tokom hemijske analize) javlja se upravo u postupku uzorkovanja i pripreme uzoraka. Postupak prevođenja uzoraka u oblik koji je kompatibilan s analitičkim metodama i instrumentima može biti jednostavan, kao npr. razblaživanje i filtracija, ili složen – uključuje više stepena prevođenja uzoraka u oblik koji je odgovarajući. Uzorci moraju biti reprezentativni, homogeni i pogodni za odabranu analizu. Zato je priprema uzoraka odgovoran (često rizičan) i vrlo značajan korak u svakoj proceduri. U savremenim laboratorijama tehnika pripreme uzoraka započinje fizičkom pripremom uzoraka pomoću raznih mlinova, sita, presa, preko mikrotalasne digestije, sve do uređaja za ekstrakciju i automatizovanu ekstrakciju.

Za pripremu čvrstih uzoraka za analizu, koja podrazumijeva mljevenje, prosijavanje i homogenizaciju, koriste se mlinovi, drobilice za grubo, fino i ultrafino smanjenje veličine čestica uzoraka (slika 3.4a, b, c, d, e). Za fizičko-hemijske analize neophodno je da uzorak bude savršeno homogenizovan do odgovarajućeg stepena finoće. To se postiže različitim vrstama mlinova: kugličnim, disk-mlinovima, avanskim, mlinovima s noževima i s rotorima. Kuglični i avanski mlin, koji pripadaju najefikasnijim alatima za mljevenje tvrdih, krhkih i vlaknatih materijala, za miješanje i homogenizaciju praha, suspenzije i paste, prikazani su na slici 3.4a, b. Prosijavanje čestica različite granulacije, kao i raspodjela veličine čestica uzorka, ima veliku važnost kada se vrši kontrola kvaliteta. Na primjer, čvrstoća betona zavisi od veličine čestica cementa. U prehrambenoj industriji na ukus čokolade utiče finoća kakaoa. Zato se u postupku pripreme uzoraka koriste sita različite granulacije i tresilice sa sitima (slika 3.4c). Mašine za presovanje uzoraka u obliku tableta koriste silu pritiska za pripremu čvrstih i glatkih oblika uzoraka, i najčešće se koriste za farmaceutske proizvode (slika 3.4d). Pored mlinova, drobilica i presa često se koriste i razdjeljivači (slika 3.4e), prese, uređaji za sušenje uzoraka itd. Izbor adekvatnog pribora i alata za mljevenje i homogenizaciju ne samo da obezbjeđuje pripremu širokog spektra uzoraka nego i prilagođavanje određenim oblastima primjene kao što su građevinarstvo, metalurgija, prehrambena industrija, farmaceutska proizvodnja.



Slika 3.4. Mlin (a), avanski mlin (b), tresilica sa sitima (mašina za sijanje) (c), mašina za presovanje uzoraka (d) i razdjeljivač uzoraka (e)

3.2. POSTUPAK PRIPREME TEČNIH UZORAKA

Priprema tečnog uzorka za analizu podrazumijeva odstranjivanje čvrste faze i separaciju pojedinačnih tečnih faza. Izdvajanje čvrste faze i separacija tečnih faza najčešće se obavljaju filtracijom ili centrifugiranjem. Filtracijom se pomoću filter-papira različite poroznosti razdvajaju filtrat i čvrsta faza.

Metode homogenizacije zavise od strukture i tipa uzoraka. Tečni uzorci koji su bistri i bez taloga homogenizuju se energičnim miješanjem u zatvorenim posudama. Uzorci koji su mutni i s talogom miješaju se snažnim pokretima (manuelno) sve dok se talog ne odvoji od zidova posude. Za homogenizaciju tečnih uzoraka najčešće se koristi magnetna mješalica (slika 3.5a). Ovim postupkom se uzorak potpuno pomiješa i dobijamo veću stabilnost i preciznost prilikom analize. Odvajanje disperzne faze od disperzionog sredstva iz emulzija vrši se pomoću rotacione centrifuge (slika 3.5b).



Slika 3.5. Magnetna mješalica (a) i rotaciona centrifuga (b)

Uzorci ulja u prehrambenoj industriji pripremaju se za analizu tako što se sa posudom stave u sušnicu na 50°C, zatim se homogenizuju miješanjem i filtriraju na toplo.

Sterilna homogenizacija je proces koji se koristi za smanjenje veličine čestice u tečnim ili tečno-čvrstim uzorcima farmaceutskih proizvoda, prehrambenih proizvoda, alkoholnih i bezalkoholnih pića. Za sterilnu homogenizaciju uzorak se stavlja u sterilne posude, a zatim se podvrgava nekoj mehaničkoj sili, čime se čestice razlože na manje čestice. Zatim se vrši filtriranje kako bi se uklonile sve velike čestice koje su se grupisale tokom procesa homogenizacije. Sterilna homogenizacija je poželjna u mnogim industrijama jer omogućava proizvodnju ujednačenih proizvoda, dok je uzorak oslobođen bilo kakve kontaminacije. Primjenjuje se u kontroli kvaliteta proizvoda u toku tehnološkog procesa, čime se obezbjeđuje integritet i čistoća finalnog proizvoda.



Drugi postupak pripreme tečnih uzoraka za analizu jeste proces ekstrakcije. Ekstrakcija je hemijski postupak prevođenja komponenti rastvorenih supstanci iz jedne faze u drugu, a zasniva se na rastvaranju u određenom rastvaraču. Najjednostavniji postupak se izvodi za tečno-tečnu ekstrakciju pomoću lijevka za odvajanje ili ekstrakciju (slika 3.6).

Slika 3.6. Lijevak za ekstrakciju

Lijevkom za ekstrakciju može se kontrolisati količina dodate tečnosti a samim tim i brzina reakcije. Koristi se za odvajanje i prečišćavanje supstanci. Sastoji se od staklenog rezervoara, čepa i slavine. Lijevak za ekstrakciju se puni uzorkom kroz obični stakleni lijevak, maksimalno 2/3 rezervoara. Zatvori se i potom se snažno protrese, tako da vrh lijevka bude blago okrenut prema dolje. Pritisak koji se stvara u lijevku izjednačava se sa spoljnim pritiskom otvaranjem ventila na slavini. Zatim se lijevak postavi na gvozdeni prsten na laboratorijskom stativu kako bi se slojevi razdvojili. Otvaranjem ventila na donjem dijelu lijevka izdvajaju se supstance (razdvojeni slojevi).

3.2.1. EKSTRAKCIJA FARMACEUTSKIH PROIZVODA

Farmakopeja je zbirka propisanih normi i standarda za supstance i izradu lijekova kojima se određuju njihove karakteristike, kvalitet, identifikacija, način pripremanja i analiza.

Dobra kontrolna laboratorijska praksa je dio **Dobre proizvodne prakse** kojom se obezbjeđuje kvalitet u procesu kontrole kvaliteta lijekova. **Dobra proizvodna praksa** predstavlja dio sistema obezbjeđenja kvaliteta kojim se obezbjeđuje da se lijekovi dosljedno proizvode i kontrolišu u skladu sa standardima kvaliteta odgovarajućim za njihovu namjenu.

Droge su suvi biljni ili životinjski djelovi i organi (rjeđe mineralni proizvodi) koji sadrže farmakološki aktivna jedinjenja.

Macerat je jednokratni ekstrakt usitnjene droge koja se natapa nekim rastvaračem na sobnoj temperaturi.

Proizvođači lijekova i farmaceutskih proizvoda u Crnoj Gori sprovode odgovarajuća ispitivanja i obezbjeđuju stručnu dokumentaciju u vezi sa načinom izrade lijekova (i ostalih farmaceutskih proizvoda) i njihovog stavljanja u promet. Lijek se može ispitivati i poslije izdavanja dozvole za lijek radi dobijanja dopunskih podataka o lijeku i sl. „Postupak farmaceutskog ispitivanja lijeka mora odgovarati savremenim naučnim dostignućima, saznanjima i principima **Dobre kontrolne laboratorijske prakse**. Dokumentacija za izvođenje postupka farmaceutskog ispitivanja mora sadržati detaljne opise metoda ispitivanja; opis potrebne opreme, reagenasa i ostale potrebne podatke ili se mora pozivati na evropsku, nacionalnu **farmakopeju** ili druge validne metode.“ Sadržaj i način sprovođenja farmaceutskog ispitivanja lijeka u cilju kontrole kvaliteta propisuje Ministarstvo zdravlja Crne Gore (Član 62, Zakon o lijekovima Crne Gore).

„Proizvodnja lijekova obuhvata nabavku sirovina, izradu lijeka, procesnu kontrolu, kontrolu serije lijeka, pakovanje i obilježavanje gotovog lijeka“. (Član 84, Zakon o lijekovima Crne Gore).

Upotreba ljekovitih prirodnih sirovina odnosno biljnih sirovina za izradu farmaceutskih proizvoda zahtijeva ekstrakciju. Ekstrakcijom se, u farmaceutskom smislu, iz **droga** biljnog ili životinjskog porijekla izoluju ljekovite materije pomoću odgovarajućih reagenasa. Postoji više vrsta ekstrakcije: vrućom vodom (infuz), maceracija, ultrazvučna ekstrakcija, ekstrakcija po Soksletu (Soxhlet) itd.

Ekstrakcija vrućom vodom (infuz) – određena količina usitnjene droge prelije se vodom zagrijanom do ključanja i ostavi 15–30 minuta da odstoji u zatvorenom sudu. Zatim se cijedenjem odvoji infuz od droge.

Maceracija je vrlo jednostavan proces ekstrakcije koji se koristi od davnina, a sastoji se od potapanja, najčešće prethodno usitnjenog biljnog materijala, određenim rastvaračem u dobro zatvorenoj posudi, zaštićeno od svjetlosti, pri čemu se dobija **macerat**. Vrijeme maceracije u najvećoj mjeri zavisi od jedinjenja koje se ekstrahuje. Najkraće vrijeme maceracije traje tri dana, uz mućkanje, miješanje (dva puta dnevno). Potom se macerat odvaja od droge cijedenjem.

Ultrazvučna ekstrakcija usitnjene droge uključuje korišćenje ultrazvuka s frekvencijama u rasponu od 20 do 2.000 kHz. To je jedna od novijih tehnika koje omogućavaju visoku produktivnost u kraćem vremenu, jednostavnije rukovanje, niže temperature zagrijavanja i korišćenje manjih količina rastvarača. Da bi se postigao maksimalan učinak, potrebni su optimalni uslovi temperature, snage ultrazvuka i izbor rastvarača.

Ekstrakcija po Soksletu najviše se koristi u analitičke svrhe, jer se ekstrahuju supstance s malom količinom rastvarača. Zbog dugog zagrijavanja mogu se ekstrahovati samo termostabilne supstance. Aparatura je prikazana na slici 3.7.

Aparatura se sastoji iz balona, ekstraktora, tj. staklenog dijela u koji se stavlja uzorak, i od kondenzatora. Ovako sastavljena aparatura stavlja se na vodeno kupatilo, a kondenzator se

pomoću gumene cijevi spaja sa česmom. Preko uzorka u ekstraktor se sipa rastvarač sve dok cijela količina ne pređe u balon. Rastvarač iz balona isparava, kondenzuje se u kondenzatoru i kaplje preko uzorka u ekstraktor. Ekstrakcija traje 5–6 sati.

3.3. ZAGAĐENJA PRISUTNA U VAZDUHU

Atmosfera je vazdušni omotač koji okružuje Zemlju. Najniži sloj atmosfere (najbliži površini Zemlje), troposfera, najbitniji je dio atmosfere za živi svijet (čovjeka, biljke, životinje), za materijale, za procese koji utiču na zagađenje vazduha. Smatra se da se najveći dio atmosfere (oko 90%) nalazi u troposferi. Atmosferu sačinjavaju gasovi, aerosoli, čestice prašine, polutanti, razna isparenja i druge čestice. Odnos gasova u atmosferi je u određenoj mjeri u ravnoteži. Usljed ljudskog djelovanja, razvojem industrije, ta ravnoteža je narušena u vidu zagađenja vazduha. Zagađenje vazduha je problem savremenog društva na lokalnom i globalnom nivou. Polutanti ili zagađujuće supstance imaju veoma negativan uticaj na zdravlje čovjeka (kvalitet njegovog života) i na životnu sredinu. Oni mogu biti u čvrstom, tečnom i gasovitom stanju. Izvori zagađenja vazduha su mnogobrojni: sagorijevanje fosilnih goriva, industrija, poljoprivreda, prerada otpada, vulkanske erupcije, prašina nanesena vjetrom i dr. Mogu se podijeliti na pokretne i nepokretne izvore. Pokretni izvori zagađenja vazduha su motorna vozila, poljoprivredne mašine, građevinske mašine, plovni objekti, avioni itd. U nepokretne izvore spadaju industrijska postrojenja, radionice, fabrike, gradilišta i sl.

Uzorkovanje i analiza vazduha u cilju određivanja njegovog kvaliteta složen je proces. Radi dobijanja realnih rezultata, uzorkovanje se najčešće vrši u mjernim stanicama. U njima se vrši uzorkovanje i praćenje sljedećih parametara polutanata: ugljenik(II)-oksida, azotnih oksida, sumpor(IV)-oksida, ozona, vodonik sulfida, PM_{10} i $PM_{2,5}$ čestica, lako isparljivih organskih materija (VOC). Za svaki parametar postoji sistem praćenja i analize.

Ugljenik(II)-oksid je gas bez boje i mirisa, jako otrovan i zapaljiv. Nastaje kao produkt nepotpunog sagorijevanja organskih materija (fosilnih goriva). U organizmu čovjeka se brzo vezuje za hemoglobin, dovodi do nesvjestice i smrtnog ishoda.

Sumpor(IV)-oksid je gas bez boje, oporog mirisa i kiselog ukusa. Nastaje sagorijevanjem goriva lošeg kvaliteta i iz procesa topljenja rude (prilikom dobijanja metala iz sulfidnih ruda) i izaziva pojavu kiselih kiša. Zagađuje životnu sredinu i napada sistem za disanje (respiratorne organe) ljudi i životinja.

Azotni oksidi dopijevaju u atmosferu uglavnom kao posljedica ljudske aktivnosti, tj. sagorijevanjem fosilnih goriva u domaćinstvima (kućna ložišta), vozilima, velikim ložištima – termoelektrane, toplane i industrija. Zagađuju životnu sredinu, utiču na stvaranje kiselih kiša. Kada dođu u kontakt s krvlju čovjeka, onemogućavaju transport kiseonika kroz organizam, utiču na rad pluća, jetre i slezine.

Vodonik-sulfid je gas neprijatnog mirisa, korozivan i toksičan. Najčešće se javlja u tehnološkim procesima obrade sirove nafte, u industriji papira i sl. Kada dospije u čovjekov organizam, parališe centralni nervni sistem, iritira sluzokožu nosa, grla i oči.

Ozon štiti Zemlju od UV zračenja kada se nalazi u stratosferi, ali u troposferi je štetan jer je jako reaktivan, toksičan i korozivan gas. Ozon nastaje u hemijskim reakcijama između oksida azota i ugljovodonika u prisustvu sunčeve svjetlosti.

Aerosoli su čvrste supstance ili male tečne kapi nastale iz dima, prašine, čađi i kondenzovanih gasovitih supstanci. U prirodi nastaju u mnogobrojnim industrijskim procesima, deponijama, sagorijevanjem fosilnih goriva, vulkanskih erupcija, požara itd. Veoma su štetni po zdravlje čovjeka. Čađ predstavlja crni prah ugljenika koji nastaje pri nepotpunom



Slika 3.7. Aparatura za ekstrakciju po Soksletu

sagorijevanju organskih jedinjenja, lebdeći u vazduhu i taložeći se po predmetima. Sadrže oko 50% ugljenika, vlage i apsorbiranih gasova. Udisanjem oštećuju disajne puteve jer sadrže toksične i kancerogene materije.

Čvrste čestične materije ili PM₁₀ i PM_{2,5} čestice (*particulate matter*) jesu suspendovane čestice poznate kao „nevidljive ubice iz vazduha“. Predstavljaju mješavinu čvrstih čestica dima, čađi, prašine i kiselina, uz teške metale poput olova, žive, kadmijuma, nikla i arsena. Nastaju kao posljedica kombinacije saobraćaja, industrije, grijanja. Bez obzira na to što su nevidljive za ljudsko oko, čestice veličine 10 i 2,5 mikrometara veoma su opasne po ljudsko zdravlje. Udisanje PM-10 čestica izaziva brojne zdravstvene probleme: alergijske reakcije, respiratorne probleme i sl. PM-2,5 su sitnije i opasnije jer direktno dospijevaju u krvotok. Koncentrisanje čvrstih čestičnih materija je povećano u industrijskim zonama i područjima gdje je gust saobraćaj.

VOC (engl. *volatile organic compound*) – isparljiva organska jedinjenja koja isparavaju na sobnoj temperaturi.

Lako isparljive organske materije (**VOC**) predstavljaju skup organskih polutanata kao što su benzen, toluen, aceton, cikloheksan, formaldehid i sl. Ima ih preko 10000. Benzen je bezbojna, lako isparljiva tečnost karakterističnog mirisa. Spada u 1. grupu kancerogenih materija. Toluen je bezbojna tečnost, sličnog mirisa kao benzen, ne rastvara se u vodi i pripada 3. grupi kancerogenih materija. Formaldehid je gas jakog karakterističnog mirisa i pripada 1. grupi kancerogenih materija. Lako isparljive organske materije su sastavni dio proizvoda koji imaju široku primjenu u domaćinstvu, a osjećamo ih po intenzivnom mirisu. Koriste se prilikom proizvodnje boja i lakova, građevinskog materijala, namještaja od drveta, štamparskih proizvoda, ima ih u sredstvima za čišćenje i sl. Dugotrajna izloženost VOC jedinjenjima izaziva umor, mučninu, glavobolju i oštećenje nervnog sistema. Lako isparljiva organska jedinjenja negativno utiču na kvalitet vazduha, reaguju sa azot(II)-oksidom i ugljenik(II)-oksidom stvarajući ozon.

3.4. PRIPREMA UZORAKA APSORPCIJOM

Rastvaranje gasova u vodi ili nekoj drugoj tečnosti naziva se apsorpcija. Pod apsorpcijom se podrazumijeva zadržavanje gasova ili pare u odgovarajućem rastvoru ili nekom drugom sorpcionom sredstvu i često je praćena hemijskom reakcijom tokom koje nastaje homogena smješa. Suprotna operacija od apsorpcije jeste desorpcija, koja se sastoji od prenosa gasovitih komponenti koje su rastvorene u vodi u gasovitu fazu (operacije striping ili degasiranje).

Postoje dva načina rastvaranja gasova:

- **u vodi:** pomoću difuzera (koji mogu biti porozne komponente i membrane) gas se fino disperguje, pri čemu stvara mjehuriće ili se ubacuje pomoću turbine koja je postavljena na površini ili potopljena u tečnost;
- **na površini vode** – kontaktna površina je povećana raspršivanjem vode preko ispune kao što su npr. gasni skruberi.

Razlikujemo dva načina apsorpcije: a) kada se rastvaranjem iz smješe gasova izdvaja gas koji se lako apsorbuje u tečnost i ne mijenja svoj sastav, b) rastvaranje koje je praćeno hemijskim promjenama, pri čemu se stvara homogena smješa. Reagens kojim se vrši apsorpcija treba selektivno da apsorbuje ispitivani gas i da apsorpcija bude kvantitativna.

Najčešće se sastav gasnih smješa analizira gasometrijskim metodama uz apsorpciju komponentata smješe tečnim apsorcentima. Zapremina apsorbirane komponente određena je razlikom zapremina prije i poslije apsorpcije. Apсорpcija gasova i pare vrši se u tečnim apsorpcionim medijumima kao što su: destilovana voda, organski rastvarači ili u specijalnim apsorpcionim rastvorima. Priprema rastvora za apsorpciju gasova za analizu vrši se rastvaranjem u tečnom medijumu.

Ovaj proces omogućava analizu zagađivača u rastvoru, koji se zatim može analizirati različitim analitičkim tehnikama. Priprema rastvora sa apsorbovanim gasovima za analizu zavisi od vrste gasa i metode analize. Gas se prikuplja u odgovarajuću posudu. Prvi korak je apsorpcija gasa u rastvoru. Odabir odgovarajućeg apsorbenta koji će efikasno apsorbovati gas koji se analizira. Na primjer, za apsorpciju ugljen(IV)-oksida koristi se NaOH kao apsorvent. Propuštanje gasa kroz rastvor apsorbenta vrši se pomoću pumpe ili nekog drugog uređaja.

Priprema rastvora sa apsorbovanim gasovima vrši se razblaživanjem, filtriranjem i kalibracijom. Ako je potrebno, vrši se razblaživanje rastvora apsorbenta kako bi se dobila odgovarajuća koncentracija za analizu. Filtriranjem se uklanjaju eventualne čestice i nečistoće iz rastvora. Priprema rastvora sa apsorbovanim gasovima za analizu vrši se i nekom od ekstrakcionih tehnika: hladnom ili toplom ekstrakcijom. Pripremanje standardnih rastvora sa poznatim koncentracijama gasa vrši se za kalibraciju analitičkog instrumenta. Analiza uzoraka se vrši odgovarajućim tehnikama kao što su: titracija, spektrofotometrija, gasna hromatografija i dr. Tumačenje rezultata se vrši analizom podataka i izračunavanjem koncentracije gasa u uzorku na osnovu dobijenih rezultata.

3.4.1. PRIPREMA FILTERA NAKON UZORKOVANJA RAZLIČITIH ČESTICA IZ VAZDUHA

Metoda apsorpcija gasova pomoću dendura, impregniranih filtera, koristi specijalne materijale za efikasno uklanjanje gasovitih zagađivača iz vazduha ili drugih gasovitih smješa. Dendur, impregniran filterima, koristi materijale kao što je aktivni ugalj, zeolit ili specijalni polimer natopljen određenim hemikalijama ili katalizatorima. Prvi korak ove metode jeste odabir odgovarajućeg materijala za filter, koji se impregnira (natapa) kiselinama, bazama, solima ili određenim katalizatorima koji poboljšavaju sposobnosti filtera da hvataju ili reaguju sa određenim gasovima. Kada gas prolazi kroz filter, zagađivači se adsorbuju na površinu ili apsorbuju unutar materijala filtera. Efikasnost sistema zavisi od vrste zagađivača, koncentracije, brzine protoka gasa, temperature i drugih faktora.

Uzorkovanje gasova pomoću impregniranih filtera obuhvata sljedeće korake. Prvi korak je odabir odgovarajućeg filtera, što podrazumijeva odabir odgovarajućeg impregnanta koji zavisi od zagađivača koji se uzorkuje. Na primjer aktivni ugalj se koristi za uzorkovanje organskih zagađivača, a zeolit za uzorkovanje amonijaka. Sljedeći korak je priprema opreme za uzorkovanje. Pripremaju se filter i pumpa za uzorkovanje. Filter se postavlja u držač koji je povezan sa pumpom koja usisava vazduh kroz filter (slika 3.8a). Pumpa za uzorkovanje se kalibriše da bi se osiguralo da vazduh prolazi kroz filter konstantnom i poznatom brzinom protoka vazduha, da bi se mogla tačno odrediti zapremina vazduha koja je prošla kroz filter tokom uzorkovanja. Postavljanje opreme se vrši ne mjestu uzorkovanja. To može biti na otvorenom (industrijske zone, urbana sredina) ili unutar objekta (radne sredine). Uzorkovanje se vrši uključivanjem pumpe, i vazduh se usisava kroz filter tokom određenog perioda koji zavisi od koncentracije zagađivača i ciljeva analize.

Odmah nakon uzorkovanja uzorkivač vazduha se rasformira radi sprečavanja kontaminacije iz okoline, a filter se spakuje u crne plastične kese (slika 3.8b). Staklene boce, vakuum boce, filteri i kese za uzorkovanje oblažu se aluminijskom folijom ili crnim kesama radi zaštite od uticaja sunčeve svjetlosti. Tako pripremljeni pakuju se u kontejnere za uzorkovanje i odmah transportuju u laboratoriju. Ako nije moguće izvršiti analizu u kratkom vremenskom periodu, uzorke treba skladištiti u mračnu prostoriju i izbjegavati kontakt sa spoljašnjim vazduhom.

Protok vazduha se mjeri na početku i na kraju uzorkovanja, a zatim se izračuna količina apsorbovanog vazduha. Težina filtera se mjeri i prije i poslije uzorkovanja. Filter se vaga na temperaturi od 20°C pri relativnoj vlažnosti 50%.



Slika 3.8. Filter za uzorkovanje vazduha (a), priprema filtera nakon uzorkovanja (b)

3.5. PRIPREMA UZORAKA ZA ANALIZU

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja stečena pri realizaciji praktičnih zadataka u laboratoriji i na terenu. Nastavnik/nastavnica će te upoznati s ciljevima i strukturom projektnog zadatka, odnosno pripremom uzoraka za analizu, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata projekta. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade projektnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka, prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

PRAKTIČNI ZADATAK 3.1:

Priprema uzorka zemljišta za analizu hemijskog sastava i anjona zemljišta

Pribor i posuđe: nož, porcelanski avan s tučkom, sito, plastična posuda s poklopcem, kašika ili lopatica, staklena čaša od 250 cm³, stakleni štapić, filter-papir, lijevak, stalak za lijevak, mjerni balon od 100 cm³, manja čaša, tehnička vaga

Hemikalije: destilovana voda

Postupak

Grupa A: Tokom izvođenja demonstracionih oglada pripreme uzoraka za analizu potrebno je pripremiti pribor i posuđe. Prije upotrebe provjeriti je li posuđe čisto. Ako nije, očistiti ga, oprati i osušiti. Uzorak rasuti na list kartona, odstraniti sve primjese: korijenje biljaka, komade kamenja i šljunka, ostatke ljuskara, insekata i dr. Uzeti srednji uzorak metodom četvrtanja. Rasuti uzorak u obliku kvadrata, a zatim ga nožem dijagonalno podijeliti na četiri dijela. Dva suprotna dijela odstraniti, a dva preostala dijela sastaviti i izmjeriti. Ponavljati postupak sve dok masa uzorka ne bude 250 g. Staviti manju količinu uzorka u porcelanski avan i pomoću tučka kružnim pokretima usitniti. Prosijati uzorak sitom od 1 do 2 mm. Izmjeriti masu uzorka (zabilježiti je). Dijelu uzorka koji ostane na situ izmjeriti i zapisati masu. Staviti uzorak u plastičnu posudu sa zatvaračem (obilježiti). Tako pripremljen uzorak ostaviti za analizu.

Grupa B: Vodeni ekstrakt pripremiti tako što ćete 5 g uzorka staviti u čistu čašu, usuti 50 cm³ destilovane vode i promiješati štapićem, profiltrirati kroz filter-papir (crna traka) koji je postavljen na lijevak. Filtrat presuti u mjerni balon od 100 cm³, dosuti destilovanu vodu do crte, zatvoriti, obilježiti i ostaviti za analizu.

Kada se završi zadatak, očistiti radni sto i oprati posuđe. U dnevnik praktične nastave zapisati zapažanja.

Rezultati i zaključci:

1. Koje ste tehnike za pripremu uzorka koristili?
2. Da li ste odložili uzorak na odgovarajuće mjesto do analize?
3. Šta ste uradili sa ostatkom uzorka koji ste donijeli s terena?

PRAKTIČNI ZADATAK 3.2:

Priprema uzorka jabuke za analizu ukupnih šećera

Pribor i posuđe: nož, rend, porcelanski avan s tučkom, kašika ili lopatica, staklena čaša od 250 cm³, stakleni štapić s pljosnatim vrhom, vodeno kupatilo, filter-papir, lijevak, stalak za lijevak, mjerni balon od 100 cm³, manja čaša, menzura, tehnička vaga

Hemikalije: destilovana voda, natrijum-hidroksid, olovo-acetat, natrijum-sulfat

Postupak

Grupa A: Tokom izvođenja demonstracionih oglada pripreme uzoraka za analizu potrebno je pripremiti pribor i posuđe. Prije upotrebe provjeriti je li posuđe čisto. Ako nije, očistiti ga, oprati i osušiti. Uzorak jabuke pripremiti tako što ćete prvo dobro oprati jabuku i oljuštiti koru, potom je samljati ili izrendati. Uzorak homogenizovati u porcelanskom avanu. Potom odmjeriti 5 g uzorka, prenijeti u čašu od 250 cm³, dodati 50 cm³ vrele vode i miješati staklenim štapićem s pljosnatim vrhom, zatim zagrijavati na vodenom kupatilu 30 minuta, uz povremeno miješanje. Sadržaj prenijeti u mjerni sud od 100 cm³, ohladiti do sobne temperature, dopuni do crte destilovanom vodom, dobro promućkati i profiltrirati u suvi sud.

Grupa B: Odmjeriti 25 cm³ rastvora, prenijeti u mjerni sud od 100 cm³ i dodati nekoliko kapi 20% rastvora natrijum-hidroksida i 3,5 cm³ olovo-acetata, dobro promiješati. Dodati još jednu kap olovo-acetata i provjeriti stvara li se talog. Ostaviti par minuta da odstoji, a zatim dodati 7 cm³ zasićenog rastvora natrijum-sulfata da bi se uklonio višak olova. Mjerni sud promućkati, dopuniti do oznake i filtrirati. Ovako pripremljen uzorak obilježiti i ostaviti za analizu. Kada se završi zadatak, očistiti radni sto i oprati posuđe. U dnevnik praktične nastave upisati zapažanja.

PRAKTIČNI ZADATAK 3.3:

Priprema uzorka otpadnih voda za analizu PAH (policiklični aromatični ugljovodonici) ekstrakcijom

Pribor i posuđe: staklene čaše, lijevak za tečno-tečnu ekstrakciju, vodeno kupatilo, digestor, Kuderna–Danish aparatura

Hemikalije: dihlor-metan, natrijum-sulfat

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih ogleda pripreme uzorka za analizu potrebno je pripremiti pribor i posuđe. Prije upotrebe provjeriti je li posuđe čisto. Ako nije, mora se očistiti, oprati i osušiti. Uzorak otpadnih voda promućkati da se homogenizuje. Pripremljeni uzorak presuti u lijevak za tečno-tečnu ekstrakciju, maksimalno 2/3 rezervoara, i dodati 20 cm³ dihlor-metana (rastvarača). Mućkati lijevak 20 minuta tako da vrh lijevka bude blago okrenut ka dolje. Postaviti na metalni prsten kako bi se slojevi razdvojili. Otvaranjem slavine u donjem dijelu lijevka izdvojiti razdvojene slojeve. Ponoviti postupak ekstrakcije dva puta. Zatim dodati oko 5 g (1 kašičica) anhidrovanog natrijum-sulfata kako bi se uklonili tragovi vode iz ekstrakta. Prenijeti ekstrakt u Kuderna–Danish aparaturu (slika 3.9). Upariti ekstrakt do suva. Tako je uzorak pripremljen za analizu.



Slika 3.9.
Kuderna–Danish aparatura



Putem linka i QR koda možete saznati više o ekstrakciji tečno-tečno Kuderna–Danish aparaturom.

https://www.youtube.com/watch?v=YM_Areq2Gn4

Rezultati i zaključci:

1. Objasnite postupak pripreme uzorka.
2. Šta ste postigli korišćenjem lijevka za ekstrakciju?

PRAKTIČNI ZADATAK 3.4:

Priprema uzorka badema za određivanje sadržaja metala postupkom suve digestije

Pribor i posuđe: laboratorijske čaše, mjerni balon, porcelanski lončić za žarenje, porcelanski avan i tučak, mlin, lijevak, filter-papir, stalak, vodeno kupatilo, peć za žarenje, analitička vaga, digestor

Hemikalije: 65% nitratna kiselina, dejonizovana voda

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada pripreme uzorka za analizu potrebno je pripremiti pribor i posuđe. Prije upotrebe provjeriti je li posuđe čisto. Ako nije, očistiti ga, oprati i osušiti. Uzorke badema potopiti 3 minuta u 50 cm³ dejonizovane vode radi uklanjanja eventualno prisutnih soli. Potom ih izvaditi iz vode, prebaciti u sušnicu i sušiti na temperaturi od 100°C. Uzorak homogenizovati i samljati odgovarajućim mlinom ili pomoću porcelanskog avana i tučka. Od usitnjenog i homogenizovanog uzorka odmjeriti 3 g i prebaciti u porcelanski lončić za žarenje. Uzorak žariti u peći za žarenje na temperaturi od 450 do 500°C (48 sati). Uzorku dodati 65% nitratnu kiselinu do potpune mineralizacije, a zatim uzorak uparavati do suva i vratiti u peć za žarenje na temperaturi 450–500°C do nastanka bijelog praha. Dobijeni pepeo rastvoriti u 65% nitratnoj kiselini, zatim filtrirati. Filter-papir isprati dejonizovanom vodom, prenijeti u mjerni balon od 50 cm³ i dopuniti dejonizovanom vodom do oznake. Ovako pripremljen uzorak obilježiti i ostaviti za analizu. Kada se završi zadatak, očistiti radni sto i oprati posuđe. U dnevnik praktične nastave upisati zapažanja.

PRAKTIČNI ZADATAK 3.5:

Priprema uzorka suve biljke postupkom maceracije za određivanje ukupnog vitamina C

Pribor i posuđe: avan i tučak, erlenmajer, kašika, menzura, gaza, filter-papir (crna traka), lijevak, čaša, analitička vaga, vodeno kupatilo

Hemikalije: 96% etil-alkohol

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada pripreme uzorka za analizu potrebno je pripremiti pribor i posuđe. Prije upotrebe provjeriti je li posuđe čisto. Ako nije, očistiti ga, oprati i osušiti. Uzorak suve biljke usitniti i homogenizovati. Odmjeriti oko 5 g uzorka suve biljke i prenijeti u erlenmajer, koji je obložen aluminijumskom folijom radi zaštite uzorka od svjetlosti. U uzorak dodati 200 cm³ 96% etil-alkohola, zatvoriti i staviti na tamno mjesto da odstoji pet dana. Svakog dana promućkati erlenmajer. Poslije pet dana uzorak procijediti prvo kroz gazu, a zatim kroz filter-papir (crna traka). Rastvarač ukloniti uparavanjem na vodenom kupatilu, a dobijeni ekstrakt sušiti do konstantne mase na temperaturi oko 50°C. Pripremljeni uzorak je spreman za analizu.

PRAKTIČNI ZADATAK 3.6:

Priprema uzorka suve biljke za određivanje ukupnog vitamina C

Cilj zadatka: Izvršiti pripremu uzorka suve biljke ekstrakcijom po Soksletu

Pribor i posuđe: aparatura po Soksletu, analitička vaga, vodeno kupatilo, čaša, sušnica, fišek od filter-papira, vata

Hemikalije: 96% etil-alkohol

Postupak: Tokom izvođenja demonstracionih oglada pripreme uzorka za analizu potrebno je pripremiti pribor i posuđe. Prije upotrebe provjeriti je li posuđe čisto. Ako

nije, očistiti ga, oprati i osušiti. Uzorak suve biljke usitniti i homogenizovati. Odmjeriti oko 5 g uzorka suve biljke u fišeku od odmašćenog filter-papira. Na dno fišeka staviti vatu, zatim uzorak i ponovo vatu (pokriti). Poslije mjerenja fišek s uzorkom staviti u čašu i sušiti jedan sat na temperaturi od 105°C. Čist i suv balon iz aparature po Soksletu (slici 3.4) suši se na istoj temperaturi i za isto vrijeme, a zatim se izmjeri. Fišek s uzorkom prebaciti u srednji dio aparature u ekstraktoru koji je spojen s hladnjakom i balonom. Pomoću lijevka sipati u aparat rastvarač 96% etil-alkohol da se ekstraktor napuni i prelije u balon. Količina rastvarača treba da zauzima više od $\frac{3}{4}$ zapremine balona. Aparaturu postaviti na rešo ili vodeno kupatilo i postepeno zagrijavati tako da kondenzovane kapljice rastvarača padaju na uzorak. Ekstrakciju vršiti na temperaturi ključanja rastvarača u trajanju od šest sati. Nakon završene ekstrakcije ekstrahovana supstanca se nalazi u balonu i rastvorena je u rastvaraču. Rastvarač ukloniti uparavanjem na vodenom kupatilu na temperaturi od 60°C, a zatim ekstrakt sušiti u sušnici na temperaturi od 105°C do konstantne mase. Balon s ekstraktom izmjeriti na analitičkoj vagi. Uzorak je pripremljen za dalju analizu.

Rezultati, diskusija i zaključci:

1. Usporedite praktične zadatke 3.5 i 3.6 i objasnite za koji vam je od ova dva postupka bilo potrebno više vremena da pripremite uzorak za analizu.
2. Objasnite sličnosti i razlike u pripremi uzoraka za ova dva postupka.
3. Koje sve uzorke možete pripremiti ekstrakcijom po Soksletu?

PROJEKTNI ZADATAK

Istraži fizičke i hemijske metode pripreme uzoraka za analizu

Formirati četiri grupe učenika/učenica koje imaju zadatak da pripreme različite uzorke za analizu. Prva grupa učenika priprema uzorak tvrdomasnog sira za određivanje njegove kiselosti. Druga grupa učenika priprema uzorak sapuna, a treća uzorak suvog voća. Četvrta grupa priprema uzorak mulja postupkom digestije. Tokom pripreme primijeniti metodu istraživačkog rada kako bi prikupili informacije neophodne za istraživanje. Posebnu pažnju posvetiti: a) pravilima kojih se treba pridržavati prilikom uzorkovanja, b) mjerama sigurnosti koje treba preduzeti prilikom rada. U saradnji s nastavnikom/nastavnicom izvesti ogleda i analizirati postupak rada. Nakon izvedenih ogleda prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentovati odjeljenju. Nakon izlaganja svih grupa izvedite zaključak o važnosti pripreme uzoraka za analizu.

Napomena: Ukoliko se aktivnosti za pripremu uzoraka ne mogu realizovati u školskoj laboratoriji (usljed nedostatka opreme), projekat se može realizovati u nekoj eksternoj hemijskoj laboratoriji uz nadzor stručnog lica.

3.6. PROVJERI SVOJE ZNANJE

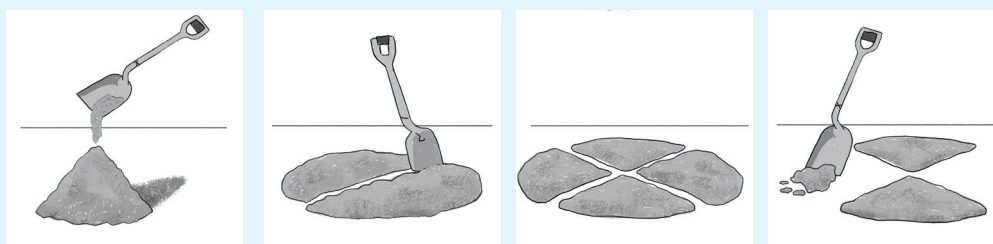
1. Šta se podrazumijeva pod pripremom uzorka za analizu?
2. Koje fizičke i hemijske metode se koriste za pripremu uzorka?
3. Šta se podrazumijeva pod fizičkom pripremom uzorka?
4. Rednim brojevima (od 1 do 4) obilježi redosljed postupaka pripreme uzoraka za analizu.

	smanjivanje uzorka četvrtanjem
	drobljenje
	homogenizacija uzorka
	mljevenje

5. Koje sve greške nastaju prilikom pripreme uzoraka?
6. Kako se može kontaminirati uzorak?
7. Štrikliraj tačne tvrdnje.

Uzorak se priprema na terenu i u laboratoriji.	TAČNO	NETAČNO
Uzorak se nikada ne smije sušiti niti prosijavati.	TAČNO	NETAČNO
Sušenjem se odstranjuje vlaga iz uzorka.	TAČNO	NETAČNO
Sitnjenje uzoraka se vrši u različitim sitima.	TAČNO	NETAČNO
Homogenizacijom vršimo kontaminaciju uzorka.	TAČNO	NETAČNO

9. Objasni šta je prikazano na slici 3.6.1.



10. Hemijske metode pripreme uzorka su: _____
_____.

11. Dopuni rečenicu:

Suvo spaljivanje uzorka se primjenjuje na uzorke koje _____ materija, kao što su: _____, _____, _____. Spaljivanje se vrši na temperaturi od _____ do _____ u posudu od grafita, platine, a količina uzorka koja se priprema se kreće od _____ do _____ g.

12. Navedi postupke mokre digestije:

- a) _____
- b) _____
- c) _____
- d) _____.

13. Navedi prednosti i nedostatke suvog spaljivanja uzorka i mokre digestije:

Suvo spaljivanje		Mokra digestija	
prednosti	nedostaci	prednosti	nedostaci

15. Koja je razlika između digestije u otvorenom i zatvorenom sistemu?

16. Šta je filtracija a šta centrifugiranje?

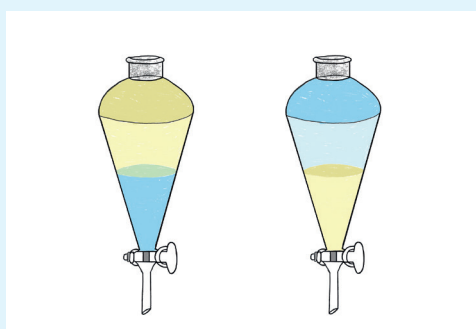
17. Šta je dijaliza a šta difuzija?

18. Objasni princip apsorpcione, gasne i podione hromatografije.

19. Objasni faze pripreme tečnih uzoraka.

20. Kako se vrši homogenizacija tečnog uzorka?

21. Šta je prikazano različitim bojama na slici?



22. Nabroj najveće zagađivače vazduha.

23. Objasni pojmove:

- a) apsorpcija _____.
- b) desorpcija _____.
- c) adsorpcija _____.
- d) apsorbent _____.

24. Objasni pripremu filtera za analizu.

25. Objasni pripremu uzorka vazduha apsorpcijom.

3.7. REZIME

Priprema uzorka za analizu podrazumijeva prevođenje realnog uzorka u uzorak pogodan za analizu. Kada se dostave u laboratoriju, uzorci s terena se u većini slučajeva moraju pripremiti, odnosno prevesti u oblik pogodan za analizu. Metode koje se primjenjuju jesu fizičke, hemijske i fizičko-hemijske. Fizičke metode su: filtracija, isparavanje, centrifugiranje, dijaliza, zamrzavanje, kristalizacija, difuzija i elektroforeza. Hemijske metode su: precipitacija, koprecipitacija, ekstrakcija, digestija, hromatografija i elektrohemijske metode.

Kada je riječ o čvrstom, krupnom materijalu velike granulacije, potrebno je prije analize uzorak smanjiti i homogenizovati. To se čini na nekoliko načina: drobljenjem ili mljevenjem pomoću mehaničkih drobilica ili mlinova; homogenizacijom pomoću kugličnih mlinova ili pomoću avana s tučkom i smanjivanjem uzorka tehnikom četvrtanja. Postupak pripreme čvrstih uzorka za analizu u laboratoriji obuhvata fizičke operacije: mjerenje uzoraka, sušenje uzoraka, sitnjenje, prosijavanje i čuvanje.

Hemijske metode su: koncentrisanje analita, razblaživanje analita, rastvaranje, uklanjanje ometajućih jedinjenja, izdvajanje analita od značaja iz uzorka, modifikovanje hemijske strukture analita (hemijaska derivatizacija), helacija. Za pripremu uzorka koriste se dvije tehnike: suvo spaljivanje uzorka i mokra digestija. Postupci mokre digestije zavise od toga radi li se o *otvorenom*, *zatvorenom* ili *protočnom* sistemu. Dije se na konvencionalno zagrijavanje, mikrotalasno, ultravioletno i kiselo digestiju u parnoj fazi.

Priprema tečnog uzorka za analizu podrazumijeva odstranjivanje čvrste faze i separaciju pojedinačnih tečnih faza. Izdvajanje čvrste faze i separacija tečnih faza najčešće se obavlja filtracijom ili centrifugiranjem. Filtracijom pomoću filter-papira različite poroznosti razdvajaju se tečna (filtrat) i čvrsta faza. Metode homogenizacije zavise od strukture i tipa uzoraka. Drugi postupak pripreme tečnih uzoraka za analizu jeste proces ekstrakcije. Ekstrakcija je hemijski postupak prevođenja komponenti rastvorenih supstanci iz jedne faze u drugu, a zasniva se na rastvaranju u određenom rastvaraču.

Rastvaranje gasova u vodi ili nekoj drugoj tečnosti naziva se apsorpcija. To je difuzna operacija pri kojoj se neka komponenta prenosi iz gasa u tečnost i raspoređuje se po cijeloj njenoj masi. Suprotna operacija od apsorpcije jeste desorpcija, koja se sastoji od prenosa gasovitih jedinjenja rastvorenih u vodi u gasovitu fazu.

4

KVALITATIVNA HEMIJSKA ANALIZA – DOKAZIVANJE KATJONA I ANJONA

U OVOM POGLAVLJU NAUČIĆEŠ DA:

- navedeš podjelu analitičkih reakcija prema načinu izvođenja
- klasifikuješ katjone po analitičkim grupama katjona
- objasniš dokazne reakcije katjona hemijskim reakcijama
- na konkretnom primjeru demonstriraš odvajanje i dokazivanje katjona po analitičkim grupama u poznatom i nepoznatom uzorku
- klasifikuješ anjone po analitičkim grupama anjona
- objasniš dokazne reakcije anjona hemijskim reakcijama
- na konkretnom primjeru demonstriraš dokazivanje anjona u poznatom i nepoznatom uzorku.

RAZMISLI I ODGOVORI:

1. Katjone i anjone si izučavao/izučavala u prethodnim razredima. Navedi primjere nekih katjona i anjona.
2. Na osnovu položaja kalcijuma u periodnom sistemu elemenata objasni da li se ovaj atom nalazi u obliku jona – katjona: Ca^+ , Ca^{2+} ili Ca^{3+} .
3. Sumpor se u periodnom sistemu elemenata nalazi u 16. grupi. Da li se ovaj nemetal nalazi u obliku jona – anjona: S^- , S^{2-} ili S^{3-} ? Obrazloži svoj odgovor.

UVOD U KVALITATIVNU HEMIJSKU ANALIZU

Kvalitativna hemijska analiza predstavlja oblast analitičke hemije koja proučava metode kojima se utvrđuje iz kojih se hemijskih elemenata, jona, grupa atoma ili jedinjenja sastoji ispitivana supstanca. Ova analiza ukazuje na koji način se iz složenog uzorka mogu identifikovati pojedini elementi. Može biti potpuna (kompletna) i parcijalna (djelimična). Potpunom analizom ispituje se prisustvo svih sastojaka ispitivane supstance, dok se djelimičnom ispituje samo nekoliko sastojaka. U praksi se rijetko primjenjuje potpuna analiza. Metode kvalitativne hemijske analize mogu se podijeliti i na neorgansku i organsku kvalitativnu analizu, na osnovu prirode uzorka koji se ispituje. Kvalitativna analitička hemija neorganskih uzoraka uglavnom se bavi određivanjem elemenata i jona, dok se kvalitativna analitička hemija organskih uzoraka bavi elementarnom analizom i dokazivanjem jedinjenja i funkcionalnih grupa. Kada se upozna kvalitativni sastav ispitivane supstance, može započeti kvantitativna analiza.

4.1. PODJELA ANALITIČKIH REAKCIJA

Analitičke reakcije su hemijske reakcije koje se primjenjuju u kvalitativnoj hemijskoj analizi za dokazivanje supstanci, a u kvantitativnoj analizi za određivanje sadržaja supstanci.

Za određivanje kvalitativnog sastava supstanci koriste se njihove razne hemijske i fizičke osobine. Pod korišćenjem hemijskih osobina podrazumijeva se sposobnost supstanci da hemijski reaguju s drugim supstancama poznatog sastava i osobina, pri čemu nastaju jedinjenja s karakterističnim, jasno izraženim osobinama. Supstance poznatog sastava i osobina s kojima dolazi do hemijske reakcije nazivaju se **reagensi** ili **reaktivi**. Reagensi koji se koriste u analitičkoj hemiji u zavisnosti od čistoće mogu biti: tehnički komercijalni reagensi, reagensi za farmaceutske i medicinske svrhe, reagensi hemijske čistoće s oznakom C. P. (*chemically pure*) ili p. (lat. *purum* – čist), reagensi analitičke čistoće s oznakom R. G. (*reagent grade*) ili p. a. (lat. *proanalysis* – za analizu).

Karakteristične osobine kojim se potvrđuje prisustvo neke supstance su:

- promjena boje rastvora (pojava ili iščezavanje boje);
- građenje taloga;
- izdvajanje gasa;
- bojenje plamena i dr.

U kvalitativnoj hemijskoj analizi analitičke reakcije se mogu izvoditi suvim i mokrim putem (tabela 4.1).

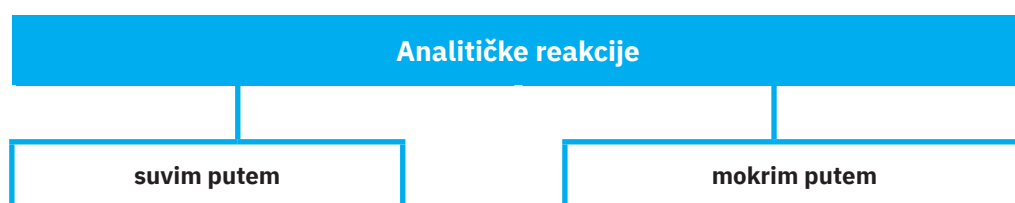


Tabela 4.1. Podjela analitičkih reakcija

4.1.1. ANALITIČKE REAKCIJE SUVIM PUTEM

Analitičke reakcije koje se izvode sa čvrstim ispitivanim supstancama i sa čvrstim reagensima bez korišćenja rastvarača jesu reakcije suvim putem. Reakcije suvim putem su brze i jednostavne. Najčešće su dio prethodnih ispitivanja i služe za dobijanje orijentacionih informacija o sastavu ispitivane supstance. Mogu se koristiti pri terenskim istraživanjima, npr. prilikom ispitivanja ruda, minerala i soli. Takođe, koriste se i kao kontrolne reakcije prilikom ispitivanja supstanci.

Većina reakcija suvim putem zasniva se na promjenama koje se dešavaju na povišenim temperaturama, odnosno prilikom zagrijavanja ili topljenja s raznim supstancama.

Unošenjem nekih čvrstih supstanci u plamen gasnog plamenika dolazi do pojave karakteristične boje plamena. Tako npr. soli barijuma boje plamen zelenom bojom, soli kalijuma ljubičastom, soli natrijuma žutom, soli stroncijuma crvenom bojom itd. (slika 4.1). Čvrste supstance se mogu unijeti u plamen pomoću platinske igle, grafitnog štapića, drvenog uglja i dr. Prilikom ispitivanja smješe jedinjenja koja boje plamen, karakterističnu boju neke supstance može maskirati druga boja. Ovaj problem se može, djelimično, riješiti posmatranjem plamena kroz odgovarajuće optičke filtere, kao što je npr. plavo kobaltno staklo.



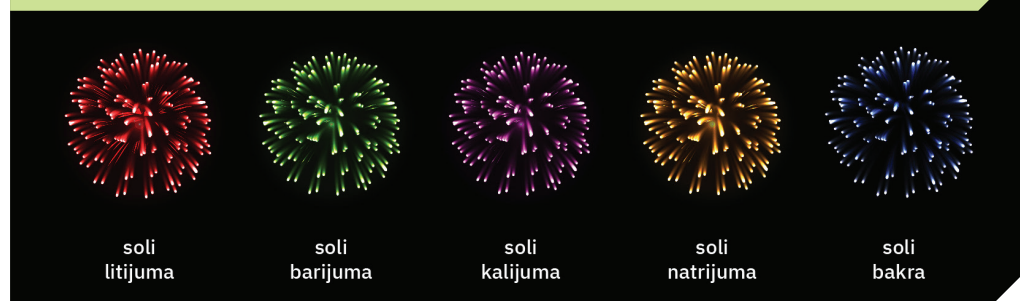
Slika 4.1.
Bojenje plamena



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako soli različitih metala boje plamen.

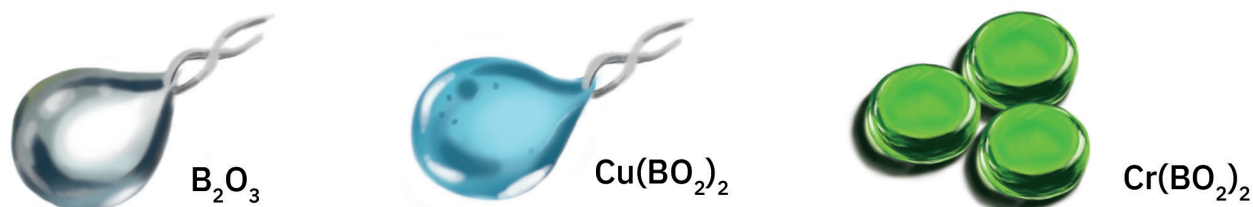
<https://www.youtube.com/watch?v=faHuLlfzQfg>

Vatromet je neizostavan dio mnogih proslava. Manifestuje se kroz jaku svjetlost, jak zvuk i toplotu. Različite soli metala (karbonati, hloridi i nitrati) daju boju vatrometu. Crvena boja je od soli stroncijuma i litijuma, narandžasta od soli kalcijuma, ljubičasta od kalijuma i rubidijuma, zelena od barijuma, žuta od natrijuma, a plava od soli bakra i cezijuma (slika 4.2). Na slici 4.1 boja plamena koja potiče od soli bakra je zelena, a na slici 4.2 plava. Soli bakra(II) boje plamen zeleno, a soli bakra(I) plavo.



Slika 4.2.
Vatromet

Soli nekih metala topljenjem u oksidacionom ili redukcionom plamenu s boraksom ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) ili amonijum-natrijum-hidrogen-fosfatom ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) daju karakteristično obojene staklaste perle (tzv. kuglice, biserke ili đinđuve). Na osnovu izgleda vrelе ili hladne perle može se pretpostaviti koji se metali nalaze u ispitivanom uzorku. Obojena perla se formira na čistoj platinskoj igli. Boja hladne boraksove perle je plava ako je prisutan kobalt; zelena ako je prisutan hrom; ljubičasta ako je prisutan mangan; svijetloplava ako je prisutan bakar itd. (slika 4.3).



Slika 4.3.
Bojenje boraksove perle

Sitnjenjem nepoznate čvrste supstance sa čvrstim reagensom u porcelanskom avanu, može doći do hemijske reakcije koja je praćena pojavom karakteristične boje smješe ili stvaranjem karakterističnog mirisa. Na primjer, sitnjenjem smješe nepoznate supstance koja sadrži neku amonijumovu so i gašenog kreča dolazi do izdvajanja karakterističnog mirisa amonijaka, dok se prilikom sitnjenja smješe soli sirćetne kiseline i kalijum-hidrogensulfata osjeća miris sirćeta.

Prilikom zagrijavanja supstance u cjevčici za žarenje može se zapaziti sljedeće:

- supstanca ostaje nepromijenjena (ili se topi nepromijenjena) – ukazuje na prisustvo soli alkalnih i zemnoalkalnih metala;
- supstanca se razlaže – dolazi do promjene boje supstance ili do izdvajanja gasa (ugljenik(IV)-oksid nastaje razlaganjem karbonata i bikarbonata, amonijak razlaganjem nekih amonijumovih soli, kiseonik razlaganjem nitrata i dr.);
- supstanca sublimuje – sublimat je bijele boje ako su prisutni amonijum-halogenidi, siv ako je prisutna živa, crn ako je prisutan živa(II)-sulfid i dr.

Topljenjem supstance sa sredstvom za topljenje i čvrstim oksidacionim sredstvom u reakcijama oksido-redukcije nastaju obojena jedinjenja. Na primjer, jedinjenja mangana(II) ili mangana(IV) u reakciji s natrijum-hidroksidom daju rastop zelene boje koji potiče od natrijum-manganata.

4.1.2. ANALITIČKE REAKCIJE MOKRIM PUTEM

Analitičke reakcije koje se odigravaju u rastvorima nazivaju se reakcije mokrim putem. U kvalitativnoj hemijskoj analizi ove reakcije imaju mnogo veći značaj i izvode se u vodenim rastvorima. Ispitivana supstanca se najprije rastvara u vodi (ili vodenom rastvoru kiseline ili baze) pa se nakon toga vrši analiza. U vodenim rastvorima elektrolita dolazi do reakcije između jona, pa se reakcije elektrolita nazivaju jonske reakcije. Jonske reakcije su veoma brze i predstavljaju se jonskim jednačinama. Kvalitativna analiza omogućava dokazivanje elemenata u obliku katjona i anjona.

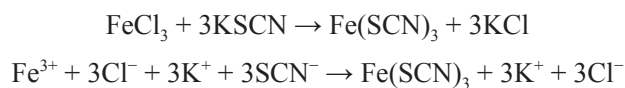
Analiza mokrim putem dijeli se na:

- analizu katjona;
- analizu anjona.

Jonske reakcije su mnogobrojne, ali se u kvalitativnoj analizi za dokazivanje jona mogu

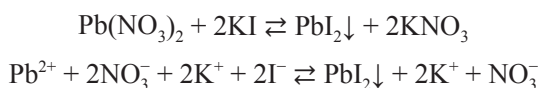
koristiti samo one reakcije koje se mogu lako uočiti i pratiti našim čulima. Prilikom ovih reakcija dolazi do sljedećih promjena:

- promjena boje rastvora:



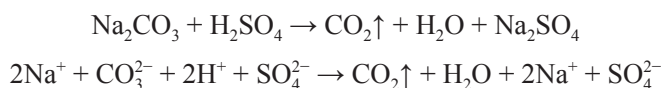
rastvor se oboji crveno

- građenje taloga (slika 4.4):



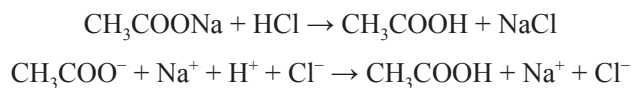
nastaje talog žute boje

- izdvajanje gasa:



izdvajaju se mjehurići gasa

- nastajanje karakterističnog mirisa:



osjeća se miris sirćeta



Slika 4.4. Nastanak taloga olovo-jodida

4.1.3. USLOVI IZVOĐENJA ANALITIČKIH REAKCIJA

Da bi se jedna hemijska reakcija mogla koristiti za analitičko određivanje (dokazivanje), ona mora biti osjetljiva, selektivna i specifična. Analitičke reakcije treba izvoditi pod određenim eksperimentalnim uslovima kako bi se dobio tačan rezultat. Najvažniji uslovi su stepen kiselosti, temperatura i koncentracija. Uslovi izvođenja analitičkih reakcija zavise od vrste jedinjenja koje nastaje u reakciji.

Ukoliko nijesu ispunjeni eksperimentalni uslovi, može doći do izostanka reakcije ili ona može krenuti neželjenim tokom. Rezultati dobijeni na taj način mogu dovesti do pogrešnih zaključaka.

4.1.4. OSNOVNE KARAKTERISTIKE ANALITIČKIH REAKCIJA

Najveći značaj za ocjenu primjenjivosti analitičke reakcije ima njena osjetljivost. Pod osjetljivošću reakcije podrazumijeva se mogućnost dokazivanja veoma malih količina ispitivane supstance pomoću te reakcije.

Mjerilo osjetljivosti reakcija u kvalitativnoj analizi je granična koncentracija. Granična koncentracija predstavlja najmanju koncentraciju ispitivane supstance pri kojoj se ona može dokazati datom reakcijom.

Granična koncentracija se označava sa c_{\min} , a može se izraziti i kao masena koncentracija γ_{\min} u g/cm^3 . Većina reakcija koje se primjenjuju u kvalitativnoj analizi ima graničnu koncentraciju od 10^{-3} do 10^{-8} g/cm^3 . Ipak, u praksi se najčešće koriste reakcije s graničnom koncentracijom od 10^{-5} do 10^{-6} g/cm^3 .

Recipročna vrijednost granične koncentracije je granično razblaženje (D):

$$D = \frac{1}{\gamma_{\min}}$$

Granično razblaženje je takođe veličina kojom se može izraziti osjetljivost analitičke reakcije. Predstavlja masu vode u gramima ili zapreminu vode u centimetrima kubnim u kojoj se još može dokazati 1 g jona ispitivane supstance. Što je reakcija osjetljivija, granično razblaženje je veće.

Granična detekcija odnosi se na najmanju koncentraciju analita koja se može pouzdano detektovati u uzorku. To je važna činjenica jer omogućava analitičarima da odrede koliko je mala količina supstance još uvijek prepoznatljiva u određenim metodama analize.

Granična zapremina predstavlja minimalnu količinu uzorka ili reagensa da bi se postigla tačna i pouzdana analiza. Ova zapremina je važna jer ispod tog nivoa može doći do grešaka u mjerenju ili nemogućnosti detekcije analita.

Reagensi pomoću kojih se može dokazati prisustvo supstance kada su dodati u malim količinama nazivaju se **osjetljivi reagensi**.

Druga osnovna karakteristika analitičkih reakcija je njihova specifičnost. Specifična analitička reakcija je ona reakcija koja je pri datim uslovima karakteristična samo za ispitivani jon ili molekul. Drugim riječima, to je reakcija koja se pri datim uslovima može koristiti za dokazivanje jona ili molekula u prisustvu drugih supstanci. Reagens koji daje reakciju samo s jednom vrstom jona ili molekula uz karakterističnu promjenu naziva se specifični reagens.

Zadatak kvalitativne hemijske analize bio bi lakši kada bi postojale specifične reakcije za dokazivanje svih jona. Međutim, broj specifičnih reakcija kojim bi bilo moguće dokazati jon direktno iz smješe s drugim jonima veoma je ograničen. Apsolutno specifične reakcije bile bi reakcije koje omogućavaju dokazivanje supstance u svakoj smješi drugih supstanci. Nažalost, apsolutno specifične reakcije uopšte ne postoje.

Mnogo brojnije su reakcije koje su karakteristične za jone sličnih osobina. Ove reakcije se nazivaju selektivne reakcije. Reakcija je selektivnija ako je broj jona ili molekula koji se njom dokazuju manji. Primjer za ovu vrstu reakcija jeste reakcija taloženja jona Ba^{2+} , Sr^{2+} i Pb^{2+} sa SO_4^{2-} jonima u kiseloj sredini. Reagensi koji daju selektivne reakcije nazivaju se **selektivni reagensi**. Ako u datim uslovima selektivna reakcija postane karakteristična samo za jednu vrstu jona ili molekula, ona postaje specifična.

Kada s primijenjenim reagensom reaguje veća grupa jona, govorimo o grupnim reakcijama. Taj reagens se naziva grupni reagens. Na primjeni ove vrste reakcija zasniva se sistematska podjela katjona i anjona, kao i njihova podjela u analitičke grupe.

4.2. PODJELA KATJONA PO ANALITIČKIM GRUPAMA

Prisustvo nekog jona može se dokazati specifičnom reakcijom. Međutim, za većinu jona ne postoje specifične reakcije pomoću kojih se mogu direktno dokazati u nekoj smješi. Dokazivanje nekog jona najčešće ometa prisustvo drugih jona, pa je neophodno da se oni razdvoje. U ovu svrhu primjenjuje se sistematska kvalitativna analiza.

Kod dokazivanja katjona važi pravilo „razdijeliti, pa dokazati“. Razdvajanje se izvodi tako što se grupnim reagensom katjoni odvoje u analitičke grupe. Nakon toga pojedini joni se (poslije dopunskih odvajanja ili maskiranja) identifikuju karakterističnim analitičkim reakcijama. Za razdvajanje katjona u analitičke grupe taloženjem mogu se koristiti reagensi koji:

- praktično potpuno talože jone jedne grupe;
- daju taloge koji se rastvaraju u kiselinama kako bi se analiza dalje mogla nastaviti;
- ne ometaju dalji tok analize (kada se dodaju u višku) jona koji su ostali u rastvoru.

Za sistematsku analizu katjona postoji više metoda, od kojih se najviše primjenjuje vodonik-sulfidna metoda. Prema ovoj metodi, katjoni se dijele u pet analitičkih grupa na osnovu rastvorljivosti njihovih hlorida, sulfida, hidroksida i karbonata (tabela 4.2).

Prvu analitičku grupu čine katjoni koji s razblaženom hloridnom kiselinom grade teško rastvorljive hloride.

Drugu analitičku grupu čine katjoni čiji su sulfidi teško rastvorljivi i talože se iz hloridno-kiselih rastvora vodonik-sulfidom. Katjoni ove grupe dijele se u dvije grupe:

- katjone IIa grupe čiji se sulfidi ne rastvaraju u amonijum-polisulfidu;
- katjone IIb grupe čiji se sulfidi rastvaraju u amonijum-polisulfidu.

Katjoni treće analitičke grupe dijele se u dvije grupe:

- katjone IIIa grupe;
- katjone IIIb grupe.

Katjoni IIIa grupe se u prisustvu amonijum-hlorida talože amonijakom kao hidroksidi, dok se katjoni IIIb grupe talože kao sulfidi u slabo baznom rastvoru pomoću amonijum-sulfida.

Četvrtu analitičku grupu čine katjoni koji se talože kao karbonati u slabo baznom rastvoru pomoću amonijum-karbonata.

Petu analitičku grupu čine katjoni koji nemaju zajednički reagens i ostaju u filtratu nakon odvajanja prethodnih grupa. Drugim riječima, ovi katjoni ne daju talog ni s jednim od pomenutih grupnih reagenasa.

Analit. grupa	Katjoni	Grupni reagens	Zajednički jon	Hemijski oblik taloga
I	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	razbl. HCl	Cl^-	hloridi
II	Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+}	H_2S u prisustvu HCl	S^{2-}	sulfidi
III	Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+}	NH_4OH u prisustvu NH_4Cl (NH_4) ₂ S	OH^- S^{2-}	hidroksidi sulfidi
IV	Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}	(NH_4) ₂ CO_3	CO_3^{2-}	karbonati
V	Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , NH_4^+	nema	nema	joni se ne talože

Tabela 4.2. Podjela katjona u analitičke grupe

Taloženje i odvajanje katjona vrši se određenim redosljedom, počevši od I do V analitičke grupe. Klasifikacija katjona u analitičke grupe ne podudara se s podjelom elemenata u grupe u periodnom sistemu elemenata. Razlog je to što se analitičke grupe ne zasnivaju na osobinama elemenata, već na taložnim reakcijama jona.

Nedostatak ove metode je velika otrovnost vodonik-sulfida i njegov neprijatan miris. Umjesto vodonik-sulfida mogu se koristiti jedinjenja koja hidrolizom daju vodonik-sulfid, odnosno HS^- i S^{2-} jone.

4.3. DOKAZNE REAKCIJE KATJONA

4.3.1. PRVA ANALITIČKA GRUPA KATJONA

Prvoj grupi katjona pripadaju srebro(I)-jon (Ag^+), olovo(II)-jon (Pb^{2+}) i živa(I)-jon (Hg_2^{2+}). Grupni reagens je razblažena hloridna kiselina. Katjoni I analitičke grupe grade nerastvorne hloride, od kojih je olovo(II)-hlorid najrastvorljiviji u vodi. Zbog toga se olovo ne može kvantitativno staložiti s katjonima prve grupe, već djelimično prelazi u II analitičku grupu i u obliku sulfida se taloži s katjonima ove grupe.

4.3.1.1. Srebro (argentum): Ag

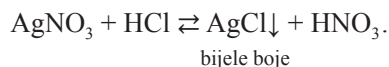
Srebro ima sjajnobijeli metalni izgled. Nalazi se u 11. grupi periodnog sistema elemenata. U prirodi se nalaze relativno male količine samorodnog srebra. Uglavnom se nalazi u obliku minerala argentita (Ag_2S) i kerargirita (AgCl), ali i kao pratilac ruda bakra i olova. Dobar je provodnik toplote i elektriciteta. On je plemenit metal, manje elektropozitivan od vodonika, pa se ne rastvara u razblaženoj hloridnoj kiselini.

Srebro gradi jednovalentni, bezbojni jon. Srebro(I)-jon s mnogim anjonima gradi taloge, zbog čega se koristi u kvalitativnoj analizi. U vodi se rastvaraju nitrati, fluoridi, hlorati i perhlorati srebra.

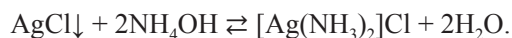
Reakcije srebro(I)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor srebro(I)-nitrata AgNO_3 .

1. Razblažena hloridna kiselina i svi rastvorni hloridi s jonima srebra(I) iz rastvora daju bijeli sirasti talog srebro-hlorida (slika 4.5):

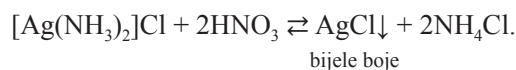


Srebro-hlorid stajanjem na svjetlosti potamni, jer se razlaže na elementarno srebro i elementarni hlor. Ne rastvara se u razblaženim mineralnim kiselinama. Rastvara se u amonijum-hidroksidu, pri čemu nastaje kompleksno jedinjenje diaminsrebro(I)-hlorid:



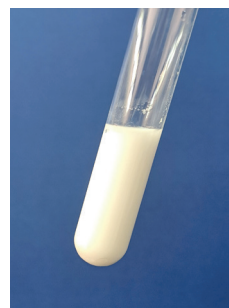
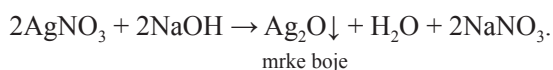
Ova reakcija je značajna prilikom odvajanja srebro-hlorida od živa(I)-hlorida u toku analize katjona prve analitičke grupe.

Dodavanjem razblažene nitratne kiseline dolazi do razaranja kompleksnog jona, pri čemu se ponovo taloži srebro-hlorid:



Ova reakcija je specifična za srebro(I)-jon i koristi se za njegovu identifikaciju.

2. Alkalni hidroksidi u reakciji sa srebro(I)-jonom daju mrki talog srebro-oksida (slika 4.6):



Slika 4.5. Talog srebro-hlorida



Slika 4.6. Talog srebro(I)-oksida



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje mrki talog srebro-oksida.

<https://www.youtube.com/watch?v=OKYi-OnICGs>

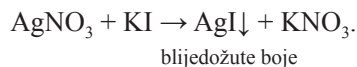


Slika 4.7. Talog srebro-hromata

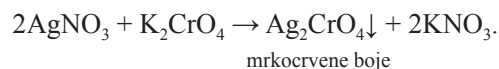
U ovoj reakciji trebalo bi da se taloži srebro-hidroksid, ali je on nepostojan i na sobnoj temperaturi se razlaže na srebro-oxid i vodu:



3. Kalijum-jodid u reakciji sa srebro(I)-jonom gradi srebro-jodid, sirasti talog blijedožute boje:



4. Kalijum-hromat u reakciji sa srebro(I)-jonom daje talog srebro-hromata (slika 4.7) koji je mrko-crvene boje:



Srebro-hromat se rastvara u razblaženoj nitratnoj kiselini i amonijaku, a vrlo malo se rastvara u sirćetnoj kiselini.



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje mrkocrveni talog srebro-hromata.

<https://www.youtube.com/watch?v=J7D7UCHWvRc>

4.3.1.2. Olovo (plumbum): Pb

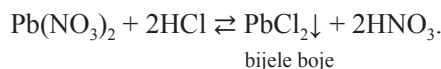
Olovo se nalazi u 14. grupi periodnog sistema elemenata. Elementarno olovo spada u teške metale, meko je i na svježem presjeku ima srebrnometalni sjaj. Na vazduhu potamni jer se prevuče zaštitnim slojem oksida i karbonata. Ne rastvara se u vodi, ni u razblaženoj hloridnoj i sulfatnoj kiselini jer na površini nastaje sloj nerastvornog hlorida odnosno sulfata olova, koji štiti metal od daljeg dejstva kiselina.

U svojim jedinjenjima može imati oksidaciono stanje +2 i +4. Svi joni olova su bezbojni. Olovo i njegove soli su jaki otrovi. Soli olova su teško rastvorljive u vodi, osim nitrata i acetata.

Reakcije olovo(II)-jona

Olovo(II)-jon se taloži i u prvoj i u drugoj analitičkoj grupi. Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori olovo(II)-nitrata $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ili olovo(II)-acetata $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$.

1. Razblažena hloridna kiselina i rastvorni hloridi s jonima olova(II) iz rastvora grade bijeli talog olovo(II)-hlorida (slika 4.8):



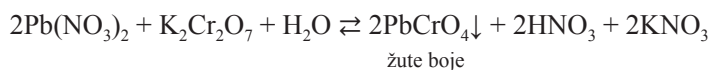
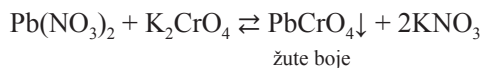
Olovo(II)-hlorid se rastvara u vrućoj vodi. Prilikom hlađenja iz koncentrovanih rastvora taloži se u obliku igličastih kristala. Talog se djelimično rastvara i u hladnoj vodi, pa tako prelazi u rastvor s katjonima ostalih analitičkih grupa.

Olovo(II)-hlorid se rastvara u koncentrovanoj hloridnoj kiselini, pri čemu nastaje kompleksno jedinjenje:

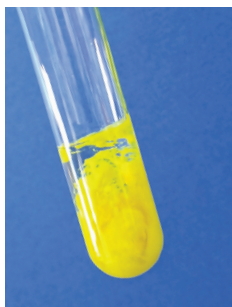


Razblaživanjem rastvora dolazi do razlaganja kompleksnog jona, pri čemu se ponovo taloži olovo(II)-hlorid.

2. Kalijum-hromat i kalijum-dihromat u reakciji s jonima olova(II) iz rastvora daju žuti talog olovo(II)-hromata (slika 4.9):



Slika 4.8. Talog olovo(II)-hlorida



Slika 4.9. Talog olovo(II)-hromata



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje žuti talog olovo(II)-hromata.

<https://www.youtube.com/watch?v=ncjUzyGTeX0>

Olovo(II)-hromat se rastvara u razblaženoj nitratnoj kiselini, a ne rastvara se u sirćetnoj kiselini. Reakcija taloženja s kalijum-dihromatom nije kvantitativna, jer u reakciji nastaje kiselina u kojoj se talog rastvara. Zbog toga se rastvoru dodaje natrijum-acetat koji smanjuje kiselost rastvora i nastaje sirćetna kiselina u kojoj se talog ne rastvara.

Olovo(II)-hromat se rastvara u natrijum-hidroksidu, pri čemu nastaje natrijum-tetrahidroksoplumbat(II):

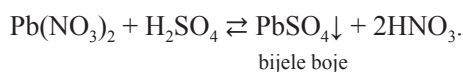


Ako se dobijenom rastvoru doda sirćetna kiselina, ponovo nastaje talog olovo(II)-hromata.



Navedene reakcije se koriste za identifikaciju olovo(II)-jona.

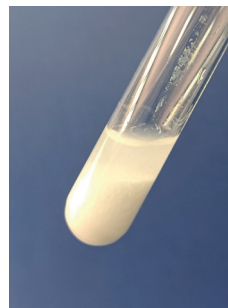
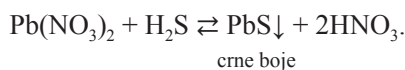
3. Razblažena sulfatna kiselina i rastvorni sulfati u reakciji s jonima olova(II) iz rastvora daju bijeli kristalni talog olovo(II)-sulfata (slika 4.10):



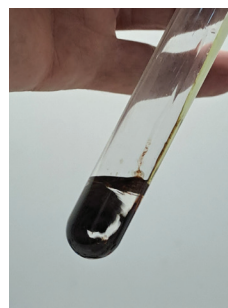
Olovo(II)-sulfat je teško rastvorljiv u vodi, rastvara se u koncentrovanoj sulfatnoj kiselini i u koncentrovanim rastvorima alkalnih hidroksida.

Ova reakcija se koristi za identifikaciju Pb(II)-jona u odsustvu jona Ba(II) i Sr(II), koji takođe grade bijele taloge sa sulfatnom kiselinom.

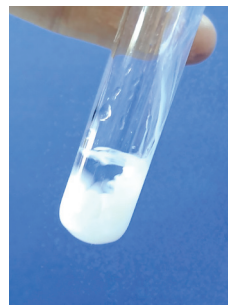
4. Sulfidna kiselina gradi crni talog olovo(II)-sulfida (slika 4.11) s jonima olova(II) iz rastvora:



Slika 4.10. Talog olovo(II)-sulfata



Slika 4.11. Talog olovo(II)-sulfida



Slika 4.12. Talog olovo(II)-hidroksida



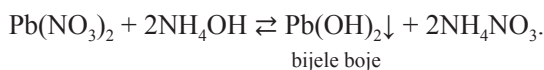
Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje crni talog olovo(II)-sulfida.

<https://www.youtube.com/watch?v=BrwF63QO1BY>

Olovo(II)-sulfid se rastvara u vreloj razblaženoj nitratnoj kiselini:



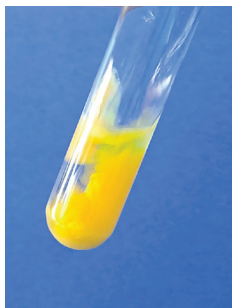
5. Amonijum-hidroksid taloži olovo(II)-jone iz rastvora, pri čemu nastaje bijeli želatinozni talog olovo(II)-hidroksida (slika 4.12):



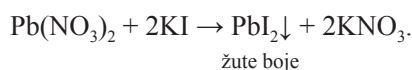
Olovo(II)-hidroksid je amfoternog karaktera, rastvara se i u kiselinama i u alkalnim hidroksidima. Ne rastvara se u višku amonijum-hidroksida, ali se rastvara u višku natrijum-hidroksida, pri čemu nastaju kompleksna jedinjenja:



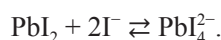
6. Kalijum-jodid taloži jone olova(II) iz rastvora, pri čemu nastaje žuti talog olovo(II)-jodida (slika 4.13):



Slika 4.13. Talog olovo(II)-jodida



Olovo(II)-jodid se vrlo malo rastvara u hladnoj vodi, a u toploj teže od olovo(II)-hlorida. Kada se topao rastvor olovo(II)-jodida ohladi, izdvajaju se kao zlato žute pločice kristala olovo(II)-jodida. Olovo(II)-jodid se rastvara u višku kalijumjodida, pri čemu nastaje $\text{K}[\text{PbI}_3]$ ili $\text{K}_2[\text{PbI}_4]$. Kada se rastvor razblaži, ponovo se izdvaja olovo(II)-jodid. Ova reakcija služi kao reakcija identifikacije.



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje žuti talog olovo(II)-jodida.

<https://www.youtube.com/watch?v=2EQznGPZY5A>

4.3.1.3. Živa (hydrargyrum): Hg

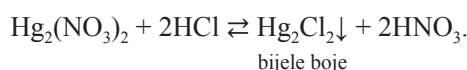
Živa se nalazi u 12. grupi periodnog sistema elemenata. Jedinu je metal u tečnom agregatnom stanju na sobnoj temperaturi. Elementarna živa je srebrnastobijele boje. Njena para i sva rastvorna jedinjenja su jaki otrovi. Tečna živa s metalima gradi legure. Legure žive s metalima nazivaju se amalgami.

U svojim jedinjenjima može biti jednovalentna (merkuro) i dvovalentna (merkuri). Ovi joni se ponašaju potpuno različito s reagensima koji se koriste u kvalitativnoj analizi. Jednovalentna živa taloži se s katjonima prve grupe, a dvovalentna živa s katjonima druge grupe. Živa(I)-jon ima strukturu $^+\text{Hg}-\text{Hg}^+$, gdje su dva jona žive međusobno povezana i grade jon Hg_2^{2+} . Ovaj jon žive je bezbojan.

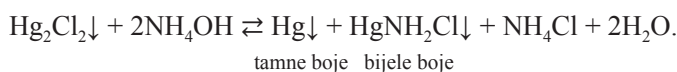
Reakcije živa(I)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor živa(I)-nitrata, $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$.

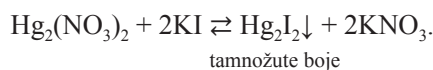
1. Hloridna kiselina i rastvorni hloridi talože iz rastvora jone žive(I), pri čemu nastaje bijeli svilasti talog živa(I)-hlorida:



Živa(I)-hlorid, tzv. kalomel se ne rastvara u vodi i razblaženim kiselinama, a rastvara se u koncentrovanoj nitratnoj kiselini i **carskoj vodi**. Kalomel nije otrovan. Ako se ovaj talog prelije rastvorom amonijum-hidroksida, dolazi do izdvajanja elementarne žive zbog koje talog dobija crnu boju. Takođe, nastaje i bijeli talog živa(II)-amidohlorida koji dobija tamnu boju usljed izdvajanja elementarne žive:

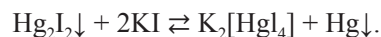


2. Kalijum-jodid u reakciji sa živa(I)-jonom iz rastvora gradi talog živa(I)-jodid koji je tamnožute boje:



Živa(I)-jodid s viškom jodidnih jona gradi kompleks žive(II) uz izdvajanje elementarne žive:

Carska voda predstavlja smješu koncentrovane nitrata i koncentrovane hloridne kiseline u zapreminskom odnosu 1 : 3.



Ovakve redoks-reakcije nazivaju se reakcije disproporcioniranja.

4.3.2. DRUGA ANALITIČKA GRUPA KATJONA

Drugoj grupi katjona pripadaju: Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} , As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} i Sn^{4+} . Grupni reagens je vodonik-sulfid u kiseljoj sredini, pa se zbog toga ova grupa naziva još i vodonik-sulfidna grupa. Koncentracija hloridne kiseline mora da bude kontrolisana zbog kvantitativnog taloženja svih sulfida II analitičke grupe koji imaju različite proizvode rastvorljivosti, pH treba da je oko 0,3. Katjoni ove grupe su podijeljeni u dvije podgrupe: sulfobaze (podgrupa bakra) i sulfokiseline (podgrupa arsena). Osnova ove podjele je rastvorljivost sulfida u amonijum-polisulfidu (žuti amonijum-sulfid) u kom se ne rastvaraju sulfidi podgrupe bakra, a rastvaraju sulfidi podgrupe arsena.

Podgrupu bakra čine: Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} i Bi^{3+} . Hloridi, nitrati i sulfati katjona ove podgrupe su rastvorni u vodi, a sulfidi, hidroksidi i karbonati su nerastvorni. Tendenciju građenja kompleksa (s amonijakom, cijanidnim jonima i dr.) imaju živa(II)-jon, bakar(II)-jon i kadmijum(II)-jon.

Podgrupu arsena čine: As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} i Sn^{4+} . Navedeni joni pokazuju amfoternost, odnosno grade soli i s kiselinama i s bazama. Rastvaranjem sulfidnih jona u polisulfidu dolazi do oksidacije, pa arsen(III) prelazi u arsen(V), antimon(III) u antimon(V), a kalaj(II) u kalaj(IV)-jon.

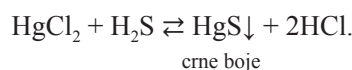
4.3.2.1. Živa (hydrargyrum): Hg

Opšte karakteristike žive, osobine i reakcije za identifikaciju živa(I)-jona date su kod katjona I analitičke grupe (poglavlje 4.3.1.3).

Reakcije živa(II)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori živa(II)-hlorida HgCl_2 ili živa(II)-nitrata $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$.

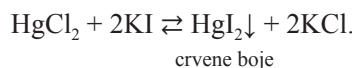
1. Vodonik-sulfid u jako kiseljoj sredini u reakciji sa živa(II)-hloridom gradi crni talog živa(II)-sulfida:



Živa(II)-sulfid se ne rastvara u razblaženim kiselinama, rastvara se u koncentrovanoj nitratnoj kiselini pri dužem kuvanju i u carskoj vodi:



2. Kalijum-jodid u reakciji sa živa(II) jonima iz rastvora gradi talog živa(II)-jodida (slika 4.14) koji je crvene boje:



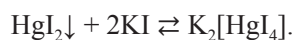
Slika 4.14. Talog živa(II)-jodid



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje crveni talog živa(II)-jodida.

https://www.youtube.com/watch?v=DO2X_IOHF0g

Živa(II)-jodid se rastvara u višku kalijum-jodida i gradi kompleksnu so kalijum-tetraiodomerkurat(II) (identifikacija):

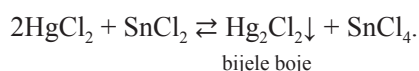


Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje žuti talog kalijum-tetraiodomerkurata(II).

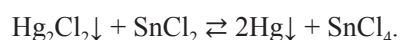
<https://www.youtube.com/watch?v=G4nIkb7BWxk>

Ova kompleksna so u alkalnoj sredini predstavlja Neslerov reagens i koristi se za dokazivanje amonijum-jona.

3. Kalaj(II)-hlorid u reakciji sa živa(II)-jonima iz rastvora gradi bijeli svilasti talog živa(I)-hlorida:



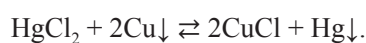
Dodatkom viška reagensa talog dobija sivu boju, jer dolazi do izdvajanja elementarne žive (slika 4.15):



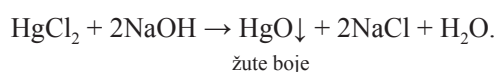
Slika 4.15. Živa



4. Bakar, gvožđe, aluminijum, cink i dr. redukuju živa(II)-jone u elementarnu živu:



5. Alkalni hidroksidi u reakciji sa živa(II)-jonima iz rastvora grade živa(II)-oksid koji je žute boje, pri pH = 7:

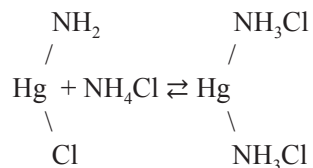


Pri maloj koncentraciji hidroksida nastaje mrkocrveni talog $\text{HgO} \cdot \text{HgCl}_2$ koji u višku reagensa prelazi u živa(II)-oksid.

6. Amonijum-hidroksid u reakciji sa živa(II)-jonima iz rastvora gradi precipitat koji je bijele boje:



Talog precipitata sublimuje. Takođe, rastvara se u vreloom amonijum-hloridu, pri čemu se dobija rastvorljivi precipitat:



4.3.2.2. Bakar (cuprum): Cu

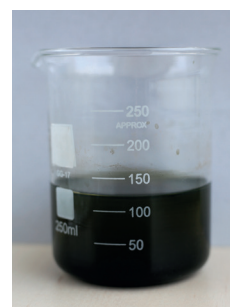
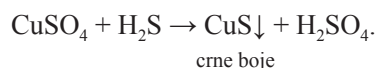
Bakar se nalazi u 11. grupi periodnog sistema elemenata. To je sjajan metal crvenkaste boje. U prisustvu vlage i ugljenik(IV)-oksida prevlači se skramom baznog karbonata (zeleno patina). Otporan je prema vodi, osim prema pari na višim temperaturama.

U svojim jedinjenjima je jednovalentan (kupro) i dvovalentan (kupri). Bakar(I)-jon je nepostojan i lako prelazi u bakar(II)-jon. Bakar(I)-jon je zelene boje, a bakar(II)-jon plave boje.

Reakcije bakar(II)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor bakar(II)-sulfata CuSO_4 .

1. Vodonik-sulfid u reakciji s bakar(II)-jonom iz rastvora gradi talog bakar(II)-sulfida (slika 4.16) koji je crne boje:



Slika 4.16. Talog bakar(II)-sulfida



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje crni talog bakar(II)-sulfida.

<https://www.youtube.com/watch?v=HmyLENO6NRY>

Bakar(II)-sulfid se rastvara zagrijavanjem u razblaženoj nitratnoj kiselini:

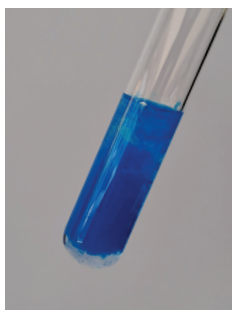


2. Amonijum-hidroksid u reakciji s bakar(II)-jonom iz rastvora gradi kompleksno jedinjenje tetraaminbakar(II)-sulfat, koje je azurnoplave boje:



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje kompleksno jedinjenje plave boje tetraaminbakar(II)-sulfat.

<https://www.youtube.com/watch?v=YQs0sFLCRZg>



Slika 4.17. Talog bakar(II)-hidroksida

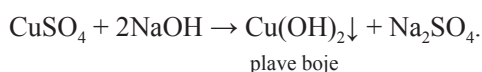
Kompleksno jedinjenje ne nastaje odmah, već prvo nastaje bazna so zelene boje. Ovo kompleksno jedinjenje naziva se još Švajcerov (Schweizer) reagens. Reakcija stvaranja ovog kompleksa je specifična i služi za dokazivanje bakar(II)-jona.

Kalijum-cijanid u reakciji sa Švajcerovim reagensom vezuje bakar(II)-jon, pri čemu nastaje kompleksno jedinjenje kalijum-tetracijanokuprat(I):



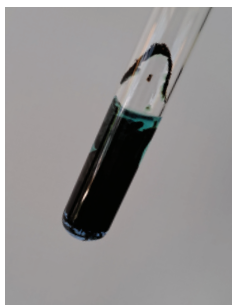
Ovo kompleksno jedinjenje je veoma stabilno. Vodonik-sulfid ne može istaložiti bakar(II)-sulfid iz ovog kompleksa.

3. Alkalni hidroksidi u reakciji s bakar(II)-jonom grade talog bakar(II)-hidroksida (slika 4.17) koji je plave boje:



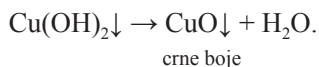
Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje plavi talog bakar(II)-hidroksida.

<https://www.youtube.com/watch?v=R7b5300ZA7E>



Slika 4.18. Talog bakar(II)-oksida

Zagrijavanjem ovaj talog prelazi u bakar(II)-oksid (slika 4.18) koji je crne boje:



Bakar(II)-hidroksid se ne taloži s alkalnim hidroksidima u prisustvu organskih kiselina (npr. vinske). U ovom slučaju nastaje kompleksno jedinjenje tamnoplave boje $\text{KNa}[\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6]_2\text{Cu}$, koje je komponenta Felingovog reagensa.

4.3.2.3. Kadmijum (cadmium): Cd

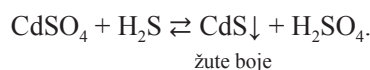
Kadmijum se nalazi u 12. grupi periodnog sistema elemenata. To je sjajan metal srebrnasto-bijele boje, ne javlja se slobodan u prirodi.

Kadmijum gradi bezbojni kadmijum(II)-jon. Hloridi, nitrati i sulfati su rastvorni u vodi, dok je sulfid nerastvoran i ima karakterističnu žutu boju.

Reakcije kadmijum(II)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor kadmijum(II)-sulfata CdSO_4 .

1. Vodonik-sulfid u reakciji s kadmijum(II)-jonom iz kiselih rastvora gradi kadmijum(II)-sulfid (slika 4.19), talog žute boje:



Slika 4.19. Talog kadmijum(II)-sulfida



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje žuti talog kadmijum(II)-sulfida.

https://www.youtube.com/watch?v=eJgop3qv1_k

Kadmijum(II)-sulfid se rastvara u toploj razblaženoj nitratnoj kiselini:



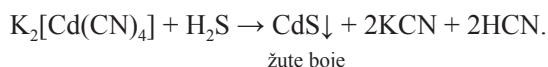
2. Amonijum-hidroksid u reakciji s kadmijum(II)-jonom gradi kompleksno jedinjenje diaminkadmijum(II)-sulfat koje je bezbojno:



Dodavanjem kalijum-cijanida ovom kompleksnom jedinjenju nastaje kalijum-tetracijano-kadmijat(II):



Ovo kompleksno jedinjenje je manje stabilno od kompleksa kalijum-tetracijanokuprat(I), pa iz ovog rastvora vodonik-sulfid može istaložiti kadmijum(II)-sulfid:



4.3.2.4. Bizmut (bismuthum): Bi

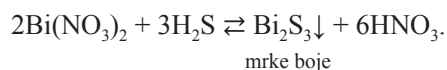
Bizmut se nalazi u 15. grupi periodnog sistema elemenata. To je sjajan metal sivkastobijele boje sa slabom crvenkastom nijansom. Ne oksiduje se na vazduhu, ali na njega djeluju voda i ugljenik(IV)-oksid, pri čemu nastaje bazni karbonat bijele boje.

U svojim jedinjenjima najčešće je trovalentan. Njegovi katjoni su bezbojni. Hlorid i nitrat bizmuta se rastvaraju u vodi.

Reakcije bizmut(III)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor bizmut(III)-nitrata $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$.

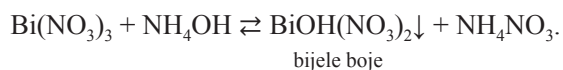
1. Vodonik-sulfid u reakciji sa bizmut(III)-jonom iz rastvora gradi bizmut(III)-sulfid (slika 4.20), talog mrke boje:



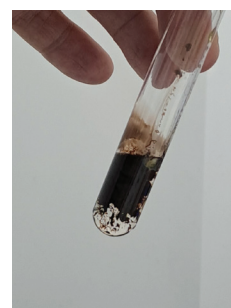
Bizmut(III)-sulfid se rastvara u vreloj razblaženoj nitratnoj kiselini prema sljedećoj jednačini:



2. Amonijum-hidroksid u reakciji sa bizmut(III)-jonom iz rastvora gradi bijelu baznu so bizmut-hidroksinitrat:

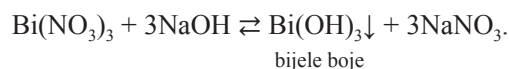


Ova so se ne rastvara u višku amonijum-hidroksida, što je razlika u odnosu na bakar(II)-jon i kadmijum(II)-jon.

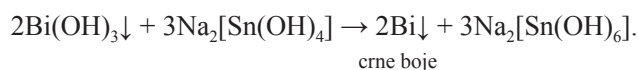


Slika 4.20. Talog bizmut(III)-sulfida

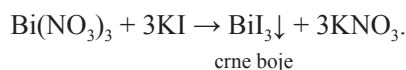
3. Alkalni hidroksidi u reakciji sa bizmut(III)-jonom grade bizmut(III)-hidroksid, talog bijele boje:



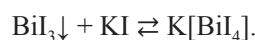
Bizmut(III)-hidroksid se rastvara u mineralnim kiselinama, a ne rastvara u natrijum-hidroksidu. U reakciji bizmut(III)-hidroksida s kompleksom natrijum-tetrahidroksostanat(II), dolazi do redukcije bizmut(III)-jona do elementarnog bizmuta, pri čemu nastaje crni talog:



4. Kalijum-jodid u reakciji sa bizmut(III)-jonom gradi bizmut(III)-jodid, talog crne boje:



U višku kalijum-jodida talog se rastvara, pri čemu nastaje kompleksna so kalijum-tetrajodobizmutat(III), koja je žute do narandžaste boje:



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje talog bizmut(III)-jodida i kako se rastvara u višku kalijum-jodida.

<https://www.youtube.com/watch?v=m-2BI1EdD-k>

4.3.2.5. Arsen (arsenum): As

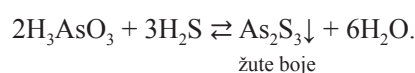
Arsen se nalazi u 15. grupi periodnog sistema elemenata. To je metaloid s više izraženim nemetalnim odlikama. Krt je element metalnog sjaja, sive boje. Sublimuje uz karakterističan miris sličan bijelom luku. Sagorijeva plavim plamenom dajući arsen(III)-oksid u vidu bijele pare. Ne rastvara se u razblaženoj hloridnoj i sulfatnoj kiselini, a rastvara u razblaženoj i koncentrovanoj nitratnoj kiselini. U reakciji s koncentrovanom nitratnom kiselinom, carskom vodom i rastvorima hipohlorita gradi arsenate.

Arsen gradi soli u kojima se javlja u obliku arsen(III) i arsen(V)-jona. Njegovi joni su bezbojni. **Jedinjenja arsena su otrovna!**

Reakcije arsen(III)-jona i arsen(V)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori natrijum-arsenita Na_3AsO_3 ili arsenitna kiselina H_3AsO_3 .

1. Vodonik-sulfid u reakciji sa arsen(III)-jonima iz jako kiselih rastvora (najčešće se koristi hloridna kiselina) gradi arsen(III)-sulfid (slika 4.21), talog žute boje:

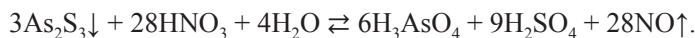


Arsen(III)-sulfid se ne rastvara u koncentrovanoj hloridnoj

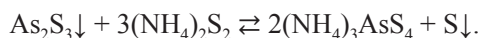


Slika 4.21. Arsen(III)-sulfid

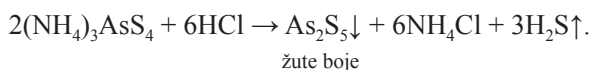
kiselini. Ovo je razlika u odnosu na antimon(III)-sulfid i kalaj(II)-sulfid. Arsen(III)-sulfid se lako rastvara u toploj koncentrovanoj nitratnoj kiselini:



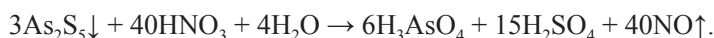
Rastvara se u žutom amonijum-sulfidu, pri čemu nastaje amonijum-tetratioarsenat(V):



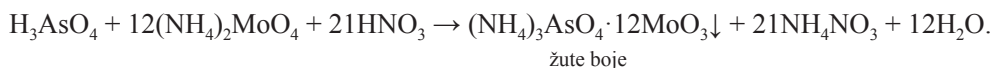
U ovoj reakciji dolazi do oksidacije arsen(III)-jona u arsen(V)-jon. Kada se rastvoru amonijum-tetratioarsenata(V) doda hloridna kiselina (i rastvor se zagrije), nastaje talog arsen(V)-sulfida, koji ima žutu boju:



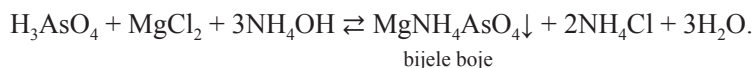
Arsen(V)-sulfid se rastvara u koncentrovanoj nitratnoj kiselini:



Amonijum-molibdat iz rastvora arsen(V)-jona u prisustvu nitratne kiseline taloži žuti kristalni talog:



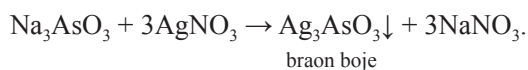
Arsen(V)-jon s magnezijum-hloridom i amonijum-hidroksidom (i u prisustvu amonijum-hlorida) gradi bijeli kristalni talog magnezijum-amonijum-arsenata:



2. Rastvor elementarnog joda u reakciji s arsenitom u neutralnoj sredini (pH rastvora se reguliše na pH = 7 dodatkom natrijum-hidrogen karbonata) obezbojava se zbog redukcije joda do jodidnog jona:



3. Srebro-nitrat u reakciji s arsenitom u neutralnoj sredini gradi srebro-arsenit, talog braon boje:



4.3.2.6. Antimon (stibium): Sb

Antimon se nalazi u 15. grupi periodnog sistema elemenata. To je sjajan metal, srebrnasto-bijeke boje. Ne rastvara se u hloridnoj i razblaženoj sulfatnoj kiselini. Rastvara se u toploj koncentrovanoj sulfatnoj kiselini, pri čemu nastaje antimon(III)-sulfat:

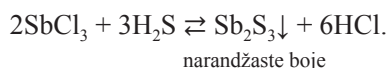


U svojim solima prisutan je u obliku antimon(III) i antimon(V)-jona. Ovi joni su bezbojni.

Reakcije antimon(III)-jona i antimon(V)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor antimon(III)-hlorida SbCl_3 .

1. Vodonič-sulfid u reakciji s antimon(III)-jonima iz rastvora, koji nijesu jako kiseli, gradi antimon(III)-sulfid, talog narandžaste boje:

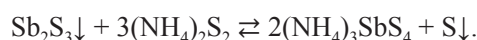




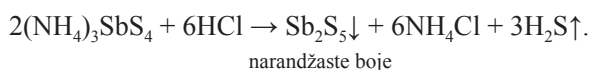
Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje narandžasti talog antimon(III)-sulfida.

<https://www.youtube.com/watch?v=lsznY69p3wU>

Antimon(III)-sulfid se rastvara u koncentrovanoj hloridnoj kiselini. Takođe, rastvara se u žutom amonijum-sulfidu i gradi amonijum-tetratioantimonat(V):



U ovoj reakciji dolazi do oksidacije antimon(III)-jona u antimon(V)-jon. Kada se rastvoru amonijum-tetratioantimonata(V) doda hloridna kiselina, dolazi do taloženja antimon(V)-sulfida (slika 4.22), koji ima narandžastu boju:



Antimon(V)-sulfid se rastvara u koncentrovanoj hloridnoj kiselini, što predstavlja razliku u odnosu na sulfide arsena, pri čemu dolazi do izdvajanja sumpora (slika 4.23):

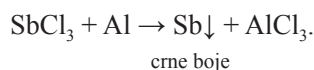


Slika 4.22. Antimon(V)-sulfid



Slika 4.23. Kristali sumpora

2. Metali kao što su aluminijum i cink mogu redukovati antimon(III)-jon do elementarnog antimona koji se javlja u obliku crnih pahuljica:



4.3.2.7. Kalaj (stannum): Sn

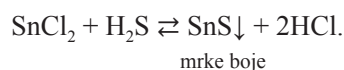
Kalaj se nalazi u 8. grupi periodnog sistema elemenata. To je metal srebrnastobijele boje koji ima malu tvrdoću. Sporo se rastvara u razblaženoj hloridnoj i sulfatnoj kiselini uz građenje kalaj(II)-soli. S razblaženom nitratnom kiselinom reakcija je takođe spora, dok s koncentrovanom nitratnom kiselinom reaguje burno.

U svojim jedinjenjima javlja se kao kalaj(II) i kalaj(IV)-jon. Jedinjenja kalaj(II)-jona su bezbojna. Ovaj jon je jako redukciono sredstvo. Kalaj(IV)-jon je stabilniji.

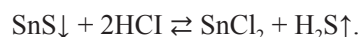
Reakcije kalaj(II)-jona i kalaj(IV)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor kalaj(II)-hlorida SnCl_2 .

1. Vodonič-sulfid u reakciji sa kalaj(II)-jonom iz rastvora, koji nijesu jako kiseli, taloži kalaj(II)-sulfid, koji je mrke boje:



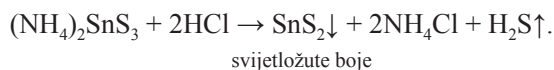
Pri taloženju kalaj(II)-sulfida treba obratiti pažnju na koncentraciju hloridne kiseline, jer se kalaj(II)-sulfid rastvara u koncentrovanoj hloridnoj kiselini:



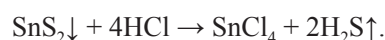
Kalaj(II)-sulfid se rastvara u žutom amonijum-sulfidu i gradi amonijum-tritiostanat(IV):



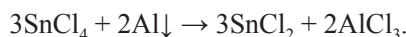
U ovoj reakciji dolazi do oksidacije kalaj(II)-jona u kalaj(IV)-jon. Kada se rastvoru amonijum-tritiostanata(IV) doda hloridna kiselina, dolazi do taloženja kalaj(IV)-sulfida, koji ima svijetložutu boju:



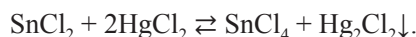
Kalaj(IV)-sulfid se rastvara u koncentrovanoj hloridnoj kiselini:



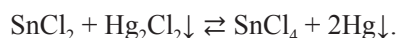
2. Aluminijum redukuje kalaj(IV)-jon u kalaj(II)-jon:



3. Živa(II)-hlorid u reakciji s kalaj(II)-jonom iz rastvora gradi živa(I)-hlorid, talog bijele boje:



Dodatkom viška reagensa dolazi do izdvajanja elementarne žive, pa talog dobija sivu boju:



4.3.3. TREĆA ANALITIČKA GRUPA KATJONA

IIIa grupi katjona pripadaju: Fe^{3+} , Al^{3+} i Cr^{3+} . Grupni reagens je amonijum-hidroksid u prisustvu amonijum-hlorida. Katjoni III analitičke grupe talože se kao hidroksidi.

IIIb grupi katjona pripadaju: Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} i Zn^{2+} . Grupni reagens je amonijum-sulfid, a mogu se taložiti i vodonik-sulfidom (gas ili zasićeni vodeni rastvor) u amonijačnom rastvoru, pri čemu se dobijaju sulfidi tih katjona.

4.3.3.1. Gvožđe (ferrum): Fe

Gvožđe se nalazi u 8. grupi periodnog sistema elemenata. Hemijski čisto gvožđe je srebrnastobijele boje. Rastvara se u razblaženoj hloridnoj i sulfatnoj kiselini, a koncentrovana sulfatna i nitratna kiselina ga pasiviziraju. Na vlažnom vazduhu gvožđe rđa, stvara se hidratizirani oksid, $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$.

U svojim jedinjenjima gvožđe je dvovalentno i trovalentno. Jedinjenja dvovalentnog gvožđa su nestabilna i oksiduju se kiseonikom iz vazduha u trovalentna. Gvožđe(II)-jon je svijetlozelene boje, a gvožđe(III)-jon je žute boje.

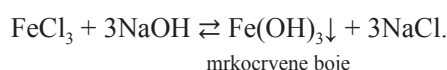
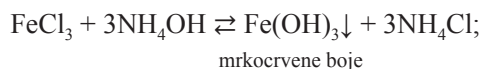


Slika 4.24. Talog gvožđe(III)-hidroksida

Reakcije gvožđe(III)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor gvožđe(III)-hlorida FeCl_3 . Rastvor treba da bude žut. Ukoliko pređe u braon boju (hidroliza), treba dodati nekoliko kapi hloridne kiseline.

1. Amonijum-hidroksid i alkalni hidroksidi u reakciji sa gvožđe(III)-jonom iz rastvora grade gvožđe(III)-hidroksid (slika 4.24), pihtijasti talog mrkocrvene boje:



Ovaj talog se ne rastvara u višku reagensa.



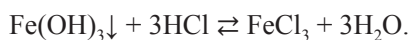
Slika 4.25. Rastvor gvožđe(III)-tiocijanata



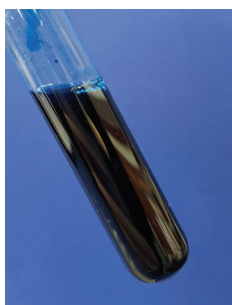
Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje mrkocrveni talog gvožđe(III)-hidroksida.

<https://www.youtube.com/watch?v=xGvDq7XglUg>

Talog se rastvara u višku alkalnog hidroksida. Kiseline rastvaraju gvožđe(III)-hidroksid, pri čemu nastaju odgovarajuće soli, na primjer:



2. Kalijum-tiocijanat u reakciji sa gvožđe(III)-jonom iz rastvora gradi kalijum-heksacijanoferat(III) (slika 4.25), kao krv crveno obojen rastvor:



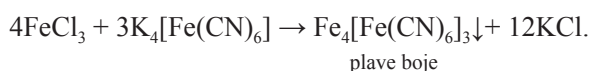
Slika 4.26. Gvožđe(III)-heksacijanoferat(II)



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje gvožđe(III)-tiocijanat.

<https://www.youtube.com/watch?v=lEraxU3r1ko>

3. Kalijum-heksacijanoferat(II) u reakciji s gvožđe(III)-jonom iz rastvora gradi gvožđe(III)-heksacijanoferat(II) (slika 4.26), talog plave boje, tzv. berlinsko plavo:



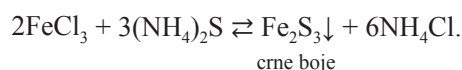
Kada je ispitivani rastvor veoma razblažen, ne stvara se talog, već se rastvor boji plavo.



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje talog gvožđe(III)-heksacijanoferata(II).

<https://www.youtube.com/watch?v=8nnf9cBAnzI>

4. Amonijum-sulfid u reakciji s gvožđe(III)-jonom iz rastvora gradi gvožđe(III)-sulfid, talog crne boje:



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje crni talog gvožđe(III)-sulfida.

<https://www.youtube.com/watch?v=aIoPoBbSckM>

4.3.3.2. Aluminijum (aluminium): Al

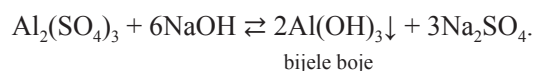
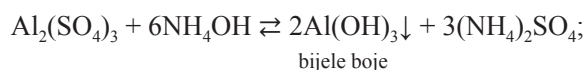
Aluminijum se nalazi u 13. grupi periodnog sistema elemenata. To je metal bijele boje, dok je njegov prah sive boje. Na vazduhu se prevlači slojem oksida koji ga štiti od dalje oksidacije.

U jedinjenjima je trovalentan. Aluminijum ima izrazito amfoteran karakter, pa se rastvara i u kiselinama i u alkalnim hidrosidima. Jon aluminijuma je bezbojan, kao i njegove soli, s bezbojnim anjonima. Halogenidi, nitrati i sulfati aluminijuma su rastvorni u vodi. Sulfati aluminijuma s alkalnim sulfatima grade dvogube soli koje dobro kristališu i nazivaju se stipse.

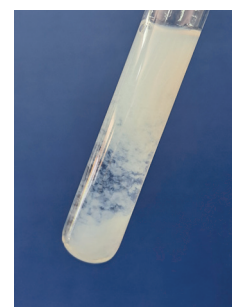
Reakcije aluminijum(III)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori aluminijum-sulfata $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ili aluminijum-hlorida AlCl_3 .

1. Amonijum-hidroksid i alkalni hidrosidi u reakciji s aluminijum(III)-jonom iz rastvora talože aluminijum-hidroksid (slika 4.27), želatinozni talog bijele boje:



Aluminijum-hidroksid se taloži kvantitativno pri pH vrijednosti 9,25, pa dodatkom koncentrovanog amonijum-hidroksida u višku može doći do djelimičnog rastvaranja. Zbog toga ne treba dodavati amonijum-hidroksid u višku. S druge strane, aluminijum-hidroksid se rastvara u višku natrijum-hidroksida, pri čemu nastaje natrijum-tetrahidroksoaluminat(III):



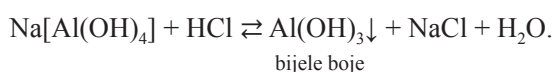
Slika 4.27. Talog aluminijum-hidroksida



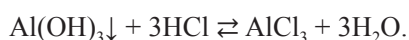
Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje bijeli talog aluminijum-hidroksida i kako se rastvara u višku natrijum-hidroksida.

<https://www.youtube.com/watch?v=CBdQtRuyhY4>

Ova reakcija je značajna za odvajanje aluminijum-hidroksida od gvožđe(III)-hidroksida. Ako se rastvoru aluminata doda kiselina, ponovo se taloži aluminijum-hidroksid:

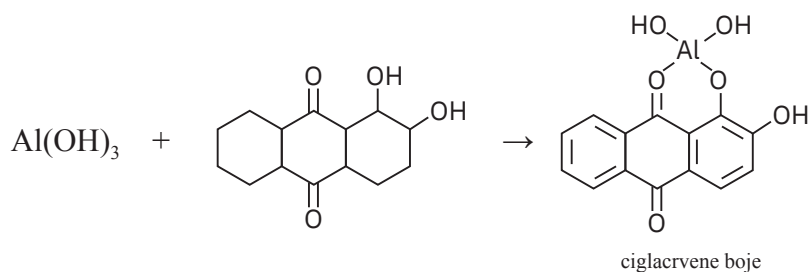


Dodatkom kiseline u višku, aluminijum-hidroksid se rastvara:

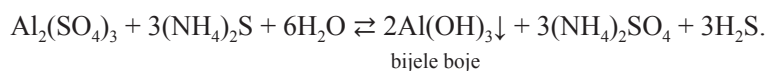


Navedene reakcije aluminijum-hidroksida s natrijum-hidroksidom i hloridnom kiselinom u višku pokazuju njegovu amfoternost.

Aluminijum-hidroksid u reakciji s alizarinom (1,2-dihidroksiantrahinon) gradi talog cigla crvene boje, tzv. alizarinski lak.



2. Amonijum-sulfid u reakciji s aluminijum(III)-jonom iz rastvora gradi aluminijum-hidroksid, želatinozni talog bijele boje:



3. Aluminijum(III)-jon se može dokazati i suvim putem. Reakcija se izvodi s kobalt(II)-nitratom, pri čemu nastaje kobalt(II)-aluminat, plave boje (slika 4.28), tzv. Tenardovo plavo:



Postupak: Filter-papir se natopi rastvorom soli koja sadrži aluminijum(III)-jon ili se nanese talog aluminijum-hidroksida. Papir se ovlaži s nekoliko kapi kobalt(II)-nitrata i mašicama unese u plamen. Prilikom žarenja filter-papira na pojedinim mjestima pojavljuju se usijana mjesta koja nakon hlađenja imaju plavu boju koja potiče od kobalt(II)-aluminata. Važno je napomenuti da se pri izvođenju reakcije ne smije uzeti višak kobalt(II)-nitrata jer može nastati Co_3O_4 koji je crne boje i koji može maskirati plavu boju netopivog precipitata.

Slika 4.28. Kobalt(II)-aluminat

4.3.3.3. Hrom (chromium): Cr

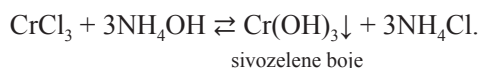
Hrom se nalazi u 6. grupi periodnog sistema elemenata. To je sjajan, plavičastosiv metal. Ne mijenja se na vazduhu i u vodi. Rastvoran je u hloridnoj kiselini. S razblaženom sulfatnom kiselinom sporo reaguje uz izdvajanje vodonika, dok se u koncentrovanoj lako rastvara.

U jedinjenjima može imati različita oksidaciona stanja, a najvažnija su hrom(III)-jon i hrom(VI)-jon. Rastvori hrom(III)-jona obojeni su zeleno ili ljubičasto.

Reakcije hrom(III)-jona

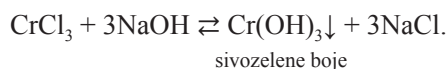
Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori hrom(III)-hlorida, CrCl_3 ili hrom(III)-sulfata, $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$.

1. Amonijum-hidroksid u reakciji s hrom(III)-jonom gradi hrom(III)-hidroksid (slika 4.29), želatinozni talog sivozelene boje:



Hrom(III)-hidroksid se slabo rastvara u višku amonijum-hidroksida, pri čemu nastaje kompleksno jedinjenje ljubičaste boje, heksaaminhrom(III)-hidroksid $[\text{Cr}(\text{NH}_3)_6](\text{OH})_3$.

2. Alkalni hidroksidi u reakciji s hrom(III)-jonom takođe grade hrom(III)-hidroksid:



Hrom(III)-hidroksid ima amfoterni karakter. U višku natrijum-hidroksida, hrom(III)-hidroksid se rastvara, pri čemu nastaje alkalni hromit, natrijum-tetrahidroksohromat(III):

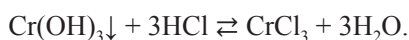


Ova reakcija je značajna za odvajanje hrom(III)-oksida od gvožđe(III)-oksida.

U alkalnom rastvoru hromiti se oksiduju vodonik-peroksidom, pri čemu nastaju hromati:



Hrom(III)-hidroksid u reakciji s hloridnom kiselinom gradi hrom(III)-hlorid:



4.3.3.4. Nikl (niccolum): Ni

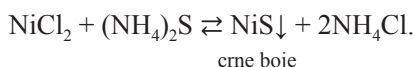
Nikl se nalazi u 10. grupi periodnog sistema elemenata. On je sjajan, slabo magnetičan metal sivobijele boje. Otporan je prema vazduhu i vodi. Rastvara se u hloridnoj, sulfatnoj i nitratnoj kiselini.

U vodenom rastvoru nikl(II)-jon je zelene boje.

Reakcije nikl(II)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori nikl(II)-hlorida, NiCl_2 ili nikl(II)-sulfata, NiSO_4 .

1. Amonijum-sulfid u reakciji sa nikl(II)-jonom u neutralnim i baznim rastvorima gradi nikl(II)-sulfid (slika 4.30), talog crne boje:

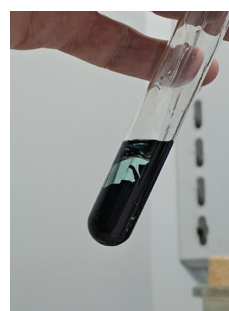


Nikl(II)-sulfid lako gradi koloidni rastvor. Zbog toga treba koristiti svježe pripremljen amonijum-sulfid i izvoditi taloženje iz zagrijanih rastvora.

Nikl(II)-sulfid ima različitu rastvorljivost neposredno nakon nastajanja i nakon stajanja, tj.



Slika 4.29. Talog hrom(III)-hidroksida

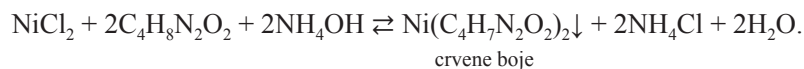


Slika 4.30. Talog nikl(II)-sulfid

starenja taloga. Starenjem talog mijenja fizičke osobine i rastvorljivost. Svjež talog se rastvara u razblaženoj hloridnoj kiselini, a talog nakon starenja rastvara se samo u koncentrovanoj nitratnoj kiselini i carskoj vodi:



2. Dimetil-glioksim u reakciji sa nikel(II)-jonom u slabo baznom rastvoru gradi kompleksno jedinjenje nikel-dimetil-glioksim, talog karakteristično crvene boje:



Ovo kompleksno jedinjenje rastvara se u kiselinama. Dimetil-glioksim se naziva još i Čugajevljev reagens. Ova reakcija je specifična, veoma osjetljiva i služi za dokazivanje nikel(II)-jona.



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje ružičasti talog nikel-dimetil-glioksima.

https://www.youtube.com/watch?v=_2COBmlkNLk

4.3.3.5. Kobalt (cobaltum): Co

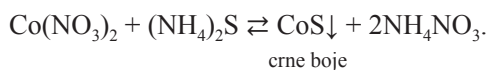
Kobalt se nalazi u 9. grupi periodnog sistema elemenata. To je metal plavičastobijele boje. Vazduh i voda praktično nemaju uticaj na njega. Lako se rastvara u razblaženim mineralnim kiselinama.

U vodenom rastvoru kobalt(II)-jon je ružičast. Nedisosovana i anhidrovana jedinjenja kobalta su plave boje.

Reakcije kobalt(II)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori kobalt(II)-nitrata $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ ili kobalt(II)-hlorida CoCl_2 .

1. Amonijum-sulfid u reakciji sa kobalt(II)-jonom u neutralnim i alkalnim rastvorima gradi kobalt(II)-sulfid (slika 4.31), talog crne boje:



Kobalt(II)-sulfid ima slične karakteristike kao i nikel(II)-sulfid kada je u pitanju rastvorljivost. Svježi talog se rastvara u razblaženoj hloridnoj kiselini, dok se talog nakon starenja rastvara samo u koncentrovanoj nitratnoj kiselini i carskoj vodi:



Ovu karakteristiku nikel(II)-sulfida i kobalt(II)-sulfida je važno znati, jer se tek nakon njihovog starenja odvajaju sulfidi mangana(II) i cinka(II).

2. Amonijum-tiocijanat u reakciji sa kobalt(II)-jonom iz rastvora gradi kompleksno jedinjenje amonijum-tetratiocijanatokobaltat(II) plave boje:



Plava boja lako iščezava u razblaženim rastvorima. Reakcija se najčešće

Slika 4.31.
Kobalt(II)-sulfid



izvodi sa čvrstim amonijum-tiocijanatom u prisustvu amil-alkohola ili acetona, koji se ne miješaju s rastvorom. Takođe, oni dobro rastvaraju kompleksno jedinjenje, pa se iznad rastvora formira plavo obojen sloj.

4.3.3.6. Mangan (manganum): Mn

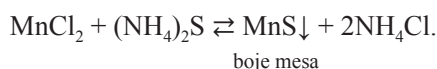
Mangan se nalazi u 6. grupi periodnog sistema elemenata. Po izgledu je sličan gvožđu. Ima sivu boju i metalni sjaj. Postepeno se oksiduje na vazduhu, a sporo razlaže vodu na sobnoj temperaturi. Na mangan sporo djeluju razblažene mineralne kiseline i sirćetna kiselina.

Mangan(II)-jon gradi bezbojne soli, dok su njegova jedinjenja koja sadrže vodu blijedoružičaste boje.

Reakcije mangan(II)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori mangan(II)-hlorida, $MnCl_2$ ili mangan(II)-sulfata, $MnSO_4$.

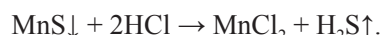
1. Amonijum-sulfid u reakciji s mangan(II)-jonom iz rastvora gradi mangan(II)-sulfid, talog koji ima boju mesa:



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje talog mangan-sulfida.

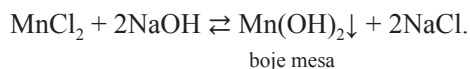
<https://www.youtube.com/watch?v=fYHh3abKm78>

Mangan-sulfid se rastvara u razblaženim kiselinama, čak i u sirćetnoj kiselini:



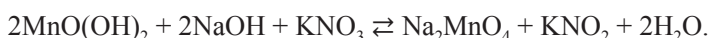
Ova reakcija služi za odvajanje mangan(II)-jona od nikel(II)-jona i kobalt(II)-jona.

2. Alkalni hidroksidi u reakciji s mangan(II)-jonom iz rastvora grade mangan(II)-hidroksid (slika 4.32):

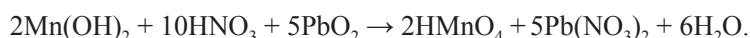


Mangan(II)-hidroksid je ružičaste boje, odnosno boje mesa.

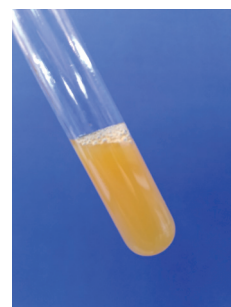
3. Topljenjem u alkalnoj sredini s jakim oksidacionim sredstvom mangan(II)-soli grade natrijum-manganat, rastop zelene boje:



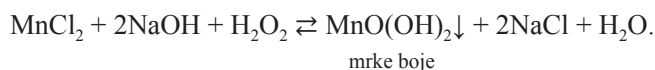
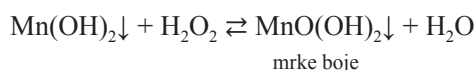
4. Nitratna kiselina i olovo(IV)-oksid u reakciji s mangan(II)-hidroksidom grade permanganovu kiselinu, pri čemu se rastvor boji ljubičasto (Krumova proba):



Međutim, mangan(II)-hidroksid se lako oksiduje s kiseonikom iz vazduha, pri čemu nastaje mangan-dioksid-hidrat koji ima mrku boju. Ova reakcija je veoma spora, pa se kao jako oksidaciono sredstvo koristi vodonik-peroksid, s kojim se reakcija odigrava trenutno:



Slika 4.32.
Mangan(II)-hidroksid



Ova reakcija se koristi za odvajanje mangan(II)-jona od cink(II)-jona.



Slika 4.33.
Cink(II)-sulfid

4.3.3.7. Cink (zincum): Zn

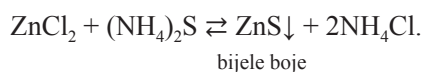
Cink se nalazi u 12. grupi periodnog sistema elemenata. To je sjajan metal sivoplave boje. Otporan je prema suvom vazduhu. U prisustvu vlage i ugljenik(IV)-oksida prevlači se slojem karbonata. Destilovana voda ne djeluje na cink.

U svojim jedinjenjima ima oksidaciono stanje +2. Cink(II)-jon je bezbojan.

Reakcije cink(II)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori cink(II)-hlorida, ZnCl_2 ili cink(II)-sulfa, ZnSO_4 .

1. Amonijum-sulfid u reakciji sa cink(II)-jonom iz rastvora gradi cink(II)-sulfid (slika 4.33), talog bijele boje:



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje bijeli talog cink(II)-sulfida.

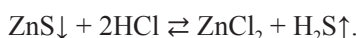
<https://www.youtube.com/watch?v=DgGkGvLxgEI>



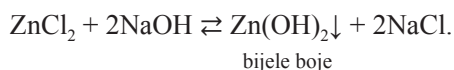
Slika 4.34.
Cink(II)-hidroksid

Amonijum-sulfid se dodaje vrelom rastvoru cink(II)-jona u prisustvu amonijum-hlorida, kako bi se cink(II)-sulfid staložio kao gel.

Cink(II)-sulfid se rastvara u razblaženim kiselinama, što je razlika u odnosu na nikel(II)-sulfid i kobalt(II)-sulfid. Takođe, ne rastvara se u sirćetnoj kiselini, što predstavlja razliku u odnosu na mangan(II)-sulfid:



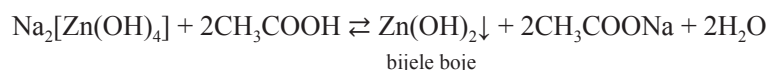
2. Alkalni hidroksidi u reakciji sa cink(II)-jonom iz rastvora grade cink(II)-hidroksid (slika 4.34), želatinozni talog bijele boje:

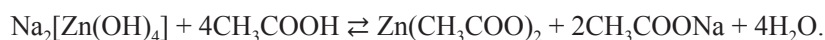


Cink(II)-hidroksid ima amfoterni karakter. U višku natrijum-hidroksida nastaje kompleksno jedinjenje natrijum-tetrahidrosocinkat(II):

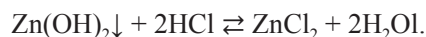


Ova reakcija je značajna za odvajanje cink(II)-jona od mangan(II)-jona. Ovaj rastvor u reakciji sa sirćetnom kiselinom najprije taloži cink(II)-hidroksid, a zatim gradi so cink(II)-acetat:

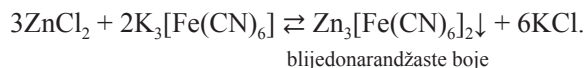




Talog cink(II)-hidroksida se rastvara i u hloridnoj kiselini:



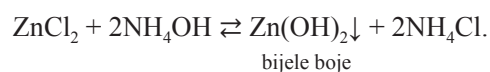
3. Kalijum-heksacijanoferat(III) u reakciji sa cink(II)-jonom gradi cink-heksacijanoferat(III), talog blijedonarandžaste boje:



Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje blijedonarandžasti talog cink-heksacijanoferata(III).

https://www.youtube.com/watch?v=B_wDQrg0GKo

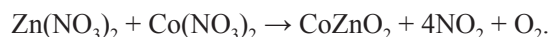
4. Cink(II)-jon u reakciji s amonijum-hidroksidom gradi cink(II)-hidroksid, talog bijele boje:



U višku amonijum-hidroksida talog se rastvara i nastaje kompleksno jedinjenje tetraamincink(II)-hidroksid:



5. Cink(II)-jon se može dokazati i suvim putem. Rastvorom soli cinka natopiti filter-papir, a zatim staviti malo kobalt(II)-nitrata i žariti u plamenu. Prilikom žarenja filter-papira na pojedinim mjestima se pojavljuju usijana mjesta koja nakon hlađenja imaju zelenu boju koja potiče od kobalt(II)-cinkata. Zelena boja, tzv. Rinmanovo zeleno, potiče od nastalog kobalt(II)-cinkata:



4.3.4. ČETVRTA ANALITIČKA GRUPA KATJONA

Četvrtoj grupi katjona pripadaju Ca^{2+} , Sr^{2+} i Ba^{2+} . To su katjoni zemnoalkalnih metala, nalaze se u 2. grupi periodnog sistema elemenata. U svojim jedinjenjima uvijek imaju oksidaciono stanje +2. Joni zemnoalkalnih metala su bezbojni. Njihova jedinjenja se slabo rastvaraju u vodi. Teško rastvorljiva jedinjenja ovih katjona su: karbonati, sulfati, oksalati i fosfati.

Grupni reagens je amonijum-karbonat. Odvajanje katjona četvrte od katjona pete analitičke grupe zasniva se na slaboj rastvorljivosti karbonata četvrte grupe.

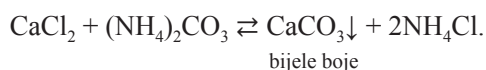
4.3.4.1. Kalcijum (calcium): Ca

Kalcijum je metal bijele boje. Na vazduhu se oksiduje uz građenje oksida ili hidroksida (ako je prisutna vlaga).

Reakcije kalcijum(II)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor kalcijum-hlorida CaCl_2 .

1. Amonijum-karbonat u reakciji s kalcijum(II)-jonima iz rastvora gradi kalcijum-karbonat, talog bijele boje:

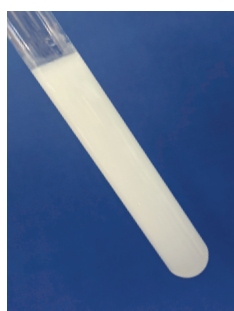


Talog kalcijum-karbonata je amorfan kada se taloženje vrši iz hladnih rastvora. Rastvara se u amonijum-hloridu, dok blagim zagrijavanjem prelazi u kristalan oblik i postaje manje rastvorljiv u amonijum-hloridu. Rastvara se u razblaženim neorganskim kiselinama i sirćetnoj kiselini.



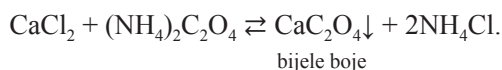
Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za kalcijum(II)-jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=OmV305aytBM>

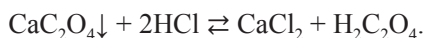


Slika 4.35. Talog kalcijum-oksalata

2. Amonijum-oksalat u reakciji s kalcijum(II)-jonima iz rastvora gradi kalcijum-oksalat (slika 4.35), kristalni talog bijele boje:

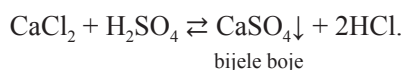


Kalcijum-oksalat se ne rastvara u sirćetnoj kiselini ni prilikom zagrijavanja, a rastvara se u hloridnoj kiselini:

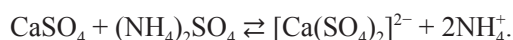


Reakcija s amonijum-oksalom služi za dokazivanje jona kalcijuma, kada nijesu prisutni joni stroncijuma i barijuma.

3. Razblažena sulfatna kiselina i alkalni sulfati u reakciji s kalcijum(II)-jonima iz rastvora gradi kalcijum-sulfat, talog bijele boje:



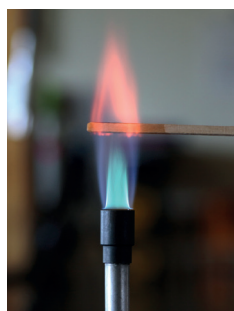
Talog se rastvara u koncentrovanom amonijum-sulfatu usljed građenja kompleksa:



U sistematskom toku analize ova reakcija je iskorišćena za razdvajanje jona Ca^{2+} i Sr^{2+} .

4. Alkalni hromati, kao što je na primjer kalijum-hromat, u reakciji s kalcijum(II)-jonima ne grade talog.

5. Joni kalcijuma mogu se dokazati i suvim putem. Unošenjem isparljivih soli kalcijuma u plamen, on se boji cigla-crveno (slika 4.36).



Slika 4.36. Joni kalcijuma u plamenu

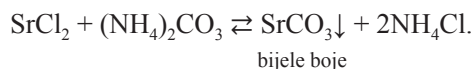
4.3.4.2. Stroncijum (strontium): Sr

Stroncijum je metal srebrnastobijele boje. Malo se mijenja na vazduhu, dok na sobnoj temperaturi reaguje s vodom.

Reakcije stroncijum(II)-jona

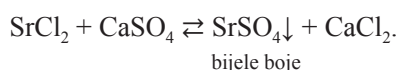
Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori stroncijum-hlorida, SrCl_2 ili stroncijum-nitrata, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$.

1. Amonijum-karbonat u reakciji sa stroncijum(II)-jonima iz rastvora gradi stroncijum-karbonat, talog bijele boje:



Stroncijum-karbonat se rastvara u razblaženim neorganskim kiselinama i sirćetnoj kiselini.

2. Zasićeni rastvor kalcijum-sulfata u reakciji sa stroncijum-jonom iz rastvora gradi stroncijum-sulfat, talog bijele boje:



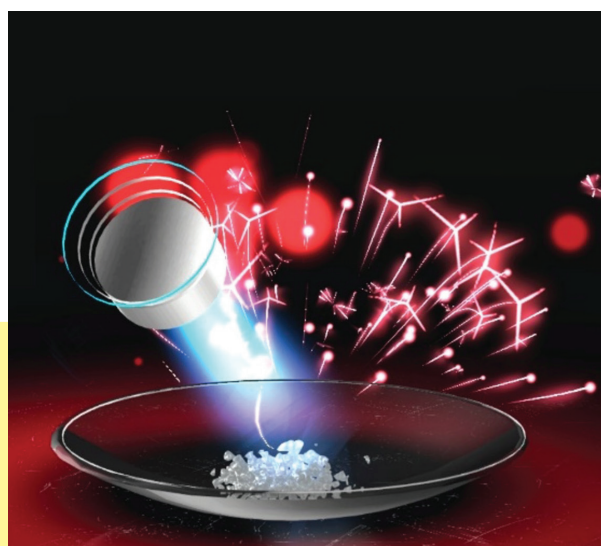
Talog stroncijum-sulfata nastaje nakon određenog stajanja. Međutim, ako se rastvor zagrijava, reakcija se odvija brže. Ova reakcija se koristi za dokazivanje stroncijum-jona ako nije prisutan barijum-jon.

3. Joni stroncijuma mogu se dokazati i suvim putem. Unošenjem isparljivih soli stroncijuma u plamen, on se boji karmin-crveno (slika 4.37).



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za stroncijum(II)-jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=M8YqOhM2J54>



Slika 4.37. Joni stroncijuma u plamenu

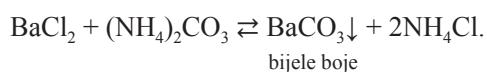
4.3.4.3. Barijum (barium): Ba

Barijum je metal srebrnastobijele boje. Na vazduhu se mijenja i postaje siv.

Reakcije barijum(II)-jona

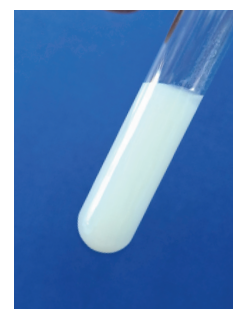
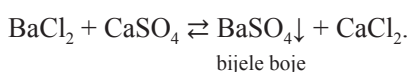
Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori barijum-hlorida, BaCl_2 ili barijum-nitrata, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$.

1. Amonijum-karbonat u reakciji s barijum(II)-jonima iz rastvora gradi barijum-karbonat (slika 4.38), talog bijele boje:

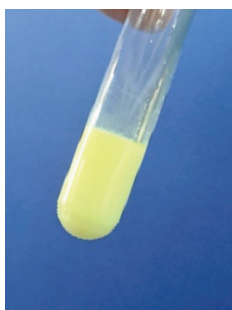


Barijum-karbonat se rastvara u razblaženim neorganskim kiselinama i sirćetnoj kiselini.

2. Zasićeni rastvor kalcijum-sulfata u reakciji s barijum(II)-jonom iz rastvora gradi barijum-sulfat, talog bijele boje:



Slika 4.38. Barijum-karbonat

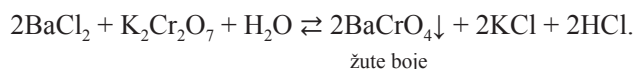
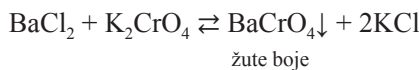


Slika 4.39.
Barijum-hromat

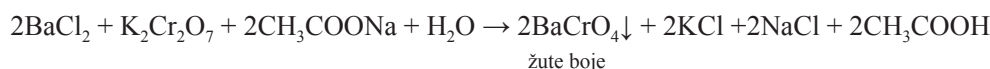
Puferi ili regulatorske smješe su rastvori koji se odupiru promjeni pH vrijednosti pri razblaživanju ili pri dodavanju malih količina jake kiseline, odnosno jake baze.

Joni barijuma se talože odmah nakon dodavanja kalcijum-sulfata.

3. Alkalni hromati i dihromati u reakciji s barijum-jonom iz rastvora grade barijum-hromat (slika 4.39), kristalni talog žute boje:

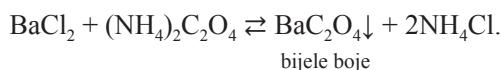


Barijum-hromat se rastvara u hloridnoj i nitratnoj kiselini, ali se ne rastvara u sirćetnoj. S obzirom na to da u reakciji nastaje hloridna kiselina, taloženje barijum-hromata nije kvantitativno. Zbog toga se dodaje natrijum-acetat, pa smješa sirćetne kiseline i natrijum-acetata ima ulogu **pufera** koji smanjuje kiselost. U ovom slučaju umjesto hloridne kiseline nastaje sirćetna kiselina u kojoj se barijum-hromat ne rastvara, pa je taloženje kvantitativno:



Ovu reakciju ne ometaju joni kalcijuma i stroncijuma, pa se koristi za odvajanje barijuma od njih. Međutim, ova reakcija je specifična za barijum ako nijesu prisutni olovo(II)-jon i bizmut(III)-jon.

4. Amonijum-oksalat u reakciji s barijum(II)-jonima iz rastvora gradi barijum-oksalat, talog bijele boje:

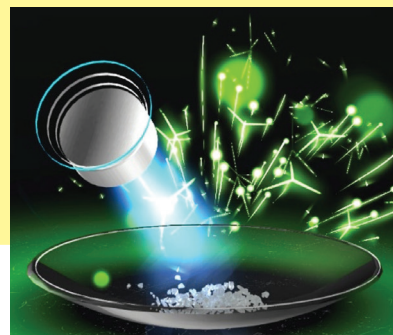


Za razliku od kalcijum-oksalata, barijum-oksalat se rastvara u koncentrovanj sirćetnoj kiselini uz zagrijavanje.



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za barijum(II)-jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=gaamIjai20o>



Slika 4.40. Joni barijuma u plamenu

5. Joni barijuma mogu se dokazati i suvim putem. Unošenjem isparljivih soli barijuma u plamen, on se boji svijetlozeleno (slika 4.40).

4.3.5. PETA ANALITIČKA GRUPA KATJONA

Petoj grupi katjona pripadaju: Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} i NH_4^+ . Ova grupa katjona nema grupni reagens, već se oni dokazuju pojedinačnim reakcijama. Katjoni pete grupe ne reaguju s hloridnom kiselinom, vodonik-sulfidom, amonijum-sulfidom i amonijum-karbonatom. Za njihovu identifikaciju veoma često se koristi test u plamenu.

4.3.5.1. Natrijum (natrium): Na

Natrijum se nalazi u 1. grupi periodnog sistema elemenata. To je metal srebrnastobijele boje.

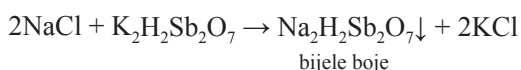
Presječeno parče natrijuma se na vlažnom vazduhu brzo prevlači skramom. S vodom burno reaguje. Čuva se pod petroleumom.

U svojim jedinjenjima uvijek ima oksidaciono stanje +1.

Reakcije natrijum(I)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor natrijum-hlorida, NaCl.

1. Kalijum-piroantimonat u reakciji s jonima natrijuma iz rastvora u neutralnoj ili slabo baznoj sredini gradi natrijum-dihidropiroantimonijat, kristalni talog bijele boje:



U kiseloj sredini dolazi do izdvajanja amornog taloga antimonove kiseline (H_3SbO_4). Zbog toga se reakcija ne izvodi u kiseloj sredini.

2. Natrijumovi joni se mogu dokazati suvim putem. Unošenjem isparljivih soli natrijuma u plamen, on se boji intenzivnom žutom bojom koja se zadržava dosta dugo (slika 4.41).



Slika 4.41. Joni natrijuma u plamenu

4.3.5.2. Kalijum (kalium): K

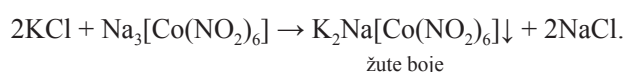
Kalijum se nalazi u 1. grupi periodnog sistema elemenata. To je metal srebrnastog sjaja. Mek je kao vosak. Njegova sjajna površina na vazduhu postaje tamna. S vodom reaguje burno uz izdvajanje vodonika koji se odmah pali usljed velike reakcione toplote. Čuva se pod petroleumom.

U svojim jedinjenjima uvijek ima oksidaciono stanje +1.

Reakcije kalijum(I)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor kalijum-hlorida, KCl.

1. Natrijum-heksanitrokobaltat(III) u reakciji s kalijum-jonom u neutralnom ili slabo kiselom rastvoru gradi kalijum-natrijum-heksanitrokobaltat(III), kristalni talog žute boje:

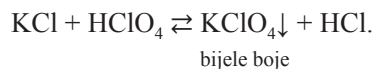


Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje žuti talog kalijum-natrijum-heksanitrokobaltata(III).

<https://www.youtube.com/watch?v=3EJ3GdCt1A0>

Rastvor kompleksa koji se koristi u reakciji treba da bude svježe pripremljen. Amonijumove soli ometaju dokazivanje kalijumovog jona, pa se ova reakcija koristi za identifikaciju kada nijesu prisutni joni amonijuma. Amonijumove soli je moguće ukloniti termičkim razlaganjem, zagrijavanjem s alkalnim hidrosidima i oksidacijom s nitratnom kiselinom i dr.

2. Perhloratna kiselina u reakciji s kalijum-jonom gradi kalijum-perhlorat, kristalni talog bijele boje:



Reakciju s perhloratnom kiselinom treba izvoditi pažljivo i u digestoru, jer je veoma agresivna. Ne smije se zagrijavati da ne bi došlo do eksplozije.

Kalijum-perhlorat se ne rastvara u etil-alkoholu, pa se on dodaje jer omogućava bolje taloženje.

3. Kalijumovi joni se mogu dokazati suvim putem. Unošenjem isparljivih soli kalijuma u plamen, on se boji ljubičasto. Joni natrijuma ometaju dokazivanje jona kalijuma ovim putem. Intenzivno žuta boja plamena koju daju joni natrijuma prekriva ljubičastu boju kalijuma. U ovom slučaju, ljubičasta boja koja potiče od kalijuma može se uočiti samo posmatranjem kroz kobaltno staklo.

4.3.5.3. Magnezijum (magnesium): Mg

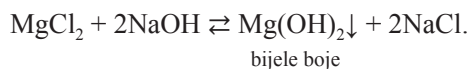
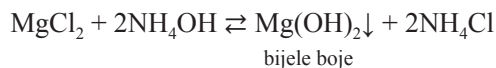
Magnezijum se nalazi u 2. grupi periodnog sistema elemenata. To je sjajan metal, bijele boje. Magnezijum se na vazduhu prevlači zaštitnim slojem magnezijum-oksida, a s hladnom vodom reaguje sporo. Na vazduhu sagorijeva blještavim plamenom uz građenje magnezijum-oksida.

U svojim jedinjenjima ima oksidaciono stanje +2. Jon magnezijuma je bezbojan.

Reakcije magnezijum(II)-jona

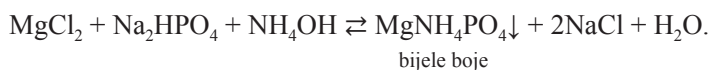
Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori magnezijum-hlorida, MgCl_2 ili magnezijum-sulfata, MgSO_4 .

1. Amonijum-hidroksid i alkalni hidroksidi u reakciji s jonom magnezijuma iz rastvora grade magnezijum-hidroksid, želatinozni talog bijele boje:



Za razliku od ostalih jona zemnoalkalnih metala, amonijum-hidroksid taloži jone magnezijuma. Međutim, u prisustvu amonijačnih soli ne dolazi do taloženja magnezijum-hidroksida. Višak amonijumovih jona suzbija disocijaciju amonijum-hidroksida, pa koncentracija hidroksidnih jona nije dovoljna za taloženje magnezijum-hidroksida.

2. Natrijum-fosfat u reakciji s jonom magnezijuma u prisustvu amonijačnog pufera gradi magnezijum-amonijum-fosfat, kristalni talog bijele boje:



Kristali magnezijum-amonijum-fosfata, posmatrani pod mikroskopom, imaju oblik zvjezdica. U ovoj reakciji koriste se koncentrovani rastvori, a reakcija se izvodi na hladno.



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za magnezijum(II)-jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=j8a7ItqTowc>

4.3.5.4. Amonijum(I)-jon: NH_4^+

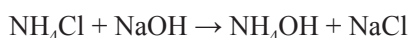
Amonijum-jon ima slične osobine osobinama alkalnih metala. Njegove soli su rastvorljive u vodi.

Amonijum-jon je jednovalentan, a njegovo oksidaciono stanje je +1.

Reakcije amonijum(I)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor amonijum-hlorida NH_4Cl .

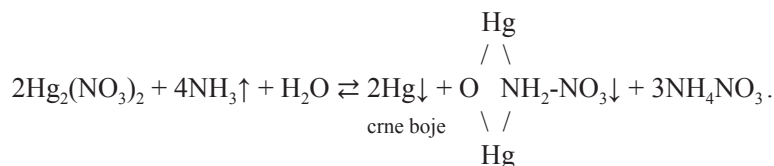
1. Jake baze u reakciji s amonijum-jonima istiskuju slabu bazu amonijum-hidroksid, koja se na povišenoj temperaturi razlaže na amonijak i vodu:



Amonijak koji nastaje u reakciji može se identifikovati na više načina:

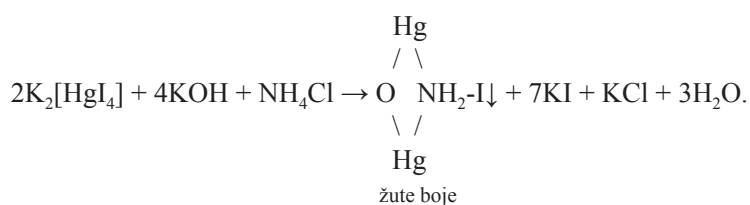
- iznad epruvete se osjeća miris amonijaka;
- ako se na otvor epruvete postavi stakleni štapić prethodno navlažen hloridnom kiselinom, pojaviće se bijeli dim amonijum-hlorida;
- ako se iznad otvora epruvete stavi vlažni crveni lakmus-papir, izdvojeni amonijak će ga bojiti u plavo;
- ako se iznad otvora epruvete stavi filter-papir natopljen rastvorom živa(I)-nitrata, papir će da potamni u reakciji s amonijakom usljed izdvajanja žive.

2. Živa(I)-nitrat u reakciji s amonijakom gradi diživa(II)-oksiamidonitrat:



U ovoj reakciji nastaje i elementarna živa, od koje filter-papir pocrni.

3. Kalijum-tetrajodmerkurat(II), odnosno Neslerov reagens, u reakciji s amonijum-jonom u baznoj sredini gradi oksiziva(II)-amidojodid:



Ako je koncentracija amonijumovih jona mala, dobija se talog žute boje. Ako je velika, talog je mrke boje.



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za amonijum-jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=GTZBs3iZgg0>

4.3.5.5. Litijum (lithium): Li

Litijum se nalazi u 1. grupi periodnog sistema elemenata. To je metal srebrnastobijele boje. Na vazduhu se lako oksiduje. Reaguje s vodom, pri čemu nastaje litijum-hidroksid i izdvaja se vodonik, mada reakcija nije burna kao s natrijumom i kalijumom. Čuva se pod petroleumom.

U svojim jedinjenjima uvijek ima oksidaciono stanje +1.

Reakcije litijum(I)-jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori litijum-hlorida, LiCl ili litijum-karbonata, Li_2CO_3 .

Litijumovi joni se mogu dokazati suvim putem unošenjem isparljivih soli litijuma u plamen koji se boji svijetlocrvenom bojom.

4.4. ODVAJANJE I DOKAZIVANJE KATJONA PO ANALITIČKIM GRUPAMA

U narednom sadržaju korišćićete teorijska znanja pri realizaciji praktičnih ogleda u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za odvajanje i dokazivanje katjona po analitičkim grupama; uvježbaćeš dokazne reakcije katjona; demonstriraćeš odvajanje i dokazivanje katjona po analitičkim grupama; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

4.4.1. ODVAJANJE I DOKAZIVANJE KATJONA I ANALITIČKE GRUPE

Katjoni I analitičke grupe talože se iz rastvora u kojem se nalaze i katjoni ostalih grupa. Grupni reagens za I analitičku grupu katjona je razblažena hloridna kiselina. Dodatkom grupnog reagensa talože se hloridi katjona I analitičke grupe (AgCl , PbCl_2 i Hg_2Cl_2), a katjoni ostalih grupa ostaju u rastvoru. Talog se odvaja od rastvora centrifugiranjem.



Putem linka i QR koda možete vidjeti reakcije katjona I analitičke grupe s hloridnom kiselinom.

<https://www.youtube.com/watch?v=Qt9eI8id0i0>

Odvojenom talogu dodaje se destilovana voda i taj rastvor se zagrijava. Pritom dolazi do rastvaranja olovo(II)-hlorida, a srebro(I)-hlorid i živa(I)-hlorid ostaju u talogu. Rastvor se odmah filtrira jer olovo(II)-hlorid može iskristalisati, pa bi proces bilo potrebno ponoviti. Iz ovog rastvora dokazuje se olovo(II)-jon. Ovaj jon se dokazuje iz toplog rastvora na dva načina:

1. U jedan dio rastvora doda se kalijum-hromat ili kalijum-dihromat, pri čemu nastaje olovo-hromat, talog žute boje. Ovaj talog se rastvara u natrijum-hidroksidu, a ponovo se gradi dodatkom sirćetne kiseline.
2. U drugi dio rastvora doda se razblažena sulfatna kiselina, pri čemu nastaje olovo(II)-sulfat, kristalni talog bijele boje. Ako je rastvor veoma razblažen, neće doći do taloženja olovo(II)-sulfata.

Talogu srebro(I)-hlorida i živa(I)-hlorida dodaje se koncentrovani rastvor amonijum-hidroksida. Pritom dolazi do rastvaranja srebro(I)-hlorida, pri čemu nastaje kompleksno jedinjenje diaminsrebro(I)-hlorid, koje je bezbojno. Istovremeno, živa(I)-hlorid reaguje s amonijum-hidroksidom, pri čemu se izdvaja elementarna živa, koja boji talog crnom bojom.

Srebro(I)-jon se dokazuje iz bezbojnog rastvora diaminsrebro(I)-hlorida na dva načina:

1. U jedan dio rastvora doda se razblažena nitratna kiselina do kisele reakcije (što se utvrđuje lakmus-papirom), pri čemu dolazi do razaranja kompleksa i nastajanja srebro(I)-hlorida, talog bijele boje.
2. U drugi dio rastvora doda se svježe pripremljen kalijum-jodid, pri čemu nastaje srebro(I)-jodid, sirast talog blijedožute boje. Ne treba dodavati previše kalijum-jodida jer može doći do rastvaranja srebro(I)-jodida.

Rastvor: Ag⁺, Pb²⁺, Hg₂²⁺ i katjoni II, III, IV i V analitičke grupe		
Dodati razblaženi rastvor HCl		
Talog: AgCl, PbCl₂ i Hg₂Cl₂ Dodati destilovanu vodu i zagrijavati		Rastvor: katjoni II, III, IV i V analitičke grupe
Rastvor: PbCl₂ 1. $PbCl_2 + K_2CrO_4$ ↓ $PbCrO_4 \downarrow + 2KCl$ (žute boje) Talog rastvoriti u NaOH, pa zakiseliti sa CH ₃ COOH (kiselost provjeravati lakmus-hartijom). Ponovo se taloži PbCrO ₄ . dokaz za Pb²⁺ 2. $Pb(NO_3)_2 + H_2SO_4$ ↓ $PbSO_4 \downarrow + 2HNO_3$ (bijele boje) dokaz za Pb²⁺	Talog: AgCl i Hg₂Cl₂ Dodati koncentrovani NH ₄ OH	
	Rastvor: [Ag(NH₃)₂]Cl 1. $[Ag(NH_3)_2]Cl + HNO_3$ ↓ $AgCl \downarrow + 2NH_4Cl$ (bijele boje) dokaz za Ag⁺ 2. $AgNO_3 + KI$ ↓ $AgI \downarrow + KNO_3$ (sirast blijedožute boje) dokaz za Ag⁺	

Tabela 4.3. Odvajanje i dokazivanje katjona I grupe

PRAKTIČNI ZADATAK 4.1: Odvajanje i dokazivanje katjona I grupe

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu katjone Ag^+ , Pb^{2+} i Hg_2^{2+} iz smješe.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom odvajanja i dokazivanja katjona I grupe; postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja demonstracionih ogleda dokaznih reakcija katjona I grupe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija katjona I analitičke grupe:

a) Ag^+

b) Pb^{2+}

c) Hg_2^{2+}

4.4.2. ODVAJANJE I DOKAZIVANJE KATJONA II ANALITIČKE GRUPE

Katjoni II analitičke grupe talože se iz rastvora nakon odvajanja katjona I analitičke grupe. Grupni reagens za II analitičku grupu katjona je vodonik-sulfid. Taloženje se vrši u kiseloj sredini, pri određenoj koncentraciji H^+ jona, odnosno hloridne kiseline. Dodatkom grupnog reagensa talože se sulfidi katjona II analitičke grupe (HgS , PbS , Bi_2S_3 , CuS , CdS , As_2S_3 , Sb_2S_3 , SnS), a katjoni ostalih grupa ostaju u rastvoru.

S obzirom na to da je vodonik-sulfid veoma otrovan, laboratorijska ispitivanja se najčešće vrše zasićenim rastvorom vodonik-sulfida (vodonik-sulfidna voda). Ipak, ako se taloženje vrši gasovitim vodonik-sulfidom, gas treba uvoditi oprezno do zasićenja rastvora. Sve reakcije se izvode u digestoru.

Vodonok-sulfid je otrovan gas koji može biti smrtonosan ako je prisutan u vazduhu čak i u malim količinama. Ima karakterističan miris koji podsjeća na pokvarena jaja. Kao protivotrov koristi se razblaženi rastvor hlora.

Redosljed taloženja sulfida zavisi od njihove rastvorljivosti. Prvo se talože najmanje rastvorni sulfidi (HgS , CuS , As_2S_3 , As_2S_5), a posljednji se taloži kadmijum(II)-sulfid, jer je za njegovo taloženje potrebna veća koncentracija sulfidnih jona. Pošto se sulfidi katjona II analitičke grupe talože postepeno, vodonik-sulfid se prvo dodaje u kiseloj sredini kada je koncentracija hloridne kiseline oko $0,6 \text{ mol/dm}^3$. Zatim se rastvor razblažuje dodatkom destilovane vode, pri čemu se koncentracija hloridne kiseline smanjuje na $0,3 \text{ mol/dm}^3$. Tada se ponovo uvodi vodonik-sulfid i postepeno se talože preostali katjoni II analitičke grupe.

Katjoni II analitičke grupe dijele se u dvije grupe:

- katjone IIa analitičke grupe (sulfobaze): Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} ;
- katjone IIb analitičke grupe (sulfokiseline): As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} i Sn^{4+} .

Kada se talogu sulfida II analitičke grupe katjona doda amonijum-sulfid i rastvor zagrije, dolazi do rastvaranja sulfida arsena, antimona i kalaja, pri čemu nastaju tioli: $(\text{NH}_4)_3\text{AsS}_4$, $(\text{NH}_4)_3\text{SbS}_4$ i $(\text{NH}_4)_2\text{SnS}_3$. Drugim riječima, sulfidi sulfobaza ostaju u talogu, dok sulfidi sulfokiselina prelaze u rastvor. Na ovaj način se odvajaju sulfobaze i sulfokiseline.

Talog sulfobaza čine: HgS , PbS , Bi_2S_3 , CuS i CdS , kao i elementarni sumpor koji nastaje oksidacijom vodonik-sulfida. Nakon ispiranja talogu se dodaje razblažena nitratna kiselina i rastvor se zagrijava. Pritom se rastvaraju svi sulfidi osim živa(II)-sulfida. Živa(II)-sulfid ostaje u talogu, dok se u rastvoru nalaze nitrati katjona ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ i $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$).

Talog živa(II)-sulfida se rastvara u carskoj vodi i živa(II)-jon se dokazuje na sljedeće načine:

1. Dodatkom kalaj(II)-hlorida nastaje živa(I)-hlorid, talog bijele boje. Dodatkom reagensa u višku talog dobija sivu boju usljed izdvajanja elementarne žive.
2. Dodatkom kalijum-jodida nastaje živa(II)-jodid, talog crvene boje. Ovaj talog se rastvara dodatkom kalijum-jodida u višku.
3. Kada se na bakarni lim stavi nekoliko kapi rastvora, nakon stajanja se izdvaja elementarna živa koja s bakrom gradi amalgam. Nakon toga se bakarni lim protrlja suvom krpom, pri čemu nastaje sjajna srebrnasta mrlja.

Rastvoru koji sadrži nitrati ostalih katjona dodaje se amonijum-hidroksid. Pritom nastaje bijeli talog u kome se nalaze olovo(II)-hidroksid i bizmut(III)-hidroksid, dok se u rastvoru nalaze joni bakra(II) i kadmijuma(II) koji s amonijum-hidroksidom grade kompleksna jedinjenja: tetraaminbakar(II)-nitrat, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{NO}_3)_2$ koji je azurnoplave boje i tetraaminkadmijum(II)-nitrat, $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4](\text{NO}_3)_2$ koji je bezbojan.

Azurnoplava boja rastvora dokaz je da su prisutni joni bakra(II). Ovako obojen rastvor ometa dokazivanje kadmijum(II)-jona, koji se takođe dokazuje iz ovog rastvora. Dodatkom kalijum-cijanida rastvor se obezbojava, pri čemu nastaju kompleksna jedinjenja: kalijum-tetracijanokuprat(I), $\text{K}_3[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]$ i kalijum-tetracijanokadmijat(II), $\text{K}_2[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]$. Uvođenjem vodonik-sulfida u ovaj rastvor taloži se samo kadmijum(II)-sulfid koji je žute boje. Kompleksni jon bakra je stabilniji, i on se ne taloži.

Dodatkom natrijum-hidroksida talogu koji sadrži smještu olovo(II)-hidroksida i bizmut(III)-hidroksida nastaje bizmut(III)-hidroksid, talog bijele boje. Olovo(II)-hidroksid se rastvara, pri čemu nastaje natrijum-tetrahidrosoplumbat(II), $\text{Na}_2[\text{Pb}(\text{OH})_4]$.

Rastvor: Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} , As^{3+} , Sb^{3+} , Sn^{2+} i katjoni III, IV i V analitičke grupe				
1. Podesiti kiselost rastvora hloridnom kiselinom koncentracije $0,6 \text{ mol/dm}^3$ 2. Zagrijati rastvor do ključanja i uvoditi vodonik-sulfid (veoma jak otrov) 3. Rastvor razblažiti i ponovo uvoditi vodonik-sulfid (koncentracija kiseline se smanji na $0,3 \text{ mol/dm}^3$)				
Talag: HgS, PbS, CuS, CdS, Bi_2S_3, As_2S_3, Sb_2S_3, SnS, As_2S_5, Sb_2S_5, SnS_2 Dodati $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2$ i talog isprati H_2S vodom			Rastvor: katjoni III, IV i V analitičke grupe	
Talag: HgS, PbS, CuS, CdS, Bi_2S_3 Dodati razblaženu HNO_3		Rastvor: $(\text{NH}_4)_3\text{AsS}_4$ $(\text{NH}_4)_3\text{SbS}_4$ $(\text{NH}_4)_2\text{SnS}_3$		
Talag: HgS i S $\text{HgS} + \text{S}$ (crne boje) (žute boje) + carska voda 1. Kap rastvora na bakarnom limu daje sivu (mrku) mrlju koja trljanjem postaje sjajna dokaz za Hg^{2+} 2. $\text{HgCl}_2 + 2\text{KI}$ \downarrow $\text{HgI}_2 \downarrow + 2\text{KCl}$ (crvene boje) dokaz za Hg^{2+} 3. $2\text{HgCl}_2 + \text{SnCl}_2$ \downarrow $\text{SnCl}_4 + \text{Hg}_2\text{Cl}_2 \downarrow$ (bijele boje) ili $\text{Hg}_2\text{Cl}_2 + \text{SnCl}_2$ \downarrow $\text{SnCl}_4 + 2\text{Hg} \downarrow$ (sive boje) dokaz za Hg^{2+}	Rastvor: $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ Dodati koncentrovani NH_4OH da rastvor bude slabo bazan. U prisustvu Cu^{2+} jona nastaje azurnoplava boja, koja je dokaz za Cu^{2+}			
	Talag: $\text{Pb}(\text{OH})_2$, $\text{Bi}(\text{OH})_3$ dodati NaOH u višku (lakmus)		Rastvor: $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{NO}_3)_2$ $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4](\text{NO}_3)_2$	
	Talag: $\text{Bi}(\text{OH})_3$ $\text{Bi}(\text{OH})_3 + 3\text{Na}_2[\text{Sn}(\text{OH})_4]$ \downarrow $3\text{Na}_2[\text{Sn}(\text{OH})_6] + \text{Bi} \downarrow$ (crne boje) dokaz za Bi^{3+}	Rastvor: $\text{Na}_2[\text{Pb}(\text{OH})_4]$ $\text{Na}_2[\text{Pb}(\text{OH})_4] + 4\text{CH}_3\text{COOH} + \text{K}_2\text{CrO}_4$ \downarrow $2\text{CH}_3\text{COONa} + 2\text{CH}_3\text{COOK} + 4\text{H}_2\text{O} + \text{PbCrO}_4 \downarrow$ (žute boje) dokaz za Pb^{2+}	$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{NO}_3)_2$ (azurnoplav) dokaz za Cu^{2+} Dodati KCN , pri čemu nastaje $\text{K}_2[\text{Cd}(\text{CN})_4]$ $\text{K}_2[\text{Cd}(\text{CN})_4] + \text{H}_2\text{S}$ \downarrow $2\text{KCN} + 2\text{HCN} + \text{CdS} \downarrow$ (žute boje) dokaz za Cd^{2+}	

Tabela 4.4. Odvajanje i dokazivanje katjona II grupe

Nakon odvajanja taloga olovo(II)-jon se dokazuje iz rastvora na sljedeće načine:

1. Rastvor se zakiseli sirćetnom kiselinom i dodatkom kalijum-hromata ili kalijum-dihromata nastaje olovo-hromat, talog žute boje.
2. Dodatkom sulfatne kiseline nastaje olovo(II)-sulfat, talog bijele boje.

Dodatkom svježe pripremljenog natrijum-tetrahidroksostanata(II) bijelom talogu bizmut(III)-hidroksida izdvaja se elementarni bizmut u obliku crnog taloga.

Nakon taloženja sulfobaza dobijen je žuti rastvor koji sadrži: $(\text{NH}_4)_3\text{AsS}_4$, $(\text{NH}_4)_3\text{SbS}_4$ i $(\text{NH}_4)_2\text{SnS}_3$. Ovom rastvoru treba dodati hloridnu kiselinu do kisele reakcije (ispitati lakmus-papirom) i zagrijavati, pri čemu dolazi do taloženja sulfida: As_2S_5 , Sb_2S_5 i SnS_2 . Talog treba filtrirati i isprati destilovanom vodom. Rastvor dobijen filtracijom treba odbaciti.

Dobijeni talog tretirati koncentrovanom hloridnom kiselinom. U koncentrovanoj hloridnoj kiselini se ne rastvara As_2S_5 , dok se Sb_2S_5 i SnS_2 rastvaraju. Talog isprati destilovanom vodom do negativne reakcije na hloride.

Talog arsen(V)-sulfida se rastvara u koncentrovanoj nitratnoj kiselini, pri čemu nastaje arsenitna kiselina. Arsenitni joni se najčešće dokazuju:

- reakcijom s amonijum-molibdatom, pri čemu nastaje talog žute boje;
- reakcijom s **magnezijumovom miksturom**, pri čemu se dobija magnezijum-amonijum-arsenat, kristalni talog bijele boje. Dodatkom srebro-nitrata ovom talogu dobija se talog braon boje.

U rastvor koji sadrži jone Sb(V) i Sn(IV) dodati komadić aluminijumskog lima ili mali gvozdeni ekser i zagrijavati dok metal počne da se rastvara. Metal reaguje s prisutnom hloridnom kiselinom, pri čemu se izdvaja nascentni vodonik koji redukuje jon antimona do elementarnog antimona. Elementarni antimon se izdvaja u obliku crnih pahuljica (krpica). Talog filtrirati.

Nakon odvajanja elementarnog antimona iz bistrog rastvora se dokazuje jon kalaja. Dodatkom živa(II)-hlorida dolazi do pojave bijelog taloga. Ako je kalaj(II)-jon u višku, dobija se siv talog, jer Hg_2Cl_2 djelimično prelazi u elementarnu živu.

Magnezijum mikstura predstavlja mješavinu magnezijum-hlorida, amonijum-hlorida i malo amonijaka.

Rastvor: $(\text{NH}_4)_3\text{AsS}_4$, $(\text{NH}_4)_3\text{SbS}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{SnS}_3$			
Dodati HCl (1 : 1) do kisele reakcije (lakmus) i malo zagrijavati			
Talog: As_2S_5, Sb_2S_5, SnS_2			
1. Dodati koncentrovanu HCl 2. Isprati destilovanom vodom do negativne reakcije na hloride			
<p style="text-align: center;">Talog: As_2S_5 i malo S</p> <p>Talog rastvoriti u koncentrovanoj HNO_3, pri čemu nastaje H_3AsO_4</p> $1. \text{H}_3\text{AsO}_4 + 12(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 + 21\text{HNO}_3$ \downarrow $21\text{NH}_4\text{NO}_3 + 18\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_3\text{AsO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3 \downarrow$ <p style="text-align: center;">(žute boje)</p> <p style="text-align: center;">dokaz za As^{3+}</p> $2. \text{H}_3\text{AsO}_4 + \text{MgCl}_2 + 3\text{NH}_4\text{OH}$ \downarrow $2\text{NH}_4\text{Cl} + 3\text{H}_2\text{O} + \text{MgNH}_4\text{AsO}_4 \downarrow$ <p style="text-align: center;">(bijele boje)</p> <p style="text-align: center;">dokaz za As^{3+}</p>	<p style="text-align: center;">Rastvor: SbCl_3, SnCl_4</p> <p>Unijeti komadići Al-lima ili mali gvozdeni ekser i zagrijavati dok metal počne da se rastvara. Po potrebi dodati malo koncentrovane HCl.</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="vertical-align: top;"> <p style="text-align: center;">Talog: Sb</p> <p>crne pahuje (krpe) elementarnog antimona</p> <p style="text-align: center;">dokaz za Sb^{3+}</p> </td> <td style="vertical-align: top;"> <p style="text-align: center;">Rastvor: SnCl_2</p> $\text{SnCl}_2 \text{ (u višku)} + 2\text{HgCl}_2$ \downarrow $\text{Hg}_2\text{Cl}_2 \downarrow + \text{SnCl}_4$ <p style="text-align: center;">(bijele boje)</p> <p style="text-align: center;">dokaz za Sn^{2+}</p> <p style="text-align: center;">ili</p> $\text{SnCl}_2 + \text{Hg}_2\text{Cl}_2$ \downarrow $2\text{Hg} \downarrow + \text{SnCl}_4$ <p style="text-align: center;">(sive boje)</p> <p style="text-align: center;">dokaz za Sn^{2+}</p> </td> </tr> </table>	<p style="text-align: center;">Talog: Sb</p> <p>crne pahuje (krpe) elementarnog antimona</p> <p style="text-align: center;">dokaz za Sb^{3+}</p>	<p style="text-align: center;">Rastvor: SnCl_2</p> $\text{SnCl}_2 \text{ (u višku)} + 2\text{HgCl}_2$ \downarrow $\text{Hg}_2\text{Cl}_2 \downarrow + \text{SnCl}_4$ <p style="text-align: center;">(bijele boje)</p> <p style="text-align: center;">dokaz za Sn^{2+}</p> <p style="text-align: center;">ili</p> $\text{SnCl}_2 + \text{Hg}_2\text{Cl}_2$ \downarrow $2\text{Hg} \downarrow + \text{SnCl}_4$ <p style="text-align: center;">(sive boje)</p> <p style="text-align: center;">dokaz za Sn^{2+}</p>
<p style="text-align: center;">Talog: Sb</p> <p>crne pahuje (krpe) elementarnog antimona</p> <p style="text-align: center;">dokaz za Sb^{3+}</p>	<p style="text-align: center;">Rastvor: SnCl_2</p> $\text{SnCl}_2 \text{ (u višku)} + 2\text{HgCl}_2$ \downarrow $\text{Hg}_2\text{Cl}_2 \downarrow + \text{SnCl}_4$ <p style="text-align: center;">(bijele boje)</p> <p style="text-align: center;">dokaz za Sn^{2+}</p> <p style="text-align: center;">ili</p> $\text{SnCl}_2 + \text{Hg}_2\text{Cl}_2$ \downarrow $2\text{Hg} \downarrow + \text{SnCl}_4$ <p style="text-align: center;">(sive boje)</p> <p style="text-align: center;">dokaz za Sn^{2+}</p>		
Rastvor: odbaciti kao nepotreban			

Tabela 4.5. Odvajanje i dokazivanje katjona IIb grupe

PRAKTIČNI ZADATAK 4.2: Odvajanje i dokazivanje katjona II grupe

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu katjone Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} , As^{3+} , Sb^{3+} i Sn^{2+} iz smješe.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom odvajanja i dokazivanja katjona II grupe, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja demonstracionih ogleda dokaznih reakcija katjona II grupe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija katjona II analitičke grupe:

a) Hg^{2+}

b) Pb^{2+}

c) Cu^{2+}

d) Cd^{2+}

e) Bi^{3+}

f) As^{3+}

g) Sb^{3+}

h) Sn^{2+}

4.4.3. ODVAJANJE I DOKAZIVANJE KATJONA III ANALITIČKE GRUPE

Nakon odvajanja katjona II analitičke grupe rastvor treba zakiseliti razblaženom hloridnom kiselinom. Rastvoru treba dodati komadiće sitno sjeckanog papira, zagrijavati dok se rastvor ne oslobodi viška vodonik-sulfida i upariti na malu zapreminu. Zatim dodati 1–2 kapi koncentrovane nitratne kiseline, zbog oksidacije Fe^{2+} u Fe^{3+} , malo kristalnog amonijum-hlorida i amonijum-hidroksid (1 : 1). Amonijum-hidroksid se dodaje u zagrijan rastvor do pojave slabog ali trajnog mirisa na amonijak, odnosno do bazne reakcije (lakmus), pri čemu se katjoni ove grupe talože kao hidroksidi. Međutim, ne smije se dodati veliki višak amonijum-hidroksida kako ne bi došlo do djelimičnog rastvaranja hidroksida hroma i aluminijuma. Da bi se odstranio višak amonijum-hidroksida i taloženje izvelo što potpunije, preporučuje se kratkotrajno zagrijavanje.

Talogu koji čine hidroksidi katjona IIIa grupe dodati rastvor natrijum-hidroksida i 3% vodonik-peroksida. Zatim zagrijavati nekoliko minuta da bi se izdvojio višak vodonik-peroksida. Talog gvožđe(III)-hidroksida, koji je mrkocrvene boje, odvojiti od žutog rastvora u kome se nalaze natrijum-hromat i natrijum-aluminat.

Talog gvožđe(III)-hidroksida rastvoriti u razblaženoj hloridnoj (ili nitratnoj) kiselini. Iz dobijenog rastvora gvožđe(III)-jon se može dokazati na sljedeći način:

1. Rastvoru dodati kalijum-heksacijanoferat(II), pri čemu se dobija jedinjenje plave boje (berlinsko plavo).
2. Rastvoru dodati kalijum-tiocijanat, pri čemu se dobija kao krv crvena boja rastvora.

Iz rastvora koji sadrži natrijum-hromat i natrijum-aluminat zagrijavanjem ukloniti višak vodonik-peroksida, a zatim dodati koncentrovanu hloridnu kiselinu do kisele reakcije (lakmus). Nakon toga rastvoru dodati amonijum-hidroksid do pojave mirisa amonijaka (slabo

bazna sredina). Rastvor zagrijavati nekoliko minuta, filtrirati i isprati vrućom vodom.

Ako je prisutan aluminijum(III)-jon, pojaviće se pahuljast talog bijele boje. Prisustvo ovog jona može se dokazati i na sljedeće načine:

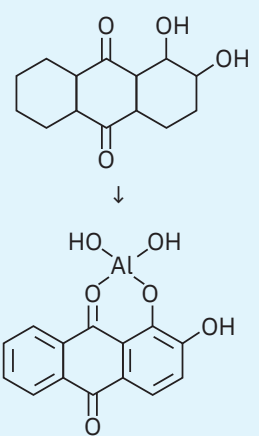
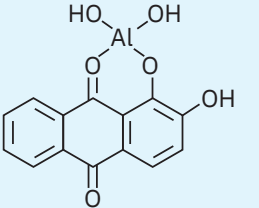
Rastvor: Fe³⁺, Al³⁺, Cr³⁺ i katjoni IIIb, IV i V analitičke grupe		Rastvor: katjoni IIIb, IV i V analitičke grupe
1. Rastvor zakiseliti razblaženom HCl i dodati komadiće sitno sjeckanog filter-papira 2. Zagrijavati da se rastvor oslobodi H ₂ S i upariti na malu zapreminu 3. Dodati 1–2 kapi koncentrovane HNO ₃ , malo kristalnog NH ₄ Cl i pažljivo dodavati NH ₄ OH (1 : 1) do pojave trajnog mirisa na amonijak 4. Rastvor zagrijati, filtrirati i isprati nekoliko puta malim porcijama NH ₄ OH (1 : 1)		
Talog: Fe(OH)₃, Al(OH)₃, Cr(OH)₃ 1. Isprati sa NH ₄ OH ili NH ₄ Cl 2. Dodati NaOH 3. Dodati 3% H ₂ O ₂ i zagrijavati 2–3 minuta 4. Talog filtrirati i oprati vrućom vodom		
Talog: Fe(OH)₃ Rastvoriti talog u HCl (ili HNO ₃) pri čemu nastaje FeCl ₃ 1. $4\text{FeCl}_3 + 3\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ \downarrow $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] + 12\text{KCl}$ (plava boja) dokaz za Fe³⁺ 2. $\text{FeCl}_3 + 6\text{KSCN}$ \downarrow $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{SCN})_6] + 3\text{KCl}$ (crvene boje) dokaz za Fe³⁺	Rastvor: Na₂CrO₄, Na[Al(OH)₄] 1. ukloniti višak H ₂ O ₂ zagrijavanjem 2. dodati koncentrovanu HCl do kisele sredine (lakmus) 3. dodati NH ₄ OH do slabo bazne reakcije, odnosno do pojave mirisa NH ₃ 4. Talog isprati vrućom vodom Talog: Al(OH)₃ Želatinozan talog bijele boje dokaz za Al³⁺ 1. $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{Co}(\text{NO}_3)_2$ \downarrow $\text{Co}(\text{AlO}_2)_2 + 2\text{NO}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ (Tenardovo plavo) dokaz za Al³⁺ 2. $\text{Al}(\text{OH})_3 +$  \downarrow  talog crvene boje dokaz za Al³⁺	Rastvor: Na₂CrO₄ Žuta boja rastvora dokaz za Cr³⁺ 1. Dodati CH ₃ COOH (lakmus) $\text{Na}_2\text{CrO}_4 + \text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ \downarrow $2\text{CH}_3\text{COONa} + \text{PbCrO}_4 \downarrow$ (žute boje) dokaz za Cr³⁺ 2. Dodati CH ₃ COOH (lakmus) $\text{Na}_2\text{CrO}_4 + \text{BaCl}_2$ \downarrow $\text{BaCrO}_4 \downarrow + 2\text{NaCl}$ (žute boje) dokaz za Cr³⁺ 3. Dodati malo etra, kap po kap 1 mol/dm ³ rastvora H ₂ SO ₄ i 2–3 kapi 3% H ₂ O ₂ \downarrow etarski sloj plave boje dokaz za Cr³⁺

Tabela 4.6. Odvajanje i dokazivanje katjona IIIa grupe

1. Dio taloga rastvoriti u hloridnoj kiselini i ovim rastvorom natopiti filter-papir. Na filter-papir dodati nekoliko kapi kobalt(II)-nitrata, a zatim žariti na plameniku. Nakon hlađenja javlja se plava boja, tzv. Tenardovo plavo.
2. Drugom dijelu taloga dodati malo amonijum-hidroksida i svježe pripremljeni alkoholni rastvor alizarina. Ukoliko je prisutan aluminijum(III)-jon, pojavljuje se crveni talog, alizarinski lak.

Hrom(III)-jon se može dokazati iz rastvora na sljedeće načine:

1. Rastvoru dodati sirćetnu kiselinu i nekoliko kapi olovo-acetata, pri čemu nastaje olovo-hromat, talog žute boje.
2. Rastvoru dodati sirćetnu kiselinu i nekoliko kapi barijum-hlorida, pri čemu nastaje barijum-hromat, takođe talog žute boje.
3. Rastvoru dodati sulfatnu kiselinu, malo etra i nekoliko kapi 3% vodonik-peroksida. Plava boja etarskog sloja dokazuje prisustvo jona hroma.

PRAKTIČNI ZADATAK 4.3: Odvajanje i dokazivanje katjona IIIa grupe

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu katjone Fe^{3+} , Al^{3+} i Cr^{3+} iz smješe.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom odvajanja i dokazivanja katjona IIIa grupe, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka, prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja demonstracionih ogleda dokaznih reakcija katjona IIIa grupe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija katjona IIIa analitičke grupe:

a) Fe^{3+}

b) Al^{3+}

c) Cr^{3+}

Nakon odvajanja katjona IIIa analitičke grupe, zagrijanom rastvoru dodati kap po kap bezbojni amonijum-sulfid, zagrijati do ključanja i filtrirati. Talog sadrži sulfide katjona IIIb analitičke grupe.

Talog isprati 1% rastvorom amonijum-hlorida i dodati razblaženu hloridnu kiselinu. Hloridna kiselina rastvara mangan(II)-sulfid i cink(II)-sulfid, pri čemu nastaju hloridi ovih katjona i oslobađa se otrovni vodonik-sulfid.

U talogu ostaju nikel(II)-sulfid i kobalt(II)-sulfid. Talog rastvoriti u carskoj vodi, upariti do suva, a zatim rastvoriti u destilovanoj vodi. Rastvor podijeliti na dva dijela.

Prvom dijelu rastvora dodati amonijum-hidroksid do bazne reakcije (lakmus) i dodati dimetil-gliksim. Nastaje nikel-dimetil-gliksim, talog boje crvene kao malina.

Drugom dijelu rastvora dodati amil-alkohol i amonijum-tiocijanat. Plavo obojeni alkoholni sloj dokaz je prisustva kobalt(II)-jona. Plava boja potiče od amonijum-tetracijano-kobaltata(II).

Rastvor koji sadrži mangan(II)-hlorid i cink(II)-hlorid zagrijavati u digestoru radi uklanjanja vodonik-sulfida. Prisustvo vodonik-sulfida se utvrđuje olovo-acetatnom hartijom. Komadić filter-papira treba natopiti rastvorom olovo(II)-acetata. U prisustvu vodonik-sulfida papir potamni od nastalog olovo(II)-sulfida. Nakon hlađenja rastvoru dodati natrijum-hidroksid, zagrijavati par minuta i filtrirati. Cink(II)-hidroksid je amfoteran, pa nastaje rastvorljivi natrijum-cinkat, dok se u obliku taloga izdvaja mangan(II)-hidroksid.

Nakon filtriranja rastvor natrijum-cinkata se zakiseli sirćetnom kiselinom i podijeli na dva dijela.

U jedan dio rastvora uvodi se vodonik-sulfid, pri čemu nastaje cink(II)-sulfid, talog bijele boje. Cink(II)-jon se može dokazati i suvim putem. Na filter-papir nanijeti dobijeni talog i dodati nekoliko kapi kobalt(II)-nitrata. Nakon žarenja pojaviće se zelena boja (Rinmanovo zeleno).

Drugom dijelu rastvora dodati kalijum-heksacijanoferat(II), pri čemu dolazi do nastajanja bijelog taloga.

Talog mangan(II)-hidroksida dobro isprati i podijeliti na dva dijela.

Prvom dijelu taloga dodati koncentrovanu nitratnu kiselinu i olovo(IV)-oksid na vrh noža. Nakon nekoliko minuta zagrijavanja niz zid epruvete dodati malo destilovane vode i ostaviti da se talog slegne. Ljubičasta boja rastvora koja potiče od permanganove kiseline ukazuje na prisustvo mangan(II)-jona.

Drugom dijelu taloga dodati petostruku količinu natrijum-karbonata i nekoliko kristalića kalijum-nitrata, homogenizovati i topiti. Zeleni rastop natrijum-permanganata dokaz je za mangan(II)-jon.

Rastvor: Ni²⁺, Co²⁺, Mn²⁺, Zn²⁺ i katjoni IV i V analitičke grupe Dodati rastvor (NH ₄) ₂ S		
Talog: NiS, CoS, MnS i ZnS 1. Isprati sa 1% NH ₄ Cl 2. Dodati razblaženu HCl		Rastvor: katjoni IV i V analitičke grupe
Talog: CoS, NiS 1. Talog rastvoriti u carskoj vodi i upariti do suva 2. Suvi ostatak rastvoriti u destilovanoj vodi 3. Dodati NH ₄ OH do slabo bazne reakcije $\text{NiCl}_2 + 2\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2 + 2\text{NH}_4\text{OH}$ \downarrow $2\text{NH}_4\text{Cl} + 2\text{H}_2\text{O} + \text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)_2 \downarrow$ (boje crvene kao malina) dokaz za Ni²⁺ 4. Dodati amil-alkohol $\text{CoCl}_2 + \text{NH}_4\text{SCN}$ \downarrow $2\text{NH}_4\text{Cl} + (\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$ (plave boje) dokaz za Co²⁺	Rastvor: MnCl₂, ZnCl₂ 1. Zagrijavati dok se ne ukloni H ₂ S (proba sa olovo-acetatom hartijom) 2. Dodati koncentrovani NaOH Talog: Mn(OH)₂ Dobro isprati destilovanom vodom 1. $2\text{Mn}(\text{OH})_2 + 10\text{HNO}_3 + 5\text{PbO}_2$ \downarrow $5\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + 6\text{H}_2\text{O} + 2\text{HMnO}_4$ (ljubičaste boja rastvora) dokaz za Mn²⁺ 2. Suvim putem $\text{Mn}(\text{OH})_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{KNO}_3$ \downarrow $\text{KNO}_2 + \text{CO}_2 + \text{NaOH} + \text{Na}_2\text{MnO}_4$ (zeleni rastop) dokaz za Mn²⁺	

Tabela 4.7. Odvajanje i dokazivanje katjona IIIb grupe

PRAKTIČNI ZADATAK 4.4: Odvajanje i dokazivanje katjona IIIb grupe

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu katjone Ni²⁺, Co²⁺, Mn²⁺ i Zn²⁺ iz smješe.

Tokom izvođenja demonstracionih ogleda dokaznih reakcija katjona IIIb grupe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija katjona IIIb analitičke grupe:

a) Ni²⁺

b) Co^{2+}

c) Mn^{2+}

d) Zn^{2+}

4.4.4. ODVAJANJE I DOKAZIVANJE KATJONA IV ANALITIČKE GRUPE

Nakon odvajanja katjona III analitičke grupe bistrom i bezbojnom rastvoru treba dodati hloridnu kiselinu do kisele reakcije (lakmus). Rastvor zagrijavati da bi se uklonio amonijum-sulfid i upariti do suva. Suvi ostatak rastvoriti u destilovanoj vodi, dodati amonijum-hidroksid do slabo bazne reakcije (lakmus) i nekoliko cm^3 ili nekoliko kristalića amonijum-hlorida. Katjoni IV analitičke grupe talože se rastvorom amonijum-karbonata. Amonijum-karbonat se dodaje u kapima do potpunog taloženja, pri čemu nastaju karbonati ovih katjona. Rastvor zagrijavati na temperaturi 60–70°C nekoliko minuta i nakon toga filtrirati.

Talog karbonata katjona IV analitičke grupe isprati toplom destilovanom vodom i dodati sirćetnu kiselinu u malim porcijama uz zagrijavanje, do potpunog rastvaranja taloga. Rastvoru dodati kalijum-dihromat (ili kalijum-hromat). Ukoliko je prisutan barijum(II)-jon, nastaje žuti talog barijum-hromata. Talog barijum-hromata isprati destilovanom vodom, rastvoriti u malo razblažene hloridne kiseline i ispitati u plamenu. Zelena boja plamena dokaz je za prisustvo barijum(II)-jona.

U rastvoru su prisutni stroncijum(II)-jon i kalcijum(II)-jon i višak kalijum-dihromata. Rastvoru dodati natrijum-hidroksid, a zatim kap po kap rastvor natrijum-karbonata do potpunog taloženja stroncijum-karbonata i kalcijum-karbonata. Natrijum-hidroksid neutrališe višak kalijum-dihromata, pri čemu u rastvoru ostaje kalijum-hromat. Rastvor kalijum-hromata nije potreban i odbacuje se. Amonijum-karbonat se dodaje radi ponovnog taloženja karbonata stroncijuma i kalcijuma, da bi se oslobodili žute boje rastvora koja može da ometa dokazivanje.

Talog karbonata dobro isprati vrućom vodom i rastvoriti u sirćetnoj kiselini. Dijelu rastvora dodati zasićeni rastvor kalcijum-sulfata (gipsane vode) i blago zagrijavati. Pojava bijelog kristalnog taloga stroncijum-sulfata ukazuje na prisustvo stroncijum(II)-jona.

Stroncijum(II)-jon se može dokazati i u plamenu. Talog stroncijum-sulfata rastvoriti u malo hloridne kiseline i ispitati u plamenu. Karmin-crvena boja plamena ukazuje na prisustvo stroncijum(II)-jona.

Drugom dijelu rastvora dodati amonijum-oksalat. Bijeli kristalni talog kalcijum-oksalata dokaz je za prisustvo kalcijum(II)-jona. Ovaj jon se takođe može dokazati u plamenu. Cigla-crvena boja plamena dokaz je za prisustvo kalcijum(II)-jona.

<p>Rastvor: Ba²⁺, Sr²⁺, Ca²⁺ i katjoni V analitičke grupe</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Rastvor zakiseliti razblaženom HCl, zagrijavati da bi se uklonio (NH₄)₂S i upariti do suva 2. Suvi ostatak rastvoriti u destilovanoj vodi, dodati NH₄OH (lakmus) i nekoliko cm³ ili nekoliko kristalića NH₄Cl 3. Dodati u kapima rastvor (NH₄)₂CO₃ do potpunog taloženja i zagrijavati na 60–70°C nekoliko minuta 			
<p>Talog: BaCO₃, SrCO₃, CaCO₃</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Isprati toplom destilovanom vodom 2. Dodati 2 mol/dm³ CH₃COOH u malim porcijama 3. Dodati K₂Cr₂O₇ (ili K₂CrO₄) 			<p>Rastvor: katjoni V analitičke grupe</p>
<p>Talog: BaCrO₄ ↓ Talog žute boje dokaz za Ba²⁺</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Talog isprati destilovanom vodom 2. Rastvoriti u malo razblažene HCl 3. Ispitati u plamenu (svijetlozelena boja plamena) dokaz za Ba²⁺ 	<p>Rastvor: Sr(CH₃COO)₂, Ca(CH₃COO)₂ i višak K₂Cr₂O₇</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Dodati rastvor NaOH (lakmus) 2. Dodati rastvor Na₂CO₃ do potpunog taloženja 		
	<p>Talog: SrCO₃, CaCO₃</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Dobro isprati vrućom vodom 2. Rastvoriti u 2 mol/dm³ CH₃COOH 3. Dodati nekoliko kapi CaSO₄ 4. Dodati zasićen rastvor (NH₄)₂SO₄ do potpunog taloženja 	<p>Rastvor: K₂CrO₄ K₂CrO₄ nije potreban i odbacuje se</p>	
<p>Talog: SrSO₄ Bijeli kristalni talog dokaz za Sr²⁺</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Talog isprati destilovanom vodom 2. Rastvoriti u HCl uz zagrijavanje 3. Ispitati u plamenu (karmin-crvena boja plamena) dokaz za Sr²⁺ 	<p>Rastvor: Ca²⁺ Dodati razblaženi NH₄OH (lakmus) i nekoliko kapi (NH₄)₂C₂O₄</p> $\text{CaCl}_2 + (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \downarrow$ $2\text{NH}_4\text{Cl} + \text{CaC}_2\text{O}_4 \downarrow$ <p>(bijeke boje) dokaz za Ca²⁺</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Talog isprati destilovanom vodom 2. Rastvoriti u malo razblažene HCl 3. Ispitati u plamenu (cigla-crvena boja plamena) dokaz za Ca²⁺ 		

Tabela 4.8. Odvajanje i dokazivanje katjona IV grupe

PRAKTIČNI ZADATAK 4.5: Odvajanje i dokazivanje katjona IV grupe

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu katjone Ba^{2+} , Sr^{2+} i Ca^{2+} iz smješe.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom odvajanja i dokazivanja katjona IV grupe, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka.

Tokom izvođenja demonstracionih ogleda dokaznih reakcija katjona IV grupe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija katjona IV analitičke grupe:

a) Ba^{2+}

b) Sr^{2+}

c) Ca^{2+}

4.4.5. ODVAJANJE I DOKAZIVANJE KATJONA V ANALITIČKE GRUPE

Katjoni V analitičke grupe su bezbojni. Većina njihovih soli je lako rastvorljiva u vodi. Ova grupa katjona nema grupni reagens.

Da bi se dokazali katjoni V analitičke grupe, filtrat nakon odvajanja katjona IV analitičke grupe treba upariti u digestoru do suva radi uklanjanja amonijumove soli. Treba uparavati sve dok soli ne počnu da kristališu, potom ostaviti da se ohladi. Zatim se pomoću 3–4 kapi koncentrovane nitratne kiseline speru kristali sa zidova čaše i sve se opet pažljivo upari do suva, a suvi ostatak se zagrijava dok se para azotnih oksida i drugih isparljivih supstanci ne izgubi. Suvi ostatak se rastvori u malo vode. Rastvor se podijeli na četiri dijela tako da se u jednom dijelu dokazuju joni kalijuma, u drugom joni natrijuma, u trećem joni magnezijuma, a u četvrtom joni litijuma.

Amonijačni jon se dokazuje iz originalnog rastvora. U dio originalnog rastvora, u epruvetu, dodati natrijum-hidroksid u višku i zagrijati. Nad otvorom epruvete držati ovlažen crveni lakmus. Promjena boje lakmusa u plavu dokaz je prisustva amonijačnog jona.

Na ovaj način može se izvesti reakcija s filter-papirom ovlaženim rastvorom živa(I)-nitrata. U prisustvu amonijačnog jona dolazi do pojave žute ili mrke mrlje. Takođe, ako se dijelu originalnog rastvora koji se nalazi u epruveti doda Neslerov reagens, dolazi do pojave taloga žutomrke boje.

Dijelu rastvora koji ostaje nakon odvajanja katjona ostalih analitičkih grupa katjona dodati amonijum-hidroksid. Zamućen rastvor ukazuje na građenje magnezijum-hidroksida. Nastali talog se rastvara u amonijum-hloridu, a ponovo gradi dodatkom amonijum-hidrogenfosfata. Kristalni talog bijele boje dokaz je za prisustvo magnezijum(II)-jona.

Dijelu rastvora dodati malo alkohola i nekoliko kapi perhloratne kiseline. Talog kalijum-perhlorata koji je bijele boje dokaz je za prisustvo kalijum(I)-jona. Kalijum(I)-jon može se dokazati i kada se rastvoru nakon odvajanja amonijačnog jona doda svježe pripremljeni rastvor natrijum-heksanitrokobaltata(III), pri čemu nastaje talog žute boje. Takođe, kalijum(I)-jon se može dokazati i suvim putem. Kalijumove soli boje plamen ljubičasto.

Kalijum-piroantimonat u reakciji s jonima natrijuma iz rastvora natrijum-dihidropiroantimonijata, daje kristalni talog bijele boje. Joni natrijuma mogu se dokazati u plamenu, pošto soli natrijuma boje plamen žuto.

Litijum(I)-jon može se dokazati u plamenu. Soli litijuma boje plamen svijetlocrveno.

Rastvor: NH_4^+ , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , Li^+		
NH_4^+ 1. + NaOH u višku, zagrijavati (oštar miris amonijaka) dokaz za NH_4^+ 2. + filter-papir natopljen $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ (papir pocrni) dokaz za NH_4^+ 3. + Neslerov reagens ↓ $[\text{Hg}_2\text{ONH}_2]\text{I} \downarrow$ (žute ili mrke boje) dokaz za NH_4^+ Mg^{2+} + NH_4OH ↓ $\text{Mg}(\text{OH})_2 \downarrow$ (bijele boje) + $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ↓ $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \downarrow$ (bijele boje) dokaz za Mg^{2+}	Rastvor: NH_4^+, Mg^{2+}, Na^+, K^+ 1. Upariti do suva 2. Ukloniti amonijumove soli blagim zagrijavanjem 3. Ostatak rastvoriti u H_2O	
	Rastvor: Na^+, K^+, Li^+ K^+ 1. + HClO_4 + alkohol (na hladno) ↓ $\text{KClO}_4 \downarrow$ (bijele boje) dokaz za K^+ 2. + $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ ↓ $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \downarrow$ (žute boje) dokaz za K^+ 3. ljubičasta boja plamena dokaz za K^+ Na^+ 1. + $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7$ ↓ $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7 \downarrow$ (bijele boje) dokaz za Na^+ 2. intenzivno žuta boja plamena koja dugo traje dokaz za Na^+ Li^+ Svijetlocrvena boja plamena dokaz za Li^+	Talog: MgO ili MgCO_3 nije potreban

Tabela 4.9. Odvajanje i dokazivanje katjona V grupe

PRAKTIČNI ZADATAK 4.6: Odvajanje i dokazivanje katjona V grupe

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu katjone NH_4^+ , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ i Li^+ iz smješe.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom odvajanja i dokazivanja katjona V grupe, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu. Podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja demonstracionih ogleda dokaznih reakcija katjona V grupe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija katjona V analitičke grupe:

a) NH_4^+

b) Mg^{2+}

c) Na^+

d) K^+

e) Li^+

4.5. PODJELA ANJONA PO ANALITIČKIM GRUPAMA

Podjela anjona u analitičke grupe i njihovo dokazivanje zasniva se na njihovim hemijskim svojstvima, na osnovu kojih su utvrđeni i grupni reagensi. Postoji više metoda za podjelu anjona u analitičke grupe. Podjele se zasnivaju prema:

- ponašanju anjona prema rastvorima soli kalcijuma, barijuma, srebra, magnezijuma i dr. (nastaju teško rastvorljivi talozi);
- rastvorima kiselina (najčešće nastaju gasovi);
- oksidacionim ili redukcionim sredstvima (nastaju karakteristično obojena jedinjenja).

Ne postoji opšta klasifikacija anjona u analitičke grupe. Različiti autori predlažu podjelu anjona na sedam analitičkih grupa, na pet analitičkih grupa, na tri analitičke grupe, pa čak i na dvije analitičke grupe. U ovom udžbeniku data je podjela anjona na tri analitičke grupe.

Prvu grupu čine anjoni koji s rastvorljivim solima kalcijuma i barijuma grade soli nerastvorne u neutralnoj i alkalnoj sredini.

Drugu grupu čine anjoni koji s jonima srebra grade soli rastvorne u nitratnoj kiselini koncentracije 2 mol/dm³.

Treću grupu čine anjoni koji ne grade nerastvorne soli s grupnim reagensima za prvu i drugu grupu anjona.

Analit. grupa	Anjoni	Grupni reagens
I	SO ₄ ²⁻ , PO ₄ ³⁻ , CO ₃ ²⁻ , C ₂ O ₄ ²⁻ , C ₄ H ₄ O ₆ ²⁻	joni Ca ²⁺ i Ba ²⁺
II	Cl ⁻ , CN ⁻ , S ²⁻	AgNO ₃
III	ClO ₃ ⁻ , ClO ₄ ⁻ , NO ₃ ⁻ , CH ₃ COO ⁻	nema

Tabela 4.10.
Podjela anjona u analitičke grupe

4.6. DOKAZNE REAKCIJE ANJONA

4.6.1. PRVA ANALITIČKA GRUPA ANJONA

Prvoj analitičkoj grupi anjona pripadaju sulfati (SO₄²⁻), fosfati (PO₄³⁻), karbonati (CO₃²⁻), oksalati (C₂O₄²⁻) i tartarati (C₄H₄O₆²⁻).

4.6.1.1. Sulfat-jon: SO₄²⁻

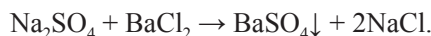
Sulfati su soli sulfatne kiseline (H₂SO₄). Sulfatna kiselina je jaka dvobazna kiselina. Koncentrovana kiselina je uljasta tečnost koja se dobro rastvara u vodi. Miješanjem s većom količinom vode oslobađa toplotu, pri čemu dolazi do burne reakcije. Razblažuje se vodom tako što se male količine kiseline postepeno sipaju u vodu, a nikada obratno. Koncentrovana

sulfatna kiselina je jako oksidaciono sredstvo. Dužim stajanjem može da požuti usljed oksidovanja organskih materija. Sulfati barijuma, stroncijuma i olova su praktično nerastvorni u vodi. Sulfati kalcijuma i žive(II) su slabo rastvorni, dok je većina sulfata ostalih metala rastvorna.

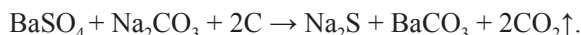
Reakcije sulfatnog jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor natrijum-sulfata, Na_2SO_4 .

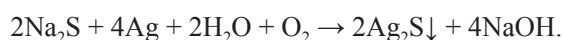
Soli barijuma grade sa sulfatima slabo rastvorljivi barijum-sulfat koji je bijele boje:



Topljenjem barijum-sulfata s natrijum karbonatom na drvenom uglju nastaje natrijum-sulfid:



Kada se natrijum-sulfid stavi na srebrni lim i ovlaži, nastaje crna mrlja srebro(I)-sulfida u prisustvu kiseonika iz vazduha:



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za fosfatni i sulfatni jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=2zr8u0x6raI>

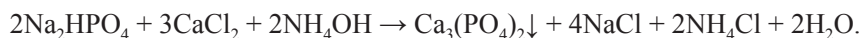
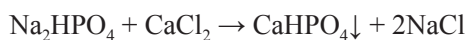
4.6.1.2. Fosfat-jon: PO_4^{3-}

Fosfati su soli fosfatne kiseline (H_3PO_4). Fosfatna kiselina je trobazna umjereno jaka kiselina. Jaka kiselina je po prvom stepenu disocijacije (H_2PO_4^-), a slaba po drugom i trećem stepenu disocijacije (HPO_4^{2-} i PO_4^{3-}). To je sirupasta tečnost. Osim alkalnih i amonijum-fosfata, svi ostali se teško rastvaraju u vodi.

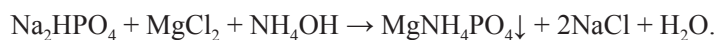
Reakcije fosfatnog jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor natrijum-hidrogenfosfata, Na_2HPO_4 .

Joni kalcijuma i barijuma sa fosfatnim jonima grade hidrogenfosfate u neutralnim rastvorima, a neutralne fosfate u amonijačnim rastvorima:



U reakciji s magnezijum-hloridom, u prisustvu amonijum-hidroksida i amonijum-hlorida, nastaje bijeli kristalni talog magnezijum-amonijum-fosfata:



Amonijum-molibdat sa fosfatnim jonima u kiseloj sredini u prisustvu koncentrovane nitratne kiseline taloži kompleksno jedinjenje složene strukture u obliku žutog taloga:





Putem linka i QR koda možete vidjeti kako nastaje žuti talog amonijum-fosforomolibdata.

<https://www.youtube.com/watch?v=FEFZII9SB7Y>

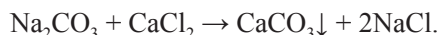
4.6.1.3. Karbonat-jon: CO_3^{2-}

Karbonati su soli karbonatne kiseline (H_2CO_3). Karbonatna kiselina je slaba dvobazna kiselina, nepostojana je i razlaže se na ugljenik(IV)-oksid i vodu. U vodi se rastvaraju jedino karbonati alkalnih metala (osim litijuma) i amonijuma, kao i bikarbonati zemnoalkalnih metala.

Reakcije karbonatnog jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor natrijum-karbonata, Na_2CO_3 .

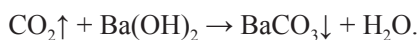
Joni kalcijuma i barijuma s karbonatima grade bijele kristalne taloge:



Talozi karbonata rastvorljivi su u kiselinama, pri čemu se izdvaja ugljenik(IV)-oksid:



Uvođenjem ugljenik(IV)-oksida u barijum-hidroksid (baritnu vodu), nastaje замуćenje koje potiče od barijum-karbonata:



Uvođenjem ugljenik(IV)-oksida u velikom višku, dolazi do rastvaranja barijum-karbonata, pri čemu nastaje barijum-hidrogenkarbonat:



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za karbonatni jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=YXfqD2Ka9Nc>

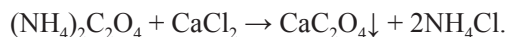
4.6.1.4. Oksalat-jon: $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$

Oksalati su soli oksalne kiseline ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$). Oksalna kiselina je bezbojna kristalna supstanca koja kristališe s dva molekula vode. To je dvobazna kiselina srednje jačine. Ova kiselina i njene soli su otrovni. Oksalati alkalnih metala i gvožđa(II) su rastvorni, dok su ostali oksalati nerastvorni ili slabo rastvorni u vodi.

Reakcije oksalatnog jona

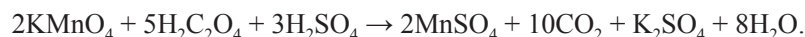
Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori amonijum-oksalata, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, ili natrijum-oksalata, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Joni kalcijuma iz rastvora oksalata talože bijeli kalcijum-oksalat:



Nastali kalcijum-oksalat se slabo rastvara u sirćetnoj kiselini.

Kalijum-permanganat oksiduje oksalate u prisustvu sulfatne kiseline, pri čemu se rastvor obezbojava:



S obzirom na to da i druge supstance obezbojavaju rastvor kalijum-permanganata, ova reakcija nije specifična, pa se oksalat dokazuje tek nakon uvođenja ugljenik(IV)-oksida u krečnu ili baritnu vodu.

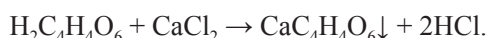
4.6.1.5. Tartarat-jon: $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$

Tartarati su soli vinske kiseline ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$). Vinska kiselina je bezbojna kristalna supstanca, ubraja se u dvobazne kiseline srednje jačine. Veoma je rastvorna u vodi. Normalni tartarati alkalnih metala su lako rastvorni u vodi.

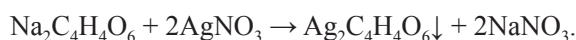
Reakcije tartaratnog jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori vinske kiseline, $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ili kalijum-tartarata, $\text{K}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$.

Joni kalcijuma i barijuma iz rastvora tartarata koji ne sadrži amonijum-jone talože bijeli talog:



U reakciji srebro-nitrata s natrijum-tartaratom nastaje bijeli sirasti talog srebro-tartarata:



Srebro-tartarat se taloži iz neutralnih rastvora tartarata, a ne taloži se iz rastvora vinske kiseline. Rastvara se u amonijum-hidroksidu. Tokom stajanja u vodenom kupatilu (10–15 minuta) na zidovima epruvete izdvaja se elementarno srebro (srebrno ogledalo).

4.6.2. DRUGA ANALITIČKA GRUPA ANJONA

Drugoj analitičkoj grupi anjona pripadaju hloridi (Cl^-), cijanidi (CN^-) i sulfidi (S^{2-}).

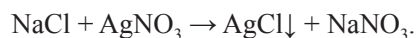
4.6.2.1. Hlorid-jon: Cl^-

Hloridi su soli hloridne kiseline (HCl). Hloridna kiselina je jaka jednobazna kiselina. Katjoni prve analitičke grupe daju nerastvorljive hloride, dok je većina ostalih hlorida rastvorljiva u vodi.

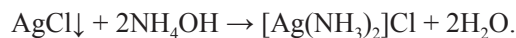
Reakcije hloridnog jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor natrijum-hlorida, NaCl.

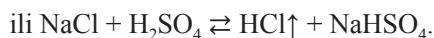
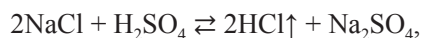
Rastvorni hloridi s jonima srebra grade bijeli sirasti talog srebro-hlorida:



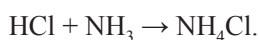
Talog srebro-hlorida je rastvorljiv u amonijum-hidroksidu, a ne rastvara se u nitratnoj kiselini:



Čvrsti hloridi se razlažu pri zagrijavanju s koncentrovanom sulfatnom kiselinom, pri čemu nastaje gasoviti hlorovodonik:



Kada se iznad reakcione smješe stavi štapić ovlažen rastvorom amonijaka, pojavljuje se bijeli dim amonijum-hidroksida:



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za hloridni jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=CDFd0tmWzZ0>

4.6.2.2. Cijanid-jon: CN^-

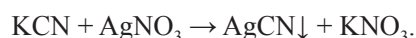
Cijanidi su soli cijanidne kiseline (HCN). Cijanidna kiselina je slaba, jednobazna kiselina. Ona je bezbojna, veoma otrovna tečnost koja ključa na 26°C . Cijanidi alkalnih i zemnoalkalnih metala su rastvorni u vodi.

Napomena: Svi cijanidi su veoma otrovni, a slobodna cijanidna kiselina je isparljivo i veoma toksično jedinjenje. Eksperimenti za dokazivanje cijanida moraju se izvoditi u digestoru.

Reakcije cijanidnog jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor kalijum-cijanida, KCN .

Joni srebra iz rastvora cijanida talože bijeli srebro-cijanid:



Srebro-cijanid se ne rastvara u razblaženoj nitratnoj kiselini.

Gvožđe(II)-sulfat u reakciji s kalijum-cijanidom gradi kompleksno jedinjenje plave boje:



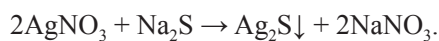
4.6.2.3. Sulfid-jon: S^{2-}

Sulfidi su soli sulfidne kiseline (H_2S) i ubrajaju se u jaka redukciona sredstva. Sulfidna kiselina je veoma slaba dvobazna kiselina i rastvara se u vodi. Normalni i polisulfidi alkalnih metala su rastvorni u vodi, dok su sulfidi zemnoalkalnih metala slabo rastvorni u vodi.

Reakcije sulfidnog jona

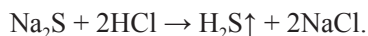
Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor natrijum-sulfida, Na_2S .

Joni srebra iz rastvora sulfida talože crni talog srebro-sulfida:



Srebro-sulfid se ne rastvara u nitratnoj kiselini.

Hloridna kiselina iz rastvora sulfida izdvaja vodonik-sulfid:



Vodonik-sulfid se prepoznaje po specifičnom mirisu ili po crnoj mrlji na olovo-acetatnoj hartiji.



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za sulfidni jon.

https://www.youtube.com/watch?v=Ilmxb_Es3fo

4.6.3. TREĆA ANALITIČKA GRUPA ANJONA

Trećoj analitičkoj grupi katjona pripadaju hlorati (ClO_3^-), perhlorati (ClO_4^-), nitrati (NO_3^-) i acetati (CH_3COO^-).

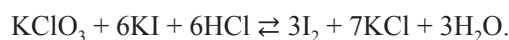
4.6.3.1. Hlorat-jon: ClO_3^-

Hlorati su soli hloratne kiseline (HClO_3). Hloratna kiselina je veoma jaka kiselina. Ona je bezbojna, potpuno disosovana u vodenim rastvorima i ubraja se u jaka oksidaciona sredstva. Svi hlorati su rastvorni u vodi.

Reakcije hloratnog jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor kalijum-hlorata, KClO_3 .

Kalijum-jodid se u prisustvu hlorata u kiseloj sredini oksiduje u elementarni jod:



Jod se dokazuje skrobom, koji se u prisustvu joda boji plavom bojom.

Sumpor(IV)-oksid i alkalni sulfidi redukuju hlorate iz kiselog rastvora u hloride:



Nastali hloridi mogu se dokazati rastvorom srebra-nitrata.

4.6.3.2. Perhlorat-jon: ClO_4^-

Perhlorati su soli perhloratne kiseline (HClO_4). Perhloratna kiselina je veoma jaka, potpuno disosovana u vodenim rastvorima i ima tačku ključanja 39°C . Ubraja se u jaka oksidaciona sredstva. Perhlorati su rastvorni u vodi.

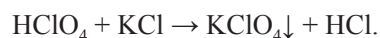


Napomena: Perhlorati su eksplozivni!

Reakcije perchloratnog jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor natrijum-perchlorata, NaClO_4 .

Kalijum-hlorid s jonima perchlorata iz rastvora gradi bijeli kristalni talog kalijum-perchlorata:



U reakciji kalijum-jodida s perchloratnom kiselinom i perchloratima ne izdvaja se elementarni jod.

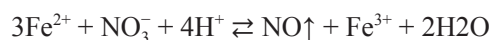
4.6.3.3. Nitrat-jon: NO_3^-

Nitrati su soli nitratne kiseline (HNO_3). Nitratna kiselina je bezbojna, jednobazna kiselina, spada u grupu jakih kiselina. Ubraja se u jaka oksidaciona sredstva. Nitrati se dobro rastvaraju u vodi, osim onih koji hidrolizom daju nerastvorljive bazne soli (npr. bizmut-nitrat). Reakcije za dokazivanje nitrata zasnivaju se na oksido-redukciji.

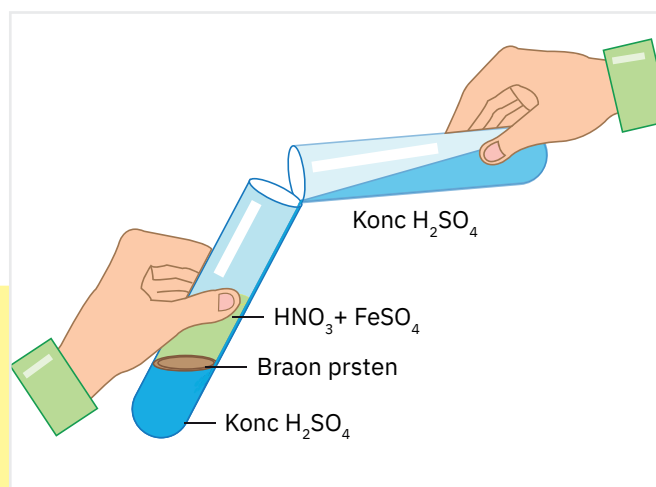
Reakcije nitratnog jona

Za izvođenje reakcija najčešće se koriste rastvori natrijum-nitrata, NaNO_3 ili kalijum-nitrata, KNO_3 .

Zasićeni rastvor gvožđe(II)-sulfata s nitratima gradi mrkoljubičasto kompleksno jedinjenje nitrozilferat(II)-sulfat u prisustvu koncentrovane sulfatne kiseline:



Kada su nitrati prisutni u malim količinama, nitrozilferat(II)-sulfat se formira kao mrki prsten na granici gdje se dodiruju gvožđe(II)-sulfat i pažljivo dodata koncentrovana sulfatna kiselina. Ovaj prsten nestaje mućkanjem i zagrijavanjem, pri čemu se izdvaja azot(II)-oksid i rastvor postaje žutomrke boje (slika 4.42).



Slika 4.42.
Dokazna reakcija
za nitrat-jon



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokaznu reakciju za nitratni jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=PMUG7DrFjKw>

Nitrati se redukuju do amonijaka pri kujanju u alkalnim rastvorima s cinkom ili aluminijumom:



4.6.3.4. Acetat-jon: CH_3COO^-

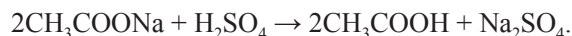
Acetati su soli sirćetne kiseline (CH_3COOH). Slobodna sirćetna kiselina je bezbojna tečnost oštrog mirisa, koja se miješa s vodom u svim odnosima. Ima korozivno (nagrizajuće) dejstvo na kožu. Ona je slaba, jednobazna organska kiselina, čije se soli dobro rastvaraju u

vodi. Srebro-acetat i živa(I)-acetat su slabo rastvorni, dok su bazni acetati gvožđa, aluminijuma i hroma nerastvorni u vodi.

Reakcije acetatnog jona

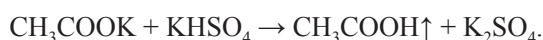
Za izvođenje reakcija najčešće se koristi rastvor natrijum-acetata, CH_3COONa .

Sulfatna kiselina iz rastvora acetata istiskuje sirćetnu kiselinu:



Sirćetna kiselina se prepoznaje po svom oštrom, karakterističnom mirisu.

Karakterističan miris sirćetne kiseline oslobađa se i prilikom homogenizacije (sitnjenja, trljanja) čvrstog kalijum-hidrogensulfata sa čvrstim acetatima u avanu:



Putem linka i QR koda možete vidjeti dokazne reakcije za acetatni jon.

<https://www.youtube.com/watch?v=Iqn4UdKY1MY>

4.7. ODVAJANJE I DOKAZIVANJE ANJONA PO ANALITIČKIM GRUPAMA

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih ogleda u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za odvajanje i dokazivanje anjona po analitičkim grupama; uvježbaćeš dokazne reakcije anjona; demonstriraćeš odvajanje i dokazivanje anjona po analitičkim grupama; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

Anjoni najčešće ne smetaju jedan drugom pri dokazivanju, za razliku od katjona. Pojedini anjoni mogu se dokazati u posebnim zapreminama ispitivanog rastvora, pa se sistematskoj analizi anjona pristupa samo u najsloženijim slučajevima.

Analiza anjona najčešće se vrši nakon analize katjona. Tokom analize katjona mogu se dobiti određene indikacije ili dokazi o prisustvu pojedinih anjona.

Ukoliko uzorak sadrži samo natrijumove, kalijumove i amonijumove soli koje su lako rastvorljive u vodi, anjoni se mogu dokazati direktno iz rastvora. Ukoliko rastvor sadrži katjone svih grupa, a u analizi postoji talog, prije dokazivanja anjone je potrebno prevesti u rastvor.

Analizu pojedinih anjona ometaju ili čak onemogućavaju katjoni teških metala i nekih drugih metala. Katjoni teških metala i drugi nepoželjni sastojci supstanci mogu se ukloniti pripremanjem tzv. **sodnog ekstrakta**.

Ispitivanom rastvoru može se dodati natrijum-karbonat u čvrstom stanju ili njegov zasićeni rastvor. Tokom kuvanja sodnog ekstrakta dolazi do taloženja neželjenih katjona u obliku nerastvornih karbonata, baznih karbonata, hidroksida ili oksida.

Nakon hlađenja talog se odvaja od rastvora filtracijom. Dobijeni rastvor odnosno sodni ekstrakt koristi se za dokazivanje anjona. Iz ovog rastvora mogu se dokazati svi anjoni osim karbonata, acetata i fosfata. Karbonati i acetati se mogu dokazati iz početnog ispitivanog rastvora, dok se fosfati dokazuju iz rastvora koji se dobija nakon odvajanja II analitičke grupe katjona. U tabeli su date dokazne reakcije nekih anjona, anjoni koji ometaju njihovo dokazivanje, kao i mogućnost otklanjanja ovih smetnji.

Anjon	Dokazna reakcija	Dokazivanje ometa	Otklanjanje smetnji
SO_4^{2-}	$\text{HCl} + \text{BaCl}_2$	F^- , SiF_6^{2-}	Rastvara se u koncentrovanoj hloridnoj kiselini. Talog se redukuje u plamenu, hepar reakcija .
PO_4^{3-}	$\text{HNO}_3 + (\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$	AsO_4^{2-}	Dokazuje se PO_4^{3-} nakon taloženja s vodonik-sulfidom
		$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	Oksiduje se pomoću vodonik-peroksida
CO_3^{2-}	HCl , a gas se uvodi u $\text{Ba}(\text{OH})_2$	SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	Oksiduje se u alkalnom rastvoru pomoću hlorne ili bromne vode
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{KMnO}_4$ i dokazivanje CO_2	redukciona sredstva	Višak permanganata
		$\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$	Eliminiše se pomoću kalijum-hlorida $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ se staloži pomoću kalijum-hlorida i radi s talogom
Cl^-	$\text{HNO}_3 + \text{AgNO}_3$	Br^- , I^-	Sve se staloži pomoću srebro-nitrata, talog se ekstrahuje pomoću amonijum-hidroksida i zakiseli pomoću nitratne kiseline
		CN^-	Eliminiše se pomoću: $\text{CuSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_3$
S^{2-}	rastvor se jako zakiseli razblaženom hloridnom kiselinom, a gas koji se razvija ispituje se olovo-acetatnom hartijom	izostaje kod sulfida koji se ne rastvaraju u hloridnoj kiselini	Eliminiše se ekstrahovanjem pomoću ugljen-disulfida
	supstanca + razblažena hloridna kiselina + Zn i blago zagrijavanje, gas koji se izdvaja ispituje se pomoću olovo-acetatne hartije	SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ elementarni sumpor	Radi se samo sa dijelom rastvora koji se ne rastvara u razblaženoj hloridnoj kiselini Eliminiše se ekstrahovanjem pomoću ugljen-disulfida

Sodni ekstrakt

je rastvor koji se priprema kuvanjem ispitivanog rastvora s natrijum-karbonatom.

Hepar reakcija – izvodi

se tako što se vrši žarenje ispitivane supstance pomiješane s viškom natrijum-karbonata i drvenog uglja u plamenu duvaljke. Na limu će se pojaviti crna mrlja ako je u ispitivanoj supstanci prisutan sumpor u bilo kom obliku.

Tabela 4.11.
Najvažnije dokazne reakcije pojedinih anjona, anjoni koji ometaju dokazivanje i način izbjegavanja ovih smetnji

ClO_3^-	rastvor se redukuje pomoću SO_3^{2-} ili Zn u alkalnoj ili kiseloj sredini, a zatim: $\text{HNO}_3 + \text{AgNO}_3$	Cl^- , Br^- , I^- , CN^- , ClO^-	Prije redukcije eliminiše se ClO^- pomoću Hg, ostali anjoni se stalože pomoću srebro-nitrata
		BrO_3^- , IO_3^-	Sve se staloži pomoću srebro-nitrata, a Cl^- se dokazuje dokaznim reakcijama
ClO_4^-	žarenjem se pretvara u hlorid, a zatim djeluje: $\text{HNO}_3 + \text{AgNO}_3$	Cl^- , Br^- , I^- , ClO^- , ClO_3^- , BrO_3^- , IO_3^-	Prije žarenja se redukuju pomoću: $\text{Zn} + \text{H}_2\text{SO}_4$ i talože sa srebro-nitratom
NO_3^-	$\text{FeSO}_4 + \text{konc. H}_2\text{SO}_4$	NO_2^-	Kod veoma razblaženih rastvora dokazuje se NO_3^- pomoću brucina, a eliminiše se pomoću $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$
		Br^- , I^- , CN^-	Taloži se pomoću srebro-sulfata
	NaOH + Zn u prahu	ClO_3^- , BrO_3^- , IO_3^- , CrO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	Taloži se pomoću srebro-sulfata
		NH_4^+	Eliminiše se kuvanjem s natrijum-hidroksidom
	NO_2^-	Eliminiše se kuvanjem s natrijum-hidroksidom	

PRAKTIČNI ZADATAK 4.7: Odvajanje i dokazivanje anjona I grupe

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu anjone SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$ iz smješe.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom odvajanja i dokazivanja anjona I grupe, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja demonstracionih oglada dokaznih reakcija anjona I grupe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija anjona I analitičke grupe:

a) SO_4^{2-}

b) PO_4^{3-}



PRAKTIČNI ZADATAK 4.8: Odvajanje i dokazivanje anjona II grupe

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu anjone Cl^- , CN^- , S^{2-} iz smješe.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom odvajanja i dokazivanja anjona II grupe, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu. Podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja demonstracionih oglada dokaznih reakcija anjona II grupe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija anjona II analitičke grupe:



b) CN^-

c) S^{2-}

PRAKTIČNI ZADATAK 4.9: Odvajanje i dokazivanje anjona III grupe

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu anjone ClO_3^- , ClO_4^- , NO_3^- , CH_3COO^- iz smješe.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom odvajanja i dokazivanja anjona III grupe, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu. Podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja demonstracionih oglada dokaznih reakcija anjona III grupe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija anjona III analitičke grupe.

a) ClO_3^-

b) ClO_4^-



4.8. DOKAZIVANJE JONA U REALNOM UZORKU

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih ogleda u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za izvođenje samostalne analize ako je data smješa soli; uvježbaćeš dokazne reakcije katjona i anjona iz smješe; demonstriraćeš odvajanje i dokazivanje katjona i anjona; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

Tok analize:

U proizvoljnom uzorku smješe soli odredi prisustvo katjona i anjona. Prisustvo nekih katjona utiče na tok analize anjona, i obrnuto. Dokazivanje u smješi će biti lakše ako se prethodno izvrše ispitivanja originalnog uzorka:

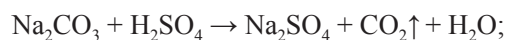
- posmatranje boje uzorka i izgleda;
- posmatranje boje plamena;
- reakcija s razblaženom sulfatnom kiselinom;
- reakcija s koncentrovanom sulfatnom kiselinom;
- reakcija s kalijum-permanganatom, odnosno jodom;
- reakcija s kalijum-jodidom.

Uzorak može biti bijele boje. Ako je boja uzorka plava, mogu biti prisutne soli bakra(II); svijetlozelena – soli nikla(II) i gvožđa(II); žućkastobijela – soli živa(II); ružičasta – soli kobalta(II) i mangana(II); tamnozeleno – soli hroma(III); tamnožuta – soli gvožđa(III); tamno-ljubičasta od permanganata, a narandžasta od hromata i dihmomata.

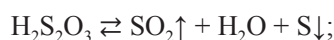
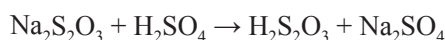
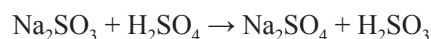
Isparljive soli nekih jedinjenja (katjona) boje plamen karakterističnom bojom. Soli natrijuma – žuto; kalijuma – ljubičasto; barijuma – zeleno; bakra(II) – zeleno; kalcijuma – cigla-crveno; stroncijuma – svijetlocrveno, dok borati boje plamen svijetlozeleno.

U reakciji soli slabih kiselina (npr. Na_2SO_3 , Na_2CO_3 , Na_2S) s razblaženom sumpornom kiselinom oslobađaju se gasovi koji su karakteristični za dokazne reakcije anjona:

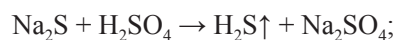
- iz karbonata oslobađa se ugljenik(IV)-oksid:



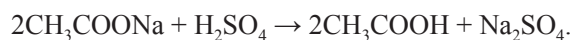
- iz sulfita i tiosulfata oslobađa se sumpor(IV)-oksid:



- iz sulfida oslobađa se vodonik-sulfid:



- iz acetata nastaje sirćetna kiselina:



S kalijum-permanganatom u kiseloj sredini od anjona reaguju hloridi, bromidi, jodidi, tartarati, oksalati, sulfiti, sulfidi, tiosulfati, a od katjona kalaj(II) i gvožđe(II)-jon.

Jod reaguje sa sulfitima, sulfidima i tiosulfatima. Joni gvožđa(III) i bakra(II) reaguju s kalijum-jodidom, a od anjona s kalijum-jodidom reaguju hlorati, bromati, jodati i perhlorati.

Nakon prethodnih ispitivanja vrši se sistematska analiza katjona i anjona po grupama, a prvi korak je rastvaranje uzorka.

PRAKTIČNI ZADATAK 4.10: Izvođenje samostalne analize ako je data smješa soli: olovo-acetata, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ i kalcijum-karbonata, CaCO_3 .

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da odvoje i dokažu jone iz smješe soli: olovo-acetata, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ i kalcijum-karbonata, CaCO_3 .

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom odvajanja i dokazivanja jona iz smješe, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu. Dobijene podatke koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja demonstracionih oglada dokaznih reakcija jona iz smješe napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija jona.

a) Pb^{2+}



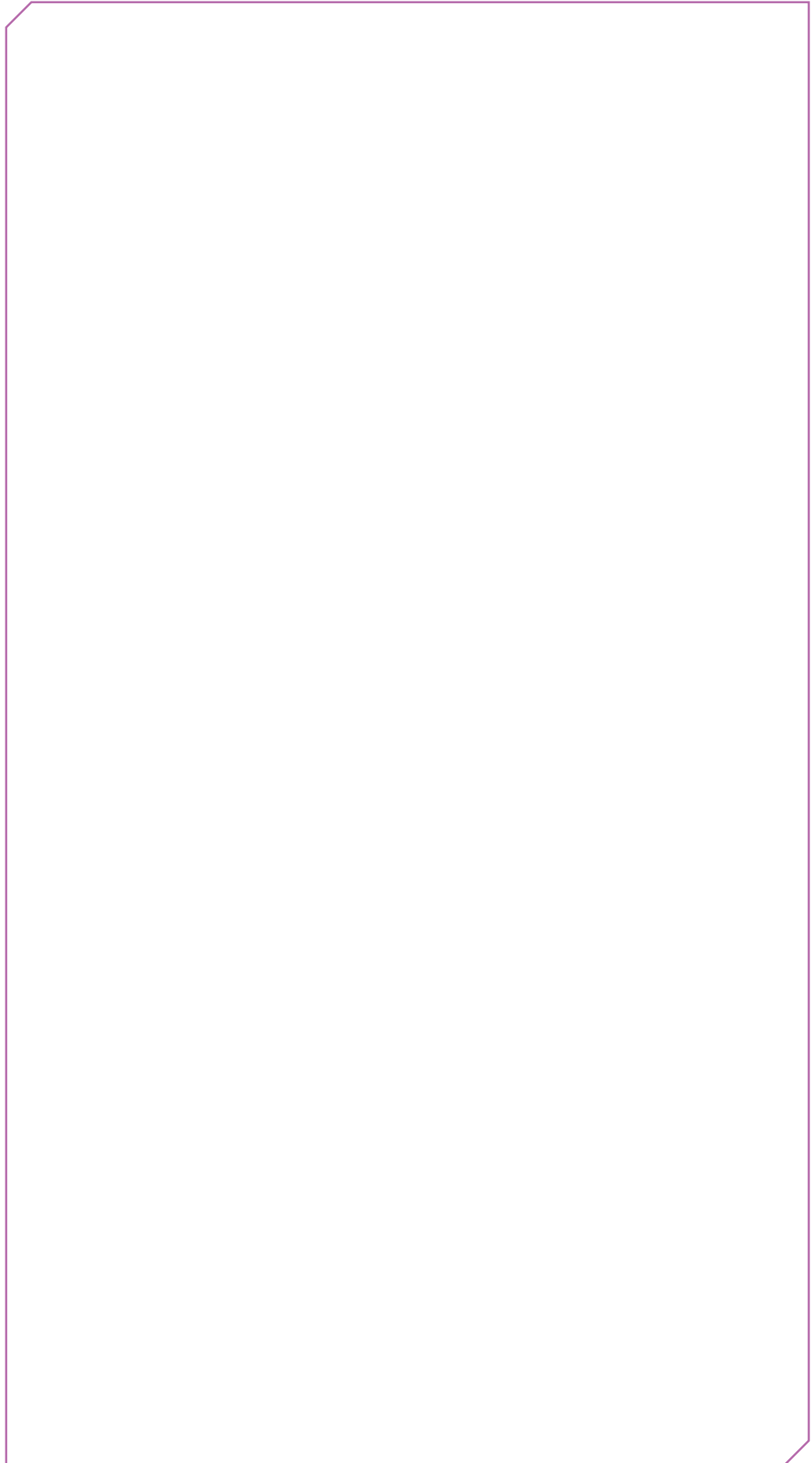
PRAKTIČNI ZADATAK 4.11: Iz uzorka šipke, kvalitativnom analizom, ispitaj postojanje katjona II i III analitičke grupe i magnezijuma iz V grupe.

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da kvalitativnom analizom ispitaju uzorak šipke na postojanje katjona II i III analitičke grupe i magnezijuma iz V grupe.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom analize uzorka šipke na postojanje katjona II i III analitičke grupe i magnezijuma iz V grupe. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu. Dobijene podatke koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja demonstracionih oglada dokaznih reakcija jona iz uzorka šipke napiši u svesku jednačine hemijskih reakcija jona:

a) Dokazne reakcije prisutnih jona



4.9. PROVJERI SVOJE ZNANJE

1. Koji je osnovni zadatak kvalitativne hemijske analize?
2. Kako se nazivaju reakcije kojima se dokazuju elementi?
3. Navedi osnovne tipove hemijskih reakcija u kvalitativnoj analizi.
4. Za izvođenje analiza koristi se suvi postupak. Iparljive soli nekih katjona boje plamen karakterističnom bojom. Na linije upiši boju plamena katjona:

natrijum _____

barijum _____

kalijum _____

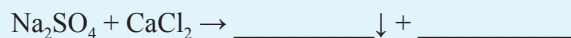
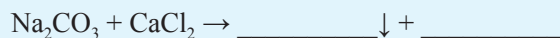
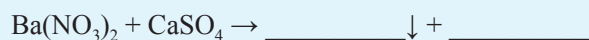
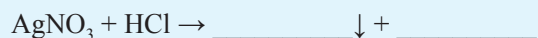
stroncijum _____

litijum _____

kalcijum _____

Predloži postupak odvajanja.

5. Opiši postupak analitičke reakcije mokrim postupkom.
6. Dovrši analitičke reakcije i napiši boju izdvojenog taloga:



U datim reakcijama grupni reagensi su: _____ i _____.

U datim reakcijama selektivni reagensi su: _____ i _____.

U datim reakcijama ispitivane supstance su: _____, _____, _____, _____, _____ i _____.

Napisane reakcije su dokazne reakcije za katjone: _____, _____, _____ i _____ i anjone _____ i _____.

Katjon _____ pripada _____ analitičkoj grupi katjona.

Katjon _____ pripada _____ analitičkoj grupi katjona.

Katjon _____ pripada _____ analitičkoj grupi katjona.

Katjon _____ pripada _____ analitičkoj grupi katjona.

Anjon _____ pripada _____ analitičkoj grupi anjona.

Anjon _____ pripada _____ analitičkoj grupi anjona.

7. Zaokruži jone koji se nalaze u prvoj analitičkoj grupi katjona:
Ba²⁺, Na⁺, K⁺, Ag⁺, Pb²⁺, Zn²⁺, Hg₂²⁺
8. Na koji ćeš način izvršiti odvajanje katjona prve grupe iz smješe soli?
9. Koje reagense koristiš za dokazne reakcije katjona prve grupe?
10. Grupni reagens za katjone druge analitičke grupe je _____.
S ovim reagensom talog crne boje grade katjoni _____, _____, _____
i _____, talog žute boje grade katjoni _____ i _____, a talog naran-
džaste boje _____.
11. U smješi se nalaze joni Hg²⁺ i Bi³⁺. Kakve su boje njihovi jodidi? Napiši njihove karakte-
ristične reakcije s kalijum-jodidom u molekulskom i jonskom obliku.
12. Katjoni treće analitičke grupe su: _____, _____ i _____, a njihov gru-
pni reagens je _____.
13. Koje su boje hidroksidi katjona treće analitičke grupe? Napiši dokazne reakcije ovih ka-
tjona s grupnim reagensom.
14. Objasni i prikaži jednačinama reakcije amfoternosti aluminijum-hidroksida i
hrom(III)-hidroksida.
15. Da li svi katjoni IIIb analitičke grupe grade sulfide crne boje? Navedi koji su to katjoni i
napiši karakteristične reakcije s grupnim reagensom.
16. Zaokruži jone koji se nalaze u četvrtoj analitičkoj grupi katjona:
Ca²⁺, Zn²⁺, Fe²⁺, Ba²⁺, Cu²⁺, Sr²⁺, Co²⁺.
17. Zaokruži grupni reagens katjona četvrte analitičke grupe:
H₂S, HCl, (NH₄)₂S, (NH₄)₂CO₃.
18. Po kojoj specifičnoj reakciji se mogu odvojiti katjoni Ca²⁺ i Ba²⁺? Napiši moguću analitič-
ku reakciju i boju dobijenog taloga.
19. Zašto katjoni pete analitičke grupe nemaju grupni reagens?
20. Koji katjoni pete analitičke grupe se mogu dokazati suvim putem? Kako isparljive soli tih
katjona boje plamen?
21. Zašto se katjon magnezijuma ne nalazi u četvrtoj analitičkoj grupi kao zemnoalkalni
metal?
22. Zašto se magnezijum(II)-jon ne taloži amonijum-hidroksidom u prisustvu amonijačnih
soli?
23. Kako nastaje amonijak i na koji način se može identifikovati?
24. Kao osnova za podjelu anjona na analitičke grupe služe osobine soli barijuma i srebra.
Kako ćeš, na osnovu toga, dokazati anjone prve, druge i treće grupe?
25. Navedi razlike analize anjona u odnosu na analizu katjona.
26. Kako se vrši ispitivanje anjona?

27. Kako se priprema sodni ekstrakt?
28. Kalijum-permanganat oksiduje oksalnu kiselinu u prisustvu sulfatne kiseline do ugljenik(IV)-oksida, mangan(II)-sulfata, kalijum-sulfata i vode. Kako ćeš dokazati oksalatni-jon? Napiši hemijsku reakciju i u molekulskom i u jonskom obliku.
29. Napiši jednačinu dokazne reakcije hloratnog jona (u molekulskom i jonskom obliku). Kako ćeš dokazati hloratni jon?
30. Opiši postupak dokazne reakcije nitratnog jona sa gvožđe(II)-sulfatom. Napiši dokaznu reakciju.

4.10. REZIME

Analitičke reakcije su hemijske reakcije koje se primjenjuju u kvalitativnoj hemijskoj analizi za dokazivanje supstanci, a u kvantitativnoj analizi za određivanje sadržaja supstanci. Supstance poznatog sastava i osobina s kojima dolazi do hemijske reakcije nazivaju se reagensi ili reaktivi.

U kvalitativnoj hemijskoj analizi analitičke reakcije se mogu izvoditi suvim i mokrim putem.

Analitičke reakcije koje se izvode sa čvrstim supstancama bez korišćenja rastvarača jesu reakcije suvim putem. Analize suvim putem zasnivaju se na promjenama koje se dešavaju na povišenim temperaturama, odnosno prilikom zagrijavanja ili topljenja s raznim supstancama (bojenje plamena, boraksove perle i dr.).

Analitičke reakcije koje se odigravaju u rastvorima nazivaju se reakcije mokrim putem. Analiza mokrim putem dijeli se na analizu katjona i analizu anjona.

Za sistematsku analizu katjona postoji više metoda, od kojih se najviše primjenjuje vodonik-sulfidna metoda. Prema ovoj metodi, katjoni se dijele u šest analitičkih grupa na osnovu rastvorljivosti njihovih hlorida, sulfida, hidroksida i karbonata.

Prvu analitičku grupu čine katjoni koji s razblaženom hloridnom kiselinom grade teško rastvorljive hloride: Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} .

Drugu analitičku grupu čine katjoni čiji su sulfidi teško rastvorljivi i talože se iz hloridno-kiselih rastvora vodonik-sulfidom. Katjoni ove grupe dijele se u dvije grupe:

- katjone IIa grupe čiji se sulfidi ne rastvaraju u amonijum-polisulfidu: Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Bi^{3+} ;
- katjone IIb grupe čiji se sulfidi rastvaraju u amonijum-polisulfidu: As^{3+} , As^{5+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} .

IIIa grupu čine katjoni koji se u prisustvu amonijum-hlorida talože amonijakom kao hidroksidi: Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , dok IIIb grupu čine katjoni koji se talože kao sulfidi u slabo baznom rastvoru pomoću amonijum-sulfida: Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} .

Četvrtu analitičku grupu čine katjoni koji se talože kao karbonati u slabo baznom rastvoru pomoću amonijum-karbonata: Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} .

Petu analitičku grupu čine katjoni koji nemaju zajednički reagens i ostaju u filtratu nakon odvajanja prethodnih grupa: Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , NH_4^+ .

Podjela anjona u analitičke grupe i njihovo dokazivanje zasniva se na njihovim hemijskim svojstvima na osnovu kojih su utvrđeni i grupni reagensi. Ne postoji opšta klasifikacija anjona u analitičke grupe. U ovom udžbeniku data je podjela anjona na tri analitičke grupe.

Prvu grupu čine anjoni koji s rastvorljivim solima kalcijuma i barijuma grade soli nerastvorne u neutralnoj i alkalnoj sredini: SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$.

Drugu grupu čine anjoni koji s jonima srebra grade soli rastvorne u nitratnoj kiselini koncentracije 2 mol/dm^3 : Cl^- , CN^- , S^{2-} .

Treću grupu čine anjoni koji ne grade nerastvorne soli s grupnim reagensima za prvu i drugu grupu anjona: ClO_3^- , ClO_4^- , NO_3^- , CH_3COO^- .

5

GRAVIMETRIJSKE METODE HEMIJSKE ANALIZE

U OVOM POGLAVLJU NAUČIĆEŠ DA:

- objasniš značaj, upotrebu i principe gravimetrijskih metoda hemijske analize
- opišeš pribor i posuđe za izvođenje gravimetrijskih metoda
- objasniš operacije u gravimetriji
- izračunaš sadržaj supstanci u uzorku primjenom odgovarajućeg stehiometrijskog proračuna
- na zadatom primjeru demonstriraš izvođenje gravimetrijske metode hemijske analize.

RAZMISLI I ODGOVORI:

1. Opiši način mjerenja mase neke supstance pomoću vage.
2. Napiši bar tri hemijske reakcije u kojima nastaje talog.
3. Prisjeti se koje si postupke za razdvajanje sastojaka smješa primjenjivao/primjenjivala do sada.

UVOD U KVANTITATIVNU HEMIJSKU ANALIZU

Kvantitativna hemijska analiza predstavlja oblast analitičke hemije koja proučava metode kojima se određuje količina hemijskih elemenata, jona, grupa atoma ili jedinjenja u ispitivanoj supstanci. Ova analiza obuhvata metode kojima se može odrediti elementarni sastav supstance, odnosno kvantitativna elementarna analiza, koncentracija ispitivane supstance u rastvoru, kao i količina svih ili pojedinih sastojaka u ispitivanoj supstanci.

Kvantitativnom hemijskom analizom dolazi se do saznanja o sadržaju pojedinih komponenti u uzorku na osnovu mjerenja. Prema veličini koja se mjeri metode kvantitativne hemijske analize se dijele na:

- gravimetrijske metode (mjeri se masa);
- volumetrijske metode (mjeri se zapremina rastvora).
- instrumentalne metode (mjeri se neka fizičko-hemijska veličina koja je povezana s hemijskim sastavom ispitivanog uzorka);
- gasne analize (mjeri se zapremina gasa).

Gravimetrija i volumetrija se ubrajaju u klasične metode kvantitativne hemijske analize. Instrumentalne metode kvantitativne hemijske analize najčešće se dijele na optičke, elektroanalitičke i separacione metode.

Značaj kvantitativne hemijske analize je jako veliki, kako za nauku tako i za praktičan život. Ona predstavlja osnovu istraživanja mnogih prirodnih nauka. U ovom udžbeniku obrađene su klasične metode kvantitativne hemijske analize: gravimetrija i volumetrija.

Čistoća reagenasa u analitičkoj hemiji je od velikog značaja. Reagensi velike čistoće su veoma skupi, ali su pogodni jer se direktno koriste u analizi. Na sreću, reagensi zadovoljavajuće čistoće su dostupni komercijalno i vrlo rijetko se moraju dodatno u laboratorijama prečišćavati.

Reagensi koji se koriste u analitičkoj hemiji mogu se grubo podijeliti u nekoliko kategorija:

- Tehnički komercijalni reagensi – koriste se masovno kao industrijske sirovine. Rijetko se nalaze u analitičkim laboratorijama;
- Reagensi za farmaceutske i medicinske svrhe – imaju stepen čistoće po zahtjevima propisanim za pripremu lijekova u farmaciji i rastvora u medicini. Ovaj stepen čistoće, međutim, često nije dovoljan za potrebe analitičke hemije;
- Reagensi hemijske čistoće sa oznakom C.P. (Chemically pure) ili p (purum, latinski = čist) mogu da se koriste za mnoge hemijske reakcije, ali nemaju dovoljnu čistoću za primjenu u analitičkoj hemiji. Dodatnim operacijama mogu se prečistiti i tek onda koristiti u analitičkim određivanjima;
- Reagensi analitičke čistoće sa oznakom R.G. (Reagent Grade) ili p.a. (pro analysi, latinski = za analizu) reagensi su visokog stepena čistoće, što je propisano odgovarajućim specifikacijama koje daju opšte informacije i maksimalan sadržaj nečistoća. Ovi reagensi se upravo koriste u analitičkoj hemiji;
- Supstance još višeg stepena čistoće se mogu nabaviti i koriste se u naučnim ispitivanjima.

5.1. ZNAČAJ, UPOTREBA I PRINCIPI GRAVIMETRIJSKIH METODA ANALIZE

Metoda kvantitativne hemijske analize koja se zasniva na mjerenju mase ispitivane supstance naziva se **gravimetrija**. Naziv gravimetrija potiče od latinske riječi *gravis*, što znači masa.

Gravimetrija je jedna od najstarijih i najviše ispitivanih metoda kvantitativne analize. Najčešće se koristi za određivanje makrokoličina uzorka.

Princip gravimetrijske analize sastoji se u izdvajanju ispitivane supstance u što čistijem obliku, tačno poznatog, određenog sastava koji je pogodan za mjerenje. Ispitivana supstanca se može izdvojiti iz uzorka na tri načina:

- udaljavanjem svih komponenti osim supstance koja se određuje;
- udaljavanjem samo supstance koja se određuje;
- izdvajanjem iz rastvora supstance koja se određuje u obliku teško rastvorljivog jedinjenja.

Kada se udalje sve komponente osim supstance koja se određuje, njena masa se na kraju direktno mjeri. Na ovaj način može se odrediti sadržaj pepela u uglju. Uzorak uglja se prvo izmjeri, a zatim sagori i žari do konstantne mase. Na ovaj način uklanjaju se svi isparljivi i sagorljivi sastojci, dok neorganski sastojci ostaju u obliku pepela, čija se masa mjeri. Sadržaj pepela izračunava se na osnovu mase pepela i mase uzorka.

U drugom slučaju, kada se udaljava samo supstanca koja se određuje, njena masa se mjeri indirektno. Na ovaj način može se odrediti vlažnost uglja. Na samom početku mjeri se masa uzorka. Zatim se vrši sušenje uzorka na određenoj temperaturi do konstantne mase. Prilikom sušenja dolazi do isparavanja vode iz uzorka. Iz razlike masa vlažnog i suvog uzorka uglja izračunava se masa vode koja je isparila, a zatim se izračunava i sadržaj vode u uzorku uglja.

U analitičkoj praksi najčešće se primjenjuju gravimetrijska određivanja u kojima se supstanca izdvaja u obliku teško rastvorljivog jedinjenja. Dobijeno jedinjenje se odgovarajućim postupcima prevodi u jedinjenje tačno određenog sastava i njegova masa se mjeri. Primjer ovog određivanja je određivanje sadržaja sumpora u uglju. Odgovarajućim postupkom sumpor se prevodi u sulfatni jon, koji se zatim taloži u obliku barijum-sulfata. Nakon filtriranja, ispiranja, sušenja i žarenja taloga, mjeri se njegova masa. Na osnovu mase taloga, mase uzorka i drugih podataka (o kojima ćemo više govoriti u narednim poglavljima) izračunava se sadržaj sumpora u uglju. Prema tome, hemijske metode taloženja čine osnovu većine gravimetrijskih metoda analize koje se nazivaju gravimetrijske metode taloženja.

Kod ovih metoda ispitivana supstanca se dodavanjem pogodnog reagensa taloži iz rastvora u obliku što teže rastvorljivog jedinjenja. Nakon niza operacija dobija se jedinjenje poznatog i stalnog stehiometrijskog sastava, čija se masa mjeri. Iz mase izmjenenog taloga i njegovog poznatog hemijskog sastava može se izračunati količina i maseni udio supstance u uzorku.

Da bi se neka reakcija taloženja mogla primijeniti u gravimetrijskoj analizi, treba da zadovolji nekoliko uslova:

- reakcija taloženja mora biti kvantitativna;
- talog koji se nagradi mora biti potpuno čist;
- talog mora biti stabilan;
- osušeni ili izžareni talog mora imati tačno poznat hemijski sastav i fizičko-hemijska svojstva pogodna za mjerenje.

Gravimetrijskim metodama mogu se odrediti skoro svi elementi Zemljine kore. Pažljivim radom može se postići tačnost određivanja i do 99,9%, pa se gravimetrija ubraja u grupu najtačnijih metoda. Nedostatak ovih metoda je relativno dugotrajno izvođenje analize, težina analitičkih operacija i ograničena mogućnost određivanja malih količina supstanci.

Učili su me da put do uspjeha nije ni brz, a ni lak.

Marija Kiri

5.2. PRIBOR I POSUĐE ZA IZVOĐENJE GRAVIMETRIJSKIH METODA

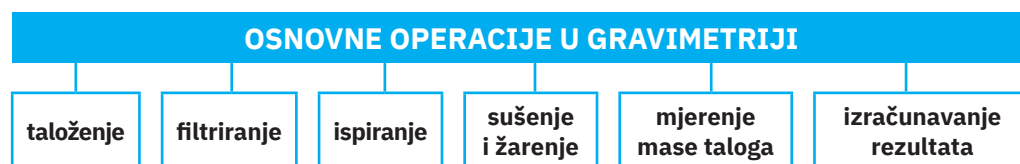
Za izvođenje gravimetrijskih metoda analize koristi se različito laboratorijsko posuđe i pribor. Najčešće se koriste: čaše, mjerni sudovi, pipete, birete, vakuum boce, lijevci za brzo filtriranje, lončići za filtriranje, stakleni štapići, lončići za žarenje, metalne mašice, trougao za žarenje, eksikator i dr. O laboratorijskom posuđu i priboru učio/učila si više u prvom razredu (u modulu Uvod u laboratorijski rad).

5.3. OPERACIJE U GRAVIMETRIJI

Osnovne operacije gravimetrijskih metoda su (tabela 5.1):

- taloženje;
- filtriranje;
- ispiranje;
- sušenje i žarenje;
- mjerenje mase taloga;
- izračunavanje rezultata.

Tabela 5.1. Osnovne operacije u gravimetriji

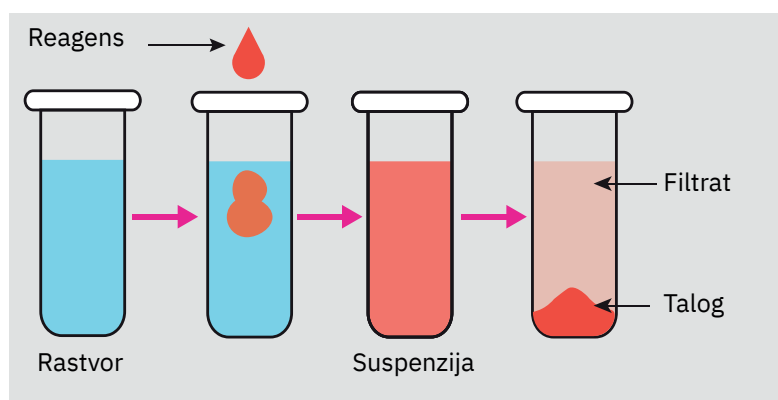


5.3.1. TALOŽENJE

U gravimetrijskoj analizi taloženje se najčešće primjenjuje kao postupak za izdvajanje ispitivane supstance. Za gravimetrijsko određivanje nije pogodan svaki talog. Kako bi izvođenje gravimetrijske analize bilo uspješno, treba da bude ispunjeno nekoliko uslova:

- Talog treba da bude teško rastvorljiv, odnosno da nakon taloženja u 1 dm³ rastvora ne ostane više od 10⁻⁶ mol supstance koja se određuje. Stvoreni talog mora da ima mali proizvod rastvorljivosti, koji predstavlja konstantu, koja u fizičkom smislu predstavlja proizvod koncentracija jona teško rastvornog jedinjenja u njegovom zasićenom rastvoru. Proizvod rastvorljivosti npr. $\text{BaSO}_4 = c \text{Ba}^{2+} \times c \text{SO}_4^{2-} = 1,1 \times 10^{-10}$. Koncentracija individualnih jona u zasićenom rastvoru teško rastvornog jedinjenja ima konstantnu vrijednost koja zavisi samo od temperature, ali ne i od koncentracije

Slika 5.1. Proces taloženja



pojedinih jonskih vrsta. Vrijednost proizvoda rastvorljivosti za kvantitativno taloženje treba da ima vrijednost $<1,1 \cdot 10^{-8}$ mol/dm³. U ovom slučaju taloženje je kvantitativno. Drugim riječima, u rastvoru je dozvoljeno da ostane najviše 0,1 mg supstance koja se određuje, što je ispod granice osjetljivosti analitičke vage.

- Talog treba da bude pogodan za brzo, lako i pogodno odvajanje od rastvora. Ako je talog kristalan, treba nastojati da se dobiju što krupniji kristali radi efikasnijeg filtriranja i ispiranja. Koloidne taloge treba izbjegavati, ali ako to nije moguće treba obezbijediti takve uslove da se dobije talog u obliku krupnih pahuljica.
- Talog treba da bude potpuno hemijski čist. Višak reagensa i druge nečistoće treba ukloniti ispiranjem ili rekristalizacijom.
- Talog treba da se lako i potpuno prevodi u mjerni oblik.
- Talog treba da ima tačno određen i stalan sastav, kao i da se ne mijenja tokom mjerenja. Ne smije se razlagati na svjetlosti, oksidovati na vazduhu, apsorbovati vodu i ugljenik(IV)-oksid iz vazduha.

U taložnim gravimetrijskim metodama koriste se brojni neorganski i organski reagensi.

Neorganski reagensi za taloženje najčešće se primjenjuju za taloženje slabo rastvorljivih hidroksida ili soli (hloridi, sulfati, sulfidi, hromati, fosfati, oksalati i dr.). Imaju malu selektivnost, ali se dobro uklanjaju iz taloga i rijetko ometaju određivanje supstanci koje se nalaze u filtratu. Za taloženje se najviše koriste sljedeći neorganski reagensi: amonijum-hidroksid, vodonik-sulfid, sulfatna kiselina, hloridna kiselina, kalijum-hromat, amonijum-oksalat i dr.

Organski reagensi za taloženje imaju niz prednosti u odnosu na neorganske, jer u većini slučajeva s jonima metala grade stabilne helate koji su slabo rastvorljivi u vodi, a dobro rastvorljivi u organskim rastvaračima. Korišćenjem organskih reagenasa mogu se taložiti različiti joni iz veoma složenih smješa, a dobijeni talozi se lako filtriraju i ispiraju. Međutim, višak reagensa za taloženje u filtratu može ometati određivanje drugih jona. Nastali helati imaju veliku molarnu masu, što povećava tačnost analize. Od organskih reagenasa najčešće se koriste: dimetil-gliksim, oksin, kupferol i dr.

U tabeli 5.2 prikazani su neki reagensi koji se koriste za gravimetrijska određivanja.

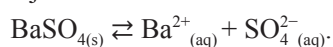
Element (jon) koji se određuje	Reagens za taloženje	Jedinjenje koje se mjeri	Proizvod rastvorljivosti jedinjenja koje se mjeri
Ag (Ag ⁺)	HCl	AgCl	$1,7 \cdot 10^{-10}$
Al (Al ³⁺)	NH ₄ OH	Al ₂ O ₃	
	8-hidroksihinolin	Al(C ₉ H ₆ ON) ₂ ili Al ₂ O ₃	
Ba (Ba ²⁺)	H ₂ SO ₄	BaSO ₄	$1,1 \cdot 10^{-10}$
	K ₂ CrO ₄	BaCrO ₄	$2,4 \cdot 10^{-10}$
Ca (Ca ²⁺)	(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄	CaC ₂ O ₄ , CaCO ₃ , CaO	$2,6 \cdot 10^{-9}$ $4,8 \cdot 10^{-10}$
	pikrolonska kiselina	Ca(C ₁₀ H ₇ O ₅ N ₄) ₂ ·8H ₂ O	
	H ₂ SO ₄ + alkohol	CaSO ₄	$6,1 \cdot 10^{-5}$
Cl (Cl ⁻)	AgNO ₃	AgCl	$1,7 \cdot 10^{-10}$
Cu (Cu ⁺)	KSCN	CuSCN	$1,6 \cdot 10^{-11}$

Element (jon) koji se određuje	Reagens za taloženje	Jedinjenje koje se mjeri	Proizvod rastvorljivosti jedinjenja koje se mjeri
Cu (Cu ²⁺)	H ₂ S	CuO	
Fe (Fe ³⁺)	NH ₄ OH	Fe ₂ O ₃	
Mg (Mg ²⁺)	(NH ₄) ₂ HPO ₄	Mg ₂ P ₂ O ₇	
	8-hidroksihinolin	Mg(C ₉ H ₆ ON) ₂ ·2H ₂ O ili Mg(C ₉ H ₆ ON) ₂	
Ni (Ni ²⁺)	dimetil-glioksim	Ni(C ₄ H ₇ N ₂ O ₂) ₂	
P (PO ₄ ³⁻)	MgCl ₂ + NH ₄ Cl	Mg ₂ P ₂ O ₇	
	(NH ₄) ₂ MoO ₄	(NH ₄) ₃ [PO ₄ ·12MoO ₃]	
Pb (Pb ²⁺)	H ₂ SO ₄	PbSO ₄	1,6·10 ⁻⁸
	K ₂ CrO ₄	PbCrO ₄	1,8·10 ⁻¹⁴
S (SO ₄ ²⁻)	BaCl ₂	BaSO ₄	1,1·10 ⁻¹⁰
Sb (Sb ³⁺)	H ₂ S	Sb ₂ S ₃	
Zn (Zn ²⁺)	H ₂ S	ZnO	
	(NH ₄) ₂ HPO ₄	Zn ₂ P ₂ O ₇	

Tabela 5.2. Reagensi koji se koriste za gravimetrijska određivanja nekih elemenata (jona)

Za taloženje u gravimetriji se bira reagens koji sa ispitivanom supstancom daje talog koji ima što manji **proizvod rastvorljivosti**.

Elektroliti se različito rastvaraju u vodi, odnosno pokazuju različitu rastvorljivost. Kod elektrolita koji se vrlo malo rastvaraju u vodi stvara se zasićen rastvor, pa se talog lako izdvaja iz rastvora. Između taloga i iste supstance u rastvoru (hidratiranih jona) postoji dinamička ravnoteža:



Ravnoteža je dinamička, pa joni sa čvrste supstance neprekidno prelaze u rastvor i iz rastvora se izdvajaju opet na površinu čvrste faze. U zasićenom rastvoru iznad taloga nalaze se joni malorastvorljivog elektrolita. Proizvod koncentracije tih jona je konstantna vrijednost za datu temperaturu, i naziva se proizvod rastvorljivosti.

Proizvod rastvorljivosti se obilježava sa s_p , L ili P . Tako je, na primjer, proizvod rastvorljivosti za barijum-sulfat, BaSO₄:

$$s_p(\text{BaSO}_4) = [\text{Ba}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}]$$

Ako je vrijednost proizvoda rastvorljivosti veća, i rastvorljivost taloga je veća (i obrnuto).

Poznavanjem proizvoda rastvorljivosti može se izračunati rastvorljivost supstanci; koncentracija jona taloga u zasićenom rastvoru; hoće li (i kada) doći do nekog taloženja; kada je taloženje skoro potpuno i je li moguće razdvajanje jona taloženjem.

Za kvantitativno taloženje potrebno je dodati višak reagensa, jer zajednički jon u višku smanjuje rastvorljivost taloga.

Kvalitet dobijenog taloga veoma je važan za gravimetrijsku analizu. Pod kvalitetom taloga podrazumijeva se veličina čestica i njihova čistoća. Za gravimetrijska određivanja najpogodniji su krupni talozi. Takođe, talog treba da bude što čistiji kako bi greška gravimetrijske analize bila što manja.

Prilikom postupka taloženja dolazi do neželjene pojave onečišćenja taloga. Onečišćenje taloga javlja se u manjoj ili većoj mjeri tokom svakog taloženja. Razlikuju se dva tipa onečišćenja taloga: koprecipitacija i postprecipitacija.

Koprecipitacija ili **sataloženje** predstavlja onečišćenje taloga do kojeg dolazi u procesu taloženja supstancama koje se nalaze u rastvoru iz kojeg se vrši taloženje. Javlja se u obliku: adsorpcije, okluzije i inkluzije.

Adsorpcija predstavlja površinsko onečišćenje taloga prisutnim jonima i molekulima iz rastvora u kojem nastaje talog. Javlja se kod svih vrsta taloga, a najizraženije je kod koloidnih taloga.

Okluzija predstavlja unutrašnje onečišćenje taloga, koje je karakteristično samo za kristalne taloge. Javlja se usljed naglog rasta kristala, pri čemu se stvaraju nepravilne kristalne rešetke s pukotinama koje se ispunjavaju matičnim rastvorom. Takođe, može nastati i prilikom formiranja taloga kao posljedica adsorpcije.

Inkluzija predstavlja onečišćenje taloga koje nastaje kao posljedica ugradnje stranih jona u kristalnu rešetku. Javlja se samo kod kristalnih taloga. Rijetko se javlja u analitičkoj praksi.

Postprecipitacija ili **naknadno taloženje** predstavlja drugu fazu stvaranja teško rastvorljivog jedinjenja, odnosno javlja se nakon izdvajanja primarnog taloga u čistom stanju. Može se smanjiti brzim filtriranjem nakon taloženja ili ponovnim taloženjem.

5.3.2. FILTRIRANJE

Filtriranje ili cijedenje u gravimetrijskoj analizi predstavlja operaciju kojom se talog odvaja od tečnosti u kojoj je suspendovan, tako što se suspenzija propušta preko nekog filtera (slika 5.2). Filter treba da bude izrađen od poroznog materijala koji zadržava čvrstu supstancu, a propušta tečnost. Nakon toga talog se dalje obrađuje, a često se za dalju analizu koristi i filtrat.

Talog treba da bude u obliku koji se može brzo, lako i potpuno odvojiti od rastvora. Treba nastojati, kada je to moguće, da se dobije kristalni i krupnozrni talog koji se brzo i lako filtrira i ispira. Pihtijaste koloidne taloge treba izbjegavati, posebno ako se koloidno rastvaraju. Ako nije moguće izbjeći koloidni talog, treba stvoriti takve uslove da se dobije talog u obliku velikih pahuljica.

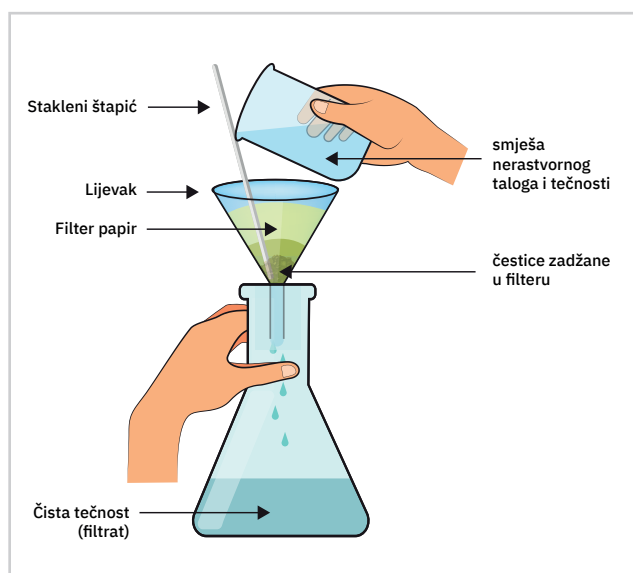
Kao sredstva za filtriranje koriste se filter-papiri, lončići za filtriranje, a nekad i centrifugiranje. Na koji način i pomoću kojeg filtera će se vršiti filtriranje, zavisi od prirode taloga.

Filter-papir se najčešće primjenjuje kao sredstvo za filtriranje. Postoje dvije vrste filter-papira: kvalitativni i kvantitativni filter-papir.

Kvalitativni filter-papir koristi se kada je potrebno samo mehanički odvojiti talog od tečnosti. Njegovim sagorijevanjem nastaje mnogo pepela.

Kvantitativni filter-papir izrađuje se od celuloznih vlakana koja su oprana hloridnom ili fluoridnom kiselinom, pa skoro da ne sadrži mineralne supstance. Sagorijevanjem ove vrste filter-papira nastaje malo pepela. Tako npr. sagorijevanjem filter-papira prečnika 9 ili 11 cm nastaje 0,1 mg pepela. Ova količina pepela je zanemarljiva, pa se kaže da je ovakav papir „bez pepela“. Za gravimetrijsko određivanje neke supstance upotrebljava se samo kvantitativni filter-papir.

Filter-papiri se proizvode s različitim stepenom poroznosti. U zavisnosti od veličine čestica pojedinih taloga vrši se izbor filter-papira. Uslov za izbor filter-papira jeste da on u potpunosti treba da zadržava čestice i da pritom brzina filtriranja ne bude suviše mala. Za većinu gravimetrijskih određivanja koriste se filter-papiri stepena finoće prema Vatmanu (Whatman): 40, 41 i 42.



Slika 5.2. Filtriranje

Specijalni „tvrđi“ filter-papiri koriste se za filtriranje u vakuumu ili kada je potrebna veća otpornost na kiseline ili baze.

Filter-papiri se zbog veoma izražene higroskopnosti ne primjenjuju za filtraciju taloga koji se prije mjerenja samo suše. Oni se primjenjuju za filtraciju taloga koji će se žariti, kako bi filter-papir prije mjerenja sagorio. Za sagorijevanje filter-papira potrebna je što niža temperatura, jer redukcionni gasovi koji nastaju i ugljenik mogu dovesti do redukcije nekih taloga.

Lončići za filtriranje ili gučevi imaju porozno dno na kojem se zadržavaju čestice taloga. Prilikom filtriranja primjenjuje se vakuum. Njihova prednost u odnosu na filter-papir je to što im je priprema jednostavna, hemijski su inertni i filtriranje pomoću njih je brzo (osim filtriranja želatinoznih taloga). Lončići imaju posebnu prednost prilikom filtriranja taloga koji će se samo sušiti ili taloga koji se lako mogu redukovati. Izrađuju se od stakla i porcelana.

5.3.3. ISPIRANJE TALOGA

Peptizacija je proces prelaska taloga u koloidni rastvor.

Nakon filtracije talog se ispira radi što temeljnijeg uklanjanja neželjenih supstanci. Radi dobijanja tačnog rezultata talog treba da bude čist.

Za ispiranje taloga može se koristiti destilovana voda, pod uslovom da ne rastvara primjetnu količinu taloga i ne dovodi do njegove **peptizacije**.

Rastvorljivi talozi u destilovanoj vodi ispiraju se rastvorom koji sadrži malu količinu taložnog reagensa, čime se smanjuje rastvorljivost (uticaj zajedničkog jona). Dodati taložni reagens treba ispariti na povišenoj temperaturi ili ga isprati vodom ili nekim isparljivim organskim rastvaračem (alkohol, aceton). Taloge sklone peptizaciji treba ispirati rastvorom pogodnog i lako isparljivog elektrolita.

S obzirom na to da nijedan talog nije apsolutno nerastvorljiv, nije poželjno ispirati talog više nego što je potrebno. Bolji efekat ispiranja se postiže ako se talog ispira više puta s manje tečnosti, nego manji broj puta s više tečnosti.

Ispiranje taloga je završeno kada se u filtratu više ne može dokazati supstanca koju je ispiranjem trebalo ukloniti.

5.3.4. SUŠENJE I ŽARENJE TALOGA

Nakon filtriranja i ispiranja talog treba prevesti u oblik koji je stabilan i pogodan za mjerenje. To se postiže njegovim sušenjem ili žarenjem do konstantne mase. Od prirode taloga zavisi koji će se postupak primijeniti.

Za sušenje i žarenje taloga koriste se porcelanski lončići. Prije upotrebe potrebno ih je pripremiti. Čist lončić se žari do konstantne mase, odnosno one mase koja se nakon dva uzastopna mjerenja ne razlikuje za više od $\pm 0,2$ mg. Žarenje lončića vrši se na istoj temperaturi i pod istim uslovima pod kojima se talog žari.

Vlažni filter-papir s talogom se prenosi u porcelanski lončić, tako da talog bude na dnu lončića. Porcelanski lončić se zatim postavlja na trougao za žarenje. Tokom sušenja porcelanski lončić stoji uspravno na trouglu za žarenje. Sušenje se vrši blagim zagrijavanjem pomoću plamenika.

Nakon sušenja lončić se postavi koso i pristupa se laganom ugljenisanju filter-papira. Na početku se lončić lagano zagrijava kako se papir ne bi zapalio. U slučaju da se papir zapali, lončić, treba poklopiti poklopcem ili sahatnim staklom, a plamenik skloniti. Poslije ugljenisanja filter-papira vrši se žarenje taloga. Žarenje taloga se najčešće vrši u pećima za žarenje.

Nakon sušenja ili žarenja porcelanski lončić se pomoću mašica prenosi u eksikator, u kome treba da se hladi do sobne temperature (oko 30 minuta). Dok se talog hladi, poželjno je da eksikator bude u istoj prostoriji u kojoj je i vaga. Zagrijani porcelanski lončić se ne smije

stavljati na tas vage, jer se time narušava tačnost mjerenja. Takođe, porcelanski lončić ne treba hvatati prstima, jer i nečistoća s prstiju može uticati na tačnost mjerenja. Talozi u staklenim gučevima se samo suše u sušnici na odgovarajućoj temperaturi do konstantne mase.

Poslije mjerenja mase lončića s talogom postupak žarenja, hlađenja i mjerenja se ponavlja nekoliko puta, do postizanja konstantne mase.

5.3.5. MJERENJE MASE

Mjerenje mase predstavlja osnovu svakog kvantitativnog određivanja i najvažniju operaciju u svakoj analitičkoj metodi. Za mjerenje mase kod kvantitativnih određivanja koristi se analitička vaga.

Analitička vaga je veoma osjetljiv instrument na kom se mjeri masa do 200 g, s tačnošću $\pm 0,0001$ g, odnosno $\pm 0,1$ mg. Čuva se u staklenoj vitrini koja je štiti od prašine, strujanja vazduha, vlage, promjena temperature i mehaničkih potresa.

Mjerni oblik supstance, odnosno supstanca koja je pripremljena za mjerenje, treba da ima tačno određen i poznat stehiometrijski sastav. Takođe, treba da ima i stalan sastav kako bi masa ostala nepromijenjena do završetka mjerenja. Supstanca se ne smije razlagati na svjetlosti, oksidovati na vazduhu, apsorbovati vlagu i ugljenik(IV)-oksid iz vazduha i dr.

Vaga je sigurno sredstvo koje neće prevariti.

A. L. Lavoazje

5.3.6. IZRAČUNAVANJE REZULTATA

Izračunavanje i obrada rezultata predstavljaju završnu fazu svake gravimetrijske analize. U većini slučajeva izračunavanja u gravimetrijskoj analizi su jednostavna. Rezultat analize izražava se s tačnošću od $\pm 0,1$ mg, pa je tačnost izračunavanja u gravimetrijskoj analizi određena preciznošću mjerenja na analitičkoj vagi.

5.4. IZRAČUNAVANJE SADRŽAJA SUPSTANCI

Određivanje sadržaja pepela i sadržaja vlage u nekom prirodnom materijalu ili tehničkom proizvodu je veoma jednostavno i svodi se na izračunavanje masenog udjela traženog sastojka u procentima. Izračunavanja rezultata gravimetrijskih analiza metodama taloženja su nešto složenija.

5.4.1. IZRAČUNAVANJE SADRŽAJA PEPELA

Za izračunavanje sadržaja pepela potrebni su sljedeći podaci:

- masa uzorka ispitivane supstance – $m(\text{uzorka})$;
- masa pepela – $m(\text{p})$.

Masa pepela predstavlja konstantnu masu supstance koja se dobija nakon žarenja.

Maseni udio pepela izračunava se pomoću sljedeće jednačine:

$$\omega(\text{p}) = \frac{m(\text{p})}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\%$$

5.4.2. IZRAČUNAVANJE SADRŽAJA VLAGE (VODE)

Za izračunavanje sadržaja vlage (vode) potrebni su sljedeći podaci:

- masa uzorka, odnosno masa vlažnog materijala – $m(\text{uzorka})$;
- masa suvog materijala – $m(\text{s. m.})$.

Masa suvog materijala predstavlja konstantnu masu supstance koja se dobija nakon izdvajanja vode sušenjem uzorka.

Za izračunavanje masenog udjela vode potrebna je i masa isparene vode tokom sušenja. Ovu masu dobijamo tako što od mase vlažnog materijala oduzmemo masu suvog materijala:

$$m(\text{H}_2\text{O}) = m(\text{uzorka}) - m(\text{s. m.})$$

Maseni udio vlage (vode) izračunava se pomoću sljedeće jednačine:

$$\omega(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\%$$

5.4.3. IZRAČUNAVANJE REZULTATA GRAVIMETRIJSKIH ODREĐIVANJA METODAMA TALOŽENJA

Za izračunavanje sadržaja supstance određene gravimetrijskom metodom taloženja, potrebni su sljedeći podaci:

- masa izmjerene taloga;
- masa uzorka ili zapremina rastvora uzetog za analizu;
- molarna masa tražene supstance;
- molarna masa mjerene supstance.

Sadržaj supstance koja se određuje može se izraziti:

- kao masa ili masom tražene supstance u određenoj masi ili zapremini uzorka;
- masenim udjelom sastojaka;
- zapreminom rastvora ispitivane supstance poznate masene koncentracije dobijenom za analizu.

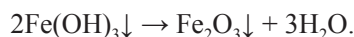
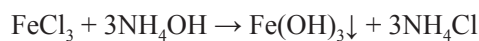
5.4.3.1. Izračunavanje mase tražene supstance

Izračunavanje mase tražene supstance će biti predstavljeno na primjeru gravimetrijskog određivanja ukupnog gvožđa, odnosno gvožđe(III)-jona u uzorku.

PRIMJER:

Nakon odgovarajućeg postupka gvožđe je staloženo pomoću amonijum-hidroksida kao gvožđe(III)-hidroksid, talog mrkocrvene boje. Žarenjem taloga došlo je do njegovog razlaganja na gvožđe(III)-oksid i vodu, pri čemu je dobijeno 0,1103 g gvožđe(III)-oksida. Odrediti masu gvožđa u uzorku.

Prilikom gravimetrijskog određivanja gvožđa odigravaju se dvije hemijske reakcije:



Ove hemijske reakcije pokazuju da su količine gvožđa i molekula gvožđe(III)-oksida u odnosu 2 : 1, tj. u odnosu svojih stehiometrijskih koeficijenata:

$$n(\text{Fe}) : n(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 2 : 1$$

odnosno:

$$n(\text{Fe}) = 2 \cdot n(\text{Fe}_2\text{O}_3).$$

Količina supstance se izražava kao odnos mase i molarne mase supstance, odnosno:

$$n = \frac{m}{M}.$$

Primjenom ovog izraza dobijamo:

$$\frac{m(\text{Fe})}{M(\text{Fe})} = \frac{2 \cdot m(\text{Fe}_2\text{O}_3)}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)}.$$

Masa gvožđa izračunava se pomoću jednačine:

$$m(\text{Fe}) = \frac{2 \cdot M(\text{Fe})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} \cdot m(\text{Fe}_2\text{O}_3).$$

Odnos $\frac{2 \cdot M(\text{Fe})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)}$ se naziva **gravimetrijski faktor**. To je konstantna vrijednost koja u

ovom slučaju iznosi:

$$F(\text{Fe}) = \frac{2 \cdot M(\text{Fe})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{2 \cdot 55,847 \text{ g/mol}}{159,6922 \text{ g/mol}} = 0,6994.$$

U tabeli 5.3 dati su neki gravimetrijski faktori.

Tražena supstanca	Mjerena supstanca	Gravimetrijski faktor
Fe ³⁺	Fe ₂ O ₃	0,6994
FeCl ₃	Fe ₂ O ₃	2,0316
Mg	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,2185
P	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,2783
MgO	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,3623
Ba ²⁺	BaSO ₄	0,5885
SO ₄ ²⁻	BaSO ₄	0,4116
Al ₂ (SO ₄) ₃	BaSO ₄	0,4886
Al ³⁺	Al ₂ O ₃	0,5292
Ni ²⁺	Ni(C ₄ H ₇ N ₂ O ₂) ₂	0,2032
Cl ⁻	AgCl	0,2474

Gravimetrijski faktor se obilježava sa *F* ili *f* i predstavlja odnos molarne mase supstance koja se traži i molarne mase supstance koja se mjeri.

Tabela 5.3.
Neki gravimetrijski faktori

Kada se gravimetrijski faktor uvrsti u jednačinu za izračunavanje mase gvožđa, jednačina dobija oblik:

$$m(\text{Fe}) = F(\text{Fe}) \cdot m(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 0,6994 \cdot m(\text{Fe}_2\text{O}_3).$$

U konkretnom primjeru, masa gvožđa iznosi:

$$m(\text{Fe}) = 0,6994 \cdot 0,1103 \text{ g} = 0,0771 \text{ g}.$$

Kod bilo kog gravimetrijskog određivanja metodom taloženja, masa supstance koja se određuje predstavlja proizvod gravimetrijskog faktora i konstantne mase izmjenenog taloga. Odnosno, izračunava se pomoću sljedeće jednačine:

$$m(\text{A}) = F(\text{A}) \cdot m(\text{t}).$$

gdje je $m(\text{t})$ – masa izmjenenog taloga.

5.4.3.2. Izračunavanje masenog udjela supstance

Izračunavanje masenog udjela supstance u procentima prikazano je u poglavlju 5.4.1.

U opštem slučaju, maseni udio supstance može se izračunati pomoću sljedeće jednačine:

$$\omega(\text{A}) = \frac{m(\text{A})}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\%,$$

gdje je:

$\omega(\text{A})$ – maseni udio tražene supstance;

$m(\text{A})$ – masa tražene supstance;

$m(\text{uzorka})$ – masa uzorka.

U opštem slučaju, ako masu tražene supstance zamijenimo proizvodom gravimetrijskog faktora i mase taloga, dobijamo:

$$\omega(\text{A}) = \frac{F(\text{A}) \cdot m(\text{t})}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\%,$$

gdje je $m(\text{t})$ – masa izmjenenog taloga.

Na osnovu ovog izraza može se izračunati maseni udio ukupnog gvožđa:

$$\omega(\text{Fe}) = \frac{m(\text{Fe})}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\% = \frac{F(\text{Fe}) \cdot m(\text{Fe}_2\text{O}_3)}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\%.$$

PRIMJER:

Za gravimetrijsko određivanje gvožđa u leguri odmjereno je 0,2607 g uzorka. Izračunavati maseni udio gvožđa ako masa gvožđa iznosi 0,0771 g.

$$m(\text{Fe}) = 0,0771 \text{ g}$$

$$m(\text{uzorka}) = 0,2607 \text{ g}$$

Maseni udio gvožđa iznosi:

$$\omega(\text{Fe}) = \frac{m(\text{Fe})}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\% = \frac{0,0771 \text{ g}}{0,2607 \text{ g}} \cdot 100\% = 29,57\%.$$

5.4.3.3. Izračunavanje zapremine rastvora ispitivane supstance

U opštem slučaju, zapremina ispitivanog rastvora može se izračunati pomoću sljedeće jednačine:

$$V(A) = \frac{x \cdot F(A) \cdot m(t)}{\gamma(A)},$$

gdje je:

$V(A)$ – zapremina tražene supstance;

$m(t)$ – masa izmjerenog taloga;

$F(A)$ – gravimetrijski faktor;

$\gamma(A)$ – masena koncentracija;

x – broj alikvotnih djelova.

PRIMJER:

U odmjernom sudu od 100 cm^3 nalazi se nepoznata zapremina gvožđe(III)-jona. Odmjerni sud je dopunjen destilovanom vodom do oznake i odmjeren je alikvot (proba) od 25 cm^3 . Nakon odgovarajućih gravimetrijskih postupaka izmjerena masa taloga gvožđe(III)-oksida iznosi $0,1902 \text{ g}$. Izračunati zapreminu rastvora gvožđe(III)-jona ako njegova masena koncentracija iznosi $0,05 \text{ g/cm}^3$.

$$V(A) = ?$$

$$m(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 0,1902 \text{ g}$$

$$F(\text{Fe}) = 0,6994$$

$$\gamma(\text{Fe}) = 0,05 \text{ g/cm}^3$$

$$x = 100 \text{ cm}^3 / 25 \text{ cm}^3 = 4$$

Zamjenom ovih podataka u izrazu za zapreminu dobijamo:

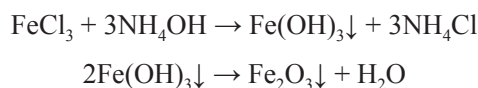
$$V(\text{Fe}) = \frac{x \cdot F(\text{Fe}) \cdot m(\text{Fe}_2\text{O}_3)}{\gamma(\text{Fe})} = \frac{4 \cdot 0,6994 \cdot 0,1902 \text{ g}}{0,05 \text{ g/cm}^3} = 10,64 \text{ cm}^3.$$

5.5. IZVOĐENJE GRAVIMETRIJSKE ANALIZE

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih ogleda u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za izvođenje gravimetrijske analize; uvježbaćeš postupke izvođenje gravimetrijske analize; demonstriraćeš izvođenje gravimetrijske analize; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

5.5.1. GRAVIMETRIJSKO ODREĐIVANJE UKUPNOG GVOŽĐA

Sadržaj ukupnog gvožđa gravimetrijskom metodom se određuje taloženjem gvožđe(III)-jona pomoću amonijum-hidroksida, pri čemu nastaje gvožđe(III)-hidroksid, talog mrkocrvene boje. Gvožđe(III)-hidroksid se žarenjem prevodi u gvožđe(III)-oksid i u tom obliku se mjeri:



Gvožđe(III)-jon se taloži kao hidroksid, jer je gvožđe(III)-hidroksid jedinjenje koje je veoma teško rastvorljivo u vodi, pa je ispunjen uslov za kvantitativno taloženje jona. Ukoliko su u rastvoru prisutni i gvožđe(II)-joni, dolazi i do njihovog taloženja, ali se oni ne talože kvantitativno. Zbog eventualno prisutnih gvožđe(II)-jona rastvoru se dodaje nitratna kiselina da bi se izvršila oksidacija gvožđa(II)-jona do gvožđe(III)-jona. Rastvor dobija svijetložutu boju koja je karakteristična za gvožđe(III)-jon.

PRAKTIČNI ZADATAK 5.1: Gravimetrijsko određivanje ukupnog gvožđa

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše gravimetrijsko određivanje ukupnog gvožđa.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom gravimetrijskog određivanja ukupnog gvožđa, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; dobijene podatke koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka, prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja gravimetrijskog određivanja ukupnog gvožđa zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

Postupak: Rastvor soli gvožđe(III)-jona razblažiti u odmjernom sudu destilovanom vodom do oznake 250 cm³. Odmjerni sud zatvoriti i dobro promućkati. Odmjeriti 25 cm³ rastvora i prenijeti u čašu. Zatim dodati 3–4 cm³ rastvora nitratne kiseline

koncentracije $0,2 \text{ mol/dm}^3$ i pažljivo zagrijavati do ključanja (oko pet minuta). Sa zagrijavanjem treba prestati kada rastvor dobije svijetložutu boju, koja je karakteristična za gvožđe(III)-jon. Nakon toga dodati vrlo malu količinu (vrh kašičice) kristalnog amonijum-nitrata. Zatim se gvožđe(III)-jon taloži razblaženim rastvorom amonijum-hidroksida koji se dodaje u kapima uz stalno miješanje staklenim štapićem. Amonijum-hidroksid se dodaje do slabog viška, odnosno momenta kada se više ne pojavljuje talog. Rastvoru treba dodati oko 100 cm^3 vrela destilovane vode da bi se smanjila mogućnost adsorpcije hloridnih jona na miecele gvožđe(III)-hidroksida. Mrkocrveni talog gvožđe(III)-hidroksida ostaviti da se slegne na vodenom kupatilu (oko 10 minuta). Dodatkom 1–2 kapi amonijum-hidroksida niz zid čaše još jednom provjeriti je li taloženje potpuno.

Kada se talog slegne, vrši se filtracija kroz filter-papir (crna traka). Prilikom filtracije voditi računa da veći dio taloga ostane u čaši. Zatim talog u čaši isprati nekoliko puta vrućim rastvorom 1–2% rastvora amonijum-nitrata. Nakon toga talog kvantitativno prenijeti na filter-papir i isprati destilovanom vodom. Talog se ispira do negativne reakcije na hloridni jon (ne treba da dođe do zamućenja srebro-nitrata u prisustvu nitratne kiseline).

Filter-papir s talogom skinuti s lijevka, saviti i staviti u porcelanski lončić za žarenje. Porcelanski lončić potrebno je prethodno žariti do konstantne mase.

Porcelanski lončić blago zagrijavati na slabom plamenu dok se filter-papir osuši i izgori. Nakon toga nastaviti žarenje na temperaturi $800\text{--}1000^\circ\text{C}$ u peći za žarenje ili na najjačem plamenu. Žarenje je potrebno da bi se iz taloga eliminisala voda i talog preveo u gvožđe(III)-oksid, odnosno u jedinjenje poznatog i stalnog sastava.

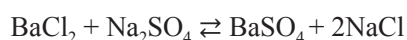
Poslije žarenja sačekati da se lončić malo ohladi (da prođe crveno usijanje) pa ga staviti u eksikator da se ohladi do sobne temperature. Zatim izmjeriti masu porcelanskog lončića s talogom. Postupak ponavljati do konstantne mase taloga.

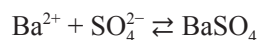
Tokom izvođenja gravimetrijskog određivanja ukupnog gvožđa, u prazna polja upiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

5.5.2. GRAVIMETRIJSKO ODREĐIVANJE SULFATA

Sadržaj sulfata u sulfatnoj kiselini ili njenim solima gravimetrijskom metodom određuje se taloženjem sulfatnog jona u obliku barijum-sulfata. Ova metoda se može koristiti i za određivanje sumpora u drugim oksidacionim stanjima, nakon prevođenja u oblik sulfat-jona.

Metoda se sastoji u sporom dodavanju barijum-hlorida vodenom rastvoru sulfata koji je slabo zakiseljen hloridnom kiselinom, pri čemu nastaje teško rastvorni barijum-sulfat:





Barijum-sulfat je sitan kristalan talog bijele boje. Dobijeni talog se filtrira, ispira destilovanom vodom, suši, žari do konstantne mase i mjeri kao barijum-sulfat. Dakle, taložni i mjerne oblik su isti.

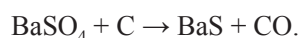
Rastvorljivost barijum-sulfata je mala, i iznosi oko 0,4 mg u 100 cm³ zasićenog rastvora. Njegov proizvod rastvorljivosti na 25°C iznosi $1,1 \cdot 10^{-10} \text{ mol}^2/\text{dm}^6$.

Taloženje barijum-sulfata se vrši u slabo kiselj sredini kako se ne bi taložila druga slabo rastvorna jedinjenja barijuma kao što su barijum-karbonat (BaCO₃) ili sekundarni barijum-fosfat (BaHPO₄). Koncentracija hloridne kiseline pri kojoj se vrši taloženje barijum-sulfata iznosi 0,05 mol/dm³. Prisustvo malih količina hloridne kiseline utiče i na stvaranje krupnijeg taloga koji se lako filtrira. Kada se vrši taloženje iz neutralnih rastvora, dolazi do formiranja sitnih kristala barijum-sulfata koji lako prolaze i kroz najgušći filter-papir, mogu zatvoriti pore i otežati filtriranje.

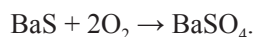
Talog barijum-sulfata se lako onečišćuje različitim stranim primjesama, koje se većim dijelom nalaze u unutrašnjosti kristala. Barijum-sulfat pokazuje veliku sklonost prema koprecipitaciji jona trovalentnih metala (Fe³⁺, Al³⁺, Cr³⁺ i dr.), a u manjoj mjeri prema jonima: NH₄⁺, Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Cl⁻, ClO₃⁻, NO₃⁻ i dr. Takođe, barijum-sulfat adsorbuje i rastvorljive soli barijuma i sulfata, kao i molekule vode.

Manje onečišćenje taloga barijum-sulfata nastaje kada se taloži iz razblaženijih rastvora i kada se rastvor barijum-hlorida dodaje postepeno uz stalno miješanje.

S obzirom na to da barijum-sulfat okluduje i vodu, nije dovoljno da se talog samo suši, već je potrebno i žarenje taloga. Prilikom žarenja dolazi do sagorijevanja filter-papira, pri čemu nastaje ugljenik koji može redukovati barijum-sulfat do barijum-sulfida:



Daljim žarenjem taloga na vazduhu dolazi do oksidacije barijum-sulfida do barijum-sulfata:



Žarenje taloga barijum-sulfata vrši se na temperaturi 800°C. Na temperaturama iznad 1.400°C dolazi do razlaganja barijum-sulfata na barijum-oksidi i sumpor(VI)-oksidi, što može dovesti do greške.



Putem linka i QR koda možete saznati više o gravimetrijskom određivanju sulfata.

<https://www.youtube.com/watch?v=7YyhmAURCgU>

Metoda taloženja barijum-sulfata izgleda jednostavno. Međutim, ako se postupak ne izvodi s mnogo pažnje, mogu se javiti greške. Najčešće greške koje se javljaju prilikom taloženja barijum-sulfata su:

- Ako je rastvor suviše kiseo, dolazi do znatnog rastvaranja taloga.
- Brzim dodavanjem barijum-hlorida dolazi do većeg stepena koprecipitacije.
- Brzim sagorijevanjem filter-papira dolazi do redukcije barijum-sulfata.

PRAKTIČNI ZADATAK 5.2: Gravimetrijsko određivanje sulfata

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše gravimetrijsko određivanje sulfata.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom gravimetrijskog određivanja sulfata, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka.

Tokom izvođenja gravimetrijskog određivanja sulfata zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

Postupak: Odmjerni sud od 250 cm³ s rastvorom natrijum-sulfata dopuniti destilovanom vodom do oznake i dobro promućkati. Odmjeriti 25 cm³ rastvora natrijum-sulfata i dodati oko 150 cm³ destilovane vode i 3–5 cm³ hloridne kiseline koncentracije 2 mol/dm³. U drugu čašu sipati oko 100 cm³ 10% rastvora barijum-hlorida. Oba rastvora zagrijavati do blizu ključanja. Zatim postepeno dodavati rastvor barijum-hlorida u rastvor natrijum-sulfata. Kada se talog nastalog barijum-sulfata dovoljno slegne i rastvor iznad njega postane bistar, dodati još nekoliko kapi barijum-hlorida da bi se utvrdilo je li taloženje potpuno. U slučaju da nastaje zamućenje, dodati još oko 5 cm³ rastvora barijum-hlorida i ponovo provjeriti. Kada se utvrdi da je taloženje potpuno, poklopiti čašu sahatnim staklom i ostaviti na vodenom kupatilu oko 60 minuta radi starenja taloga.

Nakon sazrijevanja taloga vrši se filtracija kroz gusti filter-papir (plava traka). Talog barijum-sulfata se ispira nekoliko puta vrućom destilovanom vodom. Ispiranje je završeno kada se dobije negativna reakcija na hloride, odnosno kada se filtratu doda nekoliko kapi srebro-nitrata i nitratne kiseline i ne dolazi do zamućenja.

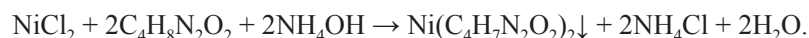
Dobro isprani talog zajedno sa filter-papirom osušiti u sušnici. Zatim osušeni filter-papir s talogom prenijeti u porcelanski lončić, koji je prethodno žaren do konstantne mase. Porcelanski lončić se postavlja na trougao za žarenje i zagrijava blagim plamenom. Temperatura se postepeno povećava dok se filter-papir ne ugljeniše i ne ispare isparljive supstance. Nakon toga porcelanski lončić se prenese u peć za žarenje i žari na temperaturi 800°C.

Poslije žarenja porcelanski lončić s talogom ostaviti da se malo ohladi, a zatim prenijeti u eksikator i ostaviti na sobnoj temperaturi oko 30 minuta. Kada se talog ohladi, izmjeriti ga na analitičkoj vagi, a zatim ponoviti proces žarenja 10 minuta. Nakon hlađenja ponovo izmjeriti talog. Postupak žarenja i mjerenja se ponavljaju do konstantne mase.

Tokom izvođenja gravimetrijskog određivanja sulfata zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

5.5.3. GRAVIMETRIJSKO ODREĐIVANJE NIKLA

Za gravimetrijsko određivanje nikla koristi se Čugaj–Brunkov metod. Nikl u reakciji sa dimetil-glioksimom taloži se iz amonijačnih ili slabo kiselih rastvora u obliku kompleksnog jedinjenja nikl-dimetil-glioksima, taloga karakteristične crvene boje:



Ovo kompleksno jedinjenje rastvara se u jakim neorganskim kiselinama, pa taloženje iz neutralnih rastvora usljed oslobađanja kiseline nije potpuno. Taloženje je potpuno tek kada se kiselina neutrališe amonijum-hidroksidom ili natrijum-acetatom. Takođe, ne treba dodavati dimetil-glioksim u velikom višku jer se i on sam može izdvojiti usljed male rastvorljivosti.

Dimetil-glioksim se dodaje toplom slabo kiselom rastvoru da bi se dobio talog pogodan za filtraciju, a zatim se dodaje amonijum-hidroksid u malom višku. Kada se taložno sredstvo dodaje hladnom rastvoru, dobija se veoma voluminozan talog koji se teško filtrira.

Talog dobijenog kompleksnog jedinjenja filtrira se kroz prethodno osušen i izmjerjen stakleni guč. Za vrijeme filtriranja i ispiranja talog treba da bude pokriven tečnošću.



Putem linka i QR koda možete saznati više o gravimetrijskom određivanju nikla.

<https://www.youtube.com/watch?v=1LxH8j8piwU>

PRAKTIČNI ZADATAK 5.3: Gravimetrijsko određivanje nikla

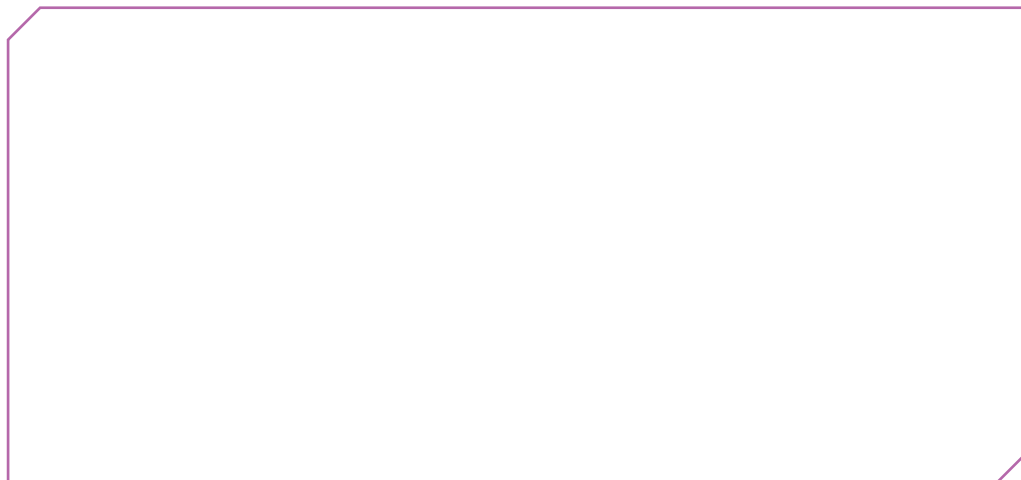
Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše gravimetrijsko određivanje nikla.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom gravimetrijskog određivanja nikla, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja gravimetrijskog određivanja nikla zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

Postupak: Odmjerni sud od 250 cm³ s rastvorom nikla dopuniti destilovanom vodom do oznake i dobro promućkati. Odmjeriti 25 cm³ ovog rastvora i razblažiti sa oko 50 cm³ destilovane vode. Rastvor zagrijati do ključanja i u kapima dodavati rastvor dimetil-glioksima dok god se stvara talog. Nakon toga dodati rastvor amonijum-hidroksida do slabo bazne reakcije. Čašu s talogom staviti nekoliko minuta na toplo mjesto da se talog slegne. Kada se rastvor ohladi, filtrirati kroz prethodno osušeni i izmjerjeni stakleni guč. Karakteristično crveni talog nikl-dimetil-glioksima ispira se nekoliko puta mlakom destilovanom vodom. Ovo jedinjenje se dobro rastvara u vreloj vodi, pa se zato koristi mlaka voda. Nakon toga talog se suši na temperaturi (oko) 125°C u sušnici 60 minuta do konstantne mase, hladi u eksikatoru i mjeri.

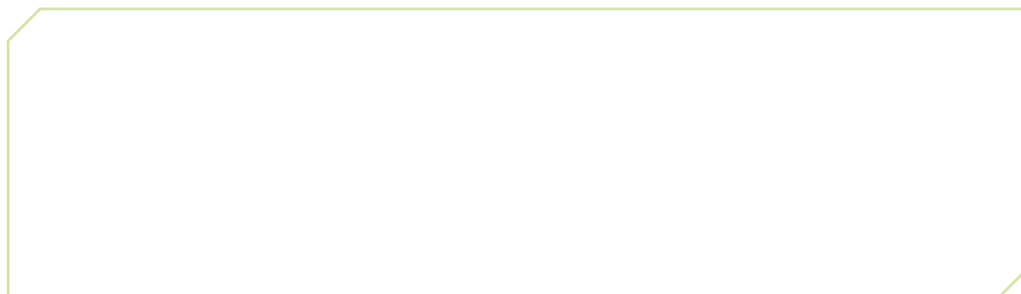
Tokom izvođenja gravimetrijskog određivanja nikla zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.



PROJEKTNI ZADATAK: Gravimetrijsko određivanje nikla u prisustvu bakra

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše gravimetrijsko određivanje nikla u realnom uzorku.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom projektnog zadatka, odnosno postupkom određivanja nikla u realnom uzorku, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade projektnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; dobijene podatke koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.



PROJEKTNI ZADATAK: Gravimetrijsko određivanje sastava zemljišta

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše gravimetrijsko određivanje sastava zemljišta.

Postupak: Da bismo znali koji se hemijski elementi nalaze u zemljištu, potrebno je da izvršimo njegovu analizu. Tvoj zadatak je da izvršiš uzimanje uzoraka zemljišta, kao i da izvršiš pripremu za analizu. U zemlji su od minerala zastupljeni: silicijum (Si), aluminijum (Al), gvožđe (Fe), magnezijum (Mg), kalcijum (Ca), natrijum (Na) i kalijum (K). Pošto si pripremio/pripremila uzorak zemljišta za analizu, tvoj sljedeći zadatak je da primjenom operacija u gravimetrijskoj analizi odrediš prisustvo gvožđa u zemlji.

Tokom izvođenja gravimetrijskog određivanja sastava zemljišta zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

5.6. PROVJERI SVOJE ZNANJE

1. Objasni suštinu gravimetrijske metode analize.
2. Navedi uslove koje treba da ispunjava talog za uspješno izvođenje gravimetrijske analize.
3. Rednim brojevima obilježi redosljed postupaka osnovnih operacija u gravimetriji.

ispiranje _____

mjerenje mase taloga _____

taloženje _____

izračunavanje rezultata _____

filtriranje _____

sušenje i žarenje _____

Koja je gravimetrijska operacija prikazana na slici?



4. Gravimetrijsko određivanje ukupnog gvožđa vrši se taloženjem _____ jona pomoću _____. Dokazna reakcija je: $\text{FeCl}_3 + \text{_____} \rightarrow \text{_____} + 3\text{NH}_4\text{Cl}$. Zbog eventualno prisutnih _____ jona, rastvoru se dodaje _____ da bi se izvršila oksidacija _____ jona do _____ jona.

5. Da li će taloženje barijuma biti potpunije u obliku BaC_2O_4 ili u obliku BaSO_4 ako se zna da proizvod rastvorljivosti BaC_2O_4 iznosi $1,2 \cdot 10^{-7} \text{ mol}^2/\text{dm}^6$, a BaSO_4 $1,4 \cdot 10^{-10} \text{ mol}^2/\text{dm}^6$?
6. Kod kojih taloga dolazi do okluzije? Objasni pojavu okluzije.
7. Da li se lakše ispiraju kristalni ili želatinozni talozi? Zašto?
8. Navedi katjone koji se talože u obliku hidroksida i u obliku sulfata.
9. Objasni pojam *koprecipitacija*.
10. Kako se obilježava i šta označava gravimetrijski faktor?
11. Izračunaj gravimetrijski faktor ako se aluminijum u gravimetrijskoj analizi mjeri u obliku aluminijum-oksida. (R: 0,5294)
12. Odredi gravimetrijski faktor za Fe_2O_3 u Fe_3O_4 . (R: 1,0345)
13. Koja je masa srebro-nitrata potrebna za taloženje bromidnog jona ako uzorak mase 0,9000 g sadrži 25% broma? (R: 0,4780 g)
14. Koliko se miligrama sumpora nalazi u 250 cm^3 uzorka ako je taloženjem barijum-sulfata u 80 cm^3 uzorka dobijeno 0,5236 g taloga barijum-sulfata? Reakcija po kojoj se odvija gravimetrijsko određivanje sulfatne kiseline:

$$\text{BaCl}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{BaSO}_4\downarrow + 2\text{HCl} \quad (\text{R: } 224,7 \text{ mg})$$
15. Koliko je dm^3 rastvora barijum-fosfata količinske koncentracije $0,3 \text{ mol}/\text{dm}^3$ potrebno za taloženje sulfata u 500 mg kalijum-sulfata? Reakcija po kojoj se odvija gravimetrijsko određivanje:

$$\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2 + 3\text{K}_2\text{SO}_4 \rightarrow 3\text{BaSO}_4\downarrow + 2\text{K}_3\text{PO}_4 \quad (\text{R: } 0,0032 \text{ dm}^3)$$
16. Koliko se grama sulfata nalazi u uzorku koji gravimetrijskim taloženjem daje 0,6930 g kalcijum-sulfata? (R: 0,2038 g)

5.7. REZIME

Metoda kvantitativne hemijske analize koja se zasniva na mjerenju mase ispitivane supstance naziva se gravimetrija.

Ispitivana supstanca može se izdvojiti iz uzorka na tri načina:

- udaljavanjem svih komponenti osim supstance koja se određuje;
- udaljavanjem samo supstance koja se određuje;
- izdvajanjem iz rastvora supstance koja se određuje u obliku teško rastvorljivog jedinjenja.

Gravimetrijskim metodama mogu se odrediti skoro svi elementi Zemljine kore. Pažljivim radom može se postići tačnost određivanja i do 99,9%, pa se gravimetrija ubraja u grupu najtačnijih metoda. Nedostatak ovih metoda je relativno velika dužina određivanja, težina analitičkih operacija i ograničena mogućnost određivanja malih količina supstanci.

Za izvođenje gravimetrijskih metoda analize od laboratorijskog posuđa i pribora najčešće se koriste: čaše, mjerni sudovi, pipete, birete, vakuum boce, lijevci za brzo filtriranje, lončići za filtriranje, stakleni štapići, lončići za žarenje, metalne mašice, trougao za žarenje, eksikator i dr.

Osnovne operacije kod gravimetrijskih metoda su: taloženje, filtriranje, ispiranje, sušenje i žarenje, mjerenje mase taloga i izračunavanje rezultata.

6

VOLUMETRIJSKE METODE NEUTRALIZACIJE

U OVOM POGLAVLJU NAUČIĆEŠ DA:

- opišeš princip i podjelu volumetrijskih metoda hemijske analize
- opišeš pribor i posuđe za izvođenje volumetrijskih metoda
- navedeš vrste standardnih rastvora prema načinu pripremanja
- na zadatom primjeru izvršiš pripremu i standardizaciju rastvora koji se koriste u metodama neutralizacije
- objasniš osobine indikatora koji se koriste u metodama neutralizacije
- izračunaš sadržaj supstanci primjenom odgovarajućeg stehiometrijskog proračuna za neutralizacione metode
- na zadatom primjeru demonstriraš izvođenje metoda neutralizacije.

RAZMISLI I ODGOVORI:

1. Nabroj hemijsko posuđe koje se koristi za mjerenje zapremine tečnosti.
2. Opiši postupak pripremanja 3% rastvora natrijum-hidroksida.
3. U čašama se nalaze rastvori hloridne kiseline i natrijum-hidroksida. Na koji ćeš način odrediti koji rastvor reaguje kiselo, a koji bazno?

6.1. PRINCIP I PODJELA VOLUMETRIJSKIH METODA ANALIZE

Kada možeš da izmjeriš ono o čemu govoriš i da to izraziš brojevima, onda znaš nešto o tome. Međutim, ako to ne možeš izraziti brojevima, onda je tvoje znanje slabašno i nezadovoljavajuće.

Lord Kelvin

Standardni rastvor je rastvor reagensa poznate, tačno određene koncentracije koji se koristi u volumetriji za kvantitativno određivanje supstanci.

Ekvivalentna tačka titracije ili teorijska završna tačka je moment kada su količine standardnog i ispitivanog rastvora stehiometrijski ekvivalentne.

Završna tačka titracije je moment kada dolazi do fizičke promjene koja označava kraj titracije.

Indikatori su supstance koje se mijenjaju na lako uočljiv način (promjena boje ili stvaranje taloga) i ne utiču na tok hemijske reakcije.

Metoda kvantitativne hemijske analize koja se zasniva na mjerenju zapremine (volumena) naziva se **volumetrija**.

6.1.1. PRINCIP VOLUMETRIJSKIH METODA ANALIZE

Određivanja u volumetriji izvode se tako što se rastvoru ispitivane supstance dodaje rastvor reagensa poznate, tačno određene koncentracije koji se naziva **standardni rastvor**.

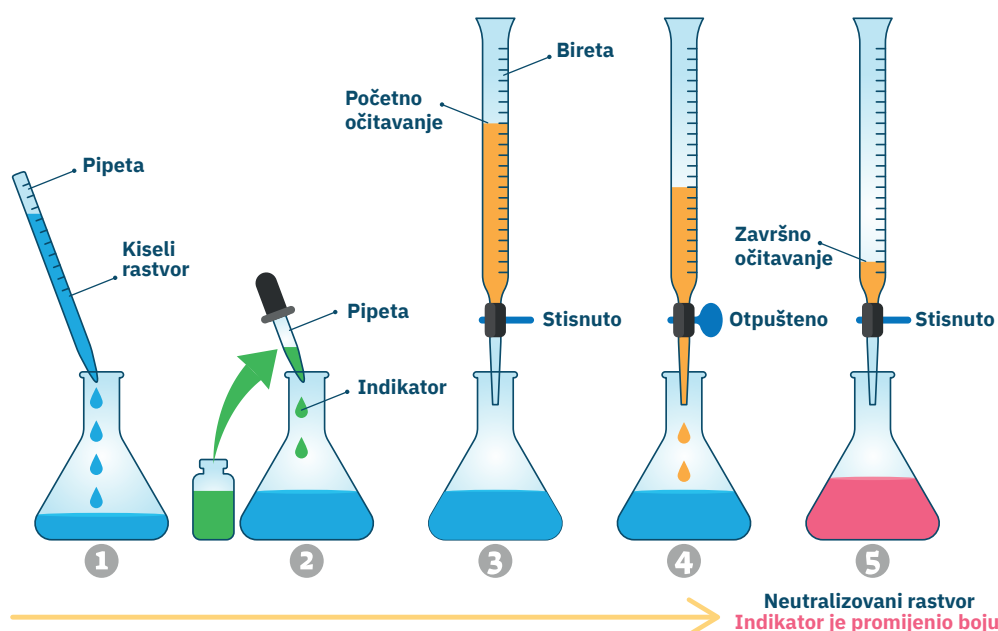
Postupak dodavanja standardnog rastvora ispitivanom rastvoru naziva se **titracija**. Standardni rastvor kojim se izvodi titracija naziva se još i titraciono sredstvo, titrant ili titrator. Ispitivani rastvor, odnosno rastvor koji se titruje (titiše) naziva se titracioni rastvor ili titrand. Titracija je najvažnija operacija u volumetrijskim analizama.

Standardni rastvor dodaje se rastvoru ispitivane supstance iz birete u kapima. Reakcija je završena kada rastvori izreaguju u stehiometrijskom odnosu, odnosno kada se dostigne **ekvivalentna tačka titracije**. Iz zapremine utrošenog reagensa i njegove poznate koncentracije izračunava se količina ispitivane supstance. Na primjer, ekvivalentna tačka kod titracije KCl sa AgNO_3 je kada se na svaki mol KCl doda jedan mol AgNO_3 , dok se ekvivalentna tačka kod titracije H_2SO_4 sa NaOH postiže kada se na svaki mol H_2SO_4 dodaju dva mola NaOH itd.

Ekvivalentna tačka titracije se u praksi može ocijeniti opažanjem neke fizičke promjene (promjena boje, pojava taloga) koja je povezana sa njom. Moment kada dolazi do ove promjene naziva se **završna tačka titracije** i ona se eksperimentalno uzima kao kraj titracije.

Vizuelno određivanje kraja hemijske reakcije može se vršiti pomoću **indikatora**. Kada se kod neke titracije koristi indikator, tačka u kojoj on mijenja boju je završna tačka titracije.

Postupak izvođenja titracije prikazan je na slici 6.1.



Slika 6.1. Postupak izvođenja titracije



Putem linka i QR koda možete saznati više o postupku izvođenja titracije.

<https://www.youtube.com/watch?v=sFpFCPTDv2w&t=80s>

Fizička promjena se uglavnom ne događa tačno u ekvivalentnoj tački, već u njenoj neposrednoj blizini. U idealnom slučaju, završna i ekvivalentna tačka titracije treba da se poklapaju. Međutim, postoji određena razlika jer indikator troši malu količinu titracionog sredstva za promjenu boje ili stvaranje taloga. Ova razlika predstavlja grešku završne tačke. Ona treba da bude što manja, jer od nje u velikom stepenu zavisi greška volumetrijskog određivanja. Relativna greška se može izračunati pomoću sljedeće jednačine:

$$\text{relativna greška} = \frac{V_{ZT} - V_{ET}}{V_{ET}}$$

gdje je V_{ZT} zapremina reagensa u završnoj tački titracije, a V_{ET} zapremina reagensa u ekvivalentnoj tački titracije.

Ekvivalentna tačka titracije može se odrediti i drugim fizičko-hemijskim metodama, odnosno mjerenjem drugih osobina, kao što su provodljivost, temperatura, razlika potencijala između dvije pogodno odabrane elektrode zaronjene u rastvor, indeks prelamanja, električna struja koja uz određene uslove teče kroz rastvor i dr. Do karakteristične promjene neke od ovih fizičkih osobina dolazi usljed nagle promjene koncentracije reaktanta u ekvivalentnoj tački titracije.

Volumetrijske metode se ubrajaju u najvažnije metode kvantitativne hemijske analize. Izvode se veoma brzo jer su jednostavne za izvođenje: ne zahtijevaju komplikovanu opremu i omogućavaju određivanje velikog broja različitih supstanci. U poređenju s gravimetrijskim metodama, ove metode su znatno brže i često isto toliko tačne.

6.1.2. PODJELA VOLUMETRIJSKIH METODA ANALIZE

Podjela volumetrijskih metoda (tabela 6.1) izvršena je na osnovu vrste reakcije koja se odigrava tokom titracije:

- metode neutralizacije – zasnivaju se na reakcijama neutralizacije (kiselinsko-baznim reakcijama);
- metode oksido-redukcije – zasnivaju se na reakcijama oksidacije i redukcije (redoks reakcijama);
- metode kompleksometrije – zasnivaju se na reakcijama građenja stabilnih kompleksa;
- taložne metode – zasnivaju se na reakcijama taloženja, odnosno stvaranja jedinjenja koja su teško rastvorljiva u vodi.



Tabela 6.1.
Podjela volumetrijskih metoda

6.1.3. METODE NEUTRALIZACIJE

Volumetrijske metode zasnovane na reakcijama neutralizacije, odnosno na reakcijama između kiselina i baza nazivaju se **metode neutralizacije**. U ovu grupu analiza ubrajaju se svi procesi koji se zasnivaju na reakcijama hidronijum (H_3O^+) i hidroksidnih jona (OH^-), pri čemu nastaje slabo disosovan molekul vode. Reakcija neutralizacije u vodenom rastvoru može se predstaviti na sljedeći način:



odnosno jednostavnije:



Metode neutralizacije primjenjuju se za kvantitativno određivanje kiselina i baza, kao i soli koje hidrolizuju u vodenim rastvorima. Ova metoda se najčešće koristi od svih volumetrijskih metoda, jer kiseline, baze i soli imaju široku primjenu u praksi. Za određivanje kiselina koriste se standardni rastvori jakih baza (natrijum-hidroksid, kalijum-hidroksid), dok se za određivanje baza koriste rastvori jakih kiselina (hloridna kiselina, sulfatna kiselina). Za titracije se ne koriste rastvori slabih kiselina i slabih baza, jer tada reakcije ne teku do kraja u jednom smjeru, odnosno nijesu kvantitativne.

Podjela metoda neutralizacije vrši se prema standardnom rastvoru koji se koristi za titraciju. Prema tome, razlikujemo acidimetriju i alkalimetriju.

Acidimetrija predstavlja postupak određivanja baza titracijom standardnim rastvorom kiseline. Na primjer, na ovaj način može se odrediti sadržaj natrijum-hidroksida standardnim rastvorom hloridne kiseline. Postupkom acidimetrije mogu se odrediti i soli koje hidrolizuju bazno u vodenom rastvoru, kao što je natrijum-karbonat.

Alkalimetrija predstavlja postupak određivanja kiselina titracijom standardnim rastvorom baze. Na primjer, na ovaj način se može odrediti sadržaj hloridne kiseline standardnim rastvorom natrijum-hidroksida. Postupkom alkalimetrije mogu se odrediti i soli koje hidrolizuju kiselo u vodenom rastvoru, kao što je amonijum-hlorid.

Kako se u metodama neutralizacije najčešće titruju kiseline i baze, postupci za njihovo određivanje imaju zajednički naziv **acidi-alkalimetrija**, odnosno kiselo-bazne titracije.

Metodama neutralizacije mogu se odrediti brojne neorganske i organske kiseline i baze. Titracije se najčešće izvode u vodenim rastvorima, mada se mnoge organske kiseline i baze mogu titrovati u nevodenim rastvorima zbog male rastvorljivosti ili nedovoljne jačine u vodi.

6.1.4. KRIVE TITRACIJE

Krive koje pokazuju promjenu koncentracije (ili $\log c$) neke supstance u zavisnosti od zapremine titranta nazivaju se krive titracije. Krive titracije se mogu teorijski izračunati i eksperimentalno odrediti. Postoje linearne i logaritamske krive titracije.

Kod linearnih krivih titracija, koncentracije ispitivanih jona se linearno mijenjaju sa povećanjem zapremine dodatog reagensa. Logaritamske krive titracije se dobijaju ako se na ordinatnu osu nanosi veličina koja je direktno proporcionalna logaritmu numeričke vrijednosti koncentracije neke od reagujućih supstanci u toku volumetrijske titracije. Te veličine se nazivaju *p*-funkcije i one mogu biti pH ($-\log[\text{H}_3\text{O}^+]$), *p*Ag+ ($-\log[\text{Ag}^+]$) ili pM ($-\log[\text{Mn}^+]$) pri čemu Mn+ označava jon nekog metala. Veličina promjene *p*-funkcije u blizini ekvivalentne tačke je najveća i najuočljivija, što omogućuje pouzdano određivanje ekvivalentne tačke. Promjena *p*-funkcije u blizini ekvivalentne tačke su veće kod nepovratnijih reakcija i kod titracija koncentrovanijih rastvora.

6.2. PRIBOR I POSUĐE ZA IZVOĐENJE VOLUMETRIJSKIH METODA

Za izvođenje volumetrijskih metoda analize, od laboratorijskog posuđa i pribora najčešće se koriste: birete, pipete, menzure, erlenmajeri, čaše, magnetne mješalice i dr. O laboratorijskom posuđu i priboru učio/učila si više u prvom razredu (u modulu Uvod u laboratorijski rad).

6.3. VRSTE STANDARDNIH RASTVORA

Za izvođenje volumetrijske analize neophodan je standardni rastvor koji reaguje kvantitativno sa ispitivanom supstancom. Tačnost volumetrijske analize zavisi od tačnosti kojom je određena koncentracija standardnog rastvora, jer se na osnovu njegove koncentracije i zapremine izračunava sadržaj ispitivane supstance. Zbog toga se posebna pažnja mora posvetiti metodama za pripremu ovih rastvora, kao i izboru hemikalija. Priprema ovih rastvora zahtijeva urednost pri radu i izuzetnu tačnost.

Prema načinu pripremanja, standardni rastvori se dijele na primarne i sekundarne (tabela 6.2):



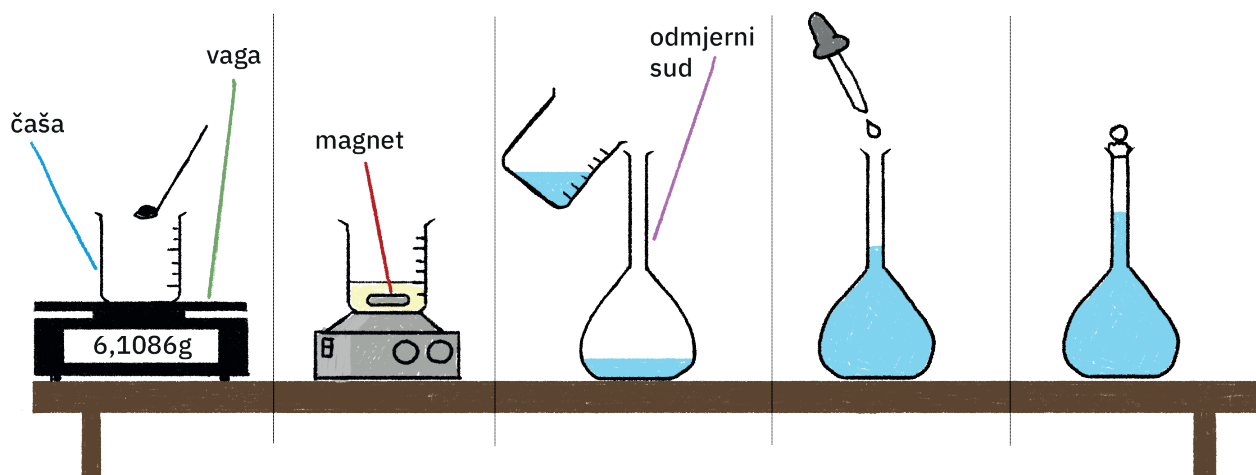
Tabela 6.2. Podjela standardnih rastvora

6.3.1. PRIMARNI STANDARDNI RASTVORI

Primarni standardni rastvori pripremaju se tako što se izračunata količina hemijski čiste supstance izmjeri na analitičkoj vagi i rastvori u odmjernom sudu određene zapremine. Postupak pripreme primarnog standardnog rastvora prikazan je na slici 6.2. Supstance koje se koriste za pripremanje ovih rastvora nazivaju se ishodne supstance, primarne standardne supstance ili primarni standardi.

Primarna standardna supstanca treba da ispunjava određene uslove od kojih su najvažniji:

- da ima tačno određen hemijski sastav i najviši stepen čistoće, odnosno *pro analysi* (sadržaj nečistoća je manji od 0,01%);
- da bude stabilna (postojana) u čvrstom stanju ili rastvoru, odnosno da se ne mijenja prilikom mjerenja, dužeg stajanja, pod dejstvom svjetlosti, vlage i kiseonika, ne treba da bude isparljiva;
- da ima (ukoliko je moguće) što veću molarnu masu, kako bi relativna greška pri mjerenju bila što manja;
- da se lako može nabaviti i da nije previše skupa.



Slika 6.2. Pripremanje primarnog standardnog rastvora

U primarne standardne supstance ubrajaju se: natrijum-karbonat (Na_2CO_3), natrijum-hidrogenkarbonat (NaHCO_3), oksalna kiselina ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$), natrijum-okalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$), natrijum-hlorid (NaCl), natrijum-tetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), kalijum-hidrogenftalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), kalijum-dihromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) i dr.

Standardizacija rastvora predstavlja postupak određivanja stvarne koncentracije rastvora.

Restandardizacija rastvora predstavlja postupak provjeravanja koncentracije rastvora primarnim standardnim rastvorima.

Molarna koncentracija – broj molova neke supstance u jednom decimetru kubnom rastvora.

Titar – broj grama rastvorene supstance u jednom centimetru kubnom rastvora.

6.3.2. SEKUNDARNI STANDARDNI RASTVORI

U slučaju da se standardni rastvor ne može pripremiti direktnim mjerenjem i rastvaranjem supstance, priprema se rastvor približno poznate koncentracije. Tačna koncentracija rastvora određuje se eksperimentalnim putem, odnosno titracijom primarnim standardnim rastvorom. Ovaj postupak određivanja stvarne koncentracije naziva se **standardizacija**, a rastvor pripremljen na ovaj način naziva se sekundarni standardni rastvor.

Dakle, supstance koje se koriste za pripremu sekundarnih standardnih rastvora nemaju osobine primarnih standarda. Ovakve supstance se mogu mijenjati pri mjerenju, vezivati vlagu, biti nepostojane, isparavati i dr. Na primjer, koncentrovana hloridna kiselina i elementarni jod lako isparavaju, a njihove pare nagrizzaju metalne djelove vage; alkalni hidroksidi apsorbuju vlagu i ugljenik(IV)-oksid iz vazduha, pa mogu sadržati određenu količinu alkalnih karbonata i dr.

Kao sekundarni standardni rastvori, pripremaju se rastvori: hloridne kiseline (HCl), sulfatne kiseline (H_2SO_4), natrijum-hidroksida (NaOH), kalijum-hidroksida (KOH), natrijum-tio-sulfata ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), kalijum-permanganata (KMnO_4) i dr.

6.3.3. STABILNOST STANDARDNIH RASTVORA

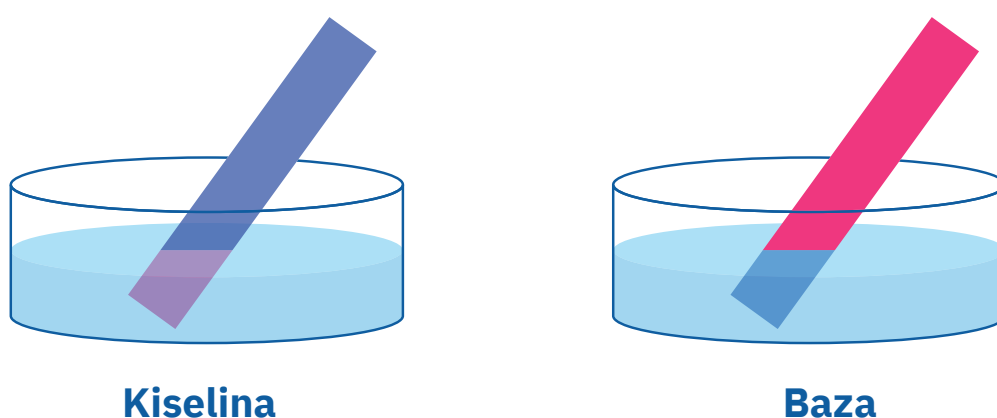
Standardni rastvori se čuvaju u odgovarajućim i dobro zatvorenim bocama. Njihova koncentracija ne bi trebalo da se mijenja mjesecima ili čak godinama nakon pripreme. Međutim, veoma mali broj standardnih rastvora ima takvu stabilnost. Zato se mnogima od njih povremeno provjerava koncentracija primarnim standardnim rastvorima. Ovaj postupak naziva se **restandardizacija**.

Koncentracija standardnih rastvora izražava se **molarnom koncentracijom** ili **titrom**.

6.4. INDIKATORI

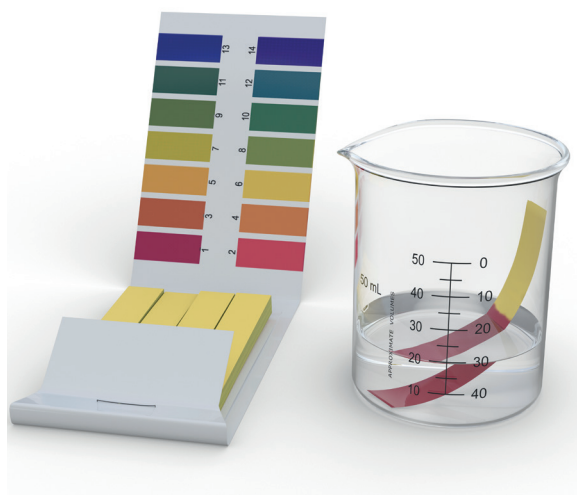
U poglavlju 6.1.1 pomenuto je da su indikatori supstance koje služe za vizuelno određivanje završne tačke titracije. Najčešće se koriste u volumetrijskoj analizi. Naziv indikator potiče od latinske riječi *indicare*, što znači pokazivati.

Lakmus je indikator koji se koristi kao indikatorska hartija ili rastvor. U kiseloj sredini je crvene boje, a u baznoj plave (slika 6.3).



Slika 6.3. Lakmus-papir u kiseloj (a) i baznoj (b) sredini

Engleski naučnik Robert Bojl (Robert Boyle) prvi je upotrijebio indikatorsku hartiju, primijetivši da rastvori dobijeni kivanjem određenih cvjetova imaju različitu boju kada im se dodaju kiseline i baze.



Slika 6.4. Univerzalni indikatorski papir

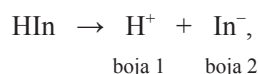
Približno određivanje pH vrijednosti može se postići primjenom jednog pogodnog indikatora, dok se tačnije određivanje postiže primjenom nekoliko indikatora. Za određivanje pH vrijednosti u veoma širokom intervalu koristi se **univerzalni indikator**.

Univerzalni indikator (slika 6.4) najčešće se koristi u obliku indikatorske hartije, odnosno hartije natopljene rastvorom univerzalnog indikatora, a zatim osušene. Uz ovaj indikator priložena je skala boja za upoređivanje pH vrijednosti, kod koje svaka nijansa boje odgovara određenoj pH vrijednosti rastvora. Pomoću univerzalnog indikatora pH vrijednost se određuje s tačnošću od jedne pH jedinice.

Univerzalni indikator predstavlja smještu indikatora koji mijenja boju u veoma širokom intervalu pH vrijednosti.

6.4.1. INDIKATORI U METODI NEUTRALIZACIJE

Indikatori koji se koriste u metodi neutralizacije nazivaju se kiselobazni indikatori. Prema hemijskom sastavu, kiselobazni indikatori su intenzivno obojene slabe organske kiseline ili baze. Za njihovu praktičnu primjenu neophodno je znati pri kojim pH vrijednostima mijenjaju boju, jer promjena boje označava kiselost, odnosno baznost rastvora. Najčešće imaju jednu boju u molekulskom, a drugu u jonskom obliku:



gdje HIn predstavlja kiseli oblik indikatora, a In⁻ njegov bazni (konjugovani) oblik.

Indikatori kod kojih su dva oblika različito obojena nazivaju se **dvobojni indikatori**. Indikatori kod kojih je jedan oblik bezbojan, a drugi obojen nazivaju se **jednobojni indikatori**.

Interval pH vrijednosti u kom indikator mijenja boju naziva se interval promjene boje indikatora. Interval promjene boje kiselobaznih indikatora kreće se od 0 do 13.

Danas je poznat veliki broj kiselobaznih indikatora koji mijenjaju boju u različitim intervalima pH vrijednosti.

Indikatori koji mijenjaju boju u kiseloj sredini nazivaju se **kiseli indikatori**, a oni koji mijenjaju boju u baznoj sredini **bazni indikatori**. U metodi neutralizacije od kiselih indikatora najčešće se koriste metil-oranž i metil-crveno, a od baznih fenolftalein i timolftalein.

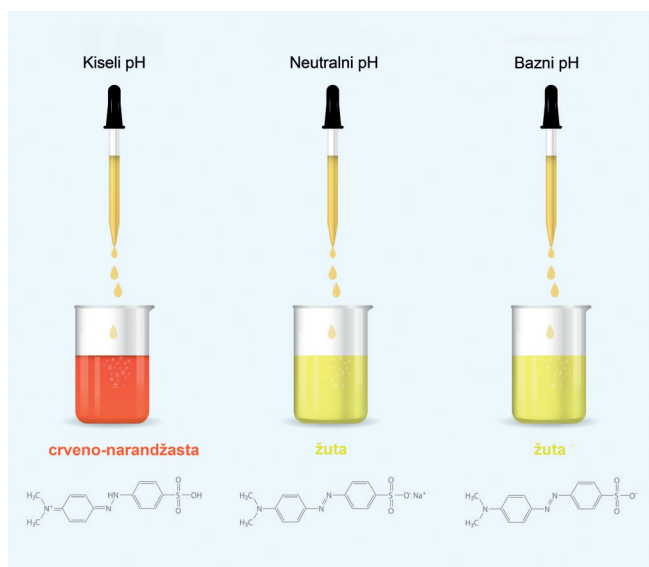
Tabela 6.3. Najvažniji kiselobazni indikatori

Indikator	Interval prelaza (pH)	Promjena boje	
		kiseli oblik	bazni oblik
timol-plavo	1,2 – 2,8	crven	žut
metil-žuto	2,4 – 4,0	crven	žut
metil-oranž	3,2 – 4,4	crven	žut
brom-fenol-plavo	3,0 – 4,6	žut	plav
brom-krezol-zeleno	3,8 – 5,4	žut	plav
metil-crveno	4,2 – 6,2	crven	žut
hlor-fenol-crveno	4,8 – 6,4	žut	crven
brom-timol-plavo	6,0 – 7,6	žut	plav
neutralno-crveno	6,8 – 8,0	crven	žutonarandžast
krezol-crveno	7,2 – 8,8	žut	purpurnocrven
timol-plavo	8,0 – 9,6	žut	plav
fenolftalein	8,0 – 9,8	bezbojan	ružičast
timolftalein	9,0 – 10,5	bezbojan	plav
alizarin-žuto	10,1 – 12,0	bezbojan	ljubičast

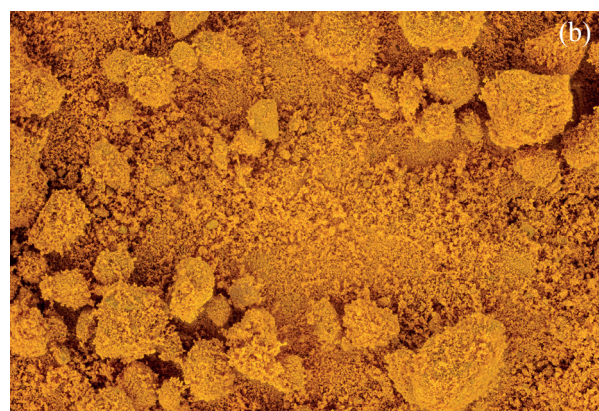
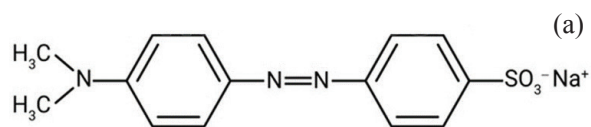
Timol-plavo (timolsulfonftalein) jeste kristalni prah koji se koristi kao pH indikator. On je nerastvoran u vodi, ali se rastvara u alkoholu i razblaženim alkalnim rastvorima. Pri pH vrijednostima od 1,2 do 2,8 prelazi iz crvene u žutu boju, dok pri pH vrijednostima od 8,0 do 9,6 prelazi iz žute u plavu.

6.4.1.1. METIL-ORANŽ

Metil-oranž je indikator koji se često upotrebljava kod titracija i pogodan je za upotrebu zbog jasne promjene boje. Kada je u molekulskom, pretežno nedisosovanom obliku, ima crvenu boju (pH < 3,1), a kada je u jonskom, pretežno disosovanom obliku, ima žutu boju (pH > 4,4). U intervalu pH vrijednosti od 3,1 do 4,4 ima narandžastu boju. Drugim riječima, kako se kiselost rastvora smanjuje, promjena boje ovog indikatora se mijenja od crvene preko narandžaste do žute (slika 6.5).



Slika 6.5. Boje metil-oranža

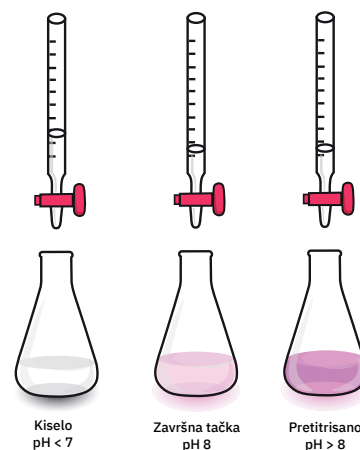


Slika 6.6. Metil-oranž: formula (a), prah (b)

Po hemijskom sastavu metil-oranž je natrijum 4-{{4-(dimetilamino)fenil}diazetil}benzen-1-sulfonat, a njegova molekulska formula je $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$.

6.4.1.2. FENOLFTALEIN

Fenolftalein se, takođe, veoma često koristi kao indikator u titracijama. Bezbojan je u kiseloj, neutralnoj i slabobaznoj sredini ispod pH vrijednosti 8,2. U baznoj sredini, kada je pH vrijednost veća od 10, ima crvenoljubičastu boju. U intervalu prelaza od 8,2 do 10, kada su oba oblika u ravnoteži, njegova boja je ružičasta (slika 6.7).



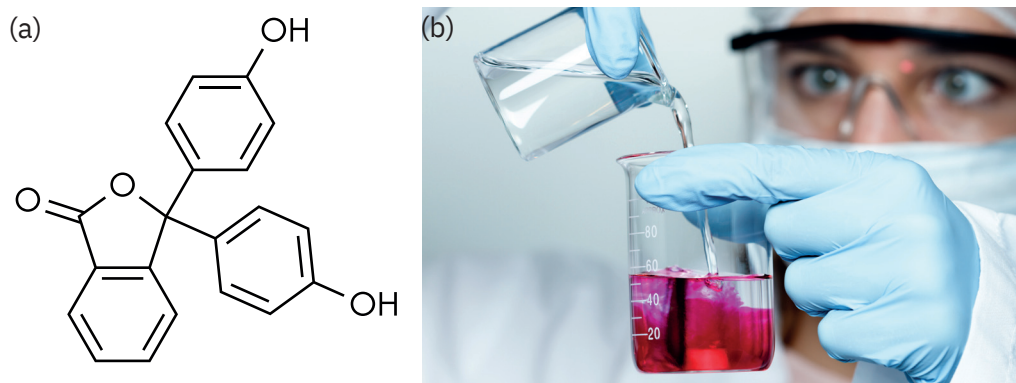
Slika 6.7. Boje fenolftaleina



Putem linka i QR koda možete vidjeti boje fenolftaleina u zavisnosti od pH vrijednosti.

<https://www.youtube.com/watch?v=XMcyHyWqMlM>

Fenolftalein je jedinjenje molekulske formule $C_{20}H_{14}O_4$. Prema hemijskom sastavu je 3,3-bis(4-hidroksifenil)izobenzofuran-1(3H)-on. Na slici 6.8 prikazana je strukturna formula fenolftaleina (a) i boja u baznoj sredini (b).



Slika 6.8.
Fenolftalein: formula (a),
boja u baznoj sredini (b)

PROJEKTNI ZADATAK: Određivanje pH vrijednosti rastvora

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše određivanje pH vrijednosti rastvora.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom projektnog zadatka, odnosno postupkom određivanja pH vrijednosti rastvora, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade projektnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; dobijene podatke koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Postupak: Kao kiselo-bazni indikator može se koristiti rastvor crvenog kupusa. Ovaj indikator se koristi kao univerzalni prirodni indikator. Nareži kriške crvenog kupusa i prelij ih vrelom vodom. Neka odstoje dvadesetak minuta, potom ih procijedi. Dobićeš rastvor kupusa koji je ljubičaste boje. Pomoću rastvora crvenog kupusa možeš odrediti pH vrijednost supstanci koje svakodnevno koristiš u domaćinstvu, ali i hemikalija koje imaš u laboratoriji. Neke od supstanci koje možeš koristiti su: sirće, limun, natrijum-hidroksid, soda bikarbona, sredstvo za čišćenje odvoda i dr.

Tokom izvođenja određivanja pH vrijednosti rastvora zapiši svoja zapažanja.

6.5. PRIPREMA I STANDARDIZACIJA RASTVORA ZA METODE NEUTRALIZACIJE

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih oglada u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za pripremu i standardizaciju rastvora za metode neutralizacije; uvježbaćeš postupke pripreme i standardizacije rastvora za metode neutralizacije; demonstriraćeš pripremu i standardizaciju rastvora za metode neutralizacije; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

6.5.1. PRIPREMA I STANDARDIZACIJA RASTVORA HLORIDNE KISELINE

Rastvor hloridne kiseline priprema se kao sekundarni standardni rastvor čija je koncentracija najčešće $0,1 \text{ mol/dm}^3$. Hloridna kiselina nije primarna supstanca, jer predstavlja rastvor gasovitog hlorovodonika u vodi. Zbog toga maseni udio hloridne kiseline nije tačno definisan. Hloridna kiselina se koristi za volumetrijsko određivanje baza, kao i soli slabih kiselina čiji vodeni rastvori zbog hidrolize reaguju bazno.

6.5.1.1. Priprema rastvora hloridne kiseline

Za pripremu rastvora hloridne kiseline potrebno je odmjeriti određenu zapreminu koncentrovanog rastvora. Razblaživanjem koncentrovanog rastvora hloridne kiseline dobija se rastvor približno poznate koncentracije, a zatim se određuje tačna koncentracija takvog rastvora. Drugim riječima, odmjerena zapremina koncentrovanog rastvora razblaži se destilovanom vodom u odmjernom sudu do određene zapremine, a nakon toga se vrši standardizacija rastvora.

PRIMJER:

Pripremiti 1 dm^3 rastvora hloridne kiseline koncentracije $0,1 \text{ mol/dm}^3$.

Masa hloridne kiseline koja je potrebna za pripremanje tačno određene koncentracije i zapremine rastvora izračunava se pomoću jednačine:

$$m(\text{HCl}) = c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot M(\text{HCl}),$$

gdje m predstavlja masu, c koncentraciju, V zapreminu, a M molarnu masu hloridne kiseline.

Molarna masa hloridne kiseline iznosi $36,46 \text{ g/mol}$. Prema prethodnoj jednačini, masa hloridne kiseline iznosi:

$$m(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 1 \text{ dm}^3 \cdot 36,46 \text{ g/mol} = 3,646 \text{ g}.$$

Za preračunavanje mase hloridne kiseline u odgovarajuću zapreminu hloridne kiseline potrebno je znati maseni udio i gustinu kiseline. Ako se podatak za gustinu ne nalazi na boci, ona se može izmjeriti pomoću areometra.

Masa koncentrovanog rastvora hloridne kiseline izračunava se pomoću sljedeće jednačine:

$$\omega(\text{HCl}) = \frac{m(\text{HCl})}{m(\text{konc. HCl})} \cdot 100\%,$$

odnosno:

$$m(\text{konc. HCl}) = \frac{m(\text{HCl})}{\omega(\text{HCl})} \cdot 100\%.$$

Maseni udio koncentrovane hloridne kiseline je 37,2%, pa masa koncentrovane hloridne kiseline iznosi:

$$m(\text{konc. HCl}) = \frac{3,646 \text{ g}}{37,2\%} \cdot 100\% = 9,81 \text{ g}.$$

Koncentrovana hloridna kiselina je lako isparljiva, pa se masa supstance najčešće ne odmjerava. Mnogo jednostavnije je da se određena zapremina kiseline odmjeri menzурom. Zapremina rastvora koncentrovane hloridne kiseline izračunava se pomoću sljedeće jednačine:

$$V(\text{HCl}) = \frac{m(\text{HCl})}{\rho(\text{HCl})}.$$

Gustina hloridne kiseline je 1,18 g/cm³, pa zapremina hloridne kiseline iznosi:

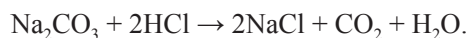
$$V(\text{HCl}) = \frac{9,81 \text{ g}}{1,18 \text{ g/cm}^3} = 8,24 \text{ cm}^3.$$

Od koncentrovane hloridne kiseline drugog masenog udjela i druge gustine, razblaženi rastvor se priprema na sličan način.

6.5.1.2. Standardizacija rastvora hloridne kiseline

Standardizacija rastvora hloridne kiseline može se izvršiti pomoću pogodne primarne standardne supstance. Najčešće se koriste natrijum-karbonat, boraks, kalijum-hidrogen-karbonat, natrijum-oksalat i dr. Ako je moguće, standardizaciju bi trebalo izvoditi pod uslovima koji su isti kao i uslovi pri kojima se vrši volumetrijska analiza tražene supstance. Ukoliko se koristi natrijum-karbonat, Na₂CO₃, on se mora prije upotrebe zagrijavati najmanje 30 minuta na temperaturi 270–300°C da bi se odstranila voda i da bi se, eventualno, prisutni hidrogen-karbonat preveo u karbonat.

Za standardizaciju rastvora hloridne kiseline koristi se već pripremljeni primarni standardni rastvor natrijum-karbonata koncentracije 0,0500 mol/dm³. Hemijska reakcija koja se odigrava u ovoj titraciji prikazana je jednačinom:



Titracija se vrši do druge završne tačke, jer je tada promjena boje indikatora uočljiva.

Postupak: U erlenmajer od 300 cm³ odmjeriti 25 cm³ primarnog standardnog rastvora natrijum-karbonata i dodati nekoliko kapi indikatora metil-oranža. Rastvor je žuto obojen. Zatim vršiti titraciju rastvorom hloridne kiseline do promjene boje indikatora iz žute u crvenu. Kao indikator može se koristiti i metil-crveno. Fenolftalein se ne može koristiti kao indikator, jer djeluje na ugljenik(IV)-oksid. Titraciju ponoviti još nekoliko puta dok se ne dobiju tri vrijednosti koje se međusobno ne razlikuju više od 0,10 cm³, a zatim izračunati srednju vrijednost utroška kiseline.

Proračun: Odnos količina supstanci koje reaguju je:

$$n(\text{Na}_2\text{CO}_3) : n(\text{HCl}) = 1 : 2,$$

odnosno:

$$n(\text{HCl}) = 2 \cdot n(\text{Na}_2\text{CO}_3).$$

S obzirom na to da je $n = \frac{c}{V}$, koncentracija hloridne kiseline izračunava se na osnovu sljedeće jednačine:

$$c(\text{HCl}) = \frac{2 \cdot c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{V(\text{HCl})}.$$

Za standardizaciju se može koristiti i tačno odmjerena masa natrijum-karbonata. Odmjerena masa se rastvara u destilovanoj vodi i titracija se vrši rastvorom hloridne kiseline uz indikator metil-oranž. U ovom slučaju, koncentracija hloridne kiseline izračunava se pomoću jednačine:

$$c(\text{HCl}) = \frac{2 \cdot m(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{M(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V(\text{HCl})}.$$

PRAKTIČNI ZADATAK 6.1: Priprema i standardizacija rastvora hloridne kiseline

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da pripreme i standardizuju rastvor hloridne kiseline.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom pripreme i standardizacije rastvora hloridne kiseline, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, proračunom, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; dobijene podatke koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj ostatku odjeljenja.

Tokom izvođenja praktičnog zadatka zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

6.5.2. PRIPREMA I STANDARDIZACIJA RASTVORA NATRIJUM-HIDROKSIDA

Rastvor natrijum-hidroksida priprema se kao sekundarni standardni rastvor čija je koncentracija najčešće $0,1 \text{ mol/dm}^3$. Veoma je higroskopan i apsorbuje ugljenik(IV)-oksid iz vazduha, pri čemu nastaje natrijum-karbonat. Njegovo prisustvo u natrijum-hidroksidu je nepoželjno. Najčešće se nalazi na površini granula natrijum-hidroksida. Može se ukloniti ispiranjem natrijum-hidroksida destilovanom vodom. Natrijum-hidroksid se koristi za volumetrijsko određivanje kiselina, kao i soli slabih baza čiji vodeni rastvori zbog hidrolize reaguju kiselo.

6.5.2.1. Priprema rastvora natrijum-hidroksida

Za pripremu rastvora koristi se natrijum-hidroksid kvaliteta p. a. Priprema se rastvor približno tačne koncentracije, a zatim se vrši njegova standardizacija. Rastvor treba pažljivo čuvati od uticaja ugljenik(IV)-oksida iz vazduha, pa se zbog toga čuva u dobro zatvorenim polietilenskim bocama. Nije preporučljivo čuvanje natrijum-hidroksida u staklenim bocama jer s vremenom nagriza staklo, pa može doći do onečišćenja rastvora silikatima.

PRIMJER:

Pripremiti 1 dm³ rastvora natrijum-hidroksida koncentracije 0,1 mol/dm³.

Masa natrijum-hidroksida koja je potrebna za pripremanje tačno određene koncentracije i zapremine rastvora izračunava se pomoću jednačine:

$$m(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot M(\text{NaOH}),$$

gdje m predstavlja masu, c koncentraciju, V zapreminu, a M molarnu masu natrijum-hidroksida.

Molarna masa natrijum-hidroksida iznosi 40,00 g/mol. Prema prethodnoj jednačini, masa natrijum-hidroksida iznosi:

$$m(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 1 \text{ dm}^3 \cdot 40,00 \text{ g/mol} = 4,00 \text{ g}.$$

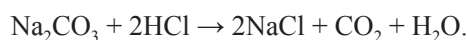
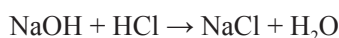
Rastvor se priprema u odmjernom sudu rastvaranjem i razblaživanjem prokuvanom i ohlađenom destilovanom vodom bez ugljenik(IV)-oksida. S obzirom na to da natrijum-hidroksid sadrži i određenu količinu natrijum-karbonata, preporučuje se da se odmjeri oko 10% veća količina od izračunate.

6.5.2.2. Standardizacija rastvora natrijum-hidroksida

Standardizacija rastvora natrijum-hidroksida može se izvršiti pomoću čvrstih primarnih standardnih supstanci (oksalna kiselina, kalijum-hidrogen-ftalat i dr.) ili pomoću njihovih standardnih rastvora.

Rastvor natrijum-hidroksida se može standardizovati i sekundarnim standardnim rastvorom hloridne kiseline. Standardizacija izvršena na ovaj način je jednostavnija i brža, ali manje tačna jer greške pri standardizaciji hloridne kiseline utiču na rezultate. Na ovaj način standardizacija se izvodi titracijom rastvora natrijum-hidroksida približno tačne koncentracije standardnim rastvorom hloridne kiseline uz indikator metil-oranž do promjene boje iz žute u crvenu.

Hemijske reakcije koje se odigravaju u ovoj titraciji prikazane su jednačinama:



Druga reakcija se odigrava zbog pomenutog prisustva natrijum-karbonata.

Postupak: U erlenmajer od 300 cm³ odmjeriti 25 cm³ rastvora natrijum-hidroksida i dodati nekoliko kapi indikatora metil-oranža. Rastvor je žuto obojen. Zatim vršiti titraciju rastvorom hloridne kiseline do promjene boje indikatora iz žute u crvenu. Titraciju ponoviti još nekoliko puta, a zatim izračunati srednju vrijednost utroška kiseline.

Proračun: Odnos količina supstanci koje reaguju je:

$$n(\text{NaOH}) : n(\text{HCl}) = 1 : 1,$$

odnosno:

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}).$$

Budući da je $n = \frac{c}{V}$, koncentracija natrijum-hidroksida se izračunava na osnovu sljedeće

jednačine:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})}{V(\text{NaOH})},$$

gdje $V(\text{HCl})$ predstavlja srednju vrijednost utroška rastvora hloridne kiseline.

PRAKTIČNI ZADATAK 6.2: Priprema i standardizacija rastvora natrijum-hidroksida

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da pripreme i standardizuju rastvor natrijum-hidroksida.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom pripreme i standardizacije rastvora natrijum-hidroksida, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, proračunom, kao i načinom predavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; dobijene podatke koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja praktičnog zadatka zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

6.6. IZRAČUNAVANJE SADRŽAJA SUPSTANCI

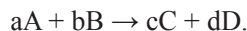
Izračunavanja u volumetrijskoj analizi zasnivaju se na činjenici da su u ekvivalentnoj tački međusobno izreagovale ispitivana supstanca i standardni rastvor u stehiometrijskim ekvivalentnim količinama.

U volumetrijskoj analizi, eksperimentalni podaci se najčešće dobijaju kao masa supstance (izražena u g ili mg), zapremina supstance (izražena u dm^3 ili cm^3) i koncentracija supstance (izražena u mol/dm^3 ili mmol/cm^3). Prilikom izračunavanja eksperimentalni podaci se najprije prevode u količinu jedne supstance (izraženu u mol ili mmol), a zatim se iz poznatog reakcionog odnosa izračunava tražena veličina druge supstance.

Prilikom svakog izračunavanja u volumetrijskoj analizi potrebno je znati hemijsku reakciju, odnosno količinski odnos u kojem supstance reaguju i pouzdane eksperimentalne podatke (zapreminu ispitivane supstance, zapreminu standardnog rastvora, koncentraciju standardnog rastvora). Rezultat određivanja može da se izrazi:

- masom ispitivane supstance;
- zapreminom rastvora ispitivane supstance;
- masenim udjelom ispitivanog sastojka.

Proračuni će biti objašnjeni na opštem primjeru izračunavanja sadržaja supstance A koja se titruje standardnim rastvorom supstance B. Tokom titracije odigrava se hemijska reakcija:



U ekvivalentnoj tački izreagovale su stehiometrijski ekvivalentne količine supstanci A i B, pa odnos količina supstanci možemo predstaviti jednačinom:

$$n(A) : n(B) = a : b.$$

Količinu supstance A možemo izračunati pomoću jednačine:

$$n(A) = \frac{a}{b} \cdot n(B).$$

Da bismo izračunali masu supstance A, primijenimo jednačinu: $n = \frac{m}{M}$. Budući da su po-

znate vrijednosti zapremine i koncentracije supstance B, koristimo i jednačinu: $n = c \cdot V$. Primjenom ovih jednačina u prethodnu jednačinu dobijamo:

$$\frac{m(A)}{M(A)} = \frac{a}{b} \cdot c(B) \cdot V(B),$$

odnosno:

$$m(A) = \frac{a}{b} \cdot c(B) \cdot V(B) \cdot M(A).$$

Masa supstance se određuje u određenom dijelu razblaženog ispitivanog rastvora koji se naziva alikvot ili proba. Da bi se dobila ukupna masa supstance, dobijenu masu treba pomnožiti s brojem alikvotnih dijelova, odnosno faktorom x :

$$m_{uk}(A) = x \cdot m(A),$$

odnosno:

$$m_{uk}(A) = x \cdot \frac{a}{b} \cdot c(B) \cdot V(B) \cdot M(A).$$

Napomena: Ako se koncentracija standardnog rastvora izražava u mol/dm³, a zapremina u cm³, potrebno je uskladiti jedinice.

Prilikom izražavanja sadržaja supstance zapreminom rastvora supstance A potrebno je uzeti u obzir i podatak o masenoj koncentraciji supstance A:

$$V(A) = \frac{m_{uk}(A)}{\gamma(A)} = x \cdot \frac{a}{b} \cdot \frac{c(B) \cdot V(B) \cdot M(A)}{\gamma(A)}.$$

Ako se sadržaj ispitivane supstance izražava masenim udjelom u procentima, potrebno je znati masu čvrstog uzorka uzetog za analizu:

$$\omega(A) = \frac{m_{uk}(A)}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\% = x \cdot \frac{a}{b} \cdot \frac{c(B) \cdot V(B) \cdot M(A)}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\%.$$

Kod izračunavanja koncentracije rastvora koji se standardizuje, takođe se polazi od činjenice da su u tački ekvivalencije izreagovale ekvivalentne količine supstanci. Prema tome, koncentracija rastvora koji se standardizuje, određuje se pomoću sljedeće jednačine:

$$c(A) = \frac{a}{b} \cdot \frac{c(B) \cdot V(B)}{V(A)}.$$

Ukoliko se za standardizaciju rastvora koristi primarna supstanca čija se masa mjeri na analitičkoj vagi i tako odmjerena masa titruje rastvorom koji se standardizuje, koncentracija rastvora se izračunava pomoću jednačine:

$$c(A) = \frac{a}{b} \cdot \frac{m(B)}{M(B) \cdot V(A)}$$

PRIMJER 1:

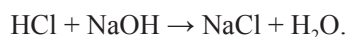
Koliko se grama hloridne kiseline nalazi u 25 cm³ rastvora ako je za titraciju utrošeno 17,20 cm³ rastvora natrijum-hidroksida količinske koncentracije 0,1 mol/dm³?

$$V(\text{NaOH}) = 17,20 \text{ cm}^3 = 0,0172 \text{ dm}^3$$

$$c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$$

$$M(\text{HCl}) = 36,5 \text{ g/mol}$$

Reakcija neutralizacije prikazana je jednačinom:



Za rješavanje zadatka koristimo sljedeću jednačinu:

$$m(A) = \frac{a}{b} \cdot c(B) \cdot V(B) \cdot M(A)$$

Iz jednačine neutralizacije vidimo da je odnos količina hloridne kiseline i natrijum-hidroksida 1 : 1. Zamjenom podataka dobijamo masu hloridne kiseline:

$$m(\text{HCl}) = \frac{1}{1} \cdot c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot M(\text{HCl})$$

$$m(\text{HCl}) = 1 \cdot 0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,0172 \text{ dm}^3 \cdot 36,5 \text{ g/mol} = 0,0628 \text{ g}$$

PRIMJER 2:

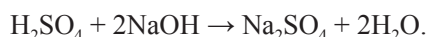
Odmjerni sud od 100 cm³ koji sadrži uzorak sulfatne kiseline dopunjen je destilovanom vodom do oznake, zatvoren i dobro promućkan. Odmjerena je proba od 25 cm³ rastvora i prenijeta u erlenmajer od 300 cm³. Rastvoru je dodato nekoliko kapi indikatora metil-oranža, a zatim je vršena titracija standardnim rastvorom natrijum-hidroksida koncentracije 0,1062 mol/dm³. Promjena boje indikatora iz crvene u žutu desila se kada je utrošeno 7,90 cm³ rastvora natrijum-hidroksida. Odredi ukupnu masu sulfatne kiseline u uzorku.

$$V(\text{NaOH}) = 7,90 \text{ cm}^3 = 0,0079 \text{ dm}^3$$

$$c(\text{NaOH}) = 0,1062 \text{ mol/dm}^3$$

$$M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98 \text{ g/mol}$$

Reakcija neutralizacije prikazana je jednačinom:



Za rješavanje zadatka koristimo sljedeću jednačinu:

$$m_{\text{uk}}(A) = x \cdot \frac{a}{b} \cdot c(B) \cdot V(B) \cdot M(A)$$

Iz jednačine neutralizacije vidimo da je odnos količina sulfatne kiseline i natrijum-hidroksida

1 : 2. Ukupna zapremina rastvora iznosi 100 cm³, a odmjerena je proba od 25 cm³. Prema tome, broj alikvotnih djelova iznosi 4. Zamjenom podataka dobijamo masu hloridne kiseline:

$$n(\text{H}_2\text{SO}_4) : n(\text{NaOH}) = 1 : 2$$

$$n(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{n(\text{NaOH})}{2}$$

$$m_{\text{uk}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{100 \text{ cm}^3}{25 \text{ cm}^3} \cdot \frac{1}{2} \cdot c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot M(\text{H}_2\text{SO}_4)$$

$$m_{\text{uk}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 4 \cdot 0,5 \cdot 0,1062 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,0079 \text{ dm}^3 \cdot 98 \text{ g/mol} = 0,1644 \text{ g.}$$

PRIMJER 3:

Iz odmjernog suda od 250 cm³, u kome se nalazi rastvor amonijum-hidroksida masene koncentracije 0,0223 g/cm³, odmjerena je proba od 25 cm³. Izračunaj zapreminu rastvora amonijum-hidroksida ako je za titraciju utrošeno 13,40 cm³ hloridne kiseline koncentracije 0,1616 mol/dm³.

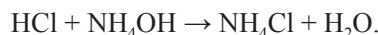
$$V(\text{HCl}) = 13,40 \text{ cm}^3 = 0,0134 \text{ dm}^3$$

$$c(\text{HCl}) = 0,1616 \text{ mol/dm}^3$$

$$M(\text{NH}_4\text{OH}) = 35 \text{ g/mol}$$

$$\gamma(\text{NH}_4\text{OH}) = 0,0223 \text{ g/cm}^3 = 22,3 \text{ g/dm}^3$$

Reakcija neutralizacije prikazana je jednačinom:



Za izračunavanje zapremine koristimo sljedeću jednačinu:

$$V(\text{A}) = x \cdot \frac{a}{b} \cdot \frac{c(\text{B}) \cdot V(\text{B}) \cdot M(\text{A})}{\gamma(\text{A})}$$

Iz jednačine neutralizacije vidimo da je odnos količina hloridne kiseline i amonijum-hidroksida 1 : 1. Ukupna zapremina rastvora iznosi 250 cm³, a odmjerena je proba od 25 cm³. Prema tome, broj alikvotnih djelova iznosi 10. Zamjenom podataka dobijamo zapreminu amonijum-hidroksida:

$$n(\text{HCl}) : n(\text{NH}_4\text{OH}) = 1 : 1$$

$$n(\text{NH}_4\text{OH}) = n(\text{HCl})$$

$$V(\text{NH}_4\text{OH}) = \frac{250 \text{ cm}^3}{25 \text{ cm}^3} \cdot \frac{1}{1} \cdot \frac{c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot M(\text{NH}_4\text{OH})}{\gamma(\text{NH}_4\text{OH})}$$

$$V(\text{NH}_4\text{OH}) = 10 \cdot 1 \cdot \frac{0,1616 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,0134 \text{ dm}^3 \cdot 35 \text{ g/mol}}{22,3 \text{ g/dm}^3} = 0,03399 \text{ dm}^3 = 33,99 \text{ cm}^3.$$

PRIMJER 4:

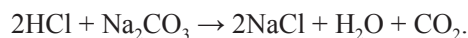
Standardizacija rastvora hloridne kiseline vrši se pomoću natrijum-karbonata. Za odmjerenih 25 cm³ rastvora natrijum-karbonata koncentracije 0,02 mol/dm³ utrošeno je 22,25 cm³ rastvora hloridne kiseline. Odredi tačnu koncentraciju rastvora hloridne kiseline.

$$V(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 25 \text{ cm}^3$$

$$c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,02 \text{ mol/dm}^3$$

$$V(\text{HCl}) = 22,25 \text{ cm}^3$$

Reakcija koja se odigrava prilikom standardizacije prikazana je jednačinom:



Za rješavanje zadatka koristimo sljedeću jednačinu:

$$c(\text{A}) = \frac{a}{b} \cdot \frac{c(\text{B}) \cdot V(\text{B})}{V(\text{A})}$$

Iz hemijske jednačine vidimo da je odnos količina hloridne kiseline i natrijum-karbonata 2 : 1. Zamjenom podataka dobijamo koncentraciju hloridne kiseline:

$$n(\text{HCl}) : n(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 2 : 1$$

$$n(\text{HCl}) = 2 \cdot n(\text{Na}_2\text{CO}_3)$$

$$c(\text{HCl}) = \frac{2}{1} \cdot \frac{0,02 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,025 \text{ dm}^3}{0,02225 \text{ dm}^3} = 0,045 \text{ mol/dm}^3.$$

6.7. IZVOĐENJE METODA NEUTRALIZACIJE

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih oglada u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za postupak izvođenja metoda neutralizacije; uvježbaćeš postupak izvođenja metode neutralizacije; demonstriraćeš izvođenje metoda neutralizacije; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

Prilikom titracija kiselina bazama, i obrnuto, dolazi do promjene pH vrijednosti titrovanog rastvora. Ova promjene pH vrijednosti može se odrediti računskim ili eksperimentalnim putem (tačnim mjerenjem pH vrijednosti). Zavisnost promjene pH vrijednosti rastvora od zapremine dodatog titracionog sredstva može se prikazati grafički u obliku krive. Dobijena kriva naziva se **titraciona kriva** ili **kriva neutralizacije**. Na apscisu koordinatnog sistema nanosi se zapremina dodatog standardnog rastvora, a na ordinatu pH vrijednost rastvora ispitivane supstance.

Titraciona kriva predstavlja grafički prikaz kontinualnih promjena pH vrijednosti pri titraciji.

6.7.1. TITRACIJA JAKE KISELINE JAKOM BAZOM

Titracija jake kiseline jakom bazom biće prikazana na primjeru titracije 100 cm^3 rastvora hloridne kiseline koncentracije $0,1 \text{ mol/dm}^3$ standardnim rastvorom natrijum-hidroksida iste koncentracije.

Na početku titracije rastvor sadrži hloridnu kiselinu čija je koncentracija $0,1 \text{ mol/dm}^3$. S obzirom na to da je hloridna kiselina jaka kiselina i u vodenom rastvoru je potpuno disosovana ($\alpha = 1$), koncentracija H^+ jona je jednaka koncentraciji kiseline, odnosno pH vrijednost iznosi 1.

$$[\text{H}^+] = c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$$

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = -\log 0,1 \text{ mol/dm}^3 = 1$$

Tokom titracije do ekvivalentne tačke pH vrijednost se sporo mijenja. Rastvor sadrži neistitrovanu kiselinu i neutralnu so natrijum-hlorid. Na primjer, nakon dodatih 50 cm^3 rastvora natrijum-hidroksida pH vrijednost iznosi 1,48. U tom momentu neutralisano je 50 cm^3 hloridne kiseline, a ostalo je 50 cm^3 neizreagovale kiseline u 150 cm^3 rastvora.

$$c_1 \cdot V_1 = c_2 \cdot V_2$$

$$c_2 = \frac{c_1 \cdot V_1}{V_2} = \frac{0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 50 \text{ cm}^3}{150 \text{ cm}^3} = 0,0333 \text{ mol/dm}^3.$$

Koncentracija H^+ jona je takođe $0,0333 \text{ mol/dm}^3$, odnosno:

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = -\log 0,0333 \text{ mol/dm}^3 = 1,48.$$

U blizini tačke ekvivalencije dolazi do nagle promjene pH vrijednosti. Tako, na primjer, nakon dodatih $99,9 \text{ cm}^3$ rastvora natrijum-hidroksida pH vrijednost iznosi 4,3; nakon dodatih $99,95 \text{ cm}^3$ rastvora pH vrijednost iznosi 4,6.

$$[\text{H}^+] = \frac{c_1 \cdot V_1}{V_2} = \frac{0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,1 \text{ cm}^3}{199,9 \text{ cm}^3} = 5 \cdot 10^{-5} \text{ mol/dm}^3 \quad \text{pH} = 4,3$$

$$[\text{H}^+] = \frac{c_1 \cdot V_1}{V_2} = \frac{0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,05 \text{ cm}^3}{199,95 \text{ cm}^3} = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ mol/dm}^3 \quad \text{pH} = 4,6$$

U ekvivalentnoj tački, nakon dodatih 100 cm^3 rastvora natrijum-hidroksida, neutralisana je cjelokupna količina kiseline i u rastvoru se nalazi natrijum-hlorid. U ovom momentu koncentracije vodoničnih i hidroksidnih jona su izjednačene, a pH vrijednost iznosi 7:

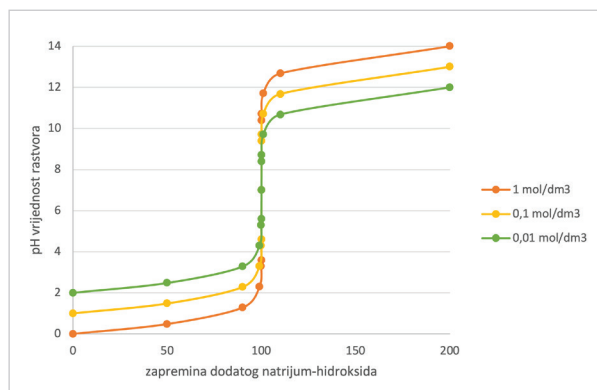
$$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = 1 \cdot 10^{-7} \text{ mol/dm}^3 \quad \text{pH} = 7$$

Drugim riječima, dodatkom samo jedne kapi rastvora natrijum-hidroksida ($0,05 \text{ cm}^3$) u blizini ekvivalentne tačke dolazi do promjene pH vrijednosti za 2,4 pH jedinice.

Dodatkom još jedne kapi rastvora natrijum-hidroksida pH vrijednost se ponovo povećava za 2,4 pH jedinice. Nakon tačke ekvivalencije u rastvoru se nalazi višak natrijum-hidroksida i natrijum-hlorid.

$$[\text{OH}^-] = \frac{c_1 \cdot V_1}{V_2} = \frac{0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,05 \text{ cm}^3}{200,05 \text{ cm}^3} = 2,5 \cdot 10^{-5} \text{ mol/dm}^3 \quad \text{pOH} = 4,6$$

$$\text{pH} = 14 - \text{pOH} = 14 - 4,6 = 9,4$$



Slika 6.9 Titracija jake kiseline jakim bazom

Nagli skok pH vrijednosti od 4,6 do 9,4 u blizini tačke ekvivalencije jasno je uočljiv na krivoj prikazanoj na slici 6.9:

Budući da je kod titracije jake kiseline jakim bazom prisutan veliki skok pH vrijednosti u ekvivalentnoj tački, izbor indikatora nije kritičan. U ovom području veliki broj indikatora ima intervale prelaza. Indikatori koji se mogu koristiti za ovu titraciju su metil-oranž, metil-crveno, fenolftalein, brotmol-plavo i dr.

Veličina skoka pH vrijednosti u tački ekvivalencije zavisi od koncentracije rastvora, što se može vidjeti poređenjem vrijednosti u tabeli 6.4. Ekvivalentna tačka se nalazi uvijek pri pH vrijednosti 7, bez obzira na koncentraciju rastvora.

Smanjenje koncentracije reaktanata rezultuje smanjenjem skoka pH vrijednosti u tački ekvivalencije, i obrnuto.

Zapremina dodatog natrijum-hidroksida	Koncentracija hloridne kiseline		
	1,00 mol/dm ³	0,1 mol/dm ³	0,01 mol/dm ³
pH vrijednost rastvora			
0,00	0,00	1,00	2,00
50,00	0,48	1,48	2,48
90,00	1,28	2,28	3,28
99,00	2,30	3,30	4,30
99,90	3,30	4,30	5,30
99,95	3,60	4,60	5,60
100,00	7,00	7,00	7,00
100,05	10,40	9,40	8,40
100,10	10,70	9,70	8,70
101,00	11,70	10,70	9,70
110,00	12,68	11,68	10,68

Tabela 6.4. Promjena pH vrijednosti pri neutralizaciji 100 cm³ rastvora hloridne kiseline različite koncentracije rastvorom natrijum-hidroksida iste koncentracije kao kiseline

PRAKTIČNI ZADATAK 6.1: Titracija jake kiseline jakim bazom

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše titraciju jake kiseline jakim bazom.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom titracije jake kiseline jakim bazom, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja titracije zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

Postupak: Odmjerni sud od 100 cm³ koji sadrži rastvor hloridne kiseline dopuni destilovanom vodom do oznake, zatvori i dobro promućkaj. Pipetom ili biretom odmjeri probu od 25 cm³ i prenesi u erlenmajer. Zatim dodaj nekoliko kapi indikatora fenolftaleina. Rastvor je bezbojan. Standardni rastvor natrijum-hidroksida poznate koncentracije koji se nalazi u bireti dodavati postepeno. Pojava ružičaste boje označava kraj titracije. Titracija se ponavlja nekoliko puta i izračunava se srednja vrijednost zapremine utrošenog standardnog rastvora.

Napomena: Kao indikator može se koristiti i metil-oranž. U ovom slučaju rastvor je crvene boje, a titracija se vrši do pojave žute boje.



Putem linka i QR koda možete saznati više o postupku titracije jake kiseline jakim bazom.

<https://www.youtube.com/watch?v=gSauVhYtVIU>

Tokom izvođenja titracije jake kiseline jakim bazom, u prazna polja upiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

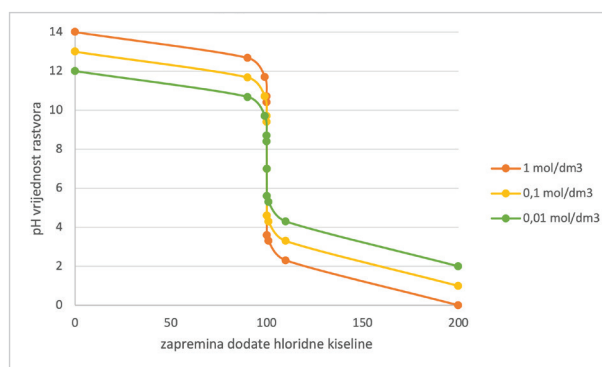
6.7.2. TITRACIJA JAKE BAZE JAKOM KISELINOM

Titracija jake baze jakim kiselinom biće prikazana na primjeru titracije 100 cm^3 rastvora natrijum-hidroksida koncentracije $0,1\text{ mol/dm}^3$ standardnim rastvorom hloridne kiseline iste koncentracije.

Na početku titracije rastvor sadrži natrijum-hidroksid čija je koncentracija $0,1\text{ mol/dm}^3$. Koncentracija OH^- jona je jednaka koncentraciji baze.

Tokom titracije, do ekvivalentne tačke pH vrijednost sporo opada. Rastvor sadrži neistitrovanu bazu i neutralnu so natrijum-hlorid. U blizini tačke ekvivalencije dolazi do nagle promjene pH vrijednosti. Dolazi do opadanja pH vrijednosti od 9,4 do 7, a zatim dodatkom još jedne kapi opada do 4,6. Kod ove titracije takođe je prisutan veliki skok pH vrijednosti u ekvivalentnoj tački. Izbor indikatora isti je kao i kod titracije jake kiseline jakim bazom.

Titraciona kriva (slika 6.10) ima isti oblik, a samo obrnut tok u odnosu na krivu titracije jake kiseline jakim bazom. Ove dvije krive odnose se kao predmet i lik u ogledalu.



Slika 6.10 Titracija jake baze jakim bazom

PRAKTIČNI ZADATAK 6.2: Titracija jake baze jakim kiselinom

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše titraciju jake baze jakim kiselinom.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom titracije, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobićeš koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja titracije zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

Postupak: Odmjerni sud od 100 cm^3 koji sadrži rastvor natrijum-hidroksida dopuni destilovanom vodom do oznake, zatvori i dobro promućkaj. Pipetom ili biretom odmjeri probu od 25 cm^3 i prenesi u erlenmajer. Zatim dodaj nekoliko kapi indikatora fenolftaleina. Rastvor je ružičast. Standardni rastvor hloridne kiseline poznate koncentracije koji se nalazi u bireti dodavati postepeno. Titracija je završena kada se rastvor obezboji. Titracija se ponavlja nekoliko puta i izračunava se srednja vrijednost zapremine utrošenog standardnog rastvora.

Napomena: Kao indikator može se koristiti i metil-oranž. U ovom slučaju rastvor je žute boje, a titracija se vrši do pojave crvene boje.



Putem linka i QR koda možete saznati više o postupku titracije jake baze jakom kiselinom.

<https://www.youtube.com/watch?v=edz-TbrgJfE>

Tokom izvođenja titracije jake baze jakom kiselinom zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

6.7.3. TITRACIJA SLABE KISELINE JAKOM BAZOM

Titracija slabe kiseline jakom bazom biće prikazana na primjeru titracije 100 cm³ rastvora sirćetne kiseline koncentracije 0,1 mol/dm³ standardnim rastvorom natrijum-hidroksida iste koncentracije.

Na početku titracije rastvor sadrži sirćetnu kiselinu čija je koncentracija 0,1 mol/dm³. Sirćetna kiselina je slaba kiselina i djelimično je disosovana, pa pH vrijednost prije početka titracije iznosi 2,9.

$$[H^+] = \sqrt{K(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot c(\text{CH}_3\text{COOH})}$$

gdje je $K(\text{CH}_3\text{COOH})$ konstanta aciditeta sirćetne kiseline i iznosi $1,8 \cdot 10^{-5}$ mol/dm³.

$$[H^+] = \sqrt{1,8 \cdot 10^{-5} \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,1 \text{ mol/dm}^3} = 1,34 \cdot 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$$

$$\text{pH} = -\log [H^+] = -\log 1,34 \cdot 10^{-3} \text{ mol/dm}^3 = 2,9$$

Tokom titracije nastaje so natrijum-acetat i promjena pH vrijednosti je postepena. Do ekvivalentne tačke u rastvoru je prisutan pufer (smješa slabe kiseline i njene soli), pa je veći dio titracione krive skoro linearan. Pufer se opire promjeni pH vrijednosti, pa je kod tačke ekvivalencije skok manji i kreće se od 7,7 do 9,7.

U ekvivalentnoj tački, nakon dodatih 100 cm³ rastvora natrijum-hidroksida, neutralisana je cjelokupna količina kiseline i u rastvoru se nalazi natrijum-acetat. Pošto je neutralizacija slabe kiseline povratan proces, nastala so djelimično hidrolizuje, pa rastvor u tački ekvivalencije reaguje slabo bazno. U tački ekvivalencije pH vrijednost iznosi 8,7.

Nakon tačke ekvivalencije u rastvoru se nalaze natrijum-acetat i višak natrijum-hidroksida. Natrijum-hidroksid zbog uticaja zajedničkog jona suzbija hidrolizu soli.

Ekvivalentna tačka u ovoj titraciji nalazi se u slabo baznoj sredini. Zbog toga se mogu koristiti samo indikatori koji mijenjaju boju u baznoj sredini, pa je pogodan indikator fenolftalein. Indikatori čiji se interval prelaza nalazi u kiseloj sredini (metil-oranž, metil-crveno) ne mogu se koristiti za ovu titraciju.

Smanjenjem jačine kiseline skok pH na titracionoj krivoj postaje manji, što je posljedica nepotpune reakcije neutralizacije. Tako se kiseline kod kojih je $K_a \cdot c_{\text{kis}} \leq 10^{-8}$ mol²/dm⁶ ne mogu titrovati u vodenim rastvorima.

U tabeli 6.5 prikazana je promjena pH vrijednosti pri neutralizaciji 100 cm³ rastvora sirćetne kiseline koncentracije 0,1 mol/dm³ rastvorom natrijum-hidroksida iste koncentracije.

Tabela 6.5. Promjena pH vrijednosti pri neutralizaciji 100 cm³ rastvora sirćetne kiseline koncentracije 0,1 mol/dm³ rastvorom natrijum-hidroksida iste koncentracije

Zapremina dodatog natrijum-hidroksida	pH vrijednost rastvora
0,00	2,88
50,00	4,76
90,00	5,71
99,00	6,76
99,90	7,76
100,00	8,73
100,10	9,70
101,00	10,70
110,00	11,70

Poređenjem titracija slabe i jake kiseline jakim bazom, može se zaključiti:

- prije ekvivalentne tačke pH vrijednosti rastvora slabe kiseline su veće nego kod jake kiseline;
- ekvivalentna tačka kod titracije slabe kiseline se nalazi u slabo baznoj sredini, dok se kod titracije jake kiseline nalazi u neutralnoj sredini;
- ekvivalentna tačka se ne nalazi na polovini vertikalnog dijela krive neutralizacije;
- kod slabe kiseline je manji skok na krivoj nego kod jake kiseline;
- nakon ekvivalentne tačke titracione krive su skoro identične;
- kod slabe kiseline je ograničeniji izbor indikatora.

PRAKTIČNI ZADATAK 6.3: Titracija slabe kiseline jakim bazom

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše titraciju slabe kiseline jakim bazom.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom titracije, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobićeš koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja titracije zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

Postupak: Odmjerni sud od 100 cm³ koji sadrži rastvor sirćetne kiseline, dopuni destilovanom vodom do oznake, zatvori i dobro promućkaj. Pipetom ili biretom odmjeri probu od 25 cm³ i prenesi u erlenmajer. Zatim dodaj nekoliko kapi indikatora fenolftaleina. Rastvor je bezbojan. Standardni rastvor natrijum-hidroksida koji se nalazi u bireti dodaj postepeno. Pojava ružičaste boje označava kraj titracije. Titracija se ponavlja nekoliko puta i izračunava se srednja vrijednost zapremine utrošenog standardnog rastvora.

Tokom izvođenja titracije slabe kiseline jakim bazom, u prazna polja upiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

6.7.4. TITRACIJA SLABE BAZE JAKOM KISELINOM

Titracija slabe baze jakim kiselinom biće prikazana na primjeru titracije 100 cm³ rastvora amonijum-hidroksida koncentracije 0,1 mol/dm³ standardnim rastvorom hloridne kiseline iste koncentracije.

Na početku titracije rastvor sadrži amonijum-hidroksid čija je koncentracija 0,1 mol/dm³. Amonijum-hidroksid je slaba kiselina, čija pH vrijednost za ovu koncentraciju iznosi 11,12.

Tokom titracije nastaje so amonijum-hlorid koja s bazom gradi pufer. Zbog uticaja zajedničkog jona dolazi do suzbijanja disocijacije baze.

U ekvivalentnoj tački, nakon dodatih 100 cm³ rastvora hloridne kiseline, neutralisana je cjelokupna količina baze i u rastvoru se nalazi aminijum-hlorid. Hlorid-jon je neutralan, dok amonijum-jon reaguje kiselo i pH vrijednost iznosi 5,28.

Nakon tačke ekvivalencije u rastvoru se nalazi so amonijum-hlorid i višak hloridne kiseline. Višak kiseline suzbija disocijaciju, pa pH vrijednost rastvora zavisi samo od koncentracije kiseline.

Ekvivalentna tačka u ovoj titraciji nalazi se u slabo kiseloj sredini. Zbog toga se mogu koristiti samo indikatori koji mijenjaju boju u kiseloj sredini, pa su pogodni indikatori metil-oranž i metil-crveno. Indikatori čiji se interval prelaza nalazi u baznoj sredini (fenolftalein) ne mogu se koristiti za ovu titraciju.

U tabeli 6.6 prikazana je promjena pH vrijednosti pri neutralizaciji 100 cm³ rastvora amonijum-hidroksida koncentracije 0,1 mol/dm³ rastvorom hloridne kiseline iste koncentracije.

Zapremina dodatog natrijum-hidroksida	pH vrijednost rastvora
0,00	11,12
50,00	9,25
90,00	8,30
99,00	7,25
99,90	6,25
100,00	5,28
100,10	4,30
101,00	3,30
110,00	2,30

Tabela 6.6. Promjena pH vrijednosti pri neutralizaciji 100 cm³ rastvora amonijum-hidroksida koncentracije 0,1 mol/dm³ rastvorom hloridne kiseline iste koncentracije

6.7.5. TITRACIJA SLABE KISELINE SLABOM BAZOM

Titracija slabe kiseline slabom bazom, i obrnuto skoro se nikada ne vrši. Promjena pH vrijednosti tokom titracije i u tački ekvivalencije je veoma mala, pa skok pH vrijednosti skoro da ne postoji. Zbog toga se završna tačka veoma teško uočava, jer prelaz boje indikatora nije oštar, odnosno ne javlja se momenat u kojem bi se boja indikatora naglo promijenila od jedne kapi standardnog rastvora.

6.8. PROVJERI SVOJE ZNANJE

1. Na čemu se zasniva volumetrijska metoda?
2. Uoči razlike između standardnog rastvora u volumetriji, ishodne supstance i titrovane supstance.
3. Objasni pojam *titracija*.
4. Kakva mora biti reakcija da bi se koristila u volumetrijskoj analizi?
5. Kako je izvršena klasifikacija volumetrijskih metoda?
6. Objasni na čemu se zasnivaju četiri glavne grupe volumetrijskih metoda.
7. Kako se priprema primarni standardni rastvor? Koji su uslovi koje moraju da ispunjavaju ishodne supstance?
8. Šta je standardizacija rastvora?
9. Kako se priprema sekundarni standardni rastvor?
10. Kako se postiže završna tačka titracije?
11. Šta su indikatori, i koja je njihova uloga u volumetrijskoj metodi?
12. Navedi uslove i prednosti volumetrije u odnosu na gravimetrijsku analizu.
13. Molekuli baznog indikatora (BOH) obojeni su ružičasto, dok su joni B^+ bezbojni. Kakvu će boju imati ovaj indikator kada mu se doda neka kiselina?
1) ružičast 2) bezbojan 3) žut 4) zelen 5) plav (R: 2)
14. Molekuli baznog indikatora (BOH) obojeni su ružičasto, dok su joni B^+ bezbojni. Kakvu će boju imati ovaj indikator dodatkom baze?
1) ružičastu 2) bezbojnu 3) žutu 4) zelenu 5) plavu (R: 1)
15. Molekuli kiselog indikatora (Hin) obojeni su crveno, dok su joni In^- žuti. Kakvu će boju imati indikator dodatkom sulfatne kiseline?
1) crvenu 2) bezbojnu 3) žutu 4) zelenu 5) plavu (R: 1)
16. Molekuli kiselog indikatora (Hin) obojeni su crveno, dok su joni In^- žuti. Kakvu će boju imati indikator dodatkom NaOH?
1) crvenu 2) bezbojnu 3) žutu 4) zelenu 5) plavu (R: 3)
17. Iz odmjernog suda zapremine 250 cm^3 odmjeren je uzorak natrijum-hidroksida zapremine 25 cm^3 i titrovan je standardnim rastvorom hloridne kiseline koncentracije $0,1086\text{ mol/dm}^3$. Za titraciju je utrošeno 20 cm^3 hloridne kiseline. Odredi masu natrijum-hidroksida. (R: 0,08688 g)
18. Izračunaj pH vrijednost rastvora ako se za titraciju 100 cm^3 rastvora hloridne kiseline koncentracije $0,1\text{ mol/dm}^3$ utroši:

- a) 50 cm³ rastvora KOH koncentracije 0,1 mol/dm³ (R: 1,48)
 - b) 90 cm³ rastvora KOH koncentracije 0,1 mol/dm³ (R: 2,28)
 - c) 99,90 cm³ rastvora KOH koncentracije 0,1 mol/dm³ (R: 4,30)
 - d) 100 cm³ rastvora KOH koncentracije 0,1 mol/dm³ (R: 7,00)
 - e) 100,20 cm³ rastvora KOH koncentracije 0,1 mol/dm³ (R: 10,00)
19. Bireta je vrsta laboratorijskog pribora koji se koristi za precizno mjerenje rastvora. Napravi razliku između Morove (Mohr) i Šelbahove (Schelbachove) birete. Koju biretu ti koristiš u laboratoriji pri izvođenju volumetrijskih metoda?
20. Da li ste čuli da starije osobe ponekad muči lučenje viška želudačne kiseline? Da bi neutralisali višak kiseline koriste, sodu bikarbonu (NaHCO₃). Volumetrijskom metodom neutralizacije odredili bismo količinu sode bikarbone potrebnu za neutralizaciju kiseline. Objasni postupak.
21. Opiši način i postupak izvođenja volumetrijske metode neutralizacije određivanja koncentracije kiseline u uzorku limunade.

6.9. REZIME

Metoda kvantitativne hemijske analize koja se zasniva na mjerenju zapremine (volumena) naziva se volumetrija.

Određivanja u volumetriji se izvode tako što se rastvoru ispitivane supstance dodaje rastvor reagensa poznate, tačno određene koncentracije koji se naziva standardni rastvor. Prema načinu pripremanja, standardni rastvori se dijele na primarne i sekundarne. Primarni standardni rastvori se pripremaju tako što se izračunata količina hemijski čiste supstance izmjeri na analitičkoj vagi i rastvori u odmjernom sudu određene zapremine. Supstance koje se koriste za pripremanje ovih rastvora nazivaju se ishodne supstance, primarne standardne supstance ili primarni standardi. U primarne standardne supstance ubrajaju se: natrijum-karbonat (Na₂CO₃), natrijum-hidrogenkarbonat (NaHCO₃), oksalna kiselina (H₂C₂O₄), natrijum-oksalat (Na₂C₂O₄), natrijum-hlorid (NaCl), natrijum-tetraborat (Na₂B₄O₇), kalijum-hidrogenftalat (KHC₈H₄O₄), kalijum-dihromat (K₂Cr₂O₇) i dr. U slučaju da se standardni rastvor ne može pripremiti direktnim mjerenjem i rastvaranjem supstance, priprema se rastvor približno poznate koncentracije. Tačna koncentracija rastvora određuje se eksperimentalnim putem, odnosno titracijom primarnim standardnim rastvorom. Ovaj postupak određivanja koncentracije naziva se standardizacija, a rastvor pripremljen na ovaj način naziva se sekundarni standardni rastvor. Kao sekundarni standardni rastvori pripremaju se rastvori: hloridne kiseline

(HCl), sulfatne kiseline (H_2SO_4), natrijum-hidroksida (NaOH), kalijum-hidroksida (KOH), natrijum-tiosulfata ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), kalijum-permanganata (KMnO_4) i dr.

Postupak dodavanja standardnog rastvora ispitivanom rastvoru naziva se titracija. Titracija predstavlja postupak dodavanja standardnog rastvora ispitivanom rastvoru sve do kraja reakcije. Standardni rastvor kojim se izvodi titracija naziva se još i titraciono sredstvo, titrant ili titrator. Ispitivani rastvor, odnosno rastvor koji se titruje (titriše), naziva se titracioni rastvor ili titrand.

Standardni rastvor dodaje se rastvoru ispitivane supstance iz birete u kapima. Reakcija je završena kada rastvori izreaguju u stehiometrijskom odnosu, odnosno kada se dostigne ekvivalentna tačka titracije. Ekvivalentna tačka titracije ili teorijska završna tačka je momenat kada su količine standardnog i ispitivanog rastvora stehiometrijski ekvivalentne.

Ekvivalentna tačka titracije se u praksi može ocijeniti opažanjem neke fizičke promjene (promjena boje, pojava taloga) koja je povezana s njom. Momenat kada dolazi do ove promjene naziva se završna tačka titracije i ona se eksperimentalno uzima kao kraj titracije.

Vizuelno određivanje kraja hemijske reakcije može se vršiti pomoću indikatora. Indikatori su supstance koje se mijenjaju na lako uočljiv način (promjena boje ili stvaranje taloga) i ne utiču na tok hemijske reakcije.

Podjela volumetrijskih metoda izvršena je na osnovu vrste reakcije koja se odigrava tokom titracije. Volumetrijske metode se dijele na četiri grupe: metode neutralizacije, metode oksido-redukcije, metode kompleksometrije i taložne metode.

Volumetrijske metode zasnovane na reakcijama neutralizacije, odnosno na reakcijama između kiselina i baza, nazivaju se metode neutralizacije. Podjela metoda neutralizacije vrši se prema standardnom rastvoru koji se koristi za titraciju. Prema tome, razlikujemo acidimetriju i alkalimetriju. Acidimetrija predstavlja postupak određivanja baza titracijom standardnim rastvorom kiseline. Alkalimetrija predstavlja postupak određivanja kiselina titracijom standardnim rastvorom baze. Kako se u metodama neutralizacije najčešće titruju kiseline i baze, postupci za njihovo određivanje imaju zajednički naziv acidi-alkalimetrija, odnosno kiselinsko-bazne titracije.

Za izvođenje volumetrijskih metoda analize, od laboratorijskog posuđa i pribora najčešće se koriste: birete, pipete, menzure, erlenmajeri, čaše, magnetne mješalice i dr.

Indikatori koji se koriste u metodi neutralizacije nazivaju se kiselo-bazni indikatori. Prema hemijskom sastavu, kiselo-bazni indikatori su intenzivno obojene slabe organske kiseline ili baze. Indikatori kod kojih su dva oblika različito obojena nazivaju se dvobojni indikatori. Indikatori kod kojih je jedan oblik bezbojan a drugi obojen nazivaju se jednobojni indikatori.

Indikatori koji mijenjaju boju u kiseloj sredini nazivaju se kiseli indikatori, a oni koji mijenjaju boju u baznoj sredini bazni indikatori. U metodi neutralizacije od kiselih indikatora najčešće se koriste metil-oranž i metil-crveno, a od baznih fenolftalein i timolftalein.

U volumetrijskoj analizi, eksperimentalni podaci se najčešće dobijaju kao masa supstance (izražena u g ili mg), zapremina supstance (izražena u dm^3 ili cm^3) i koncentracija supstance (izražena u mol/dm^3 ili mmol/cm^3).

Rezultat određivanja može da se izrazi masom ispitivane supstance, zapreminom rastvora ispitivane supstance, kao i masenim udjelom ispitivanog sastojka.

Zavisnost promjene pH vrijednosti rastvora od zapremine dodatog titracionog sredstva može se prikazati grafički u obliku krive koja se naziva titraciona kriva ili kriva neutralizacije.



VOLUMETRIJSKE OKSIDO-REDUKCIONE METODE

U OVOM POGLAVLJU NAUČIĆEŠ DA:

- opišeš princip i podjelu oksido-redukcionih metoda hemijske analize
- objasniš osobine indikatora koji se koriste u oksido-redukcionim metodama
- izvršiš pripremu i standardizaciju rastvora koji se koriste u oksido-redukcionim metodama (na zadatom primjeru)
- izračunaš sadržaj supstanci primjenom odgovarajućeg stehiometrijskog proračuna za oksido-redukционе metode
- na zadatom primjeru demonstriraš izvođenje oksido-redukcionih metoda.

RAZMISLI I ODGOVORI:

1. Šta su joni?
2. Navedi elemente sa stalnim oksidacionim brojevima u jedinjenjima. Objasni svoj odgovor.
3. Objasni pojmove oksidacije i oksidacionog sredstva.

7.1. PRINCIP I PODJELA OKSIDO-REDUKCIONIH METODA

7.1.1. PRINCIP OKSIDO-REDUKCIONIH METODA

Hemijske reakcije u kojima dolazi do izmjene elektrona nazivaju se **reakcije oksido-redukcije** ili **redoks-reakcije**.

Oksidacija je proces otpuštanja elektrona, pri čemu se oksidacioni broj atoma ili jona povećava.

Redukcija je proces primanja elektrona, pri čemu se oksidacioni broj atoma ili jona smanjuje.

Volumetrijske metode zasnovane na **reakcijama oksido-redukcije** su brojnije i raznovrsnije od svih drugih grupa volumetrijskih metoda. Kako se veliki broj elemenata pojavljuje u više oksidacionih stanja, i izbor standardnih rastvora je veći nego kod drugih metoda. Ove metode se zasnivaju na izmjeni elektrona između standardnog rastvora i rastvora titrovane supstance.

Reakcije oksido-redukcije su spore i zahtijevaju manje ili više vremena. Suprotno njima, jonske reakcije su brze i trenutne.

U reakcijama oksido-redukcije procesi **oksidacije** i **redukcije** se odvijaju istovremeno.

Pojedinačne reakcije oksidacije i redukcije su povratne i mogu se odvijati u jednom ili drugom smjeru, zavisno od uslova. U opštem slučaju mogu se predstaviti:

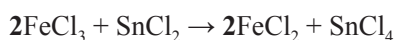
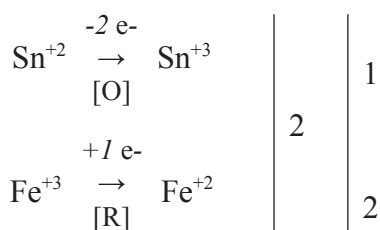
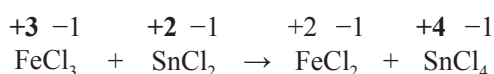


gdje Ox predstavlja oksidacioni, Red redukcionni oblik supstance, a n broj primljenih ili otpuštenih elektrona. Ove reakcije nazivaju se još parcijalne ili polureakcije. Nijedna polureakcija se ne može odvijati sama po sebi. Da bi jedan oksidans mogao da primi elektrone, mora istovremeno u rastvoru da postoji reducent koji će te elektrone otpustiti.

Oksidaciono sredstvo je supstanca koja vrši oksidaciju, odnosno prima elektrone i pri tome se redukuje (postaje negativnija). Prema tome, oksidaciono sredstvo je elektron akceptor.

Redukciono sredstvo je supstanca koja vrši redukciju, odnosno otpušta elektrone i pri tome se oksiduje (postaje pozitivnija). Prema tome, redukciono sredstvo je elektron donor.

Primjer reakcije oksido-redukcije:



Oksidovani i redukovani oblik neke supstance predstavljaju korespondentni redoks-par, koji se obilježava, na primjer $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$.

7.1.2. PODJELA OKSIDO-REDUKCIONIH METODA

Oksido-redukционе metode mogu se podijeliti u dvije grupe:

- metode oksidacije (oksidimetrija) – standardni rastvor je oksidaciono sredstvo;
- metode redukcije (reduktometrija) – standardni rastvor je redukciono sredstvo.

Međutim, znatno je češća njihova podjela prema standardnom rastvoru koji se primjenjuje.

U metode oksidacije ubrajaju se:

- permanganometrija – standardni rastvor je kalijum-permanganat;
- dihromatometrija – standardni rastvor je kalijum-dihromat;
- jodimetrija – standardni rastvor je jod;
- cerimetrija – standardni rastvor je cer(IV)-sulfat;
- bromatometrija – standardni rastvor kalijum-bromata i dr.

Metode redukcije su:

- hromometrija – standardni rastvor je hrom(II)-hlorid;
- titanometrija – standardni rastvori su titan(III)-hlorid i titan(III)-sulfat;
- jodometrija – standardni rastvor je natrijum-tiosulfat i dr.

U tabeli 7.1 prikazana je podjela oksido-redukcionih metoda.

Oksido-redukционе metode	
metode oksidacije	metode redukcije
<p>permanganometrija dihromatometrija jodimetrija cerimetrija bromatometrija</p>	<p>hromometrija titanometrija jodometrija</p>

Tabela 7.1. Podjela oksido-redukcionih metoda

Standardni rastvori oksidacionih sredstava se u praksi koriste više od standardnih rastvora redukcionih sredstava. Oksidaciona sredstva koja se najčešće koriste za pripremu standardnih rastvora imaju vrijednosti standardnih elektrodnih potencijala u rasponu od +0,5 V do +1,7 V. Najjača oksidaciona sredstva imaju najširu primjenu, ali najmanju selektivnost. Stabilnost ovih standardnih rastvora je često smanjena zbog tendencije da razlažu vodu, pri čemu daju kiseonik. S druge strane, najjača redukciona sredstva su podložna oksidaciji kiseonikom iz vazduha, a mogu mijenjati koncentraciju zbog tendencije da reaguju s vodom uz nastajanje vodonika. Zbog toga se ovi standardni rastvori moraju zaštititi od uticaja atmosfere i njihove koncentracije se moraju često provjeravati.

Reagens	Polureakcija	E° (V)	Stabilnost
kalijum -permanganat	a) $\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$	1,51	potrebna povremena standardizacija
	b) $\text{MnO}_4^- + 4\text{H}^+ + 3\text{e}^- \rightleftharpoons \text{MnO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$	1,69	
	c) $\text{MnO}_4^- + \text{e}^- \rightleftharpoons \text{MnO}_4^{2-}$	0,56	
	a) kisela, b) slabo kisela ili neutralna, c) bazna sredina		
kalijum-dihromat	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$	1,33	neograničeno stabilan
jod	$\text{I}_3^- + 2\text{e}^- \rightleftharpoons 3\text{I}^-$	0,54	potrebna česta standardizacija
cer(IV)-sulfat	$\text{Ce}^{4+} + \text{e}^- \rightleftharpoons \text{Ce}^{3+}$	1,44	neograničeno stabilan
kalijum-bromat	$\text{BrO}_3^- + 6\text{H}^+ + 6\text{e}^- \rightleftharpoons \text{Br}^- + 3\text{H}_2\text{O}$	1,45	neograničeno stabilan
hrom(II)-hlorid	$\text{Cr}^{3+} + \text{e}^- \rightleftharpoons \text{Cr}^{2+}$	-0,41	nije stabilan
titan(III)-hlorid	$\text{TiO}^{2+} + 2\text{H}^+ + \text{e}^- \rightleftharpoons \text{Ti}^{3+} + \text{H}_2\text{O}$	0,1	nije stabilan ako nije zaštićen od kiseonika
natrijum-tiosulfat	$\text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{e}^- \rightleftharpoons 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	0,09	neophodna česta restandardizacija

Tabela 7.2.
Oksidaciona i
redukciona sredstva
koja se najčešće koriste
za pripremu standar-
dnih rastvora

7.1.2.1. Permanganometrija

Permanganometrija je volumetrijska metoda oksido-redukcije pri kojoj se kao standardni rastvor koristi kalijum-permanganat (KMnO_4). Kalijum-permanganat (slika 7.1) jedan je od najčešće korišćenih volumetrijskih oksidacionih reagenasa. S obzirom na to da je kalijum-permanganat veoma jako oksidaciono sredstvo, koristi se za određivanje sadržaja redukcionih supstanci. Standardnim rastvorom kalijum-permanganata u kiseljoj sredini mogu se određivati: Fe^{2+} , As^{3+} , Sb^{3+} , Sn^{2+} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, I^- , Br^- , H_2O_2 i dr.

a)



b)



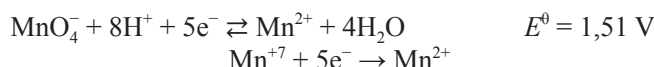
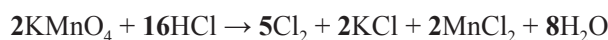
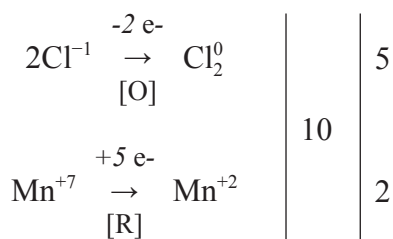
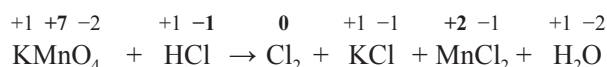
Slika 7.1.
Kalijum-permanganat:
a) kristal, b) rastvor

Visok redoks-potencijal kalijum-permanganata omogućava određivanje velikog broja supstanci. Intenzivna obojenost permanganata koristi se za određivanje završne tačke titracije. U završnoj tački titracije u kiseljoj sredini boja permanganata nije postojana i postepeno blijedi.

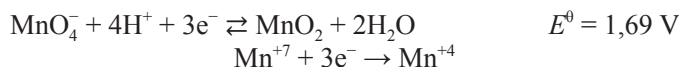
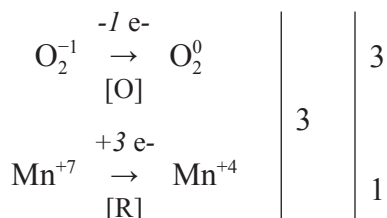
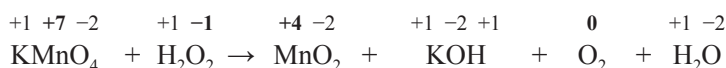
U zavisnosti od uslova reakcije, kalijum-permanganat (stepen oksidacije mangana +7) može se redukovati do različitih valentnih stanja mangana (+2, +3, +4, +6).

Nedostatak kalijum-permanganata je to što ima tendenciju da oksiduje hloridni jon. Hloridna kiselina je veoma pogodno sredstvo za rastvaranje mnogih supstanci, pa je kao rastvarač prisutna u mnogim rastvorima koji se titruju. Zbog toga titracije kalijum-permanganatom u prisustvu hloridne kiseline zahtijevaju posebne mjere predostrožnosti. Ograničena stabilnost rastvora kalijum-permanganata takođe je njegov nedostatak.

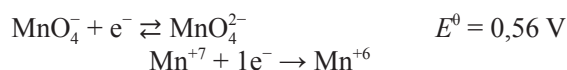
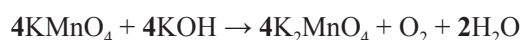
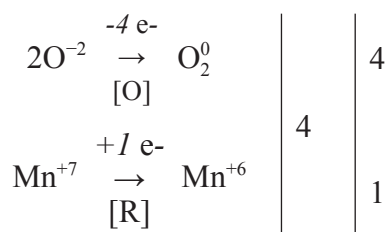
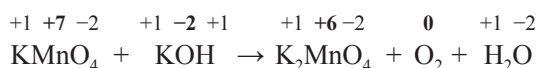
Oksidaciono dejstvo kalijum-permanganata mijenja se u zavisnosti od pH vrijednosti rastvora. U jako kiseloj sredini redukuje se do Mn(II) uz primanje pet elektrona:



U rastvorima koji su slabo kiseli (pH iznad 4), neutralni ili slabo bazni, permanganat se redukuje do Mn(IV) uz izmjenu tri elektrona:



U baznoj sredini permanganat se redukuje do manganat-jona prema reakciji:



Permanganometrijska određivanja najčešće se izvode u jako kiseloj sredini. Velika kiselost rastvora postiže se dodavanjem sulfatne kiseline.

Pri većim vrijednostima pH može doći do stvaranja mrkog taloga $\text{MnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ili pojave zelene boje rastvora od MnO_4^{2-} , što otežava određivanje završne tačke titracije.

7.1.2.2. Jodimetrija i jodometrija

Po preporuci IUPAC-a obje metode nose naziv jodimetrijske i mogu biti:

- direktne jodimetrijske metode – jodimetrija;
- indirektne jodimetrijske metode – jodometrija.

Jodimetrija i jodometrija predstavljaju volumetrijske metode oksido-redukcije koje se zasnivaju na reakciji:



Prva grupa obuhvata metode analize koje koriste standardni rastvor joda za direktnu titraciju supstanci koje se mogu lako oksidovati. Međutim, ove metode imaju ograničenu primjenu, jer je jod slabo oksidaciono sredstvo. Jod se koristi za određivanje jako redukcionih supstanci, kao što su: kalaj(II)-hlorid, arsenatna kiselina, sulfitna kiselina, natrijum-tiosulfat i dr.

Druga grupa obuhvata metode analize koje se primjenjuju za indirektno određivanje oksidacionih supstanci. Drugim riječima, indirektni postupci se zasnivaju na određivanju oksidacionih supstanci koje oksiduju jodid-jon u elementarni jod. Međutim, jodid-jon kao jako redukciono sredstvo se ne koristi kao standardni rastvor za titraciju zato što:

- je reakcija oksidacije jodida u elementarni jod povratna;
- je reakcija nedovoljno brza;
- je rastvor jodida nepostojan;
- se lako oksiduje kiseonikom iz vazduha;
- nema pogodnog indikatora itd.

Zbog toga se ovom metodom vrši indirektno određivanje, pri čemu se rastvoru oksidacione supstance koja se određuje dodaje kalijum-jodid u višku koji izdvaja elementarni jod u ekvivalentnoj količini. Izdvojeni jod se zatim titruje standardnim rastvorom nekog redukcionog sredstva (najčešće se koristi natrijum-tiosulfat) uz indikator škrob. Količina izdvojenog joda ekvivalentna je količini oksidacione supstance. Ova određivanja često se nazivaju i titracija „preko joda“. Jodometrijskom metodom mogu se odrediti: kalijum-permanganat, kalijum-bromat, kalijum-dihromat, vodonik-peroksid, soli gvožđe(III)-jona, soli bakar(II)-jona, hlor, brom itd.

7.2. INDIKATORI U OKSIDO-REDUKCIONIM METODAMA

Za vizuelno određivanje završne tačke titracije u redoks metodama koriste se redoks-indikatori, drugi bojeni indikatori, sami reagensi koji služe kao indikatori, kao i instrumentalne metode.

Redoks-indikatori su supstance koje mijenjaju boju u zavisnosti od promjene elektrodnog potencijala rastvora. To su najčešće organske supstance sa slabo izraženim oksidacionim ili redukcionim sposobnostima. Ponašanje redoks-indikatora može se prikazati polureakcijom:



gdje je In_{ox} oksidovani oblik indikatora, In_{red} redukovani oblik indikatora, a E_{In}^{θ} standardni elektroodni potencijal.

Kod dvobojnih indikatora In_{ox} ima jednu boju, a In_{red} drugu, dok je kod jednobojnih indikatora In_{ox} najčešće obojen, a In_{red} bezbojan. Do promjene boje indikatora, odnosno do prelaska iz oksidovanog u redukovani oblik dolazi, kada je redoks potencijal u rastvoru jednak standardnom potencijalu indikatora.

Primjena redoks-indikatora nije tako jednostavna kao primjena pH indikatora. Ovi indikatori su najčešće jako osjetljivi na uslove promjene i mogu biti potpuno reverzibilni u završnoj tački titracije. Takođe, jedan indikator može biti pogodan za titraciju u jednom pravcu, a potpuno nepogodan za istu titraciju u suprotnom smjeru. Zbog toga redoks-indikatore treba provjeriti eksperimentalnim putem u uslovima u kojima se izvodi titracija.

U reakcijama oksido-redukcije kao indikatori mogu se koristiti i organske boje, kao što su npr. metil-oranž, metil-crveno i dr. Organske boje se pod uticajem oksidacionog sredstva ireverzibilno razaraju. Upotrebljavaju se rjeđe od ostalih indikatora. Koriste se kod titracija u kojima se nakon ekvivalentne tačke grade slobodni halogeni i ne postoji odgovarajući reverzibilni indikator. Njihov nedostatak je ireverzibilnost procesa oksidacije, što može dovesti do prerane pojave završne tačke titracije.

Kod oksido-redukcionih metoda primjenjuju se i specifični indikatori. Njihov način reagovanja razlikuje se od pravih redoks-indikatora, a najpoznatiji specifični indikator je skrob. Skrob se koristi za određivanje završne tačke titracije u reakcijama u kojima učestvuje jod, s kojim gradi jedinjenje tamnoplave boje.

Priprema skroba kao indikatora vrši se na sljedeći način: mala količina skroba (oko 2 g) rastvori se u 1 dm³ ključale destilovane vode i rastvor se miješa dok se ne izbistri. Kao specifični indikator koristi se i tiocijanat-jon kod titracija Fe(III).

Reagens koji se koristi kao standardni rastvor i kao indikator jeste kalijum-permanganat. Boja kalijum-permanganata je intenzivno ljubičasta. Pri titraciji bezbojnih rastvora prva kap nakon tačke ekvivalencije obojiće rastvor blijedo ružičasto, dok pojava postojane boje označava završnu tačku titracije.

7.3. PRIPREMA I STANDARDIZACIJA RASTVORA ZA OKSIDO-REDUKCIONE METODE

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih ogleda u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za pripremu i standardizaciju rastvora za oksido-redukcione metode; uvježbaćeš postupke pripreme i standardizacije rastvora za oksido-redukcione metode; demonstriraćeš pripremu i standardizaciju rastvora za oksido-redukcione metode; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

7.3.1. PRIPREMA I STANDARDIZACIJA RASTVORA KALIJUM-PERMANGANATA

Kalijum-permanganat nije primarna supstanca. Od primjesa skoro uvijek sadrži mangan(IV)-oksid, pa njegov sastav ne odgovara hemijskoj formuli. Rastvor kalijum-permanganata se lako redukuje raznim organskim i drugim primjesama, a takođe se razlaže i pod uticajem sunčeve svjetlosti. Zbog toga se standardni rastvori kalijum-permanganata čuvaju u tamnim staklenim bocama sa staklenim zaptivačem i na tamnom mjestu.

7.3.1.1. Priprema rastvora kalijum-permanganata

Standardni rastvor kalijum-permanganata priprema se rastvaranjem čvrstog reagensa. Nakon pripremanja rastvor kalijum-permanganata potrebno je da odstoji 8–10 dana da bi se rastvor stabilizovao, odnosno da bi se osigurala potpuna oksidacija svih onečišćenja iz vode. Brža stabilizacija rastvora može se postići njegovim zagrijavanjem jedan/dva sata na temperaturi ključanja, pa se u ovom slučaju smatra da je rastvor stabilizovan nakon jednog dana. Nakon stabilizacije iz rastvora treba ukloniti mangan(IV)-oksid filtracijom. Filtracija se vrši pomoću staklenih filter-lončića, jer filter-papir takođe redukuje kalijum-permanganat.

Posude koje se koristi za pripremu rastvora kalijum-permanganata mora biti potpuno čisto i bez tragova masnoće. Ako se primijete i najmanje količine čvrstog mangan(IV)-oksida u rastvoru, neophodne su filtracija i restandardizacija. Restandardizacija svake sedmice je najbolja mjera predostrožnosti.

PRIMJER:

Pripremiti 1 dm³ rastvora kalijum-permanganata koncentracije 0,02 mol/dm³.

Masa kalijum-permanganata koja je potrebna za pripremanje tačno određene koncentracije i zapremine rastvora izračunava se pomoću jednačine:

$$m(\text{KMnO}_4) = c(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot M(\text{KMnO}_4),$$

gdje m predstavlja masu, c koncentraciju, V zapreminu, a M molarnu masu kalijum-permanganata.

Molarna masa kalijum-permanganata iznosi 158,03 g/mol. Prema prethodnoj jednačini, masa kalijum-permanganata iznosi:

$$m(\text{KMnO}_4) = 0,02 \text{ mol/dm}^3 \cdot 1 \text{ dm}^3 \cdot 158,03 \text{ g/mol} = 3,16 \text{ g}.$$

Odmjerenu masu kalijum-permanganata potrebno je rastvoriti u toploj destilovanoj vodi i stabilizovati rastvor.

7.3.1.2. Standardizacija rastvora kalijum-permanganata

Standardizacija rastvora kalijum-permanganata može se izvršiti pomoću primarnih standardnih supstanci koje su redukciona sredstva: natrijum-oksalat, arsen(III)-oksid i čisto elektrolitičko gvožđe. Izbor primarnog standarda u određenoj mjeri zavisi od kasnije upotrebe rastvora kalijum-permanganata. Za standardizaciju rastvora kalijum-permanganata najčešće se koristi natrijum-oksalat. Hemijska reakcija koje se odigrava prikazana je jednačinom:



Postupak: U erlenmajer od 300 cm³ odmjeriti 25 cm³ standardnog rastvora natrijum-oksalata poznate koncentracije. Rastvor natrijum-oksalata zakiseliti sa 20 cm³ sulfatne kiseline koncentracije 1 mol/dm³, zagrijati na oko 80°C i titrovati kalijum-permanganatom. Rastvor ne treba zagrijavati iznad 100°C, jer dolazi do razlaganja natrijum-oksalata.

Rastvor kalijum-permanganata se na početku titracije sporo obezbojava. Zato treba sačekati da se boja izgubi, pa onda dodavati nove kapi rastvora. Tokom titracije nastaje mangan(II)-jon koji djeluje katalitički i ubrzava reakciju, zbog čega boja rastvora brže nestaje. Završna tačka titracije postiže se kada prva kap kalijum-permanganata dodata u višku oboji rastvor ružičastom bojom, koja je postojana oko jedan minut.

Prilikom očitavanja zapremine utrošenog kalijum-permanganata gleda se gornja površina meniska, jer je rastvor obojen i donja površina meniska se teško uočava. Budući da je rastvor kalijum-permanganata crvenoljubičaste boje, za titraciju nije potreban indikator. Rastvor se obezbojava dok je u njemu prisutno redukujuće sredstvo, natrijum-oksalat. Kada je cjelokupna količina natrijum-oksalata oksidovana, prva naredna kap kalijum-permanganata ostaje nepromijenjena i boji rastvor ružičasto.

Proračun: Odnos količina supstanci koje reaguju je:

$$n(\text{KMnO}_4) : n(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 2 : 5,$$

odnosno:

$$n(\text{KMnO}_4) = \frac{2}{5} \cdot n(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4).$$

S obzirom na to da je $n = \frac{c}{V}$, koncentracija kalijum-permanganata se izračunava na osnovu

sljedeće jednačine:

$$c(\text{KMnO}_4) = \frac{2}{5} \cdot \frac{c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot V(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{V(\text{KMnO}_4)},$$

gdje $V(\text{KMnO}_4)$ predstavlja srednju vrijednost utroška rastvora kalijum-permanganata.

PRAKTIČNI ZADATAK 7.1: Priprema i standardizacija rastvora kalijum-permanganata

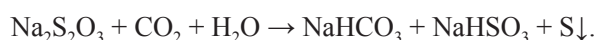
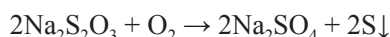
Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da pripreme i standardizuju rastvor kalijum-permanganata.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom pripreme i standardizacije rastvora kalijum-permanganata, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, proračunom, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja praktičnog zadatka zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

7.3.2. PRIPREMA I STANDARDIZACIJA RASTVORA NATRIJUM-TIOSULFATA

Natrijum-tiosulfat nije primarna supstanca. Za pripremanje rastvora najčešće se koristi kristalni natrijum-tiosulfat pentahidrat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (slika 7.2). Njegov vodeni rastvor nije postojan, a razlažu ga kiseonik i ugljenik(IV)-oksid iz vazduha koji se nalaze rastvoreni u destilovanoj vodi. Pritom se odigravaju sljedeće hemijske reakcije:



Elementarni sumpor se izdvaja u obliku bjeličastog taloga.

Natrijum-tiosulfat razlažu i bakterije, tzv. tiobakterije, koje se nalaze u destilovanoj vodi. Zbog toga se za pripremanje rastvora natrijum-tiosulfata koristi svježe prokuvana i ohlađena destilovana voda. Natrijum-tiosulfat se razgrađuje u toploj vodi. Prokuvavanjem vode uklanjaju se ugljenik(IV)-oksid i kiseonik i uništavaju bakterije.

Rastvor natrijum-tiosulfata se čuva u tamnim bocama zatvorenim staklenim brušenim zapušačem, jer se razlaže pod dejstvom svjetlosti.



Slika 7.2.
Natrijum-tiosulfat

7.3.2.1. Priprema rastvora natrijum-tiosulfata

Standardni rastvor natrijum-tiosulfata priprema se rastvaranjem čvrstog reagensa. Međutim, iako se rastvor natrijum-tiosulfata priprema i s najvećom pažnjom vremenom mijenja koncentraciju. Zato je praktičnije pripremiti rastvor približne koncentracije pa vršiti standardizaciju u vrijeme upotrebe. Za jodometrijske titracije, najčešće se koristi rastvor koncentracije $0,1 \text{ mol/dm}^3$.

PRIMJER:

Pripremiti 1 dm^3 rastvora natrijum-tiosulfata koncentracije $0,1 \text{ mol/dm}^3$.

Masa kristalnog natrijum-tiosulfata pentahidrata koja je potrebna za pripremanje tačno određene koncentracije i zapremine rastvora izračunava se pomoću jednačine:

$$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}),$$

gdje m predstavlja masu, c koncentraciju, V zapreminu, a M molarnu masu natrijum-tiosulfata pentahidrata.

Molarna masa natrijum-tiosulfata pentahidrata iznosi 248,10 g/mol. Prema prethodnoj jednačini, masa natrijum-tiosulfata pentahidrata koju je potrebno odmjeriti iznosi:

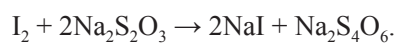
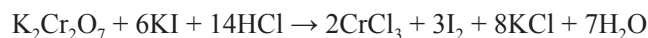
$$m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 1 \text{ dm}^3 \cdot 248,10 \text{ g/mol} = 24,810 \text{ g}.$$

Odmjerenu masu natrijum-tiosulfata pentahidrata rastvoriti u prokuvanoj i ohlađenoj destilovanoj vodi.

7.3.2.2. Standardizacija rastvora natrijum-tiosulfata

Standardizacija rastvora natrijum-tiosulfata može se izvršiti pomoću primarnih standardnih supstanci koje su oksidaciona sredstva: kaljum-dihromat, kaljum-jodat, kaljum-bromat, kaljum-heksacijanoferat(III) i dr. Za standardizaciju rastvora natrijum-tiosulfata najčešće se koriste kaljum-dihromat i kaljum-jodat.

Standardizacija rastvora natrijum-tiosulfata izvodi se primarnim standardnim rastvorom kaljum-dihromata indirektnom titracijom. U kiseloj sredini dolazi do oksidacije jodidnih jona i oslobađanja joda, koji se zatim određuje titracijom pomoću natrijum-tiosulfata prema sljedećim jednačinama:



Postupak: U erlenmajer od 500 cm³ dodati 25 cm³ rastvora kaljum-dihromata poznate koncentracije, 20 cm³ 10% rastvora kaljum-jodida i 30 cm³ hloridne kiseline koncentracije 2 mol/dm³. Rastvor promiješati, erlenmajer poklopiti sahatnim staklom i ostaviti da odstoji nekoliko minuta dok kaljum-dihromat i kaljum-jodid potpuno izreaguju. Narandžasta boja kaljum-dihromata prelazi u mrku boju zbog izdvojenog joda. Rastvoru dodati 150 cm³ prokuvane i ohlađene destilovane vode i titrovati rastvorom natrijum-tiosulfata do pojave svijetložute boje. Zatim dodati nekoliko kapi skroba, pri čemu se rastvor oboji intenzivno plavom bojom. Nastaviti titraciju dok se plava boja rastvora ne izgubi i rastvor postane blijedozelen. Blijedozelena boja rastvora potiče od hrom(III)-hlorida. Postupak ponoviti nekoliko puta.

Iz hemijskih reakcija vidi se da natrijum-tiosulfat i kaljum-dihromat ne reaguju direktno, već indirektno „preko joda“. Količina natrijum-tiosulfata ekvivalentna je količini izdvojenog joda, koja je s druge strane ekvivalentna količini prisutne oksidacione supstance, odnosno kaljum-dihromata. Prema tome, koncentracija natrijum-tiosulfata izračunava se preko poznate koncentracije kaljum-dihromata.



Putem linka i QR koda možete saznati više o standardizaciji rastvora natrijum-tiosulfata.

<https://www.youtube.com/watch?v=0XsENGTocv8>

Proračun: Odnos količina supstanci koje reaguju je:

$$n(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) : n(\text{I}_2) = 1 : 3$$

$$n(\text{I}_2) : n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1 : 2,$$

odnosno odnos količina kalijum-dihromata i natrijum-tiosulfata:

$$n(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) : n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1 : 6$$

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 6 \cdot n(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7).$$

S obzirom na to da je $n = \frac{c}{V}$, koncentracija natrijum-tiosulfata se izračunava na osnovu sljedeće jednačine:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{6 \cdot c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)},$$

gdje $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ predstavlja srednju vrijednost utroška rastvora natrijum-tiosulfata.

PRAKTIČNI ZADATAK 7.2: Priprema i standardizacija rastvora natrijum-tiosulfata

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da pripreme i standardizuju rastvor natrijum-tiosulfata.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom pripreme i standardizacije rastvora natrijum-tiosulfata, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, proračunom, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja praktičnog zadatka zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

7.4. IZRAČUNAVANJE SADRŽAJA SUPSTANCI

Postupak izračunavanja sadržaja supstanci primjenom odgovarajućeg stehiometrijskog proračuna objašnjen je u poglavlju 6.6.

PRIMJER 1.

Za titraciju gvožđe(II)-jona u masi od 0,1986 g rude gvožđa utrošeno je 7,40 cm³ rastvora kalijum-permanganata koncentracije 0,0205 mol/dm³. Izračunati masu gvožđe(II)-jona i maseni udio gvožđa u uzorku.

$$V(\text{KMnO}_4) = 7,40 \text{ cm}^3 = 0,0074 \text{ dm}^3$$

$$c(\text{KMnO}_4) = 0,0205 \text{ mol/dm}^3$$

$$M(\text{Fe}) = 56 \text{ g/mol}$$

$$m(\text{uzorka}) = 0,1986 \text{ g}$$

Reakcija koja se odigrava prikazana je jednačinom:



$$n(\text{Fe}) : n(\text{KMnO}_4) = 5 : 1$$

$$n(\text{Fe}) = 5 \cdot n(\text{KMnO}_4).$$

Za izračunavanje mase koristimo sljedeću jednačinu:

$$m(\text{A}) = \frac{a}{b} \cdot c(\text{B}) \cdot V(\text{B}) \cdot M(\text{A}).$$

Iz jednačine hemijske reakcije vidimo da je odnos količina gvožđe(II)-jona i kalijum-permanganata 5 : 1. Zamjenom podataka dobijamo masu hloridne kiseline:

$$m(\text{Fe}^{2+}) = \frac{5}{1} \cdot 0,0205 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,0074 \text{ dm}^3 \cdot 56 \text{ g/mol} = 0,0425 \text{ g}.$$

Za izračunavanje masenog udjela koristimo sljedeću jednačinu:

$$\omega(\text{A}) = \frac{m_{\text{uk}}(\text{A})}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\%.$$

Zamjenom podataka dobijamo da maseni udio gvožđa iznosi:

$$\omega(\text{Fe}) = \frac{m(\text{Fe})}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\% = \frac{0,0425 \text{ g}}{0,1986 \text{ g}} \cdot 100\% = 21,40\%$$

PRIMJER 2.

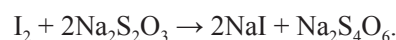
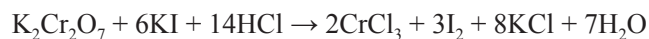
Hrom se određuje indirektno jodometrijskom metodom. Iz odmjernog suda od 100 cm^3 u kome se nalazi rastvor kalijum-dihromata odmjerena je proba od 20 cm^3 . Odmjerenom rastvoru dodati su kalijum-jodid i koncentrovana hloridna kiselina i ostavljen je na tamnom mjestu dvadesetak minuta. Nakon tog vremena rastvoru je dodato $5\text{--}6 \text{ cm}^3$ skroba i vršena je titracija standardnim rastvorom natrijum-tiosulfata. Odrediti ukupnu masu hroma, ako je za titraciju utrošeno $23,80 \text{ cm}^3$ rastvora natrijum-tiosulfata koncentracije $0,1009 \text{ mol/dm}^3$.

$$V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 23,80 \text{ cm}^3$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1009 \text{ mol/dm}^3$$

$$M(\text{Cr}) = 52 \text{ g/mol}$$

Reakcije koje se odigravaju prikazane su jednačinama:



Odnos količina supstanci koje reaguju je:

$$n(\text{Cr}) : n(\text{I}_2) = 2 : 3$$

$$n(\text{I}_2) : n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1 : 2,$$

odnosno odnos količina hroma i natrijum-tiosulfata:

$$n(\text{Cr}) : n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1 : 3$$

$$n(\text{Cr}) = \frac{1}{3} \cdot n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3).$$

Za izračunavanje mase koristimo sljedeću jednačinu:

$$m_{\text{uk}}(\text{A}) = x \cdot \frac{a}{b} \cdot c(\text{B}) \cdot V(\text{B}) \cdot M(\text{A}).$$

Zamjenom podataka dobijamo masu hloridne kiseline:

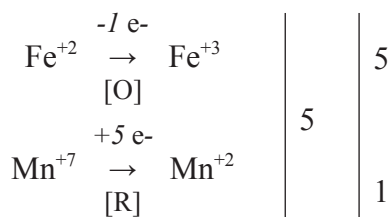
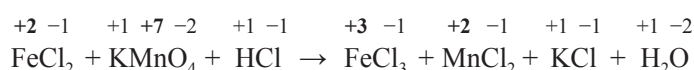
$$m_{\text{uk}}(\text{Cr}) = \frac{100 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot \frac{1}{3} \cdot 0,1009 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,0238 \text{ dm}^3 \cdot 52 \text{ g/mol} = 0,2081 \text{ g}.$$

7.5. IZVOĐENJE OKSIDO-REDUKCIONIH METODA

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih ogleda u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za postupak izvođenja oksido-redukcionih metoda; uvježbaćeš postupak izvođenja oksido-redukcionih metoda; demonstriraćeš izvođenje oksido-redukcionih metoda; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

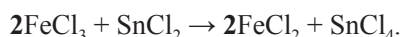
7.5.1. ODREĐIVANJE GVOŽĐA

Sadržaj gvožđa može se odrediti permanganometrijskom metodom po Cimerman–Rajnhardu (Zimmerman–Reinhard). Princip ove metode sastoji se u oksidaciji Fe^{2+} u Fe^{3+} kalijum-permanganatom u kiseloj sredini, prema sljedećoj jednačini:



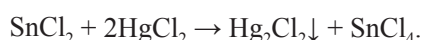
Joni Fe^{3+} ne reaguju s kalijum-permanganatom. Zbog toga se prilikom određivanja Fe^{3+} joni u ispitivanom rastvoru, prije titracije redukuju do Fe^{2+} jona. Kao redukciono sredstvo mogu se koristiti: kalaj(II)-hlorid, sumpor(IV)-oksid, cink, aluminijum i dr.

Metodom po Cimerman–Rajnhardu jon Fe^{3+} se redukuje pomoću kalaj(II)-hlorida na temperaturi ključanja, prema sljedećoj jednačini:

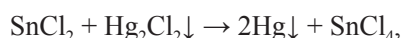


Rastvor kalaj(II)-hlorida dodaje se dok se izgubi žuta boja rastvora gvožđe(III)-hlorida, odnosno 1–2 kapi u višku. Na slici 7.3 prikazani su rastvori gvožđe(II)-hlorida i gvožđe(III)-hlorida.

Redukciono sredstvo ne smije ostati u višku, jer bi se u tom slučaju kalijum-permanganat trošio za reakciju s redukcionim sredstvom. Zbog toga se ovaj mali višak kalaj(II)-hlorida uklanja rastvorom živa(II)-hlorida. Živa(II)-hlorid se dodaje ohlađenom rastvoru u višku, pri čemu nastaje talog živa(I)-hlorida koji ne ometa dokazivanje. Dobijeni talog je bijele boje, a reakcija koje se odvija:



Ukoliko je rastvor kalaj(II)-hlorida dodat u velikom višku, nastaje sivi talog elementarne žive:



Slika 7.3.
Hloridi gvožđa

ili veće količine taloga živa(I)-hlorida koji se oksiduje s kalijum-permanganatom. Proba se odbacuje ukoliko dođe do stvaranja većih količina bijelog taloga živa(I)-hlorida, sivog taloga elementarne žive ili ako se ne stvori talog nakon nekoliko minuta.

Nakon redukcije Fe^{3+} jona rastvoru se dodaje Cimerman–Rajnhardov rastvor. Ovaj rastvor sadrži: mangan(II)-sulfat, sulfatnu kiselinu i fosfatnu kiselinu. Mangan(II)-sulfat sprečava oksidaciju hloridne kiseline kalijum-permanganatom i razvijanje hlora. Sulfatna kiselina obezbjeđuje odgovarajuću pH vrijednost potrebnu za redukciju mangana iz +7 u +2. Fosfatna kiselina služi za vezivanje nastalih Fe^{3+} jona u bezbojni kompleks, na taj način ih maskira i omogućava jasno uočavanje završne tačke titracije.

Nakon toga vrši se titracija Fe^{2+} jona standardnim rastvorom kalijum-permanganata do pojave blijedoružičaste boje.



Putem linka i QR koda možete saznati više o permanganometrijskom određivanju gvožđa.

https://www.youtube.com/watch?v=cC5b8HBJ_II

PRAKTIČNI ZADATAK 7.3: Određivanje gvožđa permanganometrijskom metodom po Cimerman–Rajnhardu

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše određivanje gvožđa permanganometrijskom metodom po Cimerman–Rajnhardu.

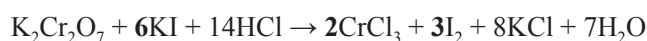
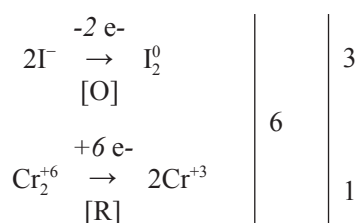
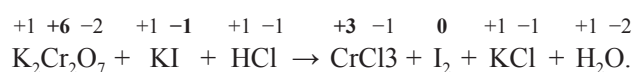
Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom određivanja gvožđa permanganometrijskom metodom po Cimerman–Rajnhardu, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Postupak: Odmjerni sud od 100 cm^3 koji sadrži rastvor soli gvožđa(III) dopuniti destilovanom vodom do oznake, zatvoriti i dobro promućkati. Odmjeriti probu od 25 cm^3 rastvora i prenijeti u erlenmajer od 300 cm^3 . Rastvoru dodati 10 cm^3 koncentrovane hloridne kiseline i zagrijati do ključanja, a zatim vrućem rastvoru dodati u višku kalaj(II)-hlorid. Ostaviti rastvor da se ohladi, potom razblažiti sa 100 cm^3 vode i dodati 10 cm^3 zasićenog rastvora živa(II)-hlorida. Nakon nekoliko minuta dolazi do pojave bijelog taloga živa(I)-hlorida. Zatim dodati 10 cm^3 Cimerman–Rajnhardovog rastvora i titrovati standardnim rastvorom kalijum-permanganata do pojave blijedoružičaste boje, koja ne iščezava nakon 20–30 sekundi. Titraciju ponoviti nekoliko puta i izračunati srednju vrijednost utroška rastvora kalijum-permanganata.

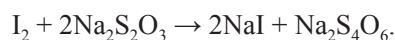
Tokom izvođenja određivanja gvožđa permanganometrijskom metodom po Cimerman–Rajnhardu zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

7.5.2. ODREĐIVANJE HROMA

Određivanje hroma vrši se jodometrijskom metodom. Jodometrijsko određivanje hroma iz jakog oksidacionog sredstva (kalijum-dihromat) zasniva se na oksidaciji jodidnog jona u elementarni jod u kiseloj sredini, pri čemu dolazi do redukcije hroma iz +6 u +3, prema sljedećoj jednačini:



Izdvojeni jod se titruje standardnim rastvorom natrijum-tiosulfata, pri čemu dolazi do sljedeće reakcije:



Količina utrošenog natrijum-tiosulfata ekvivalentna je količini izdvojenog joda, odnosno količini hroma koji se određuje. Kao indikator u ovoj reakciji koristi se škrob. S obzirom na to da je jon Cr^{3+} obojen zeleno, u završnoj tački titracije ne dolazi do obezbojavanja plavog rastvora, već do promjene boje u zeleno.

PRAKTIČNI ZADATAK 7.4: Određivanje hroma jodometrijskom metodom

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše određivanje hroma jodometrijskom metodom.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom određivanja hroma jodometrijskom metodom, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

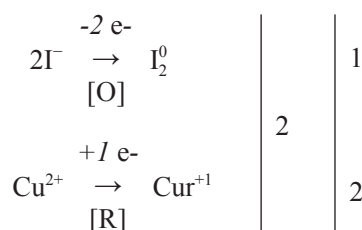
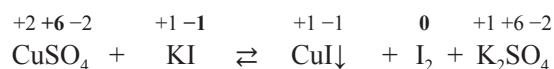
Postupak: Odmjerni sud od 100 cm^3 koji sadrži uzorak kalijum-dihromata dopuniti destilovanom vodom do oznake, zatvoriti i dobro promućkati. Odmjeriti probu od 25 cm^3 rastvora i prenijeti u erlenmajer od 500 cm^3 . Rastvoru dodati 10 cm^3 koncentrovane hloridne kiseline, 2 g kalijum-jodida, poklopiti sahatnim staklom i ostaviti na tamnom mjestu 15 minuta. Nakon toga rastvoru dodati 200 cm^3 vode i titrovati oslobođeni jod standardnim rastvorom do pojave svijetlornke boje. Zatim dodati $4\text{--}5 \text{ cm}^3$

rastvora skroba i nastaviti titraciju do promjene boje u zelenu. Titraciju ponoviti nekoliko puta i izračunati srednju vrijednost utroška rastvora natrijum-tiosulfata.

Tokom izvođenja određivanja hroma jodometrijskom metodom zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

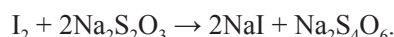
7.5.3. ODREĐIVANJE BAKRA

Određivanje bakra vrši se jodometrijskom metodom. Jodometrijsko određivanje bakra zasniva se na reakciji jodidnih jona dodatih u višku s jonima Cu^{2+} prema reakciji:



U ovoj reakciji dolazi do redukcije bakra iz +2 u +1, pri čemu nastaje bakar(I)-jodid koji je talog žućkastobijele boje. Takođe, jodidni jon se oksiduje do elementarnog joda.

Izdvojeni jod se titruje standardnim rastvorom natrijum-tiosulfata, pri čemu dolazi do sljedeće reakcije:



Količina utrošenog natrijum-tiosulfata ekvivalentna je količini izdvojenog joda, odnosno količini bakra koji se određuje. Kao indikator u ovoj reakciji koristi se skrob.

Reakcija redukcije bakar(II)-jona je povratna, pa se zbog toga izvodi u višku kalijum-jodida koji vezuje ove jone u obliku teško rastvorljivog bakar(I)-jodida. Da bi reakcija tekla kvantitativno u jednom smjeru, potrebno je da se izvodi u kiseloj sredini, jer prisustvo vodoničnih jona sprečava hidrolizu bakar(II)-jona. Koncentracija vodoničnih jona utiče na tačnost određivanja, pa je za izvođenje ove reakcije optimalna pH vrijednost 3,5–4. pH rastvora ne smije biti veći od 4 da bi se spriječila hidroliza bakar(II)-jona. U kiselijim rastvorima oksidacija jodidnih jona vazдушnim kiseonikom u elementarni jod je brža, što dovodi do greške. Ukoliko je rastvor jako kiseo, potrebno je dodati natrijum-karbonat do pojave taloga, a zatim sirćetnu kiselinu da se talog rastvori.

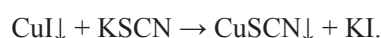
Oksidacija jodidnih jona vazдушnim kiseonikom može se smanjiti izvođenjem reakcije u jodnom erlenmajeru (slika 7.4).

Nestanak plave boje označava završetak titracije. Međutim, stajanjem se boja može ponovo javiti, što predstavlja teškoću prilikom određivanja završne tačke titracije. Titracija joda



Slika 7.4.
Jodni erlenmajer

natrijum-tiosulfatom je nepotpuna, jer na površini bakar(I)-jodida dolazi do adsorpcije izvjesne količine elementarnog joda. Budući da pojava adsorpcije elementarnog joda uslovljava niže rezultate za bakar, potrebno ju je otkloniti. To se postiže dodavanjem kalijum-tiocijanata prije završne tačke titracije, što dovodi do adsorpcije bakar(I)-tiocijanata na površini taloga, pa on ne adsorbuje elementarni jod:



Primjenom ove metode može se odrediti sadržaj bakra u rudama i legurama, kao i u sredstvima za zaštitu bilja koja sadrže bakar.



Putem linka i QR koda možete saznati više o određivanju bakra jodometrijskom metodom.

<https://www.youtube.com/watch?v=oAOoqvGqLUY>

PRAKTIČNI ZADATAK 7.4: Određivanje bakra jodometrijskom metodom

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše određivanje bakra jodometrijskom metodom.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom određivanja bakra jodometrijskom metodom, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

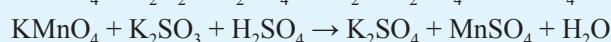
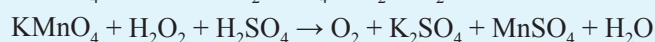
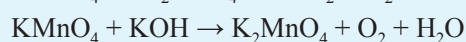
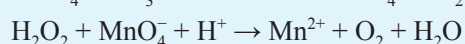
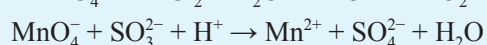
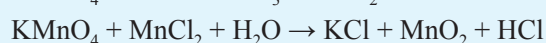
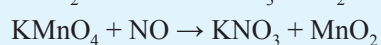
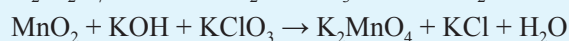
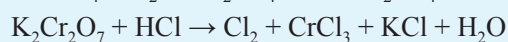
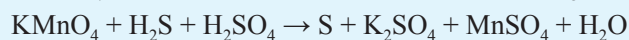
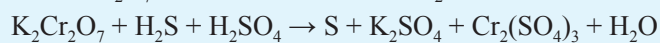
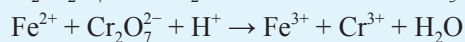
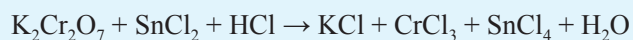
Postupak: Odmjerni sud od 100 cm³ koji sadrži rastvor bakar(II)-sulfata dopuniti

destilovanom vodom do oznake, zatvoriti i dobro promućkati. Odmjeriti probu od 25 cm³ rastvora i prenijeti u erlenmajer od 300 cm³. Rastvoru dodati 5 cm³ rastvora sulfatne kiseline koncentracije 1 mol/dm³ i 1–2 g kalijum-jodida, promiješati i ostaviti na tamnom mjestu pet minuta. Zatim vršiti titraciju izdvojenog joda standardnim rastvorom natrijum-tiosulfata do pojave svijetložute boje. Nakon toga dodati 2 cm³ rastvora skroba i 3 g kalijum-tiocijanata i titrovati dok se ne izgubi plava boja.

Tokom izvođenja određivanja bakra jodometrijskom metodom zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

7.6. PROVJERI SVOJE ZNANJE

1. Odredi koeficijente u datim oksido-redukcionim reakcijama. Napiši šta je oksidaciono sredstvo, a šta redukujuće sredstvo za datu jednačinu. Obrazloži svoj odgovor.



2. U reakciji kalijum-permanganata i sumporvodonika, u prisustvu sulfatne kiseline nastaju sumpor, kalijum-sulfat, mangan(II)-sulfat i voda. Koliko će se dobiti mg mangan(II)-sulfata iz 3 g kalijum-permanganata? (R: 2867,08 mg)
3. Koliko je dm³ vodonik-peroksida koncentracije 0,1 mol/dm³ potrebno da se u reakciji s kalijum-permanganatom izdvoji 0,6 dm³ kiseonika? (R: 0,268 dm³)
4. Kolika je koncentracija rastvora kalijum-permanganata (mmol/dm³) ako 130 cm³

ovog rastvora oslobodi iz rastvora hloridne kiseline 10 cm^3 hlora (normalni uslovi)?
(R: $1,37 \text{ mmol/dm}^3$)

5. Koliko je dm^3 oksidacionog sredstva potrebno da se u reakciji kalijum-permanganata s kalijum-hidroksidom dobije 3 g kiseonika? (R: $8,4 \text{ dm}^3$)
6. Ako je za titraciju gvožđe(II)-hlorida utrošeno $20,50 \text{ cm}^3$ rastvora KMnO_4 koncentracije $0,02 \text{ mol/dm}^3$ u kiseloj sredini (HCl), koliko grama gvožđe(III)-hlorida nastaje? (R: $0,3331 \text{ g}$)
7. Koliko se grama natrijum-oksalata nalazi u 25 cm^3 rastvora količinske koncentracije $0,05 \text{ mol/dm}^3$? (R: $0,1675 \text{ g}$)
8. Za titraciju 25 cm^3 gvožđe(II)-hlorida utrošeno je 30 cm^3 rastvora KMnO_4 koncentracije $0,02 \text{ mol/dm}^3$. Kolika je količinska koncentracija gvožđe(II)-hlorida? (R: $0,12 \text{ mol/dm}^3$)
9. U odmjernom sudu od 250 cm^3 rastvoreno je $9,3263 \text{ g}$ gvožđe(II)-sulfata. Kolika je količinska koncentracija rastvora? (R: $0,2454 \text{ g}$)
10. U reakciji između rastvora kalijum-permanganata i oksalne kiseline u prisustvu sulfatne kiseline izdvaja se 448 cm^3 gasa pri normalnim uslovima. Koliko je mmol redukcionog sredstva učestvovalo u reakciji? (R: 10 mmol)
11. Citrusno voće kao što su grejpfrut, limun, mandarina, limeta i druga, sadrže određenu količinu vitamina C (askorbinska kiselina). Pomoću koje volumetrijske oksido-redukci- one metode možeš odrediti količinu vitamina C u uzorku soka, i na koji način bi izvršio/ izvršila analizu? Opiši postupak.
12. Da bi se znao kvalitet vode za piće vrše se laboratorijska ispitivanja različitih parametara kvaliteta pitke vode kao što su: pH, mutnoća, tvrdoća, Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- itd. Koju bi oksido-redukcionu metodu mogao/mogla izvesti u školskoj laboratoriji da bi odredio/odredila koncentraciju nekih oksidanasa u vodi, kao na primjer koncentraciju hlora?
13. Bunarska voda uglavnom ima dosta veću koncentraciju gvožđa u odnosu na dozvoljene količine. Zašto je standardni rastvor KMnO_4 često korišćen za titraciju Fe^{2+} jona?

7.7. REZIME

Hemijske reakcije u kojima dolazi do izmjene elektrona nazivaju se reakcije oksido-redukcije ili redoks-reakcije. Volumetrijske metode zasnovane na reakcijama oksido-redukcije su brojnije i raznovrsnije od svih drugih grupa volumetrijskih metoda. Ove metode se zasnivaju na izmjeni elektrona između standardnog rastvora i rastvora titrovane supstance.

U reakcijama oksido-redukcije procesi oksidacije i redukcije se odvijaju istovremeno. Oksidacija je proces otpuštanja elektrona, pri čemu se oksidacioni broj atoma ili jona povećava. Redukcija je proces primanja elektrona, pri čemu se oksidacioni broj atoma ili jona smanjuje.

Oksido-redukcione metode se mogu podijeliti u dvije velike grupe: metode oksidacije (oksidimetrija) – standardni rastvor je oksidaciono sredstvo i metode redukcije (reduktometrija) – standardni rastvor je redukciono sredstvo.

Međutim, znatno je češća njihova podjela prema standardnom rastvoru koji se primjenjuje. U metode oksidacije ubrajaju se: permanganometrija – standardni rastvor je kalijum-permanganat; dihromatometrija – standardni rastvor je kalijum-dihromat; jodimetrija – standardni rastvor je jod; cerimetrija – standardni rastvor je cer(IV)-sulfat; bromatometrija – standardni rastvor kalijum-bromata i dr.

Metode redukcije su: hromometrija – standardni rastvor je hrom(II)-hlorid; titanometrija – standardni rastvori su titan(III)-hlorid i titan(III)-sulfat; jodometrija – standardni rastvor je natrijum-tiosulfat i dr.

Za vizuelno određivanje završne tačke titracije u redoks-metodama koriste se: redoks indikatori, drugi bojene indikatori, sami reagensi koji služe kao indikatori, kao i instrumentalne metode.

Redoks-indikatori su supstance koje mijenjaju boju u zavisnosti od promjene elektrodnog potencijala rastvora. To su najčešće organske supstance sa slabo izraženim oksidacionim ili redukcionim sposobnostima.

U reakcijama oksido-redukcije kao indikatori mogu se koristiti i organske boje, kao što su metil-oranž, metil-crveno i dr.

Kod oksido-redukcionih metoda primjenjuju se i specifični indikatori, a najpoznatiji specifični indikator je škrob.

Reagens koji se koristi kao standardni rastvor i kao indikator je kalijum-permanganat.

8

VOLUMETRIJSKE KOMPLEKSOMETRIJSKE METODE

U OVOM POGLAVLJU NAUČIĆEŠ DA:

- opišeš značaj i princip kompleksometrijskih metoda hemijske analize
- navedeš vrste kompleksona
- opišeš tipove kompleksometrijskih titracija
- objasniš osobine indikatora koji se koriste u kompleksometrijskim metodama
- izvršiš pripremu i standardizaciju rastvora koji se koriste u kompleksometrijskim metodama (na zadatom primjeru)
- izračunaš sadržaj supstanci primjenom odgovarajućeg stehiometrijskog proračuna za kompleksometrijske metode
- na zadatom primjeru demonstriraš izvođenje kompleksometrijskih metoda.

RAZMISLI I ODGOVORI:

1. Navedi hemijsko posuđe koje koristimo prilikom titracije.
2. U svakodnevnom životu često se pominje pojam tvrda voda. Objasni šta je tvrdoća vode i kako razlikovati tvrdu i meku vodu.
3. Napiši katjone metala natrijuma, kalcijuma i magnezijuma i objasni kako nastaju pozitivni joni metala. Napiši elektronske konfiguracije navedenih metala.

8.1. ZNAČAJ I PRINCIP KOMPLESOMETRIJSKIH METODA

Ligand je jon ili molekul koji se vezuje za metalni jon i formira koordinacioni kompleks. Metalni jon se naziva centralni jon.

Helatni (ciklični) kompleksi ili helati su kompleksna jedinjenja prstenaste strukture koja nastaju u reakciji metalnih jona s posebnim organskim ligandima.

Monodentatni ligandi su ligandi koji se mogu na metalni jon vezati samo na jedno koordinaciono mjesto, preko jedne elektrondonorske grupe.

Polidentatni ili multidentatni ligandi su ligandi koji imaju više od jednog elektrondonorskog atoma koji se vezuje za metalni jon.

Etilendiaminotetrasirćetna kiselina ili skraćeno EDTA je kompleks koji se najviše koristi. Označava se i simbolom H_4Y , a predstavlja slabu četvorobaznu kiselinu.

Reakcije građenja kompleksa se više od jednog vijeka koriste u volumetriji. Međutim, dugo vremena ove reakcije su se koristile u ograničenoj mjeri zbog relativno male stabilnosti do tada poznatih kompleksnih jedinjenja, kao i osobini reakcija građenja kompleksa da protiču u više stupnjeva. Otkrićem polidentatnih **liganada** koji s metalnim jonima grade **helatne komplekse** velike stabilnosti i stehiometrijskog sastava 1 : 1, stanje se bitno izmijenilo.

Volumetrijska metoda koja se zasniva na stvaranju stabilnih kompleksnih jedinjenja između titrovane supstance i titracionog sredstva naziva se **kompleksometrija**.

Za volumetrijsko određivanje ne može se upotrijebiti svaka reakcija u kojoj nastaje kompleksno jedinjenje. Za kompleksometrijsko određivanje potrebno je da:

- kompleks ima veliku stabilnost, što omogućava oštru ekvivalentnu tačku titracije;
- se reakcija građenja kompleksa odvija u jednom stupnju;
- se istovremeno ne odigravaju sporedne reakcije pri stvaranju kompleksa.

Ove uslove ispunjavaju helatni kompleksi.

Prednost **polidentatnih** liganada u odnosu na **monodentatne**, sa stanovišta volumetrijske analize, jeste u tome što su helatni kompleksi znatno stabilniji od kompleksa koji nijesu helati. Takođe, s povećanjem polidentatnog karaktera liganda broj liganada koji se vezuju na jedan metalni jon se smanjuje, zbog čega građenje helata protiče u manjem broju stupnjeva nego građenje necikličnih kompleksa.

Kompleksometrijske titracije omogućavaju brzo, tačno i jednostavno određivanje velikog broja metalnih jona. U praksi su široko prihvaćene i koriste se prilikom analize vode (određivanje tvrdoće), ruda, legura, keramičkih materijala i dr.

8.1.1. SELEKTIVNOST KOMPLESOMETRIJSKIH TITRACIJA

Kao titrant u kompleksometriji može se koristiti standardni rastvor reagensa koji s jonima metala grade stabilna kompleksna jedinjenja helatnog tipa. Ovakve supstance nazivaju se opštim imenom kompleksoni, i uglavnom su amino-polikarbonske kiseline. Za analitička određivanja najčešće se koristi dinatrijumova so etilendiaminotetrasirćetne kiseline, „EDTA” koja se još naziva i kompleksom III, KIII a koja ima sposobnost da gradi komplekse s većinom metala, ali nije selektivan reagens.

Kontrolisanje pH vrijednosti

U pojedinim slučajevima moguće je jednostavnim podešavanjem pH vrijednosti rastvora povećati selektivnost titracija sa EDTA. Ovo je moguće postići zahvaljujući zavisnosti uslovnih konstanti stabilnosti metal-EDTA kompleksa od pH vrijednosti. Tako se na primjer:

- pri pH vrijednosti 5 mogu selektivno titrovati: Al^{3+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Pb^{2+} i Zn^{2+} u prisustvu katjona zemnoalkalnih metala;
- pri pH vrijednosti između 1 i 2 mogu selektivno titrovati: Bi^{3+} , Fe^{3+} , Sc^{3+} , Th^{3+} , V^{3+} i dr., u prisustvu dvovalentnih katjona teških metala.

Maskiranje i demaskiranje

Radi povećavanja selektivnosti određivanja u kompleksometriji često se primjenjuju maskiranje i demaskiranje. Najčešće se primjenjuje maskiranje metalnih jona koji ometaju određivanje, tako što se oni vezuju u stabilne i rastvorne komplekse. Ovi kompleksi moraju imati veću stabilnost od kompleksa metala koji se određuje sa EDTA i indikatorom. Kao maskirajući reagensi koriste se: cijanid, tartarat, fluorid, formaldehid, trietanolamin i dr.

U kompleksometrijskim određivanjima kao maskirajući reagens najčešće se koristi cijanid. On maskira sljedeće jone: Ag^+ , Co^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Pd^{2+} , Zn^{2+} , Hg^{2+} , Pt^{2+} , Au^{3+} i dr. u alkalnoj sredini. S cijanidom praktično ne reaguju katjoni zemnoalkalnih metala, Mn^{2+} , Pb^{2+} , Al^{3+} i Bi^{3+} , pa se oni mogu određivati u prisustvu nabrojanih metalnih jona koji su maskirani cijanidom. Cijanid se ne smije dodavati kiselim rastvorima, jer dolazi do izdvajanja veoma otrovnog cijanovodonika.

Iz nastalih cijano-kompleksa pojedini joni mogu se selektivno demaskirati. Tako se, na primjer, Zn^{2+} i Cd^{2+} mogu demaskirati pomoću formaldehida koji reaguje s cijanidom uz građenje nitrila glikolne kiseline, a ovi joni se zatim mogu titrovati standardnim rastvorom EDTA.

Maskiranje taloženjem se primjenjuje veoma rijetko zbog grešaka koje nastaju usljed kopcipitacije na talogu, a takođe prisustvo taloga može ometati vizuelno određivanje završne tačke titracije. Ipak, ovaj oblik maskiranja ima primjenu, kao na primjer kod određivanja Ca^{2+} u prisustvu Mg^{2+} .

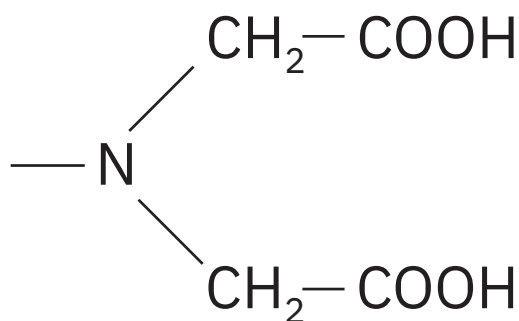
Maskiranje oksidacijom i redukcijom metalnog jona do oksidacionog stanja koje ne reaguje sa EDTA takođe se rijetko primjenjuje. Na primjer, Fe^{3+} se može redukovati do Fe^{2+} askorbinskom kiselinom u kiseloj sredini, pa u ovom obliku neće ometati titracije nekih trovalentnih i četvorovalentnih katjona u jako kiseloj sredini.

Hemijska odvajanja

Katjon metala koji se određuje i joni koji ometaju mogu se razdvojiti hemijskim putem primjenom različitih tehnika, kao što su: taloženje, ekstrakcija, jonoizmjenjivačka hromatografija i dr.

8.2. VRSTE KOMPLEKSONA

Kompleksioni su amino-polikarbonske kiseline i njihove soli. Reagensi amino-polikarbonskih kiselina imaju karakterističnu grupu (slika 8.1) koja je veoma reaktivna s metalnim jonima:



Švajcarski hemičar Gerold Švarzenbah (Gerold Karl Schwarzenbach, 1904–1978) prvi je uvidio značaj ove grupe reagenasa za hemijsku analizu (krajem Drugog svjetskog rata). Nazvao ih je kompleksionima kako bi naglasio njihovu veoma izraženu sposobnost da grade veoma stabilne komplekse s velikim brojem metalnih jona.

Slika 8.1. Grupa amino-polikarbonskih kiselina

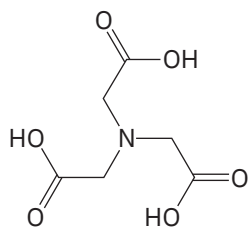
Kompleksioni grade veoma stabilne komplekse, koji su najčešće veoma rastvorljivi u vodi. Imaju helatnu strukturu i najčešće su anjoni. Centralni jon s kompleksonom gradi kompleks, pri čemu je opkoljen funkcionalnim grupama liganada. Ovi kompleksi imaju različit broj prstenova. Povećanjem broja prstenova povećava se i stabilnost kompleksa. Naučno je dokazano da su najstabilniji helati s petočlanim prstenovima.

Kompleksioni koji se najčešće koriste u analitičkoj hemiji su: komplekson I, komplekson II, komplekson III i komplekson IV (slike 8.2–8.5).

Kompleksion I

nitrilotrisirčetna kiselina

(NTA ili H_3Y):

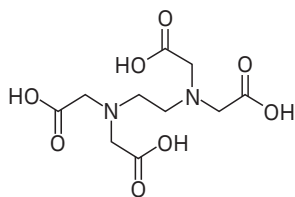


Slika 8.2. Kompleksion I

Kompleksion II

etilendiamin -tetrasirčetna kiselina

(EDTA ili H_4Y)

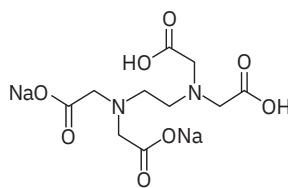


Slika 8.3. Kompleksion II

Kompleksion III

dinatrijumova so etilendiamin -tetrasirčetne kiseline

(EDTA ili $Na_2H_2Y \cdot 2H_2O$)

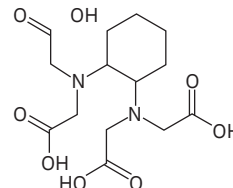


Slika 8.4. Kompleksion III

Kompleksion IV

cikloheksan 1,2-diamino-tetrasirčetna kiselina

(CDTA)



Slika 8.5. Kompleksion IV

Reaktivnost EDTA potiče od toga što u jednom molekulu sadrži dva vezivna azotova atoma, kao i četiri vezivna kiseonikova atoma acetatnih grupa. Acetatni jon gradi komplekse sa skoro svim metalnim jonima, a slično djelovanje pokazuje i atom azota u aminima. Ovih šest koordinacionih mjesta nalazi se u molekulu EDTA tako da omogućavaju građenje pet petočlanih helatnih prstenova s metalnim jonima. Na taj način, jedan molekul EDTA može zasititi koordinacionu sferu metalnih jona s koordinacionim brojem do šest, pa je sastav kompleksa s ovim ligandom uvijek 1 : 1.

Kompleksometrija kao volumetrijska metoda se veoma razvila nakon otkrića kompleksiona. Ona omogućava brzo i tačno određivanje velikog broja metala, čime gravimetrija gubi na svom značaju.

Pored primjene u hemijskoj analizi, kompleksometrija ima veliku primjenu u industrijskim laboratorijama. U industriji kompleksom se primjenjuje za uklanjanje kamenca s grijnih tijela, u medicini kao stabilizator prilikom čuvanja krvi, za resorpciju metalnih jona prilikom trovanja i dr.

8.3. TIPOVI KOMPLEKSOMETRIJSKIH TITRACIJA

Kompleksometrijska titracija može se izvoditi na više načina, od kojih su najvažniji:

- direktna titracija;
- obrnuta titracija;
- povratna titracija (indirektna titracija, retitracija);
- titracija supstitucijom.

8.3.1. DIREKTNA TITRACIJA

Direktna titracija je najjednostavniji oblik kompleksometrijskih titracija i najčešće se primjenjuje. Kod ovog postupka metalni jon se direktno titruje standardnim rastvorom EDTA uz prisustvo odgovarajućeg indikatora. Rastvoru se obično dodaju sredstva za građenje kompleksa (citrati, tartarati, amonijak i dr.) radi sprečavanja taloženja metalnih hidroksida ili baznih soli. Sredstva za građenje kompleksa često predstavljaju i jednu od komponenti pufera, pa istovremeno služe i za kontrolisanje pH vrijednosti i za održavanje metalnog jona u rastvoru.

Ova titracija ima prednost nad ostalim metodama zato što je najbrža i najtačnija. Ovom metodom se određuje velik broj katjona. Direktno se mogu titrovati katjoni koji sa EDTA reaguju brzo i kada za određivanje završne tačke postoje dobri indikatori.

8.3.2. OBRNUTA TITRACIJA

Obrnuta titracija se može primijeniti kada katjon koji se određuje gradi stabilan helat u rastvoru pH vrijednosti pri kojoj se taloži kao hidroksid. Takođe, uslov za određivanje katjona jeste da je stabilnost njegove veze u helatu veća nego u hidroksidu.

U ovom slučaju, titracija se izvodi tako što se rastvor ispitivanog jona dodaje u tačno određenu zapreminu EDTA, kome je prethodno podešena pH vrijednost i dodat odgovarajući indikator.

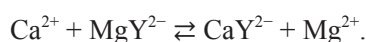
8.3.3. POV RATNA TITRACIJA (INDIREKTNA TITRACIJA, RETITRACIJA)

Povratna titracija (retitracija) primjenjuje se kod određivanja metalnih jona koji sa EDTA reaguju suviše sporo ili kada za titraciju ne postoji pogodan indikator. Postupak se sastoji u

tome da se rastvoru metalnog jona dodaje standardni rastvor EDTA u višku, a zatim se višak EDTA retitruje standardnim rastvorom nekog drugog metalnog jona uz pogodan indikator. Za retitraciju se najčešće koriste standardni rastvori $MgCl_2$ ili $ZnCl_2$. Stabilnost EDTA kompleksa s metalnim jonom koji se određuje treba da bude veća od stabilnosti EDTA kompleksa s metalnim jonom s kojim se vrši retitracija. Ovim postupkom mogu se uspješno određivati i metali u nekim talozima, npr. kalcijum u kalcijum-oksalatu, olovo u olovo-sulfatu itd.

8.3.4. TITRACIJA SUPSTITUCIJOM

Titracija supstitucijom se primjenjuje za određivanje metalnog jona kada ne postoji pogodan indikator za direktnu titraciju. Kod ovog postupka rastvoru metalnog jona koji se određuje dodaje se u višku helat drugog metala, najčešće MgY^{2-} ili ZnY^{2-} . Kako su kompleksi magnezijuma i cinka manje stabilni od većine drugih metal-EDTA kompleksa, dolazi do reakcije zamjene ili istiskivanja, npr.:



Titracijom oslobođenih jona metala (u ovom slučaju Mg^{2+}) indirektno se određuje drugi metalni jon (u ovom slučaju Ca^{2+}). Uz odgovarajući indikator i odgovarajuće uslove titracija se vrši standardnim rastvorom EDTA. Pored kalcijuma, na ovaj način mogu se određivati: mangan, kobalt, olovo, barijum, srebro i dr.

8.3.5. INDIREKTNO ODREĐIVANJE

Indirektna metoda titracije koristi se kada ostale metode nije moguće primijeniti. Određivanja se zasnivaju na taloženju metalnih jona u obliku jedinjenja čija se jedna komponenta može određivati kompleksometrijski nakon rastvaranja dobijenog taloga.

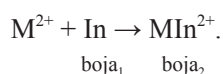
8.4. INDIKATORI U KOMPLESOMETRIJSKIM METODAMA

Za vizuelno određivanje završne tačke titracije u kompleksometriji koriste se indikatori koji na promjenu koncentracije metalnih jona u rastvoru reaguju promjenom neke svoje osobine (boja ili fluorescencija). Ovakvi indikatori nazivaju se indikatori koncentracije metalnih jona ili metaloindikatori. Metaloindikatori se dijele u nekoliko grupa, a najznačajniji su metalohromni indikatori, dok se ostali tipovi indikatora rjeđe primjenjuju.

8.4.1. METALOHROMNI INDIKATORI

Metalohromni ili metalni indikatori su intenzivno obojene supstance, najčešće organske boje, koje s metalnim jonima grade obojene helatne komplekse. Boja nastalog helata mora se razlikovati od boje slobodnog indikatora.

Prije početka titracije rastvoru soli metala dodaje se mala količina indikatora koji s metalnim jonom gradi kompleks karakteristične boje:



8.4.2. METALOFLOURESCENTNI INDIKATORI

Metalofluorescentni indikatori slični su metalohromnim indikatorima po sposobnosti da grade helate. Razlika je u tome što se kod ovih indikatora završna tačka titracije određuje na osnovu pojave ili prestanka fluorescencije. Mogu se koristiti u obojenim rastvorima gdje upotreba drugih indikatora nije moguća. Najčešće se koriste fluorekson ili kalcein (određivanje zemnoalkalnih metala, bakra i mangana) i morin (određivanje indijuma i galijuma).

8.4.3. INSTRUMENTALNE METODE

Završna tačka titracije u kompleksometrijskim titracijama se može odrediti i instrumentalnim metodama. Instrumentalne metode koje se mogu koristiti jesu fotometrija, potenciometrija, amperometrija i dr.

8.5. PRIPREMA I STANDARDIZACIJA RASTVORA EDTA

U narednom sadržaju korišćićete teorijska znanja pri realizaciji praktičnih ogleda u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za pripremu i standardizaciju rastvora EDTA; uvježbaćeš postupke pripreme i standardizacije rastvora EDTA; demonstriraćeš pripremu i standardizaciju rastvora EDTA; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

Zbog male rastvorljivosti EDTA u vodi, za pripremu standardnih rastvora u kompleksometriji najčešće se koristi njena dinatrijumova so u obliku dihidrata $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, odnosno komplekson III. Komplekson III je bijela kristalna supstanca, molarne mase 372,25 g/mol.

Komplekson III se može koristiti kao primarni standard ako ima stepen čistoće *pro analysi* (p. a.). Pošto sadrži 0,3–0,5% vlage, mora se sušiti nekoliko dana na temperaturi 80°C i pri vlažnosti 50%. Međutim, ovaj postupak nije praktičan. Dužim zagrijavanjem na 150°C so anhidruje (gubi kristalizacionu vodu), postaje higroskopna i kao standard manje pogodna od dihidrata. Zbog toga se pripremljeni standardni rastvori EDTA moraju standardizovati.

Standardizacija EDTA vrši se rastvorom metalnih jona koji se određuju. U kompleksometrijskim titracijama najčešće se određuju kalcijum i magnezijum u vodama, pa se kao primarni standardi najčešće koriste soli ovih metala. Najpogodnije njihove soli su kalcijum-karbonat (CaCO_3) i magnezijum-jodat tetrahidrat ($\text{Mg}(\text{IO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Kao primarni standardni rastvori mogu se koristiti metali u čistom stanju ili u obliku soli, npr. Zn, Cu, Fe, Ni, Hg, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, PbCl_2 i dr. Standardni rastvori Mg^{2+} i Zn^{2+} najčešće se koriste kod metoda retitracije.

Standardni rastvori EDTA čuvaju se u polietilenskim bocama ili u bocama od kvalitetnog (hemijski otpornog) stakla. Boce od mekog stakla treba izbjegavati, jer katjoni iz stakla reaguju sa EDTA. Koncentraciju standardnih rastvora EDTA treba kontrolisati povremeno.

Za laboratorijska ispitivanja koriste se standardni rastvori EDTA različitih koncentracija. Masa kompleksona III koja je potrebna za pripremanje tačno određene koncentracije i zapremine rastvora, izračunava se pomoću jednačine:

$$m(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = c(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}),$$

gdje m predstavlja masu, c koncentraciju, V zapreminu, a M molarnu masu kompleksona III. Masu kompleksona III potrebno je izmjeriti na analitičkoj vagi, sa tačnošću od $\pm 0,0001$ g. Rastvor se dalje priprema u odgovarajućem odmjernom sudu, na poznati način.

PRIMJER:

Pripremiti 1 dm^3 rastvora kompleksona III koncentracije $0,05 \text{ mol/dm}^3$.

Masa kompleksona III koju je potrebno odmjeriti pomoću analitičke vage iznosi:

$$m(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,05 \text{ mol/dm}^3 \cdot 1 \text{ dm}^3 \cdot 372,25 \text{ g/mol} = 18,6125 \text{ g.}$$

Odmjerenu masu rastvoriti destilovanom vodom i odmjerni sud od 1 dm^3 dopuniti do oznake, zatvoriti i dobro promućkati.

Ukoliko pomoću analitičke vage nije izmjerena tačna masa od $18,6125 \text{ g}$, koncentracija pripremljenog rastvora se može izračunati pomoću jednačine:

$$c(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O})}{M(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V},$$

gdje m predstavlja izmjerenu masu kompleksona III, M molarnu masu kompleksona III, a V zapreminu (u dm^3) u kojoj je rastvorena izmjerena masa kompleksona III.

PRAKTIČNI ZADATAK 8.1: Priprema i standardizacija rastvora EDTA

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da pripreme i standardizuju rastvor EDTA.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom pripreme i standardizacije rastvora EDTA, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, proračunom, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobićeš koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Tokom izvođenja praktičnog zadatka zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

8.6. IZRAČUNAVANJE SADRŽAJA SUPSTANCE

Postupak izračunavanja sadržaja supstanci primjenom odgovarajućeg stehiometrijskog proračuna objašnjen je u poglavlju 6.6.

PRIMJER 1.

Ca^{2+} i Mg^{2+} određuju se kompleksometrijskom metodom, odnosno titracijom standardnim rastvorom kompleksona III. Odmjerni sud od 100 cm^3 s nepoznatim uzorkom dopunjen je do crte i odmjerena je proba od 20 cm^3 . Prva titracija smjese Ca^{2+} i Mg^{2+} vršena je u prisustvu amonijačnog pufera, uz indikator eriohrom crno T i utrošeno je $14,6 \text{ cm}^3$ rastvora kompleksona III. Druga titracija vršena je radi određivanja Ca^{2+} uz indikator mureksid pri pH približno 12, što se postiže dodavanjem svježe pripremljenog rastvora NaOH koncentracije 2 mol/dm^3 . Utrošeno je $4,9 \text{ cm}^3$ rastvora kompleksona III. Koncentracija kompleksona III iznosi $0,0965 \text{ mol/dm}^3$. Izračunati masu Ca^{2+} i Mg^{2+} u uzorku.

$$V_1(\text{KIII}) = 14,6 \text{ cm}^3$$

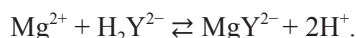
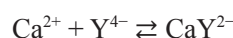
$$V_2(\text{KIII}) = 4,9 \text{ cm}^3$$

$$c(\text{KIII}) = 0,0965 \text{ mol/dm}^3$$

$$M(\text{Ca}^{2+}) = 40 \text{ g/mol}$$

$$M(\text{Mg}^{2+}) = 24,3 \text{ g/mol}$$

Reakcije koje se odigravaju prikazane su jednačinama:



Prethodno napisane reakcije mogu se predstaviti i na sljedeći način:



Odnos količina supstanci koje reaguju je 1 : 1.

Za izračunavanje mase koristimo sljedeću jednačinu:

$$m_{\text{uk}}(\text{A}) = x \cdot \frac{a}{b} \cdot c(\text{B}) \cdot V(\text{B}) \cdot M(\text{A}).$$

Za određivanje jona kalcijuma utrošena je zapremina V_2 .

$$m(\text{Ca}^{2+}) = \frac{100 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot \frac{1}{1} \cdot 0,0965 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,0049 \text{ dm}^3 \cdot 40 \text{ g/mol} = 0,0946 \text{ g}$$

Zapremina koja je utrošena za određivanje jona magnezijuma predstavlja razliku između zapremina V_1 i V_2 .

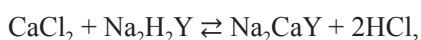
$$m(\text{Mg}^{2+}) = \frac{100 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot \frac{1}{1} \cdot 0,0965 \text{ mol/dm}^3 \cdot (0,00146 \text{ dm}^3 - 0,0049 \text{ dm}^3) \cdot 24,3 \text{ g/mol} = 0,1137 \text{ g}$$

8.7. IZVOĐENJE KOMPLEKSOMETRIJSKIH METODA

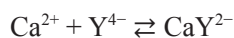
U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih ogleda u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za postupak izvođenja kompleksometrijskih metoda; uvježbaćeš postupak izvođenja kompleksometrijskih metoda; demonstriraćeš izvođenje kompleksometrijskih metoda; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

8.7.1. ODREĐIVANJE KALCIJUMA

Kompleksometrijskom metodom kalcijum se može odrediti na više načina uz upotrebu različitih indikatora. Kao indikatori mogu se koristiti: mureksid, kalkon (erihrom-tamnoplavo R ili erihrom-tamnoplavo BS), fluorekson i dr. Najčešći način za određivanje kalcijuma jeste direktna titracija standardnim rastvorom kompleksona III uz mureksid kao indikator. Kod titracije kalcijuma, indikator mureksid mijenja boju iz crvene u ljubičastu. Prelaz boje indikatora nije uvijek lako uočljiv. Titracija se vrši u jako alkalnoj sredini, pri pH vrijednosti od 11 do 13. Pritom se odigrava sljedeća hemijska jednačina:



odnosno:



pH vrijednost rastvora podešava se dodavanjem svježe pripremljenog rastvora natrijum-hidroksida koncentracije 2 mol/dm^3 . Nakon dodavanja natrijum-hidroksida i indikatora titraciju treba izvršiti što je prije moguće. Postoji mogućnost nastajanja greške usljed reakcije jona kalcijuma sa ugljenik(IV)-oksidom iz vazduha, pri čemu nastaje kalcijum-karbonat. Takođe, mureksid je nepostojan u alkalnoj sredini. Katjoni teških metala, kao što su na primjer gvožđe i kobalt, moraju se ukloniti jer grade komplekse s indikatorom i na taj način ga blokiraju. Mg^{2+} ne ometa određivanje Ca^{2+} pri visokim pH vrijednostima, jer se taloži kao hidrosid. Međutim, kada je količina Mg^{2+} velika, dolazi do adsorpcije Ca^{2+} na staloženom magnezijum-hidroksidu, pa se greška povećava.

Tačnost određivanja kalcijuma pod ovim uslovima je velika, a primjenom odgovarajućih uslova mogu se odrediti i veoma male količine.

PRAKTIČNI ZADATAK 8.2: Kompleksometrijsko određivanje kalcijuma

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše kompleksometrijsko određivanje kalcijuma.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom kompleksometrijskog određivanja kalcijuma, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ

koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Postupak: Odmjerni sud od 100 cm³ koji sadrži kalcijumove jone dopuniti destilovanom vodom do oznake, zatvoriti i dobro promućkati. Odmjeriti probu od 25 cm³ rastvora i prenijeti u erlenmajer od 300 cm³. Rastvor razblažiti sa 50–100 cm³ destilovane vode, dodati nekoliko cm³ rastvora natrijum-hidroksida koncentracije 2 mol/dm³ i 0,2 g indikatora mureksida. Dobijeni rastvor je crvene boje. Zatim vršiti titraciju standardnim rastvorom kompleksona III do promjene crvene boje rastvora u ljubičastu. U tom momentu postignuta je završna tačka titracije, kalcijum je vezan u kompleksonat, a oslobođen je indikator koji je ljubičaste boje. Titraciju ponoviti nekoliko puta i izračunati srednju vrijednost utroška rastvora kompleksona III.

Tokom izvođenja kompleksometrijskog određivanja kalcijuma zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

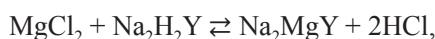


8.7.2. ODREĐIVANJE MAGNEZIJUMA

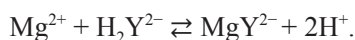
Kompleksometrijskom određivanje magnezijuma vrši se direktnom titracijom rastvora magnezijumovih jona uz indikator eriohrom-crno T. Titrovani rastvor treba da ima pH vrijednost 10. Boja rastvora je crvena, a titracija se vrši do promjene boje u plavu.

Magnezijumovi joni s kompleksonom III grade kompleks koji se ubraja u najslabije komplekse, i njegova konstanta stabilnosti iznosi $2,04 \cdot 10^{-9}$.

Tokom titracije odigrava se sljedeća hemijska jednačina:



odnosno:



Stabilnost nagrađenog helata veća je u alkalnom rastvoru. Međutim, pri pH vrijednostima većim od 12 dolazi do taloženja magnezijum-hidroksida, što onemogućava određivanje magnezijuma. Da bi se postigla pH vrijednost 10, rastvoru se dodaje svježe pripremljen amonijačni pufer. Amonijačni pufer se priprema tako što se na tehničkoj vagi odmjeri 6 g amonijum-hlorida i prenese u normalni sud od 100 cm³, doda se 50 cm³ koncentrovanog amonijaka i dopuni do crte destilovanom vodom. Ovako pripremljen puferski rastvor ima pH 10 i treba da bude svjež.

PRAKTIČNI ZADATAK 8.3: Kompleksometrijsko određivanje magnezijuma

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše kompleksometrijsko određivanje magnezijuma.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom kompleksometrijskog određivanja magnezijuma, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične

aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Postupak: Odmjerni sud od 100 cm^3 koji sadrži magnezijumove jone dopuniti destilovanom vodom do oznake, zatvoriti i dobro promućkati. Odmjeriti probu od 25 cm^3 rastvora i prenijeti u erlenmajer od 300 cm^3 . Rastvor razblažiti sa 100 cm^3 destilovane vode, dodati 5 cm^3 rastvora amonijačnog pufera i 30 mg indikatora eriohrom-crno T. Zatim vršiti titraciju standardnim rastvorom kompleksona III do promjene boje indikatora iz crvene u plavu. Titraciju ponoviti nekoliko puta i izračunati srednju vrijednost utroška rastvora kompleksona III.

Tokom izvođenja kompleksometrijskog određivanja magnezijuma zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

8.7.3. ODREĐIVANJE KALCIJUMA I MAGNEZIJUMA U VODI

Prirodne vode prilikom prolaska kroz stijene ili preko njih rastvaraju mnoge soli, a najviše soli kalcijuma i magnezijuma. Oni imaju tendenciju da talože sapun, pa rastvorene soli vodu čine 'tvrdom'. Zbog toga je **tvrdoća vode** prvobitno bila definisana kao mjerilo kapaciteta vode da taloži sapun. Sapun mogu taložiti i sljedeći joni: Fe^{3+} , Al^{3+} , Sr^{2+} , Mn^{2+} i dr.

Tvrdoća vode je jedna od njenih karakteristika. Razlikuju se **kalcijumova i magnezijumova** tvrdoća, zavisno od koncentracije ovih elemenata. Ukupna koncentracija ovih soli izražava se **ukupnom tvrdoćom vode**. Ukupna tvrdoća vode može se podijeliti na **karbonatnu i nekarbonatnu** tvrdoću. Karbonatna tvrdoća odgovara koncentraciji hidrogenkarbonatnih soli kalcijuma i magnezijuma, kao i karbonatnih soli iznad pH vrijednosti 8,3. Nekarbonatna tvrdoća odgovara koncentraciji kalcijumovih i magnezijumovih soli jakih kiselina, kao što su npr. hloridi, sulfati i dr.

Tvrdoća vode ima veliku ulogu u industrijskoj proizvodnji. Industrijska voda ne smije biti tvrda jer može doći do stvaranja kamenca, pa se zbog toga omekšava, u prehrambenoj industriji takođe može predstavljati problem i sl.

Tvrdoća vode se izražava u mg CaCO_3 u jednom dm^3 , odnosno masenom koncentracijom CaCO_3 u mg/dm^3 ili u **stepenima tvrdoće**:

- njemačkim (1°N): 10 mg CaO/dm^3 vode;
- francuskim (1°F): $10\text{ mg CaCO}_3/\text{dm}^3$ vode;
- engleskim (1°E): $10\text{ mg CaCO}_3/0,7\text{ dm}^3$ vode.

Tvrdoća vode se definiše kao sadržaj soli kalcijuma i magnezijuma, i najčešće se izražava masenom koncentracijom kalcijum-karbonata (u mg/dm^3).

Stepeni tvrdoće, iako više nijesu dozvoljene jedinice, u praksi i literaturi se često sreću i predstavljaju jedinice kojima se mjeri tvrdoća vode.

Kod nas se tvrdoća vode najčešće izražava u mg CaCO₃/dm³ vode ili u njemačkim stepeni-
ma tvrdoće.

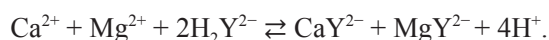
Tvrdoća vode izražena masenom koncentracijom kalcijum-karbonata lako se može prevesti
u njemačke, francuske i engleske stepene tvrdoće tabele 8.2.

Vrsta stepena	Iznosi			
	mg CaCO ₃ /dm ³	njemački stepeni	francuski stepeni	engleski stepeni
1 mg CaCO ₃ /dm ³	1,00	0,056	0,10	0,07
1°N	17,90	1,00	1,79	1,29
1°F	10,00	0,56	1,00	0,70
1°E	14,30	0,80	1,43	1,00

Tabela 8.2.
Pretvaranje stepena
tvrdoće

Određivanje sadržaja kalcijuma i magnezijuma ubraja se u najčešće korišćeno određivanje
u okviru ove metode. Tvrdoća vode se najbrže i najjednostavnije određuje titracijom s komplek-
ksonom III.

Kompleksometrijsko određivanje kalcijuma i magnezijuma u vodi vrši se tako što se odredi
ukupna količina oba katjona, zatim se odredi količina kalcijumovih jona, a nepoznata koli-
čina magnezijumovih jona izračunava se iz razlike. Reakcija kalcijumovih i magnezijumo-
vih jona s kompleksonom III:



Ukupna tvrdoća vode određuje se tako što se zajedno titruju Ca²⁺ i Mg²⁺ pri pH vrijednosti
10. Kao indikator koristi se eriohrom-crno T koji mijenja boju iz crvene u plavu.

Tokom titracije prvo se stvara kompleks kalcijuma CaY²⁻, jer je oko sto puta stabilniji od
kompleksa magnezijuma MgY²⁻, pa tek onda dolazi do stvaranja MgY²⁻. U ekvivalentnoj
tački odigrava se reakcija između Mg²⁺ jona i kompleksona III. Indikator eriohrom-crno T
odgovara za titracije Mg²⁺, ali ne i za titracije Ca²⁺. Kompleks kalcijuma s indikatorom nije
stabilan, pa je „kalcijumova“ završna tačka titracije preuranjena i razvučena. Zato prilikom
određivanja tvrdoće vode pomoću ovog indikatora rastvor pored kalcijumovih jona mora sa-
državati i dovoljnu količinu magnezijumovih jona.

U kiselim rastvorima građenje kompleksa ova dva metalna jona s kompleksonom III nije
potpuno, dok pri višim pH vrijednostima postoji mogućnost taloženja magnezijum-hidroksida
i kalcijum-karbonata. Mogućnost za taloženje kalcijum-karbonata postoji i pri pH vri-
jednosti 10, pa zbog toga titraciju treba vršiti dosta brzo, smanjiti koncentraciju kalcijuma
razblaživanjem destilovanom vodom, kuvanjem ukloniti ugljenik(IV)-oksid iz rastvora i sl.
Ovo određivanje mogu ometati joni Fe³⁺ koji blokiraju indikator, kao i Zn²⁺, Mn²⁺ i Cd²⁺ koji
se titruju zajedno s kalcijumom i magnezijumom.

Nakon određivanja kalcijuma i magnezijuma u vodi pomoću druge probe određuju se samo
joni kalcijuma. Određivanje se vrši pri pH vrijednosti 12–13. Pri ovim pH vrijednostima do-
lazi do taloženja magnezijuma u obliku magnezijum-hidroksida, pa on ne reaguje s komplek-
ksonom III. Kalcijumovi joni se ne talože, već se titruju standardnim rastvorom komplek-
ksona III i tako se određuje koncentracija kalcijuma u vodi.

Magnezijum-hidroksid ima sklonost da apsorbuje jone kalcijuma, što može rezultirati nižim
vrijednostima za kalcijum. Ovaj problem se može izbjeći tako što se titracija vrši do blizu
ekvivalentne tačke bez podešavanja pH vrijednosti, pri čemu se joni magnezijuma nalaze u
rastvoru. Zatim se podešava pH vrijednost na 12–13 pomoću rastvora natrijum-hidroksida

koji ne sadrži karbonate i titracija se završi intenzivnim miješanje. Koprecipitacija jona kalcijuma na ovaj način je neznatna.

Kao indikator za određivanje kalcijumovih jona koristi se mureksid koji mijenja boju iz crvene u ljubičastu. Budući da prelaz boje kod mureksida nije lako uočljiv, pri ovim uslovima može se koristiti i indikator kalkon koji mijenja boju iz tamnocrvene u plavu.

Zapremina kompleksona III koja je utrošena za određivanje jona magnezijuma dobija se iz razlike zapremina standardnog rastvora utrošenog za prvu i drugu titraciju pod uslovom da su titrovane iste zapremine rastvora ispitivane supstance.

PRAKTIČNI ZADATAK 8.4: Kompleksometrijsko određivanje kalcijuma i magnezijuma

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše kompleksometrijsko određivanje kalcijuma i magnezijuma.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom kompleksometrijskog određivanja kalcijuma i magnezijuma, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobićeš koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Postupak: Odmjerni sud od 250 cm³ koji sadrži kalcijumove i magnezijumove jone dopuniti destilovanom vodom do oznake, zatvoriti i dobro promućkati. Odmjeriti probu od 25 cm³ rastvora i prenijeti u erlenmajer od 300 cm³. Rastvor razblažiti sa 70 do 80 cm³ destilovane vode, dodati 5 cm³ amonijačnog pufera i malo indikatora eriohrom-crno T. Dobijeni rastvor je crvene boje. Zatim vršiti titraciju standardnim rastvorom kompleksona III do promjene crvene boje rastvora u plavu. Pri kraju titracije rastvor treba zagrijati do temperature 50°C kako bi se postigao oštiri prelaz boje indikatora. Titraciju ponoviti nekoliko puta dok se dvije probe ne slože ($\pm 0,10$ cm³).

Za određivanje kalcijumovih jona odmjeriti probu od 25 cm³ rastvora i prenijeti u erlenmajer od 300 cm³. Rastvoru dodati 5 cm³ 5% rastvora natrijum-hidroksida i 30 mg indikatora mureksida. Titraciju vršiti do promjene boje iz tamnocrvene u plavu.

Tokom izvođenja kompleksometrijskog određivanja kalcijuma i magnezijuma zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

PROJEKTNI ZADATAK: Kompleksometrijsko određivanje sadržaja kalcijuma i magnezijuma u vodi

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše kompleksometrijsko određivanje sadržaja kalcijuma i magnezijuma u vodi.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom projektnog zadatka, odnosno postupkom kompleksometrijskog određivanja sadržaja kalcijuma i magnezijuma u

vodi, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade projektnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobićeš koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Postupak: Vaš zadatak je da uzmete uzorak vode i odredite sadržaj kalcijuma i magnezijuma u njoj.

Grupa A: Određivanje sadržaja kalcijuma i magnezijuma u vodi za piće

Grupa B: Određivanje sadržaja kalcijuma i magnezijuma u izvorskoj vodi

Grupa C: Određivanje sadržaja kalcijuma i magnezijuma u vodi iz bunara

Grupa D: Određivanje sadržaja kalcijuma i magnezijuma u vodi iz rijeke

Tokom izvođenja kompleksometrijskog određivanja sadržaja kalcijuma i magnezijuma u vodi zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.

8.8. PROVJERI SVOJE ZNANJE

1. Na kojim se reakcijama zasniva kompleksometrija?
2. Šta su kompleksoni?
3. Navedi koji kompleksoni imaju praktični značaj.
4. Kako se objašnjava struktura i stabilnost helata?
5. Nabroj poliamino-karbonske kiseline koje se koriste kao kompleksoni. Napiši i njihove racionalne strukturne formule.
6. Napiši reakcije stvaranja kompleksolata, i to katjona Ca^{2+} , Mg^{2+} i Bi^{3+} s kompleksonom III.
7. U kom se molskom odnosu uvijek jedine metal i komplekson?
8. Da li se rastvor kompleksona III koristi kao primarni ili sekundarni standardni rastvor? Objasni.
9. Definiši i navedi bar dva metalna indikatora. Koje uslove treba da ispunjavaju?
10. Koje uslove treba da ispunjava neka supstanca da bi se koristila kao metalni indikator?

11. Mlijeko je jedan od najboljih i najrasprostranjenijih dostupnih izvora kalcijuma. Kako bi, koristeći kompleksometrijsku titraciju, odredio/odredila koncentraciju kalcijuma u uzorku mlijeka?
12. Koristeći tri riječi objasni šta je kompleksometrijska titracija.
13. Prilikom izvođenja kompleksometrijske titracije možeš da primijetiš da se boja indikatora ne mijenja. Zašto?
14. Najvažniji načini izvođenja kompleksometrijske titracije su direktna i indirektna titracija (retitracija). Objasni kako se izvode ove titracije.
15. Pripremi 250 cm³ rastvora kompleksona III koncentracije 0,01 mol/dm³. (R: 0,93 g)
16. Objasni postupak određivanja kalcijuma kompleksometrijski.
17. Izračunaj masu kompleksona III (u gramima) koju je potrebno odmjeriti da bi se napravilo 500 cm³ rastvora koncentracije 0,01 mol/dm³. (R: 1,861 g)
18. Napiši reakcije soli Ca²⁺ i Mg²⁺ s kompleksonom III.
19. Uzorak kalcijuma mase 2,1200 g je rastvoren i prelijet u odmjerni sud od 300 cm³. Odmjereno je 25 cm³ ovog rastvora i titrovano rastvorom kompleksona III koncentracije 0,01 mol/dm³ uz mureksid kao indikator. Pri titraciji je utrošeno 15,30 cm³ rastvora kompleksona III. Izračunaj maseni udio kalcijuma u uzorku. (R: 3,46%)
20. Odredi masu kalcijuma u rastvoru, ako se za titraciju 45 cm³ rastvora kalcijumove soli utroši 19 cm³ standardnog rastvora kompleksona III količinske koncentracije 0,01 mol/dm³. (R: 0,0067 g)
21. Kompleksometrijska titracija soli bizmuta uz eriohrom-crno T kao indikator teče prema reakciji:

$$\text{Bi}^{3+} + \text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \rightleftharpoons \text{NaBiY} + 2\text{H}^+ + \text{Na}^+$$
 Koliko mola kompleksolata nastaje ako je za titraciju Bi³⁺ jona utrošeno 13,50 cm³ rastvora kompleksona III koncentracije 0,0112 mol/dm³? (R: 1,512 · 10⁻⁴ mol)
22. Koliko se mg magnezijuma nalazi u probi ako je za titraciju ovog metalnog katjona utrošeno 15,33 cm³ rastvora kompleksona III koncentracije 0,01 mol/dm³? (R: 3,725 mg)
23. Izračunaj procentni sastav natrijuma u kompleksonu III. (R: 12,36%)

8.9. REZIME

Volumetrijska metoda koja se zasniva na stvaranju stabilnih kompleksnih jedinjenja između titrovane supstance i titracionog sredstva naziva se kompleksometrija.

Za volumetrijsko određivanje ne može se upotrijebiti svaka reakcija u kojoj nastaje kompleksno jedinjenje. Za kompleksometrijsko određivanje potrebno je da:

- kompleks ima veliku stabilnost, što omogućava oštru ekvivalentnu tačku titracije;
- se reakcija kompleksa odvija u jednom stupnju;
- se istovremeno ne odigravaju sporedne reakcije prilikom stvaranja kompleksa.

Kompleksometrijske titracije omogućavaju brzo, tačno i jednostavno određivanje velikog broja metalnih jona. U praksi su široko privučene i koriste se prilikom analize vode (određivanje tvrdoće), ruda, legura, keramičkih materijala i dr.

Kompleksoni su amino-polikarbonske kiseline i njihove soli. Reagensi amino-polikarbonskih kiselina imaju karakterističnu grupu koja je veoma reaktivna s metalnim jonima. Kompleksoni grade veoma stabilne komplekse, koji su najčešće veoma rastvorljivi u vodi. Imaju helatnu strukturu i najčešće su anjoni. Centralni jon s kompleksonom gradi kompleks, pri čemu je opkoljen funkcionalnim grupama liganada. Kompleksoni koji se najčešće koriste u analitičkoj hemiji su: komplekson I, komplekson II, komplekson III i komplekson IV.

Kompleksometrijska titracija može se izvoditi na više načina, od kojih su najvažniji: direktna titracija, obrnuta titracija, povratna titracija (indirektna titracija, retitracija) i titracija supstitucijom.

Za vizuelno određivanje završne tačke titracije u kompleksometriji koriste se indikatori koji na promjenu koncentracije metalnih jona u rastvoru reaguju promjenom neke svoje osobine (boja ili fluorescencija). Ovakvi indikatori nazivaju se indikatori koncentracije metalnih jona ili metaloindikatori. Metaloindikatori se dijele u nekoliko grupa, a najznačajniji su metalohromni indikatori, dok se ostali tipovi indikatora rjeđe primjenjuju. Metalohromni indikatori koji se danas najčešće koriste su eriohrom crno T i mureksid.



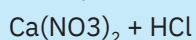
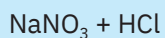
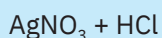
VOLUMETRIJSKE TALOŽNE METODE

U OVOM POGLAVLJU NAUČIĆEŠ DA:

- opišeš princip i podjelu taložnih metoda hemijske analize
- objasniš osobine indikatora koji se koriste u taložnim metodama
- na zadatom primjeru izvršiš pripremu i standardizaciju rastvora koji se koriste u taložnim metodama
- izračunaš sadržaj supstanci primjenom odgovarajućeg stehiometrijskog proračuna za taložne metode
- na zadatom primjeru demonstriraš izvođenje taložnih metoda.

RAZMISLI I ODGOVORI:

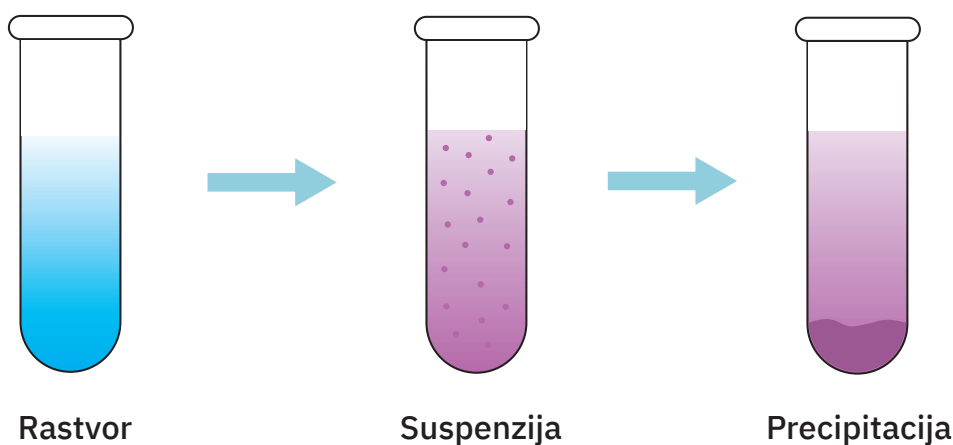
1. Koja je razlika između filtriranja, cijeđenja i dekantovanja?
2. Napiši u jonskom obliku reakciju srebro-nitrata s kalijum-hromatom.
3. Doprvi hemijske reakcije u molekulskom obliku. Reakciju koja je taložna napiši i u jonskom obliku.



9.1. PRINCIP I PODJELA TALOŽNIH METODA

9.1.1. PRINCIP TALOŽNIH METODA

Taložne metode ili metode precipitacije zasnivaju se na reakcijama pri kojima nastaje teško rastvorljivo jedinjenje, odnosno talog (slika 9.1). Naziv precipitacija potiče od latinske riječi *praecipitacio*, što znači taloženje.



Slika 9.1.
Nastanak taloga

Taložne metode se ubrajaju u najstarije volumetrijske metode. Reakcije na kojima se zasnivaju taložne metode moraju biti brze i kvantitativne, a nastali talog mora imati tačan stehiometrijski sastav. Takođe, mora postojati i pogodan način za određivanje završne tačke titracije. Ovi zahtjevi ograničavaju primjenu taložnih reakcija u volumetriji.

Najveće ograničenje u primjeni taložnih reakcija u volumetriji predstavlja zahtjev da nastali talog mora imati tačan stehiometrijski sastav. Mnogi talozi prilikom izdvajanja iz rastvora nemaju stalan stehiometrijski sastav, a smetnju može da predstavlja i **koprecipitacija** titrovane supstance ili reagensa na talogu. Vizuelno određivanje završne tačke titracije može biti otežano u prisustvu taloga, naročito ako je obojen.

Prema tome, taložne titracije se mogu primijeniti samo u slučajevima kada su ispunjeni sljedeći uslovi:

- reakcija se odigrava strogo prema jednačini i bez sporednih proizvoda;
- talog koji nastaje treba da bude praktično nerastvorljiv u vodi kako bi taloženje bilo kvantitativno (treba da ima mali proizvod rastvorljivosti);
- talog treba da nastaje brzo i bez nastajanja prezasićenih rastvora, a reakcija treba da bude dovoljno brza i u razblaženim rastvorima;
- završna tačka titracije treba da se uoči dovoljno jasno, odnosno treba da postoji pogodan indikator ili drugi način detekcije završne tačke (npr. instrumentalnim metodama).

9.1.2. PODJELA TALOŽNIH METODA

U zavisnosti od upotrijebljenog titracionog sredstva taložne volumetrijske metode se dijele na (tabela 9.1):

- metode argentometrije – standardni rastvor je srebro-nitrat (AgNO_3);
- metode tiocijanometrije (rodanometrije) – standardni rastvor je amonijum-tiocijanat (NH_4SCN) ili kalijum-tiocijanat (KSCN);
- metode merkurometrije – standardni rastvor je živa(I)-nitrat ($\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$);
- druge taložne metode.



Tabela 9.1.
Podjela taložnih metoda u zavisnosti od upotrijebljenog standardnog rastvora

Od taložnih volumetrijskih metoda najčešće se koriste metode argentometrije.

Taložne metode se takođe mogu podijeliti na osnovu primijenjene metode ili tehnike za određivanje završne tačke titracije. Na izbor metode određivanja završne tačke u velikoj mjeri utiču različite osobine supstance koja se titruje, standardnog rastvora i nastalog taloga. Metode argentometrije koje se primjenjuju su (tabela 9.2):

- metoda titracije bez indikatora – metoda po Gej–Lisaku (Gay–Lussac);
- metoda titracije uz indikator koji s viškom reagensa gradi talog različite boje od prethodno stvorenog taloga – metoda po Moru (Mohr);
- metoda stvaranja obojenog rastvornog kompleksa u reakciji između viška titracionog rastvora i dodatog indikatora – metoda po Volhardu (Volhard);
- metode pomoću adsorpcionih indikatora – metoda po Fajansu (Fajans);
- instrumentalne metode.

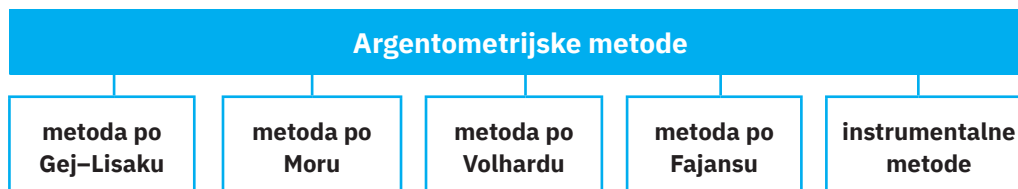


Tabela 9.2.
Podjela argentometrijskih metoda

9.2. INDIKATORI KOD TALOŽNIH METODA

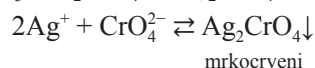
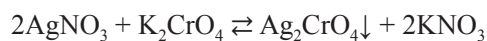
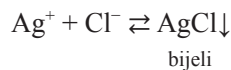
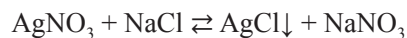
Indikatori koji se najčešće koriste kod taložnih metoda su kalijum-hromat, amonijum-gvožđe(III)-sulfat i fluorescein.

9.2.1. KALIJUM-HROMAT

Za utvrđivanje završne tačke titracije u argentometriji kao indikator najčešće se koristi kalijum-hromat (K_2CrO_4) (slika 9.2). Kalijum-hromat je jednobojni indikator, reaguje sa srebro-nitratom gradeći mrkocrveni talog srebro-hromata (Ag_2CrO_4). Titracije se izvode pri pH vrijednostima između 6,5 i 10.

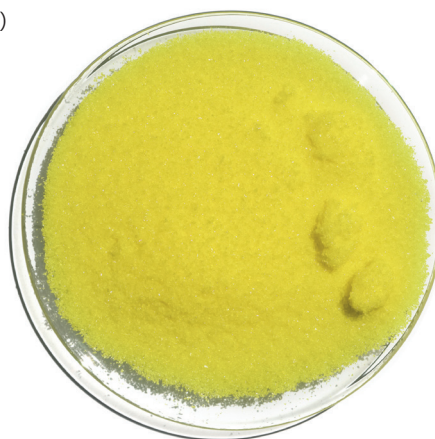
Određivanje kraja titracije pomoću kalijum-hromata zasniva se na različitoj rastvorljivosti srebro-hromata i srebro-hlorida. Rastvorljivost srebro-hromata iznosi 27 mg/dm^3 , a

srebro-hlorida $1,5 \text{ mg/dm}^3$. Iz titracione smješe sa Ag^+ -jonom prvo se taloži hlorid, dok se s prvom kapi srebro-nitrata u višku taloži hromat:

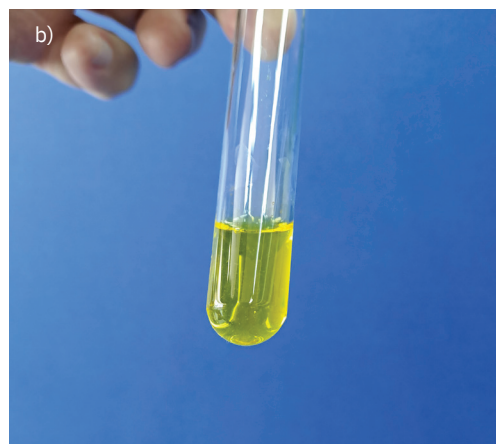


Zbog pravilnog određivanja završne tačke titracije, koncentracija kalijum-hromata kao indikatora se mora kontrolisati. Ukoliko se doda previše indikatora, završna tačka titracije će biti preuranjena, a ukoliko se ne doda dovoljno, završna tačka će zakasnuti.

a)



b)

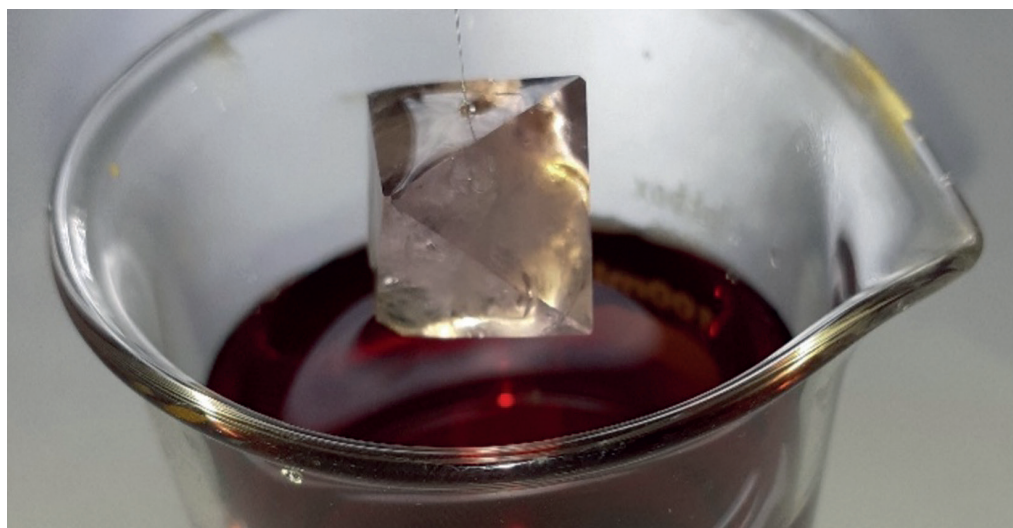


Slika 9.2.
Kalijum-hromat –
a) prah, b) rastvor

9.2.2. AMONIJUM-GVOŽĐE(III)-SULFAT

Prilikom određivanja završne titracije u metodi po Volhardu kao indikator koristi se gvožđe(III)-jon. Supstanca koja se koristi za pripremu rastvora gvožđe(III)-jona je amonijum-gvožđe(III)-sulfat-dodekahidrat ($\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) (slika 9.3).

Titracija pomoću ovog indikatora izvodi se u kiseloj sredini kako bi se spriječila hidroliza gvožđe(III)-jona. Gvožđe(III)-jon reaguje sa srebro-tiocijanatom, pri čemu nastaje rastvorljivi kompleks crvene boje.



Slika 9.3. Rastvor i kristal amonijum-gvožđe(III)-sulfata

9.2.3. FLUORESCEIN

Fluorescein je indikator koji se koristi za određivanje završne tačke titracije u metodi po Fajansu. Opšta formula fluoresceina je $C_{20}H_{12}O_5$. Naziva se još i rezorcinoftalein (slika 9.4).



Ubraja se u adsorpcione indikatore. Kod primjene ovih indikatora, indikatorska reakcija se odvija na površini taloga. Fluoresceinat-jon daje rastvoru fluorescentnu žutozelenu boju. Prilikom njegove adsorpcije na talogu kao kontra-jon dolazi do promjene boje i površina taloga postaje crvena.

Slika 9.4. Formula (a), prah (b) i rastvor (c) fluorescein

Fluorescein je slaba kiselina, pa se titracije uz ovaj indikator izvode u neutralnim ili slabo baznim rastvorima, pri pH vrijednostima između 6,5 i 10. Ukoliko bi se titracije vršile na nižim pH vrijednostima, anjon indikatora bi reagovao s vodoničnim jonima i ne bi došlo do adsorpcije na talogu. Pri pH vrijednostima višim od 10, srebro(I)-jon bi se taložio u obliku srebro(I)-oksida.

Titracije uz adsorpcione indikatore su brze i tačne. Međutim, primjena ovih indikatora je ograničena na relativno mali broj taložnih reakcija kod kojih se koloidni talog gradi brzo. Promjena boje je uočljivija ukoliko je površina taloga veća.

9.3. PRIPREMA I STANDARDIZACIJA RASTVORA SREBRO-NITRATA

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih oglada u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za pripremu i standardizaciju rastvora srebro-nitrata; uvježbaćeš postupke pripreme i standardizacije rastvora srebro-nitrata; demonstriraćeš pripremu i standardizaciju rastvora srebro-nitrata; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

Primarni rastvori srebro-nitrata mogu se pripremati direktno od srebro-nitrata velike čistoće *pro analysi* (p. a.) (slika 9.5). Srebro-nitrat (čvrst i u obliku rastvora) mora biti zaštićen od sunčeve svjetlosti koja može dovesti do fotohemijskog razlaganja reagensa, kao i od prašine i organskih materija koje ga mogu redukovati do elementarnog srebra.



Slika 9.5.
Srebro-nitrat

Masa srebro-nitrata koja je potrebna za pripremanje tačno određene koncentracije i zapremine rastvora izračunava se pomoću jednačine:

$$m(\text{AgNO}_3) = c(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot M(\text{AgNO}_3),$$

gdje m predstavlja masu, c koncentraciju, V zapreminu, a M molarnu masu srebro-nitrata. Molarna masa srebro-nitrata iznosi 169,87 g/mol. Fino sprášeni srebro-nitrat čistoće 99,9% suši se na 120°C u toku dva sata, potom se ohladi u eksikatoru i koristi.

Masu srebro-nitrata potrebno je izmjeriti na analitičkoj vagi, s tačnošću od $\pm 0,0001$ g. Rastvor se dalje priprema u odgovarajućem odmjernom sudu, na poznati način. Pripremljeni rastvor čuva se u boci od tamnog stakla, zatvorenoj brušenim staklenim zapašaćem i na tamnom mjestu.

Nedovoljno čist srebro-nitrat može se prečistiti rekristalizacijom i sušenjem pod određenim uslovima. Od tako dobijenog srebro-nitrata mogu se pripremati primarni standardni rastvori.

Kada se za pripremanje standardnih rastvora koristi srebro-nitrat manjeg stepena čistoće, rastvori se moraju standardizovati. Najprije je potrebno pripremiti rastvor približno tačne koncentracije. Masu srebro-nitrata treba izmjeriti na tehničkoj vagi i od nje pripremiti rastvor. Rastvor se standardizuje metodom koja će se kasnije primjenjivati u praksi.

Standardizacija srebro-nitrata vrši se pomoću primarnih standarda natrijum-hlorida i kalijum-hlorida. Kalijum-hlorid je manje pogodan kao primarni standard, jer se posljednji tragovi vode zatvoreni unutar njegovih kristala teže uklanjaju. S obzirom na to da srebro-nitrat reaguje s ovim supstancama u odnosu 1 : 1, koncentracija srebro-nitrata se izračunava pomoću jednačine:

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{V(\text{NaCl}) \cdot c(\text{NaCl})}{V(\text{AgNO}_3)},$$

gdje su $V(\text{NaCl})$ i $c(\text{NaCl})$ zapremina i koncentracija natrijum-hlorida, a $V(\text{AgNO}_3)$ zapremina srebro-nitrata utrošena za titraciju.

9.3.1. PRIPREMA PRIMARNOG STANDARDNOG RASTVORA NATRIJUM-HLORIDA

Standardni rastvori natrijum-hlorida pripremaju se od natrijum-hlorida kao primarnog standarda. Posljednje tragove vode natrijum-hlorid gubi pri temperaturi topljenja. Zbog toga je kod preciznog rada potrebno zagrijavati natrijum-hlorid na temperaturi 500–600°C. Ipak, za većinu praktičnih potreba hemijski čist natrijum-hlorid dovoljno je sušiti dva sata na temperaturi 250–300°C. Natrijum-hlorid se zatim hladi u eksikatoru i mjeri na analitičkoj vagi.

Masa natrijum-hlorida koja je potrebna za pripremanje tačno određene koncentracije i zapremine rastvora izračunava se pomoću jednačine:

$$m(\text{NaCl}) = c(\text{NaCl}) \cdot V(\text{NaCl}) \cdot M(\text{NaCl}),$$

gdje m predstavlja masu, c koncentraciju, V zapreminu, a M molarnu masu natrijum-hlorida. Molarna masa natrijum-hlorida iznosi 58,442 g/mol.

PRIMJER:

Pripremiti 1 dm³ rastvora natrijum-hlorida koncentracije 0,1 mol/dm³.

Masa natrijum-hlorida koju je potrebno odmjeriti za pripremanje 1 dm³ rastvora natrijum-hlorida koncentracije 0,1 mol/dm³ iznosi:

$$m(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 1 \text{ dm}^3 \cdot 58,442 \text{ g/mol} = 5,8442 \text{ g}.$$

Ovu masu natrijum-hlorida potrebno je odmjeriti na analitičkoj vagi s tačnošću od $\pm 0,0001$ g, rastvoriti destilovanom vodom i odmjerni sud od 1 dm³ dopuniti do oznake. Odmjerni sud zatvoriti i dobro promućkati.

Ukoliko se izmjerena količina natrijum-hlorida razlikuje od izračunate, potrebno je izračunati stvarnu koncentraciju natrijum-hlorida pomoću jednačine:

$$c(\text{NaCl}) = \frac{m(\text{NaCl})}{M(\text{NaCl}) \cdot V},$$

gdje m predstavlja masu, M molarnu masu natrijum-hlorida, a V zapreminu u kojoj je rastvorena odmjerena količina natrijum-hlorida.

Primjer: Na analitičkoj vagi odmjereno je 1,4728 g natrijum-hlorida. Izračunati koncentraciju natrijum-hlorida ako je ova masa rastvorena u 250 cm³ destilovane vode.

$$c(\text{NaCl}) = \frac{1,4728 \text{ g}}{58,442 \text{ g/mol} \cdot 0,25 \text{ dm}^3} = 0,1008 \text{ mol/dm}^3.$$

9.3.2. PRIPREMA SEKUNDARNOG STANDARDNOG RASTVORA SREBRO-NITRATA

PRIMJER:

Pripremiti 1 dm³ rastvora srebro-nitrata koncentracije 0,1 mol/dm³.

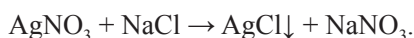
Masa srebro-nitrata koju je potrebno odmjeriti pomoću tehničke vage iznosi:

$$m(\text{AgNO}_3) = c(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot M(\text{AgNO}_3)$$
$$m(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 1 \text{ dm}^3 \cdot 169,87 \text{ g/mol} = 16,987 \text{ g.}$$

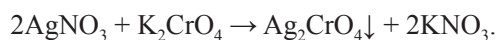
Odmjerenu masu rastvoriti destilovanom vodom i odmjerni sud od 1 dm³ dopuniti do oznake. Pripremljeni rastvor čuvati u tamnoj reagens boci.

9.3.3. STANDARDIZACIJA RASTVORA SREBRO-NITRATA TITRACIJOM PO MORU

Rastvor srebro-nitrata približne koncentracije standardizuje se primarnim standardnim rastvorom natrijum-hlorida prema jednačini:



Po Morovoj metodi kao indikator služi rastvor kalijum-hromata, pri čemu dolazi do reakcije:



U reakciji se izdvaja srebro-hromat, talog mrkocrvene boje.

PRAKTIČNI ZADATAK 9.1: Priprema i standardizacija rastvora srebro-nitrata

Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da pripreme i standardizuju rastvor srebro-nitrata.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka, odnosno postupkom pripreme i standardizacije rastvora srebro-nitrata, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, proračunom, kao i načinom predavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Postupak: U erlenmajer od 300 cm³ biretom odmjeriti 25 cm³ primarnog standardnog rastvora natrijum-hlorida koncentracije 0,1 mol/dm³. Ovom rastvoru dodati 1 cm³ 5% rastvora kalijum-hromata. Rastvor u erlenmajeru titrovati pripremljenim rastvorom srebro-nitrata i snažno miješati. Reakcija je završena kada se boja rastvora promijeni iz žute u blijedoružičastu. Titraciju ponoviti nekoliko puta i izračunati srednju vrijednost utrošene zapremine srebro-nitrata.

Tokom izvođenja praktičnog zadatka zapiši jednačine hemijskih reakcija, dobijene rezultate i proračun.

9.4. IZRAČUNAVANJE SADRŽAJA SUPSTANCI

Postupak izračunavanja sadržaja supstanci primjenom odgovarajućeg stehiometrijskog proračuna objašnjen je u poglavlju 6.6.

PRIMJER:

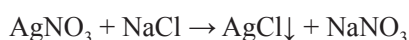
Ispitivan je sadržaj kuhinjske soli u uzorku mase 2,60 g. Uzorak je rastvoren i razblažen destilovanom vodom u odmjernom sudu od 100 cm³. Za titraciju 25 cm³ ovog rastvora, metodom po Moru, utrošeno je 9,3 cm³ rastvora srebro-nitrata koncentracije 0,01020 mol/dm³. Izračunati masu i maseni udio hlorida u uzorku.

$$V(\text{AgNO}_3) = 9,3 \text{ cm}^3$$

$$c(\text{AgNO}_3) = 0,0965 \text{ mol/dm}^3$$

$$M(\text{Cl}^-) = 35,5 \text{ g/mol}$$

Reakcija koja se odigrava prikazana je jednačinom:



Odnos količina supstanci koje reaguju je 1 : 1.

Za izračunavanje mase i masenog udjela koristimo sljedeće jednačine:

$$m_{\text{uk}}(\text{A}) = x \cdot \frac{a}{b} \cdot c(\text{B}) \cdot V(\text{B}) \cdot M(\text{A})$$

$$\omega(\text{A}) = \frac{m_{\text{uk}}(\text{A})}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\%$$

Zamjenom podataka dobijamo:

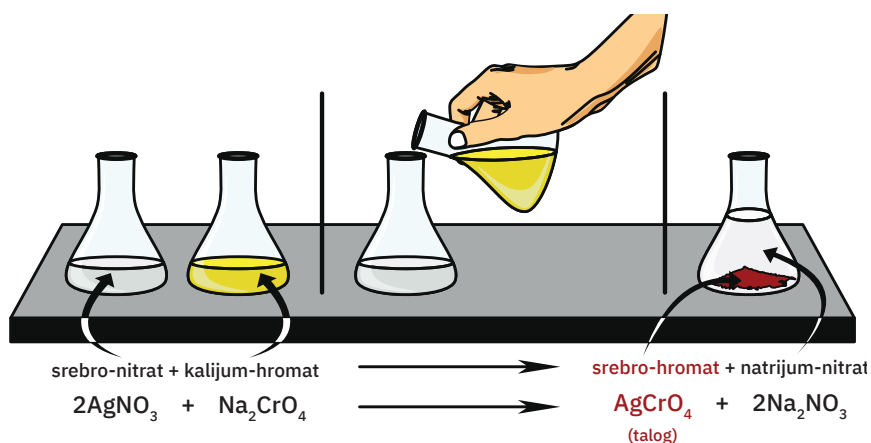
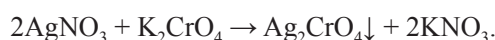
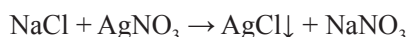
$$m(\text{Cl}^-) = \frac{100 \text{ cm}^3}{25 \text{ cm}^3} \cdot \frac{1}{1} \cdot 0,01020 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,0093 \text{ dm}^3 \cdot 35,5 \text{ g/mol} = 0,01347 \text{ g}$$

$$\omega(\text{Cl}^-) = \frac{m_{\text{uk}}(\text{Cl}^-)}{m(\text{uzorka})} \cdot 100\% = \frac{0,01347 \text{ g}}{2,6 \text{ g}} \cdot 100\% = 0,518\%$$

9.5. IZVOĐENJE TALOŽNIH METODA

U narednom sadržaju koristićeš teorijska znanja pri realizaciji praktičnih oglada u laboratoriji. To ćeš ostvariti kroz određene aktivnosti učenja: dobićeš instrukcije za postupak izvođenja taložnih metoda; uvježbaćeš postupak izvođenja taložnih metoda; demonstriraćeš izvođenje taložnih metoda; dobićeš instrukcije za izradu praktičnih zadataka i projekata.

Morova metoda je metoda direktnog određivanja hlorida ili bromida standardnim rastvorom srebro-nitrata uz indikator kalijum-hromat. U završnoj tački titracije kalijum-hromat reaguje sa srebro-nitratom, pri čemu nastaje srebro-hromat, talog mrkocrvene boje (slika 9.6). Titracije se izvode pri pH vrijednostima između 6,5 i 10. Pri pH vrijednostima nižim od 6,5 dolazi do rastvaranja srebro-hromata, dok pri pH vrijednostima višim od 10 dolazi do taloženja srebro(I)-hidroksida koji prelazi u smeđi srebro(I)-oksid. Potrebna pH vrijednost rastvora postiže se dodavanjem natrijum-hidrogenkarbonata. Hemijske reakcije koje se odigravaju pri ovoj titraciji prikazane su jednačinama:



Slika 9.6.
Nastanak taloga
srebro-hromata

Određivanje sadržaja hlorida metodom po Moru zasniva se na činjenici da joni srebra iz srebro-nitrata reaguju prvo s hloridnim jonima gradeći teško rastvorljivi talog srebro-hlorida. Talog srebro-hlorida ima manju rastvorljivost od srebro-hromata, pa se on zato prvo taloži. Srebro-hlorid se stvara dok je proizvod koncentracija jona srebra i hloridnih jona veći od njegovog proizvoda rastvorljivosti na datoj temperaturi. Taloženje srebro-hlorida praktično prestaje u trenutku kada je proizvod koncentracija ovih jona jednak proizvodu rastvorljivosti. Sljedeća kap rastvora srebro-nitrata dodata u višku s indikatorom kalijum-hromatom gradi mrkocrveni talog srebro-hromata. Završnu tačku titracije označava pojava male količine postojanog taloga srebro-hromata.

PRAKTIČNI ZADATAK 9.2: Određivanje hlorida Morovom metodom

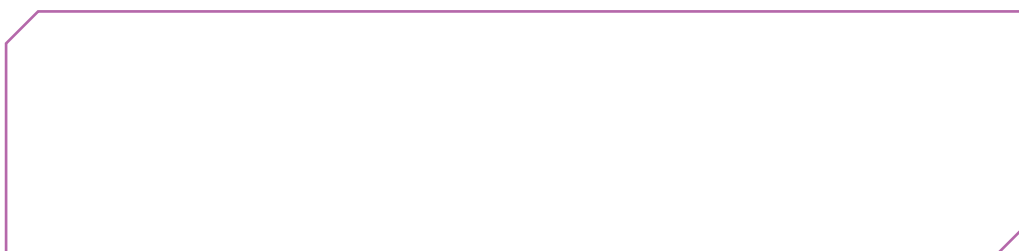
Budi dio jedne od grupa (u zavisnosti od brojnosti odjeljenja) koje imaju zadatak da izvrše određivanje hlorida Morovom metodom.

Nastavnik/nastavnica će te upoznati s pojmom i strukturom praktičnog zadatka,

odnosno postupkom određivanja hlorida Morovom metodom, postupcima pripreme i izvođenja eksperimenta, kao i načinom predstavljanja rezultata zadatka. Posebnu pažnju posveti jasno formulisanim načinima rada i poštovanju dogovorenih rokova. Tokom izrade praktičnog zadatka realizovaćeš istraživačke, misaone i praktične aktivnosti; dobićeš dodatna objašnjenja, informacije i literaturu; podatke koje dobiješ koristićeš za sticanje cjelovitih znanja. Nakon realizovanih zadataka prikupljene podatke, zapažanja i zaključke prezentuj odjeljenju.

Postupak: Odmjerni sud koji sadrži uzorak natrijum-hlorida dopuniti destilovanom vodom do oznake, zatvoriti i dobro promućkati. Odmjeriti probu od 25 cm^3 rastvora i prenijeti u erlenmajer od 300 cm^3 . Rastvoru dodati 1 cm^3 5% rastvora kalijum-hromata. Dobijeni rastvor je žute boje. Zatim vršiti titraciju standardnim rastvorom srebro-nitrata, uz neprestano miješanje do pojave mrkocrvenog taloga srebro-hromata. Titraciju ponoviti nekoliko puta i izračunati srednju vrijednost utroška rastvora srebro-nitrata.

Tokom izvođenja određivanja hlorida Morovom metodom zapiši jednačinu hemijske reakcije, dobijene rezultate i proračun.



9.6. PROVJERI SVOJE ZNANJE

1. Na kojim se reakcijama zasniva metoda taloženja?
2. Navedi koji uslovi treba da budu ispunjeni da bi jedna analiza mogla da se izvede metodom precipitacije.
3. Koju metodu nazivamo argentometrija?
4. Koji se primarni standardni rastvor koristi u taložnoj metodi?
5. Koji se indikator najčešće upotrebljava za određivanje završne tačke titracije u argentometriji?
6. Zašto je važno da pri titraciji po Moru pH vrijednost rastvora bude između 6,5 i 10?
7. Opiši postupak standardizacije rastvora srebro-nitrata titracijom po Moru.
8. Napiši u jonskom obliku reakciju indikatora sa standardnim rastvorom srebro-nitrata.
9. Kakva je razlika između standardizacije rastvora srebro-nitrata titracijom po Moru i određivanja natrijum-hlorida po Moru?
10. Izračunaj maseni udio rastvora srebro-nitrata ako se za titraciju po Moru 16 cm^3 rastvora natrijum-hlorida koncentracije $0,1010 \text{ mol/dm}^3$ utroši 19 cm^3 rastvora srebro-nitrata. (R: 1,44%)

9.7. REZIME

Taložne metode ili metode precipitacije zasnivaju se na reakcijama pri kojima nastaje teško rastvorljivo jedinjenje, odnosno talog.

Taložne metode se ubrajaju u najstarije volumetrijske metode. Taložne reakcije moraju biti brze i kvantitativne, a nastali talog mora imati tačan stehiometrijski sastav. Takođe, mora postojati i pogodan način za određivanje završne tačke titracije. Ovi zahtjevi ograničavaju primjenu taložnih reakcija u volumetriji.

U zavisnosti od upotrijebljenog titracionog sredstva, taložne volumetrijske metode se dijele na:

- metode argentometrije – standardni rastvor je srebro-nitrat (AgNO_3);
- metode tiocijanometrije (rodanometrije) – standardni rastvor je amonijum-tiocijanat (NH_4SCN) ili kalijum-tiocijanat (KSCN);
- metode merkurometrije – standardni rastvor je živa(I)-nitrat ($\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$);
- druge taložne metode.

Za utvrđivanje završne tačke titracije u argentometriji kao indkator najčešće se koristi kalijum-hromat (K_2CrO_4).

POJMOVNIK

adsorbent (latinski *ad-sorbere*) – hemijska supstanca koja ima svojstvo da na svojoj površini fizički veže mnogobrojna hemijska jedinjenja.

adsorpcija – proces koji se dešava na površini čvrstog materijala (ili rjeđe tečnosti) kada se akumulira tečni ili gasni rastvor.

aerosoli – čvrste supstance ili male tečne kapi nastale iz dima, prašine, kondenzovanih gasovitih supstanci. U prirodi nastaju u mnogobrojnim industrijskim procesima, na deponijama, sagorijevanjem fosilnih goriva, vulkanskim erupcijama, požarima itd. Veoma su štetne po zdravlje čovjeka.

analit – sastavni dio uzorka koji se može odrediti kvantitativnom i kvalitativnom analizom.

batometar – uređaj za mjerenje dubine vode (mora, jezera).

carska voda – predstavlja smjesu koncentrovane nitratre i koncentrovane hloridne kiseline u zapreminskom odnosu 1 : 3.

CEN – Evropski komitet za standardizaciju (The European Committee for Standardization)

CInMED – Crnogorski institut za lijekove i medicinska sredstva.

Denaturisani etil-alkohol – etil-alkohol kome se dodaju denaturanti, supstance koje ga čine otrovnim i daju mu loš ukus.

droge – suvi biljni ili životinjski djelovi i organi (rjeđe mineralni proizvodi) koji sadrže farmakološki aktivna jedinjenja.

efluent – jedinstven naziv za tehnološke otpadne vode koje se pročišćene ili nepročišćene ispuštaju u sistem javne kanalizacije ili u površinske vode.

ekvivalentna tačka titracije (ili teorijska završna tačka) – momenat kada su količine standardnog i ispitivanog rastvora stehiometrijski ekvivalentne.

EMA – Evropska agencija za lijekove

farmakopeja – zbirka propisanih normi i standarda za supstance i izradu lijekova kojima se određuju njihove karakteristike, kvalitet, identifikacija, način pripremanja i analiza.

gravimetrijski faktor – obilježava se sa F ili f i predstavlja odnos molarne mase supstance koja se traži i molarne mase supstance koja se mjeri.

helatni (ciklični) kompleksi ili helati – kompleksna jedinjenja prstenaste strukture koja nastaju u reakciji metalnih jona s posebnim organskim ligandima.

hepar reakcija – izvodi se tako što se vrši žarenje ispitivane supstance pomiješane s viškom natrijum-karbonata i drvenog uglja u plamenu duvaljke. Na limu će se pojaviti crna mrlja ako je u ispitivanoj supstanci prisutan sumpor u bilo kom obliku.

IEC – Međunarodna elektrotehnička komisija (The International Electrotechnical Commission).

indikatori – supstance koje se mijenjaju na lako uočljiv način (promjena boje ili stvaranje taloga) i ne utiču na tok hemijske reakcije.

ingot (eng. *ingot*) – komad metala koji se dobija izlivanjem u neki oblik, najčešće kratke i debele šipke prije dalje obrade.

integrirano – spojeno, povezano više manjih jedinica u cjelinu.

impregnirati – natopiti, nakvasiti.

ISME – Institut za standardizaciju Crne Gore

ISO – Međunarodna organizacija za standardizaciju (International Organization for Standardization)

kontaminacija (lat. *contaminatio* – kvarenje, prljanje) – zagađenje životne sredine i živih organizama otrovnim supstancama ili korišćenje materijala koji narušava zdravlje korisnika.

konzervansi – jedinjenja koja se koriste da bi onemogućila ili usporila promjene na životnim namirnicama (mikrobiološko kvarenje hrane).

ligand – jon ili molekul koji se vezuje za metalni jon i formira koordinacioni kompleks.

magnezijum-mikstura – predstavlja mješavinu magnezijum-hlorida, amonijum-hlorida i malo amonijaka.

macerat – jednokratni ekstrakt usitnjene droge koja se natapa nekim rastvaračem na sobnoj temperaturi.

međuproizvod – supstanca ili materijal koji mora da se podvrgne nekom od djelova procesa proizvodnje prije nego postane gotov poluproizvod.

molarna koncentracija – broj molova neke supstance u jednom decimetru kubnom rastvora.

monodentatni ligandi – ligandi koji se mogu na metalni jon vezati samo na jedno koordinaciono mjesto, preko jedne elektrondonorske grupe.

oksidacija – proces otpuštanja elektrona, pri čemu se oksidacioni broj atoma ili jona povećava.

partija – jasno definisana određena količina materijala.

peptizacija – proces prelaska taloga u koloidni rastvor.

pijezometar (engl. *piezometar*) – predstavlja osmatrački bunar manjeg prečnika, koji služi za mjerenje nivoa podzemnih voda ili pijezometarskog pritiska, na način da nivo vode u njemu odgovara nivou podzemne vode u njenoj okolini. Nivo vode se određuje mjerenjem rastojanja od vrha njegove konstrukcije do nivoa vode. Pijezometar se po potrebi koristi za uzorkovanje podzemnih voda, kao i za mjerenje temperature vode.

PM₁₀ i PM_{2,5} čestica (lat. *particulate matter*) – suspendovane čestice poznate kao „nevidljive ubice iz vazduha“; predstavljaju mješavinu čvrstih čestica dima, čađi, prašine i kiseline, uz teške metale poput olova, žive, kadmijuma, nikla i arsena. Nastaju kao posljedica kombinacije saobraćaja, industrije, grijanja. Čestice su veličine od 10 i 2,5 mikrometara i negativno utiču na zdravlje čovjeka. PM₁₀ stižu do pluća, a PM_{2,5} su opasnije jer direktno dopijevaju u krvotok.

polidentatni ili multidentatni ligandi – ligandi koji imaju više od jednog elektrondonorskog atoma koji se vezuje za metalni jon.

poluproizvod – svaki proizvod koji je prošao kroz sve faze proizvodnje, uključujući i pakovanje.

polutanti – supstance koje zagađuju ili onečišćavaju životnu sredinu.

puferi ili regulatorske smješe – rastvori koji se odupiru promjeni pH vrijednosti pri razblaživanju ili pri dodavanju malih količina jake kiseline, odnosno jake baze.

reakcije oksido-redukcije ili redoks-reakcije – hemijske reakcije u kojima dolazi do izmjene elektrona.

redukcija – proces primanja elektrona, pri čemu se oksidacioni broj atoma ili jona smanjuje.

restandardizacija rastvora – postupak provjeravanja koncentracije rastvora primarnim standardnim rastvorima.

sodni ekstrakt – rastvor koji se priprema kuvanjem ispitivanog rastvora s natrijum-karbonatom.

standard – dokument uspostavljen konsenzusom i odobren od priznatog tijela, koji pruža, za zajedničku i ponovljenu upotrebu, pravila, smjernice ili karakteristike za aktivnosti ili njihove rezultate, usmjerene na postizanje optimalnog stepena poretka u datom kontekstu.

standardni rastvor – rastvor reagensa poznate, tačno određene koncentracije koji se koristi u volumetriji za kvantitativno određivanje supstanci.

standardizacija rastvora – postupak određivanja stvarne koncentracije rastvora.

stepeni tvrdoće – iako više nijesu dozvoljene jedinice, u praksi i literaturi često se sreću i predstavljaju jedinice kojim se mjeri tvrdoća vode.

sterilizacija (lat. *sterilis* – neplodan) – proces kojim se potpuno odstranjuju ili uništavaju svi mikroorganizmi i njihove spore s predmeta, instrumenata, pribora, posuda do te mjere da se na standardnim medijima za kultiviranje ne mogu dokazati.

stratifikacija – taloženje slojeva.

temperaturna inverzija ili inverzija temperature – porast temperature s nadmorskom visinom.

titar – broj grama rastvorene supstance u jednom centimetru kubnom rastvora.

titracija – postupak dodavanja standardnog rastvora ispitivanom rastvoru sve do kraja reakcije.

titraciona kriva – grafički prikaz kontinualnih promjena pH vrijednosti pri titraciji.

tvrdoća vode – definiše se kao sadržaj soli kalcijuma i magnezijuma i najčešće se izražava masenom koncentracijom kalcijum-karbonata (u mg/dm^3).

univerzalni indikator – smješa indikatora koji mijenja boju u veoma širokom intervalu pH vrijednosti.

USEPA (engl. *United States Environmental Protection Agency*) – agencija za zaštitu životne sredine Sjedinjenih Država

Unakrsna kontaminacija – kontaminacija materijala ili lijeka drugim materijalom ili proizvodom

VOC (*volatile organic compound*) – isparljiva organska jedinjenja koja isparavaju na sobnoj temperaturi.

volatilan (lat. *volatilis* - oscilovati) - promjenljiv, isparljiv, nestabilan

volatilne materije (lat. *volatilis* - oscilovati) – promjenjive, nestabilne materije koje lako prelaze u gas i paru

završna tačka titracije – momenat kada dolazi do fizičke promjene koja označava kraj titracije.

LITERATURA

1. Krajačević, M., Mladenović, O., Ignjatov, M.: *Analitička hemija za drugi razred srednjih škola*, Zavod za udžbenike i nastavna sredstva, Beograd, 2003.
2. Krajačević, M., Mladenović, O., Ignjatov, M.: *Praktikum za vježbe iz analitičke hemije*, Zavod za udžbenike, Beograd, 2000.
3. Marković, D., Veselinović, D., Tomić, V., Agotonović-Milanović, V.: *Ispitivanje tla vode i vazduha*, Zavod za udžbenike, Beograd, 2007.
4. Marković, D., Veselinović, D., Tomić, V., Agotonović-Milanović, V.: *Praktikum za vježbe iz ispitivanja tla vode i vazduha*, Zavod za udžbenike, Beograd, 2007.
5. Jovanović-Vitorović, O., Rekalic, V.: *Ispitivanje u tehnološkoj proizvodnji sa praktikumom za vježbe*, Zavod za udžbenike, Beograd, 2003.
6. Jovetić, M.: *Analitička hemija za II razred prehrambene struke*, Zavod za udžbenike i nastavna sredstva, Beograd, 2006.
7. Segedinac, M., Jankov, R., Varagić, S., Antić, S.: *Hemija za drugi razred gimnazije*, Zavod za udžbenike i nastavna sredstva, Podgorica, 2014.
8. Stanković, B., Jorgović-Kremzer, J., Drakulić-Đinđić, S.: *Analitička hemija za II razred medicinske škole*, Zavod za udžbenike i nastavna sredstva, Beograd, 2007.
9. Mihajlović, R., Vukanović, B., Mihajlović, Lj.: *Kvalitativna hemijska analiza*, Prirodno-matematički fakultet, Kragujevac, 2005.
10. Savić, J., Savić, M.: *Osnovi analitičke hemije – klasične metode*, Zavod za udžbenike i nastavna sredstva, Sarajevo, 1990.
11. Bakić, T., Živojinović, D., Lukić, J., Onjia, A.: *Zadaci iz analitičke hemije – postupci i rešenja*, neregizirana skripta, Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd, 2020.
12. Generalić E., Krka, S.: *Analiza realnih uzoraka*, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu, Zavod za analitičku hemiju, Split, 2012.
13. Jurčević, M.: *Kemijske metode analize materijala*, Sveučilište u Zagrebu, Geotehnički fakultet, 2017.
14. Aksentijević, S.: *Metode analize zagađujućih materija*, Visoka poslovno-tehnička škola strukovnih studija, Užice, 2015.
15. Bogdanović, D., Lazić, S., Belić M., Nešić Lj., Ćirić V., Čabilovski R.: *Uzorkovanje zemljišta i biljaka za agrohemijske i pedološke analize*, Poljoprivredni fakultet, Novi Sad, 2014.
16. Knežević, D., Nišić, D., Cvjetić A., Randelović, D., Sekulić Z.: *Monitoring u životnoj sredini – odabrana poglavlja*, Rudarsko-geološki fakultet, Univerzitet u Beogradu, Beograd, 2015.

17. Лобачев, А.Л., Лобачева, И.В., Ревинская, Е.В.: *Пробоотбор и пробоподготовка в анализе объектов окружающей среды* – Издательство Самарский университет, Samara, Rusija, 2005.
18. Maletić, S.: *Tehnike priprema uzoraka za analizu* – Prirodno matematički fakultet, Departman za hemiju, Beograd, 2016.
19. Majors, E. R.: *Sample preparation fundamentals for chromatography* – Wilmington, Canada, 2012.
20. Šehovcova, T.N.: *Аналитическая химия* – химический факультет мгу имени М.В. Ломоносова, Moskva, 2016.
21. Kapetanović, V., Jelikić Stankov M.: *Analitička hemija I: uvod u semimikrokvantitativnu hemijsku analizu* – Farmaceutski fakultet, Beograd, 2006.
22. Rajaković, Lj.: *Analitička hemija – Kvantitativna hemijska analiza – Praktikum, rešeni zadaci, testovi* – Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd, 2003.
23. Rajaković, Lj., Perić-Grujić, A., Vasiljević, T., Čičkarić, D.: *Analitička hemija – Kvantitativna hemijska analiza – Praktikum sa teorijskim osnovama*, Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd, 2000.