

# UVOD U KEMIJSKU ANALIZU: priručnik za laboratorijske vježbe

---

Rastija, Vesna; Karnaš, Maja

**Authored book / Autorska knjiga**

*Publication status / Verzija rada:* **Published version / Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)**

*Publication year / Godina izdavanja:* **2021**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:151:529139>

*Rights / Prava:* [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-11-05**



Sveučilište Josipa Jurja  
Strossmayera u Osijeku

**Fakultet  
agrobiotehničkih  
znanosti Osijek**

*Repository / Repozitorij:*

[Repository of the Faculty of Agrobiotechnical  
Sciences Osijek - Repository of the Faculty of  
Agrobiotechnical Sciences Osijek](#)





Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku  
Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek

# **UVOD U KEMIJSKU ANALIZU**

Priručnik za laboratorijske vježbe

Vesna Rastija  
Maja Karnaš

**Osijek, 2021.**

Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku  
Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek

Autorice:

Izv. prof. dr. sc. Vesna Rastija  
Maja Karnaš, mag. educ. chem.

Recenzenti: Izv. prof. dr. sc. Maja Molnar  
Izv. prof. dr. sc. Drago Bešlo

Lektorica: Tanja Šustić, prof.

Osijek, travanj 2021.

Izdavač:

Fakultet agrobiotehničkih znanosti Osijek  
Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

ISBN: 978-953-7871-94-9

CIP oznaka:

Suglasnost za izdavanje/dotiskivanje ovog npr. sveučilišnog udžbenika /sveučilišne monografije donio je Senat Sveučilišta Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku na 6. sjednici održanoj 30. ožujka 2021 . godine pod brojem 9/21.



# PERIODNI SUSTAV ELEMENATA

PERIODA	SKUPINA																								
	1 IA	2 IIA												13 IIIA	14 IVA	15 VA	16 VIA	17 VIIA	18 VIIIA						
1	1 1.008 <b>H</b> VODIK																			2 4.0026 <b>He</b> HELIJ					
2	3 6.94 <b>Li</b> LITIJ	4 9.0122 <b>Be</b> BERILIJ																		5 10.81 <b>B</b> BOR	6 12.011 <b>C</b> UGLJIK	7 14.007 <b>N</b> DUŠIK	8 15.999 <b>O</b> KISIK	9 18.998 <b>F</b> FLUOR	10 20.180 <b>Ne</b> NEON
3	11 22.990 <b>Na</b> NATRIJ	12 24.305 <b>Mg</b> MAGNEZIJ																		13 26.982 <b>Al</b> ALUMINIJ	14 28.085 <b>Si</b> SILICIJ	15 30.974 <b>P</b> FOSFOR	16 32.06 <b>S</b> SUMPOR	17 35.45 <b>Cl</b> KLOR	18 39.948 <b>Ar</b> ARGON
4	19 39.098 <b>K</b> KALIJ	20 40.078 <b>Ca</b> KALCIJ	21 44.956 <b>Sc</b> SKANDIJ	22 47.867 <b>Ti</b> TITANIJ	23 50.942 <b>V</b> VANADIJ	24 51.996 <b>Cr</b> KROM	25 54.938 <b>Mn</b> MANGAN	26 55.845 <b>Fe</b> ŽELJEZO	27 58.933 <b>Co</b> KOBALT	28 58.693 <b>Ni</b> NIKAL	29 63.546 <b>Cu</b> BAKAR	30 65.38 <b>Zn</b> CINK	31 69.723 <b>Ga</b> GALIJ	32 72.64 <b>Ge</b> GERMANIJ	33 74.922 <b>As</b> ARSEN	34 78.971 <b>Se</b> SELENIJ	35 79.904 <b>Br</b> BROM	36 83.798 <b>Kr</b> KRIPTON							
5	37 85.468 <b>Rb</b> RUBIDIJ	38 87.62 <b>Sr</b> STRONCIJ	39 88.906 <b>Y</b> ITRIJ	40 91.224 <b>Zr</b> CIRKONIJ	41 92.906 <b>Nb</b> NIOBIJ	42 95.95 <b>Mo</b> MOLIBDEN	43 (98) <b>Tc</b> TEHNECIJ	44 101.07 <b>Ru</b> RUTENIJ	45 102.91 <b>Rh</b> RODIJ	46 106.42 <b>Pd</b> PALADIJ	47 107.87 <b>Ag</b> SREBRO	48 112.41 <b>Cd</b> KADMIJ	49 114.82 <b>In</b> INDIJ	50 118.71 <b>Sn</b> KOSITAR	51 121.76 <b>Sb</b> ANTIMON	52 127.60 <b>Te</b> TELURIJ	53 126.90 <b>I</b> JOD	54 131.29 <b>Xe</b> KSENON							
6	55 132.91 <b>Cs</b> CEZIJ	56 137.33 <b>Ba</b> BARIJ	57-71 <b>La-Lu</b> Lantanoidi	72 178.49 <b>Hf</b> HAFNIJ	73 180.95 <b>Ta</b> TANTAL	74 183.84 <b>W</b> VOLFRAM	75 186.21 <b>Re</b> RENIJ	76 190.23 <b>Os</b> OSMIJ	77 192.22 <b>Ir</b> IRIDIJ	78 195.08 <b>Pt</b> PLATINA	79 196.97 <b>Au</b> ZLATO	80 200.59 <b>Hg</b> ŽIVA	81 204.38 <b>Tl</b> TALIJ	82 207.2 <b>Pb</b> OLOVO	83 208.98 <b>Bi</b> BIZMUT	84 (209) <b>Po</b> POLONIJ	85 (210) <b>At</b> ASTAT	86 (222) <b>Rn</b> RADON							
7	87 (223) <b>Fr</b> FRANCIJ	88 (226) <b>Ra</b> RADIJ	89-103 <b>Ac-Lr</b> Aktinoidi	104 (267) <b>Rf</b> RUTHERFORDIJ	105 (268) <b>Db</b> DUBNIJ	106 (271) <b>Sg</b> SEABORGIJ	107 (272) <b>Bh</b> BOHRIJ	108 (277) <b>Hs</b> HASSIJ	109 (276) <b>Mt</b> MEITNERIJ	110 (281) <b>Ds</b> DARMSTADTIJ	111 (280) <b>Rg</b> RENDGENIJ	112 (285) <b>Cn</b> KOPERNICIJ	113 (285) <b>Nh</b> NIHONIJ	114 (287) <b>Fl</b> FLEROVIJ	115 (289) <b>Mc</b> MOSKOVIJ	116 (291) <b>Lv</b> LIVERMORIJ	117 (294) <b>Ts</b> TENESI	118 (294) <b>Og</b> OGANESON							

OZNAČAVANJE SKUPINE  
IUPAC PREPORUKA  
(1985.)

OZNAČAVANJE SKUPINE  
CHEMICAL ABSTRACT SERVICE  
(1986.)

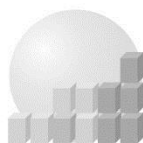
ATOMSKI BROJ

RELATIVNA ATOMSKA MASA (2)

SIMBOL

NAZIV ELEMENTA (1)

Copyright © 2017 Eni Generali



www.periodni.com

## LANTANOIDI

57 138.91 <b>La</b> LANTAN	58 140.12 <b>Ce</b> CERIJ	59 140.91 <b>Pr</b> PRASEODIMIJ	60 144.24 <b>Nd</b> NEODIMIJ	61 (145) <b>Pm</b> PROMETIJ	62 150.36 <b>Sm</b> SAMARIJ	63 151.96 <b>Eu</b> EUROPIJ	64 157.25 <b>Gd</b> GADOLINIJ	65 158.93 <b>Tb</b> TERBIJ	66 162.50 <b>Dy</b> DISPROZIJ	67 164.93 <b>Ho</b> HOLMIJ	68 167.26 <b>Er</b> ERBIJ	69 168.93 <b>Tm</b> TULIJ	70 173.05 <b>Yb</b> ITERBIJ	71 174.97 <b>Lu</b> LUTECIJ
----------------------------------	---------------------------------	---------------------------------------	------------------------------------	-----------------------------------	-----------------------------------	-----------------------------------	-------------------------------------	----------------------------------	-------------------------------------	----------------------------------	---------------------------------	---------------------------------	-----------------------------------	-----------------------------------

## AKTINOIDI

89 (227) <b>Ac</b> AKTINIJ	90 232.04 <b>Th</b> TORIJ	91 231.04 <b>Pa</b> PROTAKTINIJ	92 238.03 <b>U</b> URANIJ	93 (237) <b>Np</b> NEPTUNIJ	94 (244) <b>Pu</b> PLUTONIJ	95 (243) <b>Am</b> AMERICIJ	96 (247) <b>Cm</b> KURIJ	97 (247) <b>Bk</b> BERKELIJ	98 (251) <b>Cf</b> KALIFORNIJ	99 (252) <b>Es</b> EINSTEINIJ	100 (257) <b>Fm</b> FERMIJ	101 (258) <b>Md</b> MENDELEVIJ	102 (259) <b>No</b> NOBELIJ	103 (262) <b>Lr</b> LAWRENCIJ
----------------------------------	---------------------------------	---------------------------------------	---------------------------------	-----------------------------------	-----------------------------------	-----------------------------------	--------------------------------	-----------------------------------	-------------------------------------	-------------------------------------	----------------------------------	--------------------------------------	-----------------------------------	-------------------------------------

(1) Atomic weights of the elements 2013,  
Pure Appl. Chem., **88**, 265-291 (2016)

## **PREDOGOVOR**

Priručnik *Uvod u kemijsku analizu* prilagođen je nastavnom programu i ishodu učenja modula *Kemija* preddiplomskog sveučilišnog studija *Poljoprivrede* na Fakultetu agrobiotehničkih znanosti u Osijek. Studenti bi nakon odrađenih vježbi morali znati koristiti principe sigurnog rada u laboratoriju u provedbi osnovnih tehnika kvalitativne i kvantitativne kemijske analize.

Priručnik se temelji na laboratorijskim vježbama koje su se održavale dugi niz godina na istom Fakultetu. Nastao je iz potrebe za nastavno-radnim sredstvom koje bi bilo i pomagalo u izvođenju laboratorijskih vježbi i nastavni materijal za pripremu ispita. Iako je priručnik namijenjen studentima Poljoprivrede, on može poslužiti i kao nastavno sredstvo studentima srodnih fakulteta.

Prije pristupanja vježbama, studenti su obvezni proučiti teorijski dio kako bi s razumijevanjem radili vježbe. Na kraju vježbi nalaze se pitanja i zadatci koji služe studentima za provjeru njihova znanja. Na kraju priručnika nalaze se radne liste koje studenti moraju preslikati, ispuniti nakon obavljene vježbe i predati asistentu na pregled.

Svaki student na laboratorijske vježbe mora donijeti potreban pribor: zaštitni mantil, bilježnicu, kalkulator i kuhinjsku krpu. Bez zaštitnog mantila student ne smije ući u laboratorij. Rad u kemijskom laboratoriju krije mnoštvo opasnosti, stoga se studenti moraju pridržavati propisanih mjera zaštite koje su opširnije opisane u uvodnom dijelu ovog priručnika.

Osijek, studeni 2020.

Autorice

# SADRŽAJ

<b>OPĆE UPUTE I PRAVILA RADA U LABORATORIJU .....</b>	<b>6</b>
Pripreme za laboratorijske vježbe.....	6
Osnovna pravila rada u kemijskom laboratoriju.....	6
Čišćenje laboratorijskog posuđa .....	7
Rukovanje kemikalijama .....	7
Mjere opreza i zaštita .....	8
Pravila za rukovanje kemikalijama .....	8
Požar .....	8
Prva pomoć .....	9
<b>OSNOVNI LABORATORIJSKI PRIBOR.....</b>	<b>11</b>
Stakleno posuđe i pribor .....	11
Osnovno stakleno posuđe .....	11
<b>KEMIJSKA ANALIZA .....</b>	<b>22</b>
<b>KVALITATIVNA KEMIJSKA ANALIZA .....</b>	<b>22</b>
Reakcije i dokazivanje kationa .....	23
Reakcije i dokazivanje aniona .....	32
Analiza anorganskih soli .....	34
<b>KVANTITATIVNA KEMIJSKA ANALIZA .....</b>	<b>35</b>
Volumetrija .....	35
LITERATURA.....	48
OSNOVNI LABORATORIJSKI PRIBOR – radni list .....	49
DOKAZIVANJE KATIONA I. ANALITIČKE SKUPINE – radni list .....	50
DOKAZIVANJE ANIONA – radni list .....	51
ACIDIMETRIJA – radni list .....	52
MANGANOMETRIJA – radni list.....	53
KOMPLEKSOMETRIJA – radni list.....	54

# OPĆE UPUTE I PRAVILA RADA U LABORATORIJU

## Pripreme za laboratorijske vježbe

- Za uspješan rad u laboratoriju svaki je student obavezan prethodno proučiti vježbu. Na taj način će student odraditi vježbu s razumijevanjem.
- Za laboratorijske vježbe student mora pripremiti: zaštitnu kutu, bilježnicu formata A4, kalkulator, pribor za pisanje, skriptu, kuhinjsku krpu. Zaštitne rukavice i naočale će svaki student dobiti u laboratoriju prije svake vježbe.
- Potrebno je doći 15 minuta prije početka vježbi ispred kemijskog laboratorija.

## Osnovna pravila rada u kemijskom laboratoriju

Kemijski laboratorij posebno je opremljena prostorija za izvođenje različitih pokusa i istraživanja. U njemu se nalaze potreban laboratorijski pribor, uređaji i kemikalije. Rad u laboratoriju i izvođenje pokusa može biti opasno pa se pri radu u laboratoriju treba pridržavati određenih pravila i mjera zaštite. Za uspješan rad u laboratoriju potrebno je poštivati mjere opreza i pridržavati se pravila koje omogućavaju izvođenje vježbi na siguran način. Pridržavanje mjera opreza nije bitno samo zbog vlastite sigurnosti nego i zbog sigurnosti ostalih osoba u laboratoriju.

- Radu u kemijskom laboratoriju treba pristupiti oprezno. Prije svake vježbe potrebno je temeljito proučiti upute za izvođenje pojedinih pokusa.
- Pri ulasku u laboratorij obvezno je korištenje zaštitnih naočala, zakopčane zaštitne kute (dugih rukava, dužine do ispod kukova kako bi bio zaštićen što veći dio tijela) i zaštitnih rukavica. Također, preporučeno je nositi zatvorene cipele kako bi se stopala zaštitila od prolijevanja kiselina, lužina ili vrućih otopina.
- Osobe duge kose moraju kosu svezati. Prilikom uporabe otvorenog plamena kosa a i brada se može zapaliti.
- U laboratoriju bi trebale raditi najmanje dvije osobe kako bi se u slučaju nezgode, požara, eksplozije, posjekotina ili trovanja unesrećenom mogla pružiti prva pomoć.
- U laboratoriju se ne smije pušiti, jesti niti piti.
- Osobe koje imaju dugu kosu trebaju ju pričvrstiti ukosnicama ili svezati u rep kako bi izbjegli njezin doticaj s kemikalijama ili otvorenim plamenom.
- Vruće stakleno posuđe hvata se pomoću krpe, a ostalo laboratorijskim kliještima. Vrući predmeti ne stavljaju se izravno na površinu radnog stola već se pod njih podmetne ploča ili mrežica.
- Slučajno prosute kemikalije potrebno je odmah ukloniti, a radnu površinu oprati i obrisati.
- Kemikalije se ne smiju direktno mirisati. Miris kemikalija ispituje se na način da se pare rukom blago usmjeravaju prema nosu. Također, zabranjeno je i isprobavanje okusa kemikalija.
- Pokusi u kojima se razvijaju štetni i otrovni plinovi moraju se izvoditi u digestoru.
- Epruvete se uvijek zagrijavaju i protresaju na način da je otvor epruvete okrenut od sebe, ali i od ostalih sudionika. Također, ako se neka kemijska reakcija provodi u posudi nad nju se ne naginje i ne zaviruje unutra.
- Ormarić prve pomoći mora se nalaziti na vidljivom i lako pristupačnom mjestu.
- Protupožarni se pribor mora nalaziti na uočljivom mjestu.
- Prije napuštanja laboratorija treba ugasiti sve plinske plamenike, zatvoriti dovod plina i vode, isključiti električne uređaje, spremite kemikalije i prebrisati radne površine.

## Čišćenje laboratorijskog posuđa

Za uspješno odrađen pokus vrlo je bitno imati čisto i suho laboratorijsko posuđe, stoga nakon svake vježbe korišteno posuđe treba dobro oprati i ostaviti da se osuši. Pranje nečistoća s posuđa može biti mehaničko i kemijsko. Mehaničko pranje se temelji na mehaničkom odstranjivanju nečistoća sa stijenki posuđa. To u pravilu podrazumijeva da se posuđe koje treba oprati natopi u vodovodnoj vodi i pokuša se četkicom ili spužvicom odstraniti što je moguće više nečistoća sa stijenki. Nakon toga se posuđe ispire vodovodnom vodom, opere s deterdžentom, dobro ispere vodovodnom vodom i nakon toga barem dvaput ispere s destiliranom vodom kako na posuđu ne bi zaostali tragovi kamenca. Kemijsko pranje podrazumijeva korištenje što manje količina sredstava ili kemikalija koje razaraju ili otapaju naslage čvrstih tvari i masnoća sa stijenki posuđa i provodi se kada obično pranje nije bilo uspješno. Najčešće se koriste specijalni deterdženti, kiseline, lužine ili različita organska otapala.

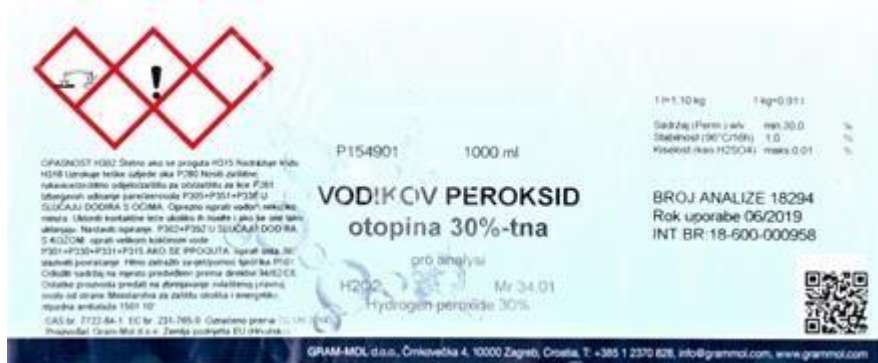
Masne stijenske posuđa mogu se očistiti alkoholom, acetonom ili nekim drugim organskim otapalima. Posuđe onečišćeno anorganskim tvarima najčešće se pokušava oprati klorovodičnom, dušičnom ili sumpornom kiselinom. Ukoliko ni koncentrirane kiseline ne pomažu, preostaju zlatotopka (smjesa koncentrirane klorovodične i dušične kiseline u omjeru 3:1) i kromsumporna kiselina (otopina kalijeva bikromata u koncentriranoj sumpornoj kiselini). Nakon kemijskog čišćenja posuđe prvo treba dobro isprati vodovodnom vodom, oprati deterdžentom i potom isprati prvo vodovodnom i na kraju destiliranom vodom. Nakon pranja posuđe se ostavlja sušiti na za to predviđenom mjestu, a ako sušenje treba ubrzati ono se provodi u sušioniku.

Laboratorijsko stakleno posuđe treba oprati odmah nakon korištenja jer se nečistoće još nisu osušile i prionule uz stjenku. Ukoliko je moguće, stakleni pribor treba izbjegavati čistiti grubim mehaničkim sredstvima (pijeskom, žicom, staklenim i metalnim štapićima) kako ga se ne bi oštetilo ili polomilo.

## Rukovanje kemikalijama

Kemikalije su tvari koje se koriste u kemijskom laboratoriju, a čuvaju se u za to posebno uređenim ormarima. Čvrste i tekuće kemikalije čuvaju se u staklenim ili plastičnim bocama s naljepnicama na kojima su navedeni svi potrebni podatci o kemikaliji. Plinovi se čuvaju u metalnim bocama pod povišenim tlakom.

Svaka kemikalija na svom originalnom pakiranju mora imati deklaraciju koja daje informaciju o kakvoj je kemikaliji riječ, te kako postupati s istom. Deklaracija sadrži sljedeće podatke: naziv kemikalije, kemijsku formulu, relativnu molekulsku masu, stupanj čistoće, maseni udio i gustoću ukoliko se radi o tekućini, masu ili volumen, jedan ili više piktograma opasnosti (informacije o opasnosti tvari; otrovnost, štetnost, nagrizajuće djelovanje, eksplozivnost, zapaljivost), oznake upozorenja (H) i oznake obavijesti (P) u skladu s razvrstavanjem tvari ili smjese, rok upotrebe te naziv proizvođača. Detaljnije upute za rukovanje s kemikalijom, skladištenje, postupanje u slučaju različitih nezgoda, sredstva osobne zaštite i druge bitne informacije nalaze se u sigurnosno-tehničkim listovima.



Slika 1. Primjer deklaracije na pakiranju kemikalije.



Kemikalije koje se koriste u pokusima najčešće su u obliku otopina različitih koncentracija koje se drže u reagens bocama. Boce za reagens moraju na sebi imati naznačeno o kojoj se kemikaliji radi i koja je koncentracija te otopine.

## Mjere opreza i zaštita

### Pravila za rukovanje kemikalijama

- Izbjegavati uzimanje tekućih kemikalija iz same boce, već kemikaliju izliti u čistu čašicu ili epruvetu, zatvoriti bocu te nastaviti s rukovanjem. Time izbjegavamo onečišćenje kemikalije.
- Čvrste kemikalije iz posude uzimati pomoću suhe i čiste žlice.
- Spremnike s kemikalijama u upotrebi otvarati jednog po jednog radi izbjegavanja slučajne zamjene čepova. U slučaju da se čepovi pomiješaju najbolje je sve čepove dobro isprati demineraliziranom vodom i osušiti.
- Nakon uporabe reagens bocu s kemikalijom ili otopinom odmah zatvoriti njenim čepom i vratiti na policu.
- Čepove je potrebno odlagati gornjom stranom prema dolje, tako da navoj nikada ne dotiče površinu stola. Ako se čep nemarno odloži, zagađuje se, a samim time i radna površina i kemikalija u boci.
- Ostatak reagensa u čašici/epruveti nikada ne vraćati u bocu s reagensom, već ga treba baciti u pripremljenu bocu za otpadne kemikalije ili izljev. Ako je kemikaliju dopušteno baciti u izljev, nakon izlivanja izljev temeljito isprati vodovodnom vodom. Organska otapala se NIKADA ne bacaju u izljev jer oštećuju PVC cijevi kanalizacije.
- Koncentrirane lužine i kiseline prije bacanja u izljev treba razrijediti vodovodnom vodom i nakon toga ispirati vodom duže vrijeme.

## Požar

Do požara u laboratoriju može doći uslijed neopreznog rukovanja plamenicima, korištenjem zapaljivih kemikalija u blizini otvorenog plamena te zbog neispravnih električnih instalacija. Čim se pojavi požar mora se odmah pristupiti gašenju s odgovarajućim raspoloživim sredstvima za gašenje, a ukoliko se radi o većem požaru evakuirati prostor te hitno zatražiti pomoć vatrogasne službe.

Gorenje je kemijska reakcija spajanja gorive tvari s kisikom, uz pojavu plamena (žara) i oslobađanje topline. Dakle, za nastajanje požara potrebni su:

- goriva tvar (čvrsta, tekuća ili plinovita),
- kisik,
- toplina (temperatura paljenja).

Požar se gasi uklanjanjem jednog od elemenata gorenja: kisika (ugušivanje), topline (hlađenje) ili gorive tvari. Ugušivanje manjih požara najčešće se provodi prekrivanjem krpom. Ukoliko je izvor požara plamenik potrebno je čim prije zatvoriti dovod plina.

Sredstva za gašenje požara u laboratoriju su voda, aparati za gašenje požara (mogu sadržavati pjenu, ugljikov dioksid ili suhi prah) te pomoćna sredstva kao što su krpe, pokrivači i pijesak. **NE POSTOJI UNIVERZALNO SREDSTVO ZA GAŠENJE SVIH VRSTA POŽARA.** Voda je najefikasnije sredstvo za gašenje požara krutih tvari koje gore žarom, ali se njome ne smiju gasiti požari električnih uređaja i instalacija pod naponom, zapaljivih tekućina, prašina metala i tvari koje kemijski reagiraju s vodom (npr. kalcijev karbid, natrij). Aparat za gašenje požara pjenom primjenjuje se za gašenje zapaljivih tekućina, ali ne i električnih instalacija. Aparat za gašenje požara ugljikovim dioksidom koristi se za gašenje požara na električnim instalacijama i uređajima pod naponom kao i za gašenje drugih požara u njihovoj blizini.

## Prva pomoć

Nezgode pri radu i pružanje prve pomoći u laboratoriju

Nezgode su moguće u svakom laboratoriju, čak i uz pridržavanje svih mjera sigurnosti. Među najčešće nezgode spadaju opekline, posjekotine i povrede uzrokovane djelovanjem kemikalija (trovanja i opekline). Svaki laboratorij zato mora imati ormarić za prvu pomoć.

Dva su temeljna pravila kojih se treba pridržavati u slučaju nezgode:

1. Prvu pomoć treba pružiti što hitnije, pritom ostati sabran i spriječiti paniku.
2. Tijekom pružanja prve pomoći, ukoliko je ozljeda teža, odmah zadužiti nekoga za pozivanje hitne pomoći.

### Opekline

Opekline su ozljede nastale djelovanjem visoke temperature (mehaničke opekline), kemikalija ili zračenja (kemijske opekline). Njihova težina ovisi o zahvaćenoj površini tijela i dubini oštećenja tkiva. Manje opekline najčešće nastaju diranjem vrućeg laboratorijskog posuđa, nepravilnim rukovanjem vrućim tekućinama ili pri radu s laboratorijskim plamenicima.

Prva i najvažnija mjera prve pomoći kod manjih mehaničkih opekline je brzo hlađenje opečene površine vodom. Na opečeno mjesto potrebno je staviti čistu tkaninu namočenu vodom ili razrijeđenom otopinom kalijeva permanganata što će spriječiti stvaranje plika. Opečeno mjesto može se tretirati i mašću protiv opekline koja se mora nalaziti u svakom ormariću prve pomoći.

Ako je opekline veća i ako je došlo do stvaranja mjehura ili pojave otvorenih rana potrebno je opečeno mjesto pokriti sterilnom gazom i odmah tražiti liječničku pomoć. Ukoliko su dijelovi odjeće zalijepljeni za kožu, ne smiju se nasilno odvajati nego samo obrezati škarama. Otvorene rane od opekline se vrlo lako inficiraju i zato je njihova stručna obrada neophodna.

### Posjekotine

Posjekotine su mehaničke ozljede koje najčešće nastaju pri radu sa staklenim priborom. Iz tog se razloga, ukoliko je pri radu sa staklenim priborom potrebno primjenjivati silu, preporuča držati staklo obavijeno krpom ili nekim drugim komadom tkanine. Najčešće su posjekotine na prstima i dijelovima šake. Ako su posjekotine manje, krvarenje se zaustavlja laganim pritiskom na ranu. Manje posjekotine ispiru se vodom, okolina se dezinficira odgovarajućim sredstvom i na kraju rana previje zavojem ili zaštitnim flasterom. Ukoliko je u posjekotini zaostao neki strani predmet (komadić stakla ili drugog materijala), on se iz rane uklanja sterilnom pincetom, osim u slučaju kada je isti zaboden duboko u tkivo.

Veće se rane ne preporuča ispirati vodom jer se time krvarenje može pojačati. Ako ozlijeđeno mjesto jako krvari, krvarenje se zaustavlja pritiskom iznad rane. U tom slučaju potrebno je odmah zatražiti liječničku pomoć.

### Povrede uzrokovane kemikalijama – opekline i trovanja

Među povrede uzrokovane kemikalijama najčešće se ubrajaju povrede kože i očiju nastale prskanjem kemikalija. Trovanja kemikalijama se u laboratoriju rijetko događaju, a nastaju zbog gutanja kemikalija ili udisanja štetnih plinova.

Kiseline i lužine djeluju tako da izjedaju sluznicu i kožu stvarajući opekline koje se očituju, ovisno o težini ozljede, kao kemijske opekline prvog, drugog i trećeg stupnja. Kod kemijskih opekline prvog stupnja na mjestu dodira javljaju se svrbež, crvenilo i osjećaj žarenja. Kod opekline drugog stupnja na mjestu dodira nastaju mjehuri/plikovi ispunjeni tekućinom. Kod opekline trećeg stupnja na mjestu oštećenja dolazi do gubitka veće količine tjelesne tekućine i do krvarenja. Osim opekline pare kiselina i lužina nadražuju oči i dišne organe, a ako se progutaju, mogu izazvati teška oštećenja jednjaka, želuca i crijeva.

Ako kiselina, lužina ili neka druga kemikalija, bilo koncentrirana ili u otopini, dospije u oko, potrebno ga je odmah ispirati mlazom hladne vode barem 15 minuta, najbolje pomoću ispiralice koja radi na principu vodoskoka. Ispiranje se provodi tako da ozlijeđeni drži rukama kapke, a oči otvorene i okreće ih u svim smjerovima da se isperu svi dijelovi oka. Ispiranje treba poduzeti odmah jer kemikalije mogu trajno oštetiti osjetljivo tkivo oko očiju. Nakon ispiranja ne treba ništa stavljati u oči nego s informacijom o kojoj se kemikaliji radi potražiti hitnu liječničku pomoć.

Ako kiselina dospije na kožu, višak kiseline se lagano obriše papirnatim ubrusom, ispere s velikom količinom vode, a zatim opekline neutralizira ispiranjem zasićenom otopinom natrijeva hidrogenkarbonata. Ako lužina dospije na kožu, mjesto treba isprati s puno vode i zatim neutralizirati 2 %-tnom otopinom octene ili zasićenom otopinom borne kiseline. U slučaju većih opekline, nakon opisanoga postupka, ozljedu valja premazati mašću protiv opekline, previti sterilnom gazom i zatražiti liječničku pomoć.

Trovanje je štetni učinak koji se javlja kada se otrovnu tvar proguta ili udahne (rjeđe ako se apsorbira preko kože ili sluznice). U slučaju gutanja kemikalija, posebice kiselina i lužina, ne smije se izazivati povraćanje. Ako se radi o kiselini, treba piti puno vode, zatim razrijeđeno vapneno mlijeko ili žareni magnezijev oksid radi neutralizacije, a nakon toga mlijeko ili bjelanjak. Kod gutanja lužine postupak je sličan, samo se za neutralizaciju pije otopina limunske kiseline, limunov sok ili razrijeđena otopina octene kiseline. Ukoliko je progutana neka druga kemikalija, prva pomoć u slučaju gutanja navedena je u njenom sigurnosno-tehničkom listu. Ako je došlo do udisanja otrovnih para ili plina, potrebno je odmah izaći na svjež zrak. Prvi simptomi uključuju glavobolju, mučninu te nagon za povraćanjem.

Kod bilo kojeg od navedenih slučajeva trovanja potrebno je zatražiti liječničku pomoć.

## OSNOVNI LABORATORIJSKI PRIBOR

Za uspješan rad u laboratoriju neophodno je i dobro poznavanje laboratorijskog pribora. U kemijskom laboratoriju koristi se specijalno kemijsko posuđe koje služi za izvođenje pokusa i čuvanje kemikalija. Može biti izrađeno od raznih materijala, najčešće stakla, porculana, metala, drveta te različitih plastičnih masa.

### Stakleno posuđe i pribor

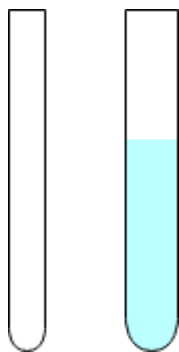
Staklo je najčešći odabir za izradu laboratorijskog posuđa zbog svoje inertnosti (ne reagira s većinom kemikalija prisutnih u laboratoriju). Prema kemijskom sastavu staklo je amorfní silicijev dioksid kojemu se tijekom proizvodnje dodaju različite primjese pomoću kojih se mijenjaju svojstva stakla. Za izradu laboratorijskog posuđa upotrebljavaju se tri vrste stakla:

- Obično staklo – kao primjese sadrži natrijev i/ili kalijev oksid pa se naziva još i natrijevo ili meko staklo. Ne podnosi nagle promjene temperature kao ni visoke temperature te se stoga ne zagrijava.
- Kemijsko (laboratorijsko) staklo – kao primjese sadrži aluminijev i borov oksid. Bolje podnosi promjene temperature od običnog stakla i smije se zagrijavati. Odlikuje ga i veća mehanička otpornost.
- Kvarcno staklo – čisti silicijev dioksid čije se posuđe koristi u nekim instrumentalnim metodama kada bi primjese u drugim vrstama stakla mogle ometati mjerenja. Otporno je na visoke temperature i na nagle promjene temperature.

### Osnovno stakleno posuđe

#### Epruvete

Epruvete ili kušalice su uske cilindrične posude sa zaobljenim dnom. Mogu biti različitih dimenzija i izrađene od različitih vrsta stakla ovisno o namjeni. Epruvete se u laboratoriju najčešće koriste za provođenje kvalitativnih kemijskih reakcija. U njima se mogu zagrijavati manje količine reagensa direktno na plamenu ako su izrađene od kemijskog stakla. Prilikom rada epruvete treba držati prstima (ili hvataljkom ako ih se zagrijava) što bliže gornjem rubu kako bi se što jasnije vidjelo što se događa sa sadržajem epruvete tijekom kemijske reakcije te kako bi se izbjegle opekline ako tijekom reakcije dođe do naglog zagrijavanja sadržaja.



**Slika 2.** Epruvete.

#### Laboratorijske čaše

Staklene laboratorijske čaše su posebna vrsta čaša koje se koriste za miješanje i/ili zagrijavanje kemikalija te provođenje kemijskih pokusa u kojima se koriste veće količine kemikalija. Izrađuju se u

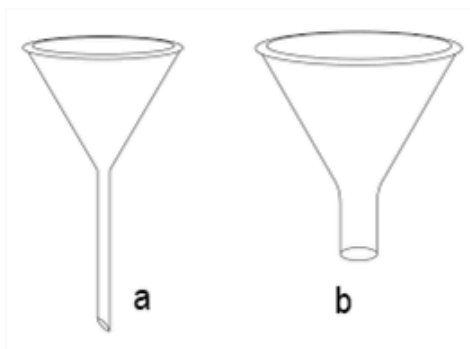
dva osnovna oblika, niski i visoki te mogu biti različitih volumena (od 10 mililitara pa sve do nekoliko litara). Svaka čaša ima mali izljev koji omogućava lakše izlivanje sadržaja. Većina čaša je graduirana što omogućuje i mjerenje približnog volumena tekućina. Volumen graduiranih čaša nije baždaren s velikom točnošću, stoga ne pripadaju odmjernom posuđu. Većinom su izrađene od kemijskog stakla iako se u laboratoriju mogu naći i plastične čaše.



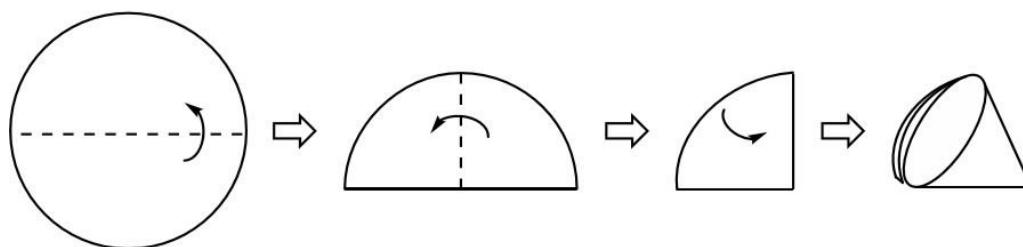
**Slika 3.** Niski i visoki tip laboratorijske čaše.

### Lijevak

Obični lijevak je konusna posuda s relativno uskim vratom na dnu koja služi za sigurno prelijevanje tekućina ili u kombinaciji s filtrirnim papirom za filtriranje smjese. Izrađuje se od običnog stakla (mogu biti i plastični) u različitim veličinama (promjerima) ovisno o namjeni. Lijevci se mogu koristiti i za usipavanje praškastih tvari, ali se razlikuju od običnih po tome što imaju kraći i širi vrat.



**Slika 4.** Lijevak za (a) tekućinu i (b) prah.



**Slika 5.** Slaganje filtrirnog papira za obično filtriranje.

### Petrijeva zdjelica

Petrijeva zdjelica je plitka posudica ravna dna s poklopcem. Može biti različitih dimenzija i najčešće je izrađena od stakla ili plastike. Obično se koristi u laboratoriju za uzgoj raznih kultura bakterija i drugih

mikroorganizma na pripravljenim hranjivim podlogama. U kemijskom laboratoriju se koristi za čuvanje uzoraka radi sušenja.

Satno staklo

Satna se stakla u laboratoriju koriste za sušenje kristala, vaganje praškastih uzoraka ili kao poklopac za prekrivanje laboratorijskih čaša. U pokusima se koriste za zagrijavanje manjih količina reagensa i kao površina za brzo isparavanje tekućina. Zbog svog oblika često se koristi i za promatranje tijeka pokusa (stvaranja taloga i promjena boje).



Slika 6. Petrijeva zdjelica



Slika 7. Satno staklo

Erlenmeyerova tikvica

Erlenmeyerova tikvica je staklena posuda konusnog oblika s dugim vratom i ravnim dnom. Može biti različitih volumena i u više oblika, s uskim, širokim ili ubrušenim grlom. Erlenmeyerove tikvice sa širokim grlom koriste se za titracije, a sa uskim za zagrijavanje. Zbog svog specifičnog oblika mala je opasnost od gubljenja otopine uslijed prskanja tijekom titracije ili zagrijavanja. Erlenmeyerove tikvice mogu se izrađivati i s ubrušenim grlom i pripadajućim čepom, tada se koriste kao sastavni dio složenije aparature ili za pohranu tvari.



Slika 8. Erlenmeyerova tikvica s ubrušenim grlom s čepom i uskim grlom bez čepa.

Boce za reagense (reagens boce)

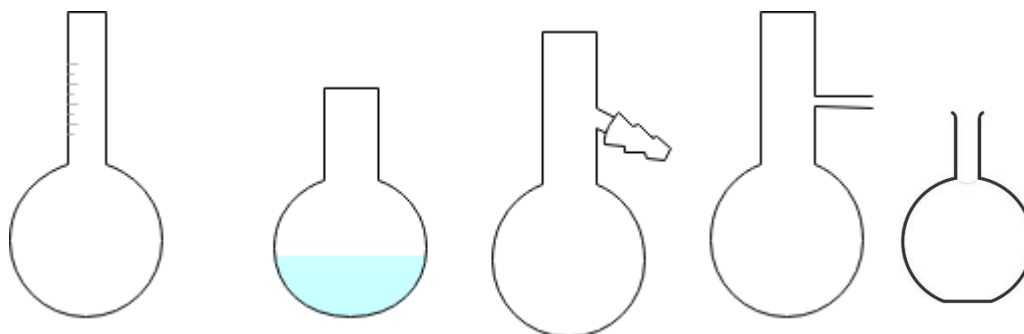
Reagens boca je staklena posuda od prozirnog ili tamnog stakla sa staklenim ili plastičnim čepom u kojoj se drže reagensi potrebni za analizu. Može biti različitih volumena, s uskim grlom za čuvanje tekućina, sa širokim grlom za čuvanje čvrstih tvari i s kapalicom za lakše dodavanje reagensa. Čvrsti reagensi se čuvaju u bocama širokog grla radi lakšeg vađenja pomoću odgovarajućih žlica, a tekući se reagensi čuvaju u bocama uskog grla radi smanjene mogućnosti isparavanja.



Slika 9. Reagens boca i boca kapalica.

## Okrugle tikvice

Okrugle tikvice mogu imati ravno ili okruglo dno, a izgled i broj grla tikvice razlikuje se ovisno o namjeni tikvice. Koriste se za zagrijavanje pri kemijskim reakcijama ili kao sastavni dio složenije aparature, a prikladne su i za jednoliko miješanje reakcijskih smjesa. Pri zagrijavanju tekućina u tikvice se na dno stavljaju komadići porculana ili staklene kuglice što sprječava zakašnjelo vrenje tekućina.



**Slika 10.** Različite vrste okruglih tikvica.

### Lijevak za odjeljivanje

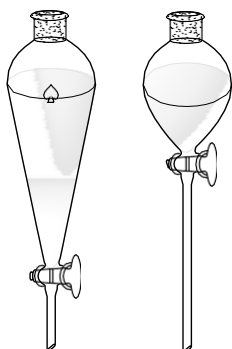
Lijevak za odjeljivanje je kruškoliki lijevak s ubrušenim čepom i kratkim vratom s pipcem na donjem kraju koji se upotrebljava za ekstrakciju i za razdvajanje tekućina koje se međusobno ne miješaju.

### Lijevak za dokapavanje

Lijevak za dokapavanje je kruškolik ili cilindrični lijevak, najčešće graduiran, s dugačkim vratom i pipcem na kraju. Služi kao sastavni dio aparature za postupno i odmjereno dodavanje reagensa u reakcijsku smjesu.

### Boca za odsisavanje

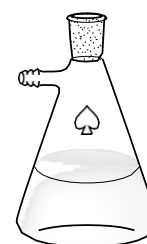
Boca za odsisavanje (Büchnerova tikvica) je vrlo slična Erlenmeyerovoj tikvici, ali na grlu ima mali šuplji nastavak koji predstavlja priključak za spajanje na izvor vakuumu (vodenu sisaljku, vakuum pumpu). Izrađena je od debelog stakla koje može izdržati razliku tlakova i koristi se za vakuum filtriranje.



**Slika 11.** Lijevci za odjeljivanje.



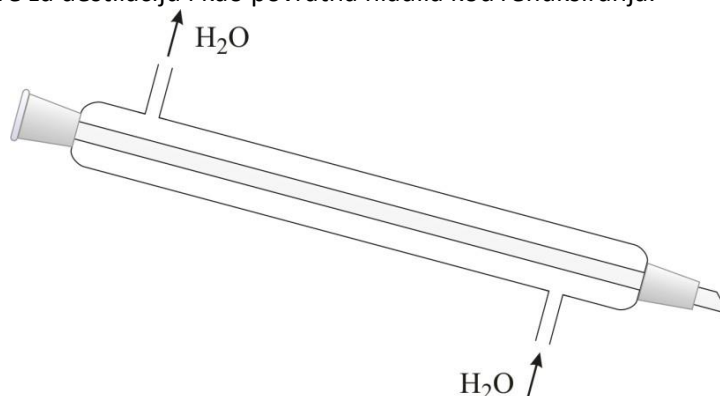
**Slika 12.** Lijevak za dokapavanje.



**Slika 13.** Boca za odsisavanje

## Liebigovo hladilo

Liebigovo hladilo (kondenzator) najpoznatije je laboratorijsko hladilo, sastavljeno od dviju ravnih cijevi različita promjera, umetnutih jedna u drugu. Služi za hlađenje i kondenziranje para. Vruća tvar ili otapalo u plinovitome agregacijskom stanju koje treba kondenzirati prolazi središnjom cijevi, a hladna voda teče vanjskom cijevi (ovojnicom oko središnje cijevi) i to u smjeru suprotnom od prolaska pare. Hladila se koriste kao dio aparature za destilaciju i kao povratna hladila kod refluksiranja.



**Slika 14.** Liebigovo hladilo.

## Odmjerno posuđe

Odmjerno posuđe baždareno je na uljev (oznaka *In*) ili na izljev (oznaka *Ex*) pri određenoj temperaturi (najčešće 20 °C). Baždarenje na uljev označava da se naznačeni volumen tekućine nalazi u posudi i postiže se ulijevanjem tekućine u posudu do oznake ugravirane na stjenci. Ako se radi o baždarenju na izljev, naznačeni volumen tekućine dobije se izlivanjem tekućine iz pravilno napunjenog posuđa.

## Menzure

Menzura je graduirani stakleni cilindar s postoljem, volumena od 5 mL pa sve do 2 L. Menzure su baždarene na ulijevanje. Koriste se za mjerenje volumena čija točnost ne mora biti velika. Što je menzura većeg volumena, veća je i pogreška mjerenja.

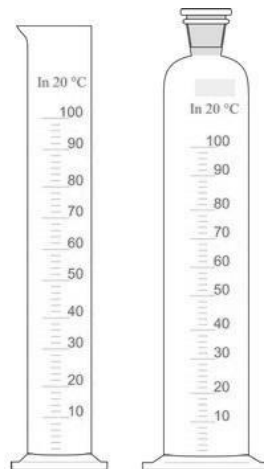
## Odmjerne tikvice

Odmjerne tikvice su staklene boce kruškolikog oblika s dugim uskim vratom i ravnim dnom. Svaka odmjerne tikvice ima odgovarajući plastični ili brušeni stakleni čep. Koriste se za pripremu točno poznatog volumena otopine uzorka i standardnih otopina reagensa. Baždarene su na ulijevanje i na svakoj je tikvici naznačen volumen na kojeg je baždarena. Vrat tikvice na sebi ima ugraviranu oznaku koja označava granicu do koje tikvicu treba napuniti tekućinom kako bi se u njoj nalazio naznačeni volumen. Tikvica se ispravno puni tekućinom tako da se donji rub meniskusa podudara s linijom na vratu tikvice kod prozirnih tekućina, a kod neprozirnih gornji rub meniskusa.





**Slika 15.** Odmjerne tikvice.



**Slika 16.** Obična menzura i menzura s čepom.

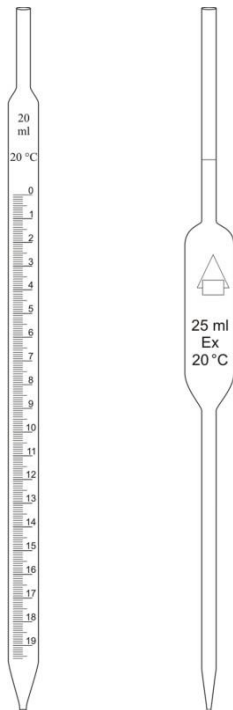
#### Pipete

Pipete su uske staklene cijevi sužene u kapilaru na donjem kraju. Dizajnirane su za odmjerenje i ispuštanje točno određenog volumena tekućine. Na svakoj se pipeti nalaze oznake proizvođača, nominalnog volumena, temperature baždarenja, pogrešci i zemlji porijekla. Baždarene su na izljev tekućine. Dije se u dvije skupine:

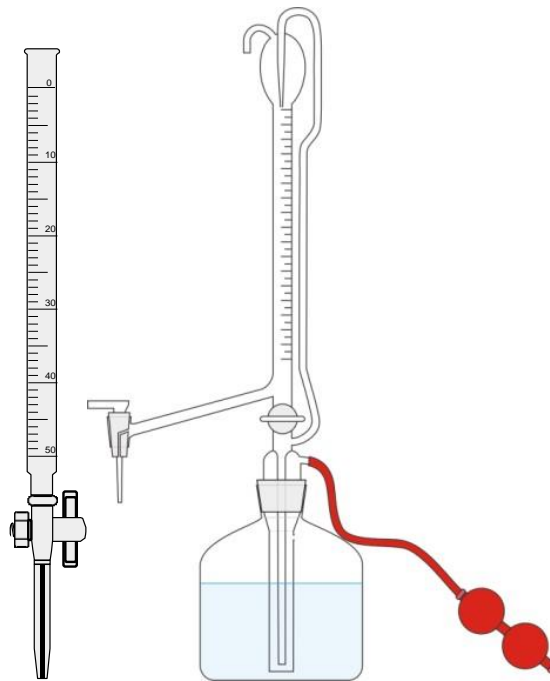
- a) Trbušaste (volumetrijske) pipete su baždarene na jedan točan volumen (npr 20 cm<sup>3</sup>). Upotrebljavaju se kada je potrebno točno odmjeriti i prenijeti određeni volumen tekućine. Na trbušastom dijelu pipete nalazi se nominalni volumen na koji je pipeta baždarena. Na pipeti se iznad trbušastog dijela nalazi urezana oznaka volumena (kao i kod odmernih tikvica).
- b) Mjerne (graduirane) pipete za razliku od trbušastih pipeta, imaju ucrtanu skalu na jedinice. U pravilu imaju vrat nešto širi od trbušastih pipeta što ih čini manje preciznima.

#### Birete

Birete su staklene graduirane cijevi jednolikog promjera, na donjem dijelu sužene u kapilaru. Na suženju se nalazi pipac pomoću kojeg se može ispustiti točno određena količina tekućine. Koriste se za točno odmjerenje volumena tekućina i baždarene su na izljev. Unutrašnji promjer birete mora biti jednak čitavom duljinom jer o tome ovisi točnost mjerenja volumena. Birete se prvenstveno koriste u volumetrijskoj analizi za titraciju sa standardnom otopinom reagensa. Postoje dvije vrste bireta: Mohrova s graduiranom skalom na običnoj prozirnoj cijevi i Schelbahova koja nasuprot skale ima mliječno bijelu pozadinu na kojoj je plava crta za lakše očitavanje volumena. Za serijska određivanja upotrebljavaju se automatske birete koje se stavljaju na grlo boce u kojoj je otopina, a sama bireta se puni pomoću gumene pumpice.



**Slika 17.** Graduirana i odmjerna pipeta.



**Slika 18.** Obična i automatska bireta.

#### Porculansko posuđe i pribor

Porculan kao materijal ima mali koeficijent rastezanja i podnosi visoke temperature te se uglavnom koristi za izradu laboratorijskog posuđa koje se može zagrijavati na visokim temperaturama. Zagrijavanje se može provoditi direktno plamenom pri čemu se ono vrši postepeno, prvo slabijim pa zatim jačim plamenom. Jednom zagrijano posuđe mora se postupno hladiti jer će u protivnom doći do pucanja. Jake kiseline i jake lužine mogu nagristi i oštetiti porculan te je potreban oprez prilikom njihove upotrebe u porculanskom posuđu.

#### Porculanska zdjelica

Porculanska zdjelica je izrađena od kvalitetnog tankog glaziranog porculana i smije se zagrijavati na otvorenom plamenu. Porculanske zdjelice se većinom koriste za uparavanje otopina te za reakcije gdje je potrebno zagrijavanje na visokim temperaturama.

#### Porculanski lončić

Porculanski se lončići izrađuju od tankog glaziranog porculana. Mogu biti različitih veličina i oblika te imati poklopac ovisno o namjeni. Koriste se za žarenje i spaljivanje čvrstih tvari ili taloga na filtrirnom papiru plamenikom ili u električnoj peći. Mogu se zagrijavati do maksimalne temperature od 1100 °C.

## Tarionik s tučkom

Tarionik je posuda slična zdjelici, izrađena od debelog porculana čija unutrašnjost nije glazirana. Koristi se za usitnjavanje i miješanje čvrstih uzoraka te gnječenje biljnog materijala. Usitnjavanje se vrši pomoću tučka kružnim pritiskom. Tarionici se ne smiju zagrijavati.



**Slika 19.** Porculanska zdjelica.

**Slika 20.** Porculanski lončić.

**Slika 21.** Tarionik s tučkom.

## Büchnerov lijevak

Büchnerov lijevak je cilindrični porculanski lijevak (može biti i stakleni ili plastični) s perforiranom pločom koji se koristi za vakuum filtraciju. Izrađuje se od debljeg glaziranog porculana. Na ravnu perforiranu ploču stavlja se kružno izrezani filtrirni papir, a sam lijevak se stavlja na bocu za odsisavanje pomoću gumenog prstena ili čepa.



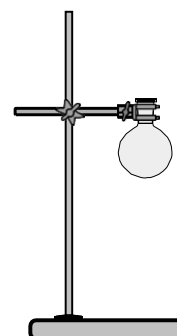
**Slika 22.** Büchnerov lijevak s gumenim čepom.

## Metalni laboratorijski pribor

U metalni se pribor svrstava pribor izrađen od željeza, platine, čelika, nikla, srebra i drugih metala. Danas se najčešće izrađuje od nehrđajućeg čelika (legure željeza s kromom, niklom, volframom, silicijem i dr. što daje čelike otporne na kemikalije, visoke temperature i koroziju). Od metala je većinom izrađen pomoćni pribor koji služi za učvršćivanje, pridržavanje, podizanje, prenošenje i grijanje drugog posuđa. Skuplji metali koriste se za izradu pribora s posebnom namjenom; na primjer srebro i platina se koriste za izradu elektroda u elektrokemiji.

## Stalak (stativ)

Stalak je najčešće izrađen od željeza ili čelika, a sastoji se od metalne šipke uglavljene na postolje koje može biti raznih oblika. Stalci su osnovni nosači aparature na koje se spojnicama ili prstenovima pričvršćuju različiti dijelovi aparature.



**Slika 23.** Metalni stativ s hvataljkom i spojnicom.

## Tronožac

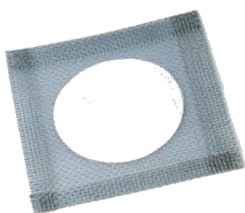
Tronožac je manji stalak na tri noge izrađen od željeza na kojemu se plamenikom zagrijavaju otopine ili reakcijske smjese ili se uzorci žare u lončiću za žarenje. Na tronožac se postavlja keramička mrežica i na nju posuda koju treba zagrijavati. Kada se žari porculanski lončić, na tronošću ga pridržava glineni trokut.

## Keramička mrežica

Keramička žičana mrežica kvadratnog je oblika, izrađena od isprepletene tanke žice i u sredini izolirana keramičkim slojem. Upotrebljava se kao podloga za pridržavanje i izolaciju staklenoga laboratorijskog posuđa pri zagrijavanju plamenikom.

## Metalni prsten

Metalni prsten je hvataljka u obliku prstena s kratkom šipkom koja završava pričvršnim vijkom, najčešće izrađena od željeza. Pričvršćuje se na stalak, a upotrebljava se za pridržavanje lijevka za filtriranje, lijevka za odjeljivanje, keramičke žičane mrežice ili glinenoga trokuta.



**Slika 24.** Keramička mrežica.



**Slika 25.** Tronožac.



**Slika 26.** Metalni prstenovi.

## Hvataljka (klema) i spojnica (mufa)

Hvataljke i spojnice izrađuju se od željeza ili čelika. Spojnice se koriste za pričvršćivanje hvataljke na stalak, a hvataljke za pričvršćivanje staklenog pribora. Hvataljke mogu biti različitih veličina ovisno o namjeni (za držanje epruveta, tikvica, bireta), a na stijenkama su obložene gumom ili plutom kako stakleno posuđe ne bi bilo u direktnom kontaktu s metalom. Za pričvršćivanje pribora koji se ne zagrijava danas postoje i plastične hvataljke.



**Slika 27.** Hvataljka i spojnica.

## Ostali neophodni pribor u laboratoriju

U laboratoriju se nalazi i različiti pomoćni pribor kao što su žlice, špatule, stakleni štapići, kapaljke, staklene cijevi, gumene cijevi, različiti stalci za pribor (npr. epruvete, pipete), drvene štikaljke, pincete, pluteni ili gumeni čepovi i dr. Uz njih nalazi se i pribor kojeg se ne može svrstati u neku od prethodno objašnjenih grupa, ali je neophodan za rad u laboratoriju. To su termometri, propipete, vage i uređaji za zagrijavanje.

## Termometri

U laboratoriju se najčešće koriste termometri s tekućinom. Sastavljeni su od duge staklene cjevčice unutar koje se nalazi kapilara koja je na dnu proširena u rezervoar napunjen živom, galijem ili alkoholom. Unutar cjevčice se nalazi skala u °C. Mjerenje temperature zasniva se na činjenici da se dva tijela u kontaktu dovode na istu ravnotežnu temperaturu pa je temperatura koju pokazuje termometar ujedno i temperatura tijela s kojim je on u kontaktu. S porastom temperature u ovakvim termometrima podiže se i razina tekućine u kapilari. Živinim termometrom mogu se izmjeriti temperature u rasponu od -20 do 350 °C, a alkoholnim termometrom obično u području od -10 do 160 °C.



**Slika 28.** Termometar.

## Uređaji za zagrijavanje

Zagrijavanje se u laboratoriju vrši pomoću grijalica, plamenika i sličnih aparata. Za dulje i ravnomjernije zagrijavanje pri stalnoj temperaturi upotrebljavaju se kupelji. Izbor kupelji ovisi o potrebnoj temperaturi zagrijavanja. Do temperature vrenja vode koristi se vodena kupelj, za temperature do 350 °C koriste se različite uljne kupelji, a za još više temperature koristi se pješčana kupelj (posuda napunjene kvarcnim pijeskom). Za postizanje vrlo visokih temperatura koriste se električne mufolne peći.

## Plinski plamenici

U laboratoriju se najčešće koristi Bunsenov tip plamenika. Svi plinski plamenici imaju iste osnovne dijelove: postolje, dimnjak, otvor za dovod plina, otvor za dovod zraka i mlaznicu. Međusobno se razlikuju po konstrukciji dimnjaka i otvoru za dovod zraka. Na postolju se nalazi otvor s dovodom plina i ventilom koji je zadužen za regulaciju protoka plina. Na postolju se nastavlja dimnjak s otvorom za zrak. Kod Bunsenovog plamenika dovod zraka regulira se prstenom s dva otvora. Mlaznica određuje koliko će plina istjecati i miješati se sa zrakom dajući gorivu smjesu.



**Slika 29.** Bunsenov plamenik.

Vrsta i temperatura plamena ovise o količini zraka koji se miješa s plinom. Kada je dovod zraka zatvoren plin gori čađavim ili svjetlećim plamenom intenzivno žuto-narančaste boje koji razvija temperaturu do 900 °C. Postepenim otvaranjem dovoda zraka plamen dobiva plavičastu boju, a s potpuno otvorenim

dotokom zraka prelazi u plavi šušteći plamen koji razvija temperaturu i do 1600 °C. „Uskočeni“ plamen može nastati kada je dovod zraka u plameniku vrlo velik. Tada plamen gori unutar dimnjaka na samoj mlaznici što se primijeti po zelenoj boji plamena. Uskakanje plamena je opasno jer dovodi do zagrijavanja cijelog plamenika i mekšanja gumene cijevi za dotok plina koja tada postaje propusna za plin. Plamenik u kojeg je uskočio plamen treba odmah ugasiti i pustiti ga da se ohladi, a prije ponovnog paljenja pripaziti i smanjiti dovod zraka. Iz tog se razloga plamenik uvijek pali uz zatvorene dovode zraka, a veličina i temperatura plamena reguliraju se nakon paljenja.

#### Laboratorijske vage

Laboratorijske vage služe za vaganje tvari u laboratoriju. Postoje tehničke i analitičke vage. Tehnička vaga (Slika 30) se koristi za vaganje veće količine uzorka i kada je potrebna manja točnost mjerenja. Njezina točnost najčešće iznosi 0,01 g. Analitička vaga (Slika 31) je osjetljiv i skup instrument za precizno određivanje mase tvari. Ovisno o baždarenju može mjeriti s točnošću i do 0,0001 g (0,1 mg). Zatvorena je u staklenom ormariću koji ima mogućnost otvaranja sprijeda i s bočnih strana i štiti vagu od prašine i zračnih strujanja. Vagu ne smije biti izložena promjeni temperature, djelovanju korozivnih plinova, propuhu te vibracijama. Zato ju je najbolje postaviti u posebnu prostoriju za vaganje (vagaonu) na posebno izrađenom postolju u obliku kade ispunjene pijeskom na koju se stavlja mramorna ploča.



**Slika 30.** Tehnička vaga.



**Slika 31.** Analitička vaga.

## KEMIJSKA ANALIZA

Analitička kemija uključuje postupke odjeljivanja, dokazivanja i određivanja pojedinih sastojaka (*analita*) u uzorku. *Kvalitativnom* kemijskom analizom dokazuje se prisutnost jednog ili više sastojaka u uzorku, dok se *kvantitativnom* analizom dobivaju saznanja o količinama pojedinih sastojaka u uzorku. Kvalitativna i kvantitativna kemijska analiza su usko povezane jer se bez valjane kvalitativne analize ne može provesti ni kvantitativna analiza.

Primjena kemijske analize u poljoprivredi je velika. Tako, primjerice, poljoprivrednici rade planove gnojenja i navodnjavanja tla kako bi udovoljili potrebama biljaka tijekom vegetacije. Te se potrebe procjenjuju na temelju kvantitativne analize biljaka i tla na kojemu one rastu. Također, kemijskom analizom ocjenjuje se hranidbena i mikrobiološka kakvoća gotovih krmnih smjesa koje se koriste u hranidbi životinja zbog značajnog utjecaja na rast, prirast i zdravlje životinje tijekom uzgoja. Mnoge od metoda za analizu uzoraka koje se danas koriste temelje se na osnovama analitike koje su otkrivane prije sto i više godina. Principi mnogih analitičkih procedura temelje se na spomenutim osnovama, a unapređenja u analitičkoj kemiji uglavnom su posljedica modernije automatizirane opreme koja omogućuje da se analize izvrše u mnogo kraćem vremenskom periodu i s većom preciznošću.

### KVALITATIVNA KEMIJSKA ANALIZA

Osnovne metode kvalitativne kemijske analize temelje se na dokazivanju pojedinih elemenata ili tvari pomoću kemijskih reakcija. Ispitivanu tvar dokazujemo pomoću reagensa koji reagira poznatom kemijskom reakcijom. Praćenjem promjena koje nastaju tijekom kemijske reakcije, primjerice pojava taloga karakterističnih fizikalno-kemijskih svojstava (boja, izgled i veličina čestica, reakcije); pojava karakterističnih mirisa, pojava mjehurića i promjene boje otopine, dokazuje se prisutnost pojedinog elementa ili tvari. Ako se tijekom izvođenja analize ne opaze navedene promjene, kažemo da nema reakcije, odnosno da tvar nismo dokazali. Metode kvalitativne analize koje ovise o količini uzorka i reagensa dijele se na:

- Makro metoda: masa uzorka iznosi 0,5 – 1 g, odnosno 20 mL otopine (reakcije se izvode u posudama većeg volumena (npr. u Erlenmeyerovoj tikvici).
- Semimikro metoda: masa uzorka iznosi 0,01 – 0,1 g, odnosno 1 mL otopine (reakcije se izvode u epruvetama).
- Mikro metoda: masa uzorka iznosi 0,001 – 0,01 g, odnosno 0,1 mL otopine (reakcije se izvode u jažicama i na satnim stakalcima).
- Ultramikro metoda: masa uzorka do 0,001, odnosno 0,01 mL otopine (reakcije se prate mikroskopom).
- Kvalitativna ispitivanja izvode se na krutom uzorku (reakcije „suhim putem“) i u otopini (reakcije „mokrim“ putem). Ovisno o prirodi analita, kvalitativna analiza se dijeli na dvije osnovne metode:
  - analiza anorganskih spojeva
  - analiza organskih spojeva

Program ovih laboratorijskih vježbi sadrži samo analizu anorganskih spojeva koja se temelji na reakcijama u otopini. Anorganski spojevi u vodenim otopinama disociraju na ione te se analiza svodi na dokazivanje *pozitivno* nabijenih iona (kationa) i *negativno* nabijenih iona (*aniona*) te analizu soli. *Specifičnim ili karakterističnim kemijskim reakcijama* dokazujemo pojedine katione i anione. *Reagensi* su tvari kojima dokazujemo pojedine ione. *Skupnim* reagensima dokazujemo grupu iona koji s tim reagensom reagiraju poznatom kemijskom reakcijom, dok *specifičnim* reagensom dokazujemo samo pojedini ion.

Dokazivanje kationa i aniona odvija se posebno jer anioni smetaju dokazivanju kationa i suprotno. Katione i anione određujemo tzv. *sustavom grupa*. Svaka grupa primjenjuje reagens (tzv. „*grupni reagens*“) koji stupa u reakciju s određenim brojem elemenata, pri čemu obično nastaju slabo topljivi talozi. Na taj se način jedna grupa elemenata odjeljuje od ostalih. Primjenom grupnih reagensa

određenim redosljedom, elementi se odjeljuju u veće ili manje grupe. Talog većih grupa obrađuje se zatim prikladnim reagensom, koji omogućuje podjelu grupe u podgrupe s manjim brojem elemenata. Konačno, prisutnost svakog pojedinog elementa dokazuje se karakterističnom reakcijom.

## Reakcije i dokazivanje kationa

Kationi su podijeljeni u 5 analitičkih grupa (Tablica 1). Svaku analitičku grupu određuje *zajednički taložni reagens* koji s kationima te grupe stvara teško topivu sol. Potom se unutar skupine svaki kation za sebe odjeli i dokaže specifičnim reakcijama.

**Tablica 1.** Podjela kationa u pet analitičkih grupa.

Analitička grupa	Grupni reagens	Kationi	Talozi
I.	HCl	$\text{Ag}^+$ , $\text{Hg}_2^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$	$\text{AgCl}$ , $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , $\text{PbCl}_2$
II.	$\text{H}_2\text{S}$	$\text{Hg}^{2+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ , $\text{As}^{3+}$ , $\text{As}^{5+}$ , $\text{Sb}^{3+}$ , $\text{Sb}^{5+}$ , $\text{Sn}^{2+}$ , $\text{Sn}^{4+}$	$\text{HgS}$ , $\text{Bi}_2\text{S}_3$ , $\text{CuS}$ , $\text{CdS}$ , $\text{As}_2\text{S}_3$ , $\text{As}_2\text{S}_5$ , $\text{Sb}_2\text{S}_3$ , $\text{Sb}_2\text{S}_5$ , $\text{SnS}$ , $\text{SnS}_2$
III.	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$	$\text{Co}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Cr}^{3+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Fe}^{2+}$ , $\text{Mn}^{2+}$ , $\text{Zn}^{2+}$	$\text{CoS}$ , $\text{NiS}$ , $\text{Al}(\text{OH})_3$ , $\text{Cr}(\text{OH})_3$ , $\text{Fe}_2\text{S}_3$ , $\text{FeS}$ , $\text{MnS}$ , $\text{ZnS}$
IV.	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	$\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Sr}^{2+}$ , $\text{Ba}^{2+}$	$\text{CaCO}_3$ , $\text{SrCO}_3$ , $\text{BaCO}_3$
V.	-	$\text{Mg}^{2+}$ , $\text{Li}^+$ , $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{NH}_4^+$	-

Upute za rad

Reakcije se izvode u epruveti, a reagensi se dodaju u kapima pomoću kapalice. Reagensi se dodaju u epruvetu redosljedom kao u navedenim kemijskim jednadžbama. Svaka vježba započinje tzv. *pokaznim reakcijama*, odnosno reakcijama kojima se mogu dokazati pojedini ioni u otopini. Nakon pokaznih reakcija, svaki student će dobiti uzorak nepoznatog sastava te će na temelju uputa za odjeljivanje i dokazivanje iona u smjesi dokazati prisutnost iona specifičnim reakcijama.

Posebne napomene

- Obavezno nositi zaštitne naočale, rukavice i kutu.
- Reakcije s otrovnim i nagrizajućim parama (jake kiseline, otopina amonijaka i sl.), kao i reakcije u kojima se razvijaju pare ili plinovi izvode se u digestoru.
- Prilikom mućkanja tvari u epruvetama otvor epruvete treba okrenuti od sebe i od ostalih sudionika u radu.
- Pri dodavanju kapi kapalicom u epruvetu, vrh kapalice ne smije dodirivati stijenke epruvete (Slika 1).
- Neke reakcije će zbog izrazite toksičnosti reagensa biti samo demonstrativne i izvodit će ih samo asistent.



**Slika 32.** Pravilno dodavanje kapi kapalicom u epruvetu.



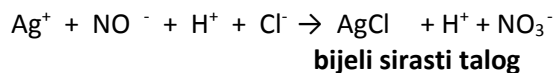
## KATIONI I. ANALITIČKE SKUPINE

Ioni  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$  i  $\text{Pb}^{2+}$  pripadaju I. analitičkoj grupi kationa. Sva tri iona stvaraju taloge s grupnim reagensom, klorovodičnom kiselinom, HCl, pri čemu stvaraju u vodi teško topive kloride: AgCl,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  i  $\text{PbCl}_2$ .

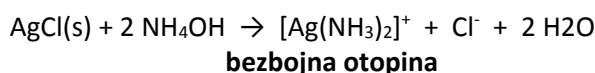
Reakcije srebrova(I) kationa,  $\text{Ag}^+$

*Ag<sup>+</sup> je bezbojan*

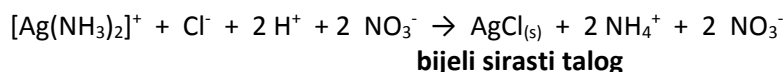
1. Klorovodična kiselina, HCl, taloži bijeli sirasti talog  $\text{AgCl}_{(s)}$



Srebrov(I) klorid,  $\text{AgCl}_{(s)}$ , otapa se u amonijevu hidroksidu,  $\text{NH}_4\text{OH}$ :

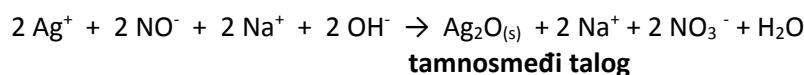


Ako se nastala otopina diaminosrebrovog(I) klorida,  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ , zakiseli dušičnom kiselinom,  $\text{HNO}_3$ , ponovo nastaje bijeli sirasti talog  $\text{AgCl}_{(s)}$ .



Navedene reakcije zajedno čine *specifičnu reakciju* za dokazivanje srebrova(I) kationa.

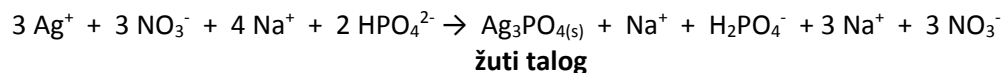
2. Jake baze (NaOH, KOH) talože tamnosmeđi srebrov(I) oksid,  $\text{Ag}_2\text{O}_{(s)}$ :



Tamnosomeđi talog  $\text{Ag}_2\text{O}_{(s)}$  lako se otapa u  $\text{HNO}_3$  i u  $\text{NH}_4\text{OH}$ , ali se ne otapa u višku NaOH.



3. Natrijev hidrogenfosfat,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  taloži iz neutralnih otopina žuti srebrov(I) fosfat,  $\text{Ag}_3\text{PO}_{4(s)}$ :

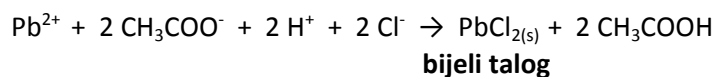


$\text{Ag}_3\text{PO}_{4(s)}$  otapa se u  $\text{HNO}_3$  i u  $\text{NH}_4\text{OH}$ .

Reakcije olovova(II) kationa,  $\text{Pb}^{2+}$

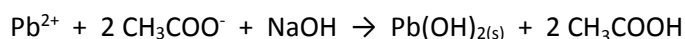
*Pb<sup>2+</sup> je bezbojan*

1. Klorovodična kiselina, HCl, taloži bijeli olovov(II) klorid,  $\text{PbCl}_{2(s)}$ :



$\text{PbCl}_2$  slabo je topljiv u hladnoj, ali se lako otapa u kipućoj vodi.

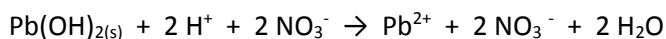
2. Postepenim dodavanjem jake baze (NaOH, KOH), kao i NH<sub>4</sub>OH, u ispitivanu otopinu taloži se bijeli voluminozni talog olovova(II) hidroksida, Pb(OH)<sub>2(s)</sub>.



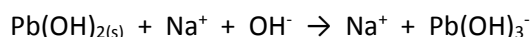
**bijeli voluminozni talog**

Dobiveni talog podijelite u dvije epruvete. Jedan dio otapajte u kiselinama (npr: HNO<sub>3</sub>), a drugi dio u jakim bazama (NaOH ili KOH). Talog Pb(OH)<sub>2</sub> je *amfoternog* karaktera te se otapa u kiselinama i u bazama.

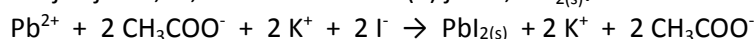
Otapanjem u kiselinama daje odgovarajuće otopine soli:



Otapanjem u jakim bazama nastaje plumbat(II) ion, Pb(OH)<sub>3</sub><sup>-</sup>:



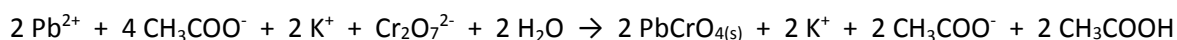
3. Kalijev jodid, KI, taloži žuti olovov(II) jodid, PbI<sub>2(s)</sub>:



**žuti talog**

PbI<sub>2</sub> se otapa u toploj vodi. Iz vruće otopine se prilikom hlađenja stvaraju zlatno-žuti igličasti kristali olovova(II) jodida.

4. Kalijev dikromat, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, taloži žuti olovov(II) kromat, PbCrO<sub>4(s)</sub>:



**žuti talog**

PbCrO<sub>4</sub> se otapa u HNO<sub>3</sub> i u jakim bazama (NaOH, KOH). Ovo je *specifična reakcija* za dokazivanje olovova(II) iona.

#### Dokazivanje kationa I. analitičke skupine u smjesi

U ispitivanu otopinu dodaje se skupni reagens za I. grupu kationa, razrijeđena otopina klorovodične kiseline, HCl. Nastali talog odijeli se od otopine filtriranjem. Pošto se kationi I. analitičke skupine talože u obliku klorida klorovodičnom kiselinom, pretpostavljamo da je u talogu smjesa dvaju klorida (AgCl i PbCl<sub>2</sub>) ili samo jedan klorid. Dobiveni filtrat je nepotreban i baci se. Kako bi odvojili AgCl od PbCl<sub>2</sub>, bijeli talog na filtrirnom papiru otapamo u kipućoj vodi.

U filtrat prelaze otopljeni ioni Pb<sup>2+</sup> koje dokazujemo s K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. Stvaranje žutog taloga PbCrO<sub>4</sub> dokaz je prisutnosti Pb<sup>2+</sup> iona.

Preostali talog na filtrirnom papiru (ako ga ima), koji se nije otopio u kipućoj vodi, otapamo u NH<sub>4</sub>OH: u filtrat prelaze ioni [Ag(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>+</sup>. Filtrat zakiselimo razrijeđenom HNO<sub>3</sub> sve dok plavi *lakmus papir* ne pocrveni, odnosno do kisele reakcije. U kiseloj otopini se izlučuje bijeli talog AgCl, što je dokaz za Ag<sup>+</sup> ione.

## KATIONI II. ANALITIČKE SKUPINE

Kationi druge analitičke skupine dijele se na dvije podskupine:

a) *sulfobaze*:  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ . Sa skupnim reagensom sumporovodikom,  $\text{H}_2\text{S}$ , daju teško topive sulfide. Nastali sulfidi ne otapaju se u amonijevu polisulfidu,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_n$  jer su po svom kemijskom karakteru baze;

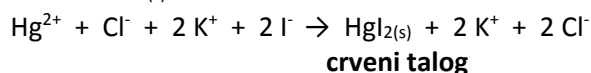
b) *sulfokiseline*:  $\text{As}^{3+}$ ;  $\text{As}^{5+}$ ;  $\text{Sb}^{3+}$ ;  $\text{Sb}^{5+}$ ;  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{4+}$ . Navedeni kationi stvaraju taloge sulfida koji se otapaju u amonijevu polisulfidu,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_n$  jer su po svom kemijskom karakteru kiseline.

Slijedi opis nekolicine važnijih reakcija odabranih kationa II. analitičke skupine:

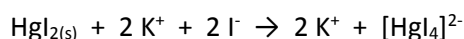
### Reakcije živina(II) kationa, $\text{Hg}^{2+}$

*$\text{Hg}^{2+}$  je bezbojan*

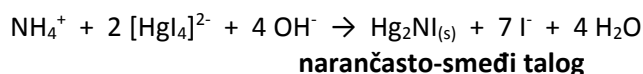
1. Postepenim dodavanjem kalijeva jodida, KI, u ispitivanu otopinu stvara se crveni talog živina jodida,  $\text{HgI}_{2(s)}$ :



Nastavimo li dodavati KI i nakon stvaranja taloga, odnosno dodavanjem KI u suvišku, talog se otapa pri čemu nastaje otopina koja sadrži kompleksnu sol kalijev tetrajodomerkurat(II),  $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ :



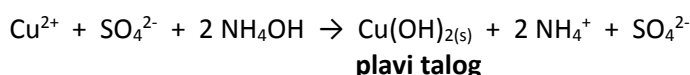
Ako se nastaloj otopini doda jaka baza (NaOH), dobije se *Nesslerov reagens* koji služi za dokazivanje amonijaka,  $\text{NH}_3$ , i amonijevih iona,  $\text{NH}_4^+$ . *Nesslerov reagens* stvara narančasto-smeđi talog Millonove baze,  $\text{Hg}_2\text{NI}_{(s)}$ :



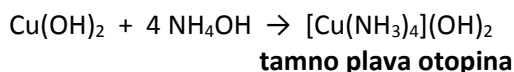
### Reakcije bakrova(II) kationa, $\text{Cu}^{2+}$

*$\text{Cu}^{2+}$  je plave boje*

1. Amonijev hidroksid,  $\text{NH}_4\text{OH}$ , s ionima  $\text{Cu}^{2+}$  taloži plavi bakrov(II) hidroksid,  $\text{Cu}(\text{OH})_{2(s)}$ :

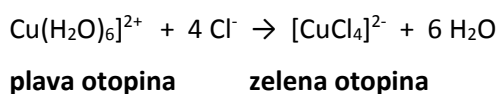


Nastavimo li dodavati  $\text{NH}_4\text{OH}$  u suvišku, plavi talog se otopi te nastaje otopina koja sadrži tamno plavi kompleksni kation  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ :



Ovo je *specifična reakcija* za dokazivanje bakrova(II) iona.

2. Bakrov(II) ion ( $\text{Cu}^{2+}$ ) u otopini je prisutan u obliku svijetlo plavog heksaakvabakrova(II) iona  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ . Dodatkom čvrstog natrijeva klorida, NaCl, otopini  $\text{Cu}^{2+}$  iona nastaje zeleni kompleksni anion tetraklorokuprat(II) ion,  $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ :



### KATIONI III. ANALITIČKE SKUPINE

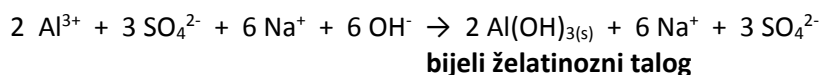
Skupni reagens za ovu skupinu je amonijev sulfid,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ . Kationi ove skupine stvaraju sa skupnim reagensom dvije vrste sulfida. Prvu skupinu čine sulfidi koji su topljivi u jakim anorganskim kiselinama, ali nisu topljivi u vodi. Drugu skupinu čine sulfidi koji se potpuno hidroliziraju te se talože u obliku u vodi netopljivih hidroksoida.

Prikazat ćemo najznačajnije reakcije za dokazivanje kationa:  $\text{Al}^{3+}$ ;  $\text{Fe}^{3+}$  i  $\text{Zn}^{2+}$

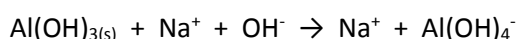
#### Reakcije iona $\text{Al}^{3+}$

*$\text{Al}^{3+}$  je bezbojan*

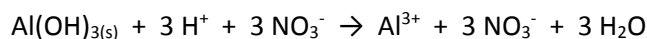
1. Alkalni hidroksidi ( $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ), kao i amonijev hidroksid,  $\text{NH}_4\text{OH}$  talože bijeli želatinozni talog aluminijske hidroksida,  $\text{Al}(\text{OH})_{3(s)}$ :



Aluminijski hidroksid je *amfoterni spoj*. To ćemo dokazati tako što ćemo dio taloga otapati u natrijevu hidroksidu. Aluminijski hidroksid se prema jakim bazama ponaša kao slaba kiselina te će otapanjem u natrijevu hidroksidu nastati aluminat ion,  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$



Dio taloga ćemo otapati u jakoj kiselini, pri čemu nastaju aluminijske soli:



2. Natrijev hidrogenfosfat,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , taloži bijeli želatinozni aluminijski fosfat,  $\text{AlPO}_4(s)$ :

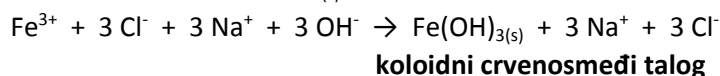


Talog  $\text{AlPO}_4(s)$  otapa se u jakim kiselinama, dok se u slabim kiselinama ne otapa.

#### Reakcije iona $\text{Fe}^{3+}$

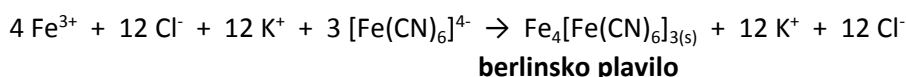
*$\text{Fe}^{3+}$  je žut*

1. Jake baze ( $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ) i amonijev hidroksid,  $\text{NH}_4\text{OH}$ , talože koloidni crvenosmeđi talog željezova(III) hidroksida,  $\text{Fe}(\text{OH})_{3(s)}$ :



Talog  $\text{Fe}(\text{OH})_{3(s)}$  lako se otapa u kiselinama, ali se ne otapa u višku jake baze.

2. Željezov(III) ion,  $\text{Fe}^{3+}$ , s kalijevim heksacijanoferatom,  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , stvara talog intenzivno plave boje (tzv. *berlinsko plavilo*), odnosno kompleksni spoj željezov(III) heksacijanoferat(II),  $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_{3(s)}$ :

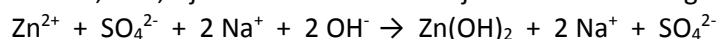


Ovo je *specifična reakcija* za dokazivanje željezova(III) iona. Tom se reakcijom može dokazati 0,1  $\mu\text{g}$  željeza u jednoj kapi, primjerice uzorka vode.

## Reakcije iona $Zn^{2+}$

$Zn^{2+}$  je bezbojan

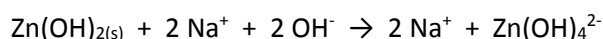
1. Cinkov ion,  $Zn^{2+}$ , s jakim bazama stvara bijeli želatinozni talog cinkovog hidroksida,  $Zn(OH)_{2(s)}$ :



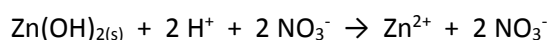
**bijeli želatinozni talog**

Cinkov hidroksid,  $Zn(OH)_{2(s)}$ , je *amfoterni spoj*, što znači da se otapa i u jakim kiselinama i u jakim bazama. Ako dodamo natrijev hidroksid u suvišku, dakle nakon taloženja cinkovog hidroksida,  $Zn(OH)_{2(s)}$ , talog će se otopiti i nastat će cinkat ion,  $Zn(OH)_4^{2-}$ .

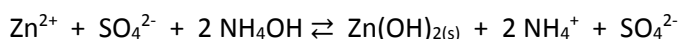
Kako bi dokazali amfoterna svojstva cinkova hidroksida, dobiveni bijeli talog podijelite u dvije epruvete. U prvu epruvetu dodajte natrijev hidroksid. Talog se otapa i nastaje cinkat ion,  $Zn(OH)_4^{2-}$ :



U drugoj epruveti talogu dodajte jaku kiselinu,  $HNO_3$ . Cinkov hidroksid se lako otapa i u jakim kiselinama:



2. Amonijev hidroksid,  $NH_4OH$ , s cinkovim ionom stvara bijeli želatinozni talog cinkovog hidroksida,  $Zn(OH)_{2(s)}$ :



**bijeli želatinozni talog**

$Zn(OH)_{2(s)}$  otapa se u amonijevim solima (u reakciji nastaje i amonijev sulfat,  $(NH_4)_2SO_4$ ), stoga ovo taloženje nije potpuno i reakcija je povratna.

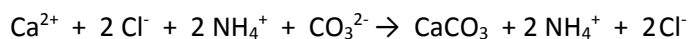
## KATIONI IV. ANALITIČKE SKUPINE

Četvrtoj analitičkoj skupni pripadaju ioni  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  i  $\text{Ba}^{2+}$  koji se talože s amonijevim karbonatom,  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , stvarajući karbonate:  $\text{CaCO}_{3(s)}$ ,  $\text{SrCO}_{3(s)}$  i  $\text{BaCO}_{3(s)}$ .

### Reakcije iona $\text{Ca}^{2+}$

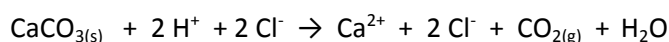
*$\text{Ca}^{2+}$  je bezbojan*

1. Amonijev karbonat,  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , s ionima  $\text{Ca}^{2+}$  taloži bijeli kalcijev karbonat,  $\text{CaCO}_{3(s)}$ .



**bijeli talog**

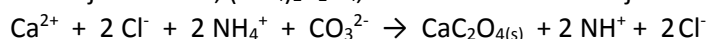
Bijeli talog  $\text{CaCO}_{3(s)}$  otapa se u razrijeđenim mineralnim kiselinama ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ) te razrijeđenoj octenoj kiselini,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , pri čemu dolazi do pjenušanja uslijed izdvajanja plina ugljikova(IV) oksida,  $\text{CO}_2$ :



**izdvajanje mjehurića**

$\text{CaCO}_{3(s)}$  se djelomično otapa i u višku amonijevih soli.

2. Amonijev oksalat,  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ , s ionima  $\text{Ca}^{2+}$  taloži bijeli kalcijev oksalat,  $\text{CaC}_2\text{O}_{4(s)}$ :



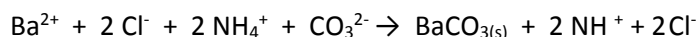
**bijeli talog**

Ovo je *specifična reakcija* za dokazivanje iona  $\text{Ca}^{2+}$ . Kalcijev oksalat,  $\text{CaC}_2\text{O}_{4(s)}$ , otapa se u mineralnim kiselinama ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ), ali se za razliku od  $\text{CaCO}_3$ , ne otapa u octenoj kiselini,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .

### Reakcije iona $\text{Ba}^{2+}$

*$\text{Ba}^{2+}$  je bezbojan*

1. Amonijev karbonat,  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , s ionima  $\text{Ba}^{2+}$  taloži bijeli barijev karbonat,  $\text{BaCO}_{3(s)}$ .



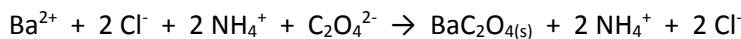
**bijeli talog**

Ako se u epruvetu s talogom doda razrijeđena kiselina ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ), talog se otapa uz pjenušanje zbog stvaranja plina  $\text{CO}_2$ :



**izdvajanje mjehurića**

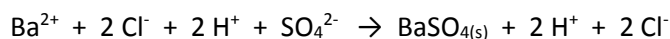
2. Amonijev oksalat,  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ , s ionima  $\text{Ba}^{2+}$  taloži bijeli barijev oksalat,  $\text{BaC}_2\text{O}_{4(s)}$ :



**bijeli talog**

Barijev oksalat,  $\text{BaC}_2\text{O}_{4(s)}$ , lako se otapa u mineralnim kiselinama ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ). Za razliku od kalcijeva oksalata, barijev oksalat se otapa i u octenoj kiselini.

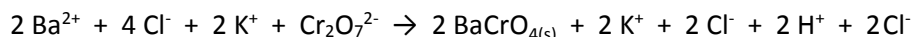
3. Sumporna kiselina,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , taloži bijeli talog barijeva sulfata,  $\text{BaSO}_{4(s)}$ :



**bijeli talog**

$\text{BaSO}_{4(s)}$  se ne otapa u razrijeđenim kiselinama. Ovo je *specifična reakcija* za dokazivanje iona  $\text{Ba}^{2+}$ .

4. Kalijev dikromat,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , s barijevim ionom,  $\text{Ba}^{2+}$ , stvara žuti talog barijeva kromata,  $\text{BaCrO}_{4(s)}$ .



**žuti talog**

Barijev kromat,  $\text{BaCrO}_{4(s)}$  otapa se u mineralnim kiselinama ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ), ali ne otapa se u octenoj kiselini,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .

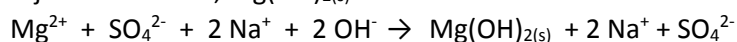
#### KATIONI V. ANALITIČKE SKUPINE

Kationi V. analitičke skupine su:  $\text{Mg}^{2+}$ ;  $\text{Li}^+$ ;  $\text{K}^+$ ;  $\text{Na}^+$  i  $\text{NH}_4^+$ . Nemaju zajedničkog reagensa, već se dokazuju pojedinačnim reakcijama.

#### Reakcije iona $\text{Mg}^{2+}$

*$\text{Mg}^{2+}$  je bezbojan*

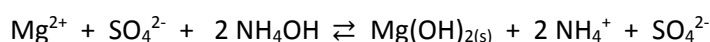
1. Magnezijev ion,  $\text{Mg}^{2+}$ , s alkalnim hidroksidima ( $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ) taloži bijeli želatinozni talog magnezijeva hidroksida,  $\text{Mg}(\text{OH})_{2(s)}$ :



**bijeli želatinozni talog**

$\text{Mg}(\text{OH})_{2(s)}$  se lako otapa u kiselinama.

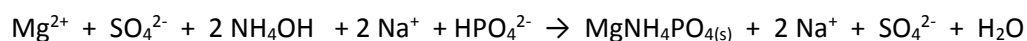
2. Amonijev hidroksid,  $\text{NH}_4\text{OH}$ , s magnezijevim ionom taloži bijeli želatinozni talog magnezijeva hidroksida,  $\text{Mg}(\text{OH})_{2(s)}$ :



**bijeli želatinozni talog**

Magnezijev hidroksid se otapa u amonijevim solima, i zato njegovo taloženje nije potpuno jer reakcijom uz  $\text{Mg}(\text{OH})_{2(s)}$  nastaje i amonijev sulfat. Stoga je ova reakcija povratna.

3. U otopinu magnezijeve soli dodaje se nekoliko kapi  $\text{NH}_4\text{OH}$  dok se otopina ne zamuti od nastalog  $\text{Mg}(\text{OH})_{2(s)}$ . Zatim se doda nekoliko kapi  $\text{NH}_4\text{Cl}$  od čega se otopina izbistri jer se  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  otapa u  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Nakon toga se doda natrijev hidrogenfosfat,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4(s)$  koji u prisustvu  $\text{NH}_4\text{OH}$  i  $\text{NH}_4\text{Cl}$  s  $\text{Mg}^{2+}$  taloži bijeli amonijev magnezijev fosfat,  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4(s)$ :



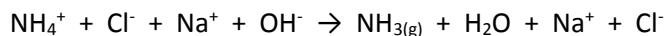
**bijeli talog**

Ovo je *specifična reakcija* za dokazivanje  $\text{Mg}^{2+}$  iona.

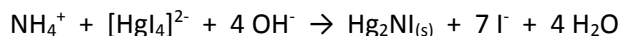
## Reakcije iona $\text{NH}_4^+$

$\text{NH}^+$  je bezbojan

1. Ako se u uzorak u kojemu se nalaze amonijevi ioni doda otopina alkalnih hidroksida (KOH, NaOH), kao i druge jake baze, izdvaja se amonijak. Reakcija se odvija pri sobnoj temperaturi, ali ubrzava se zagrijavanjem. Izdvojeni amonijak prepoznaje se po karakterističnom mirisu. Također, ako se vlažni crveni lakmus papir prinese iznad epruvete, on će u prisutnosti amonijaka poplaviti.



2. Kalijev tetrajodomerkurat(II),  $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$  u prisustvu alkalnog hidroksida (*Nesslerov reagens*) daje narančasti talog jodida Millonove baze,  $\text{Hg}_2\text{NI}_{(s)}$ :



**narančasti talog**

Ovo je *specifična reakcija* za dokazivanje amonijeva iona. Reakcija je vrlo osjetljiva te se amonijevi ioni mogu dokazati u tragovima (npr. bunarska voda) pri čemu se otopina oboji u žuto.

## Bojenje plamena

Soli se unose u plamen čistom izarenom platinskom žicom. *Soli litija* boje plamen žarko crvenom bojom. *Soli natrija* boje plamen žutom bojom. *Soli kalija* boje plamen ljubičastom bojom. Boja se dobro vidi kroz kobaltno staklo koje ne propušta žuto natrijevo svjetlo. *Soli kalcija* boje plamen ciglasto crvenom bojom. *Soli barija* boje plamen zelenom bojom.

Pitanja i zadatci:

1. Koji je skupni reagens za katione prve analitičke skupine i koje taloge daje u reakciji s njima?
2. Napišite specifičnu reakciju za dokazivanje srebrovog(I) iona.
3. Kako se po topljivosti u vrućoj vodi razlikuje  $\text{AgCl}$  od  $\text{PbCl}_2$ ?
4. Na koji način dokazujemo amfoternost  $\text{Pb}(\text{OH})_2$ ?
5. Kako se priređuje i za što se koristi Nesslerov reagens?
6. Zašto otopina modre galice pozeleni kada u nju dodamo kuhinjsku sol?
7. Napiši formulu „berlinskog plavila“.
8. Istražite što su glavni onečišćivači bunarske vode amonijevim ionima. Napišite jednadžbu kemijske reakcije kojom možemo dokazati amonijeve ione u bunarskoj vodi.
9. Koji je zajednički reagens za katione pete analitičke skupine?
10. Napišite specifičnu reakciju za dokazivanje kalcijevog iona.



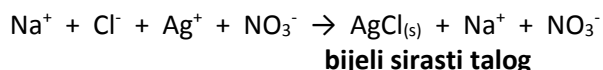
## Reakcije i dokazivanje aniona

U literaturi su predložene razne klasifikacije aniona u grupe na temelju taložnih reakcija s određenim kationima. U okvirima ovih laboratorijskih vježbi odabrano je pet aniona koji će se dokazivati specifičnim reakcijama.

### Reakcije kloridnog iona, Cl<sup>-</sup>

Cl<sup>-</sup> je bezbojan

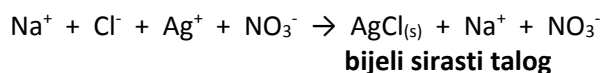
1. Srebrov(I) nitrat, AgNO<sub>3</sub>, s kloridnim ionima Cl<sup>-</sup>, taloži bijeli sirasti talog srebrova(I) klorida, AgCl(s):



Nastali talog AgCl(s) otapa se u amonijevu hidroksidu, NH<sub>4</sub>OH:



U epruvetu s nastalom otopinom doda se plavi lakmus papir te se otopina zakiseli dušičnom kiselinom, HNO<sub>3</sub> (dok lakmus papir ne pocrveni). U kiseloj sredini ponovno se taloži bijeli talog srebrova(I) klorida, AgCl(s), što je dokaz za Cl<sup>-</sup> ione:

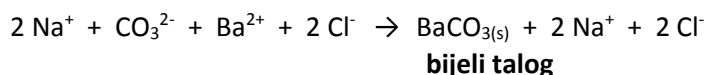


Navedene reakcije zajedno čine *specifičnu reakciju za dokazivanje* kloridnog iona, Cl<sup>-</sup>.

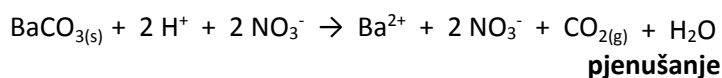
### Reakcije karbonatnog iona, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>

CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> je bezbojan

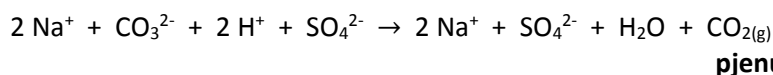
1. Barijev klorid, BaCl<sub>2</sub>, s karbonatnim ionima taloži bijeli barijev karbonat, BaCO<sub>3(s)</sub>:



Bijeli talog barijeva karbonata, BaCO<sub>3(s)</sub> otapa se u kiselinama uz pojavu pjenušanja uslijed izdvajanja plina CO<sub>2(g)</sub>:



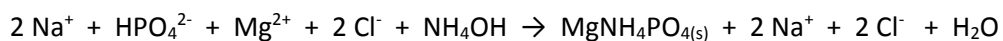
2. Ako se razrijeđena sumporna kiselina, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, doda u uzorak s karbonatnim ionima nastaje pjenušanje uslijed izdvajanja plina CO<sub>2(g)</sub>:



### Reakcije fosfatnog iona, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>

PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> je bezbojan

1. Magnezijalna smjesa, (sadrži magnezijev klorid, MgCl<sub>2</sub>, amonijev hidroksid, NH<sub>4</sub>OH i amonijev klorid, NH<sub>4</sub>Cl) taloži fosfatne ione u obliku bijelog taloga magnezijeva amonijeva fosfata, MgNH<sub>4</sub>PO<sub>4(s)</sub>:



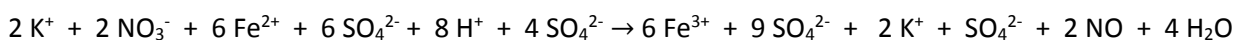
**bijeli talog**

Ovo je *specifična reakcija* za dokazivanje fosfatnog iona,  $\text{PO}_4^{3-}$ .

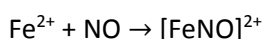
### Reakcije nitratnog iona, $\text{NO}_3^-$

$\text{NO}_3^-$  je bezbojan

1. *Specifični reagens* za dokazivanje nitratnih iona je željezov(II) sulfat,  $\text{FeSO}_4$ , u prisustvu koncentrirane sumporne kiseline,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Željezov(II) sulfat u prisustvu *konc.*  $\text{H}_2\text{SO}_4$  se oksidira nitratnim ionom u željezov(III) sulfat,  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ , pri čemu se  $\text{NO}_3^-$  reducira u dušikov(II) oksid, NO:



Nastali dušikov(II) oksid, NO, reagira s viškom  $\text{FeSO}_4$  dajući kompleksni kation nitrozoželjezov(II) ion,  $[\text{FeNO}]^{2+}$  smeđe boje koji u epruveti vidimo kao smeđi prsten:



**smeđi prsten**

*Upozorenje:* Reakcija je egzotermna. Tijekom reakcije epruveta se zagrijava i može doći do prskanja. Stoga je važno da se reakcija izvodi polako, bez mućkanja, u digestoru. Nakon obavljene reakcije, sadržaj epruvete izlijeva se polako u za to predviđeni spremnik.

*Način izvođenja reakcije:* U 1 do 2 mL ispitivane otopine doda se 1 do 2 mL zasićene otopine  $\text{FeSO}_4$ . Daljnji postupak izvodi se u digestoru kroz poluspušteno zaštitno staklo. Epruveta sa sadržajem se nagne pod kutom od  $45^\circ$  te se oprezno, kao po kap, dodaje *konc.*  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Kiselina se mora polagano slijevati niz stijenke epruvete, a dvije otopine se ne smiju pomiješati. Na dodirnoj površini dviju otopina stvara se smeđi prsten uslijed nastanka kompleksnog kationa  $[\text{FeNO}]^{2+}$ .

### Reakcije sulfatnog iona, $\text{SO}_4^{2-}$

$\text{SO}_4^{2-}$  je bezbojan

1. Barijev klorid,  $\text{BaCl}_2$ , taloži bijeli barijev sulfat,  $\text{BaSO}_4(\text{s})$ :



**bijeli talog**

Za razliku od barijeva karbonata, barijev sulfat,  $\text{BaSO}_4(\text{s})$  se ne otapa niti u vodi niti u razrijeđenim kiselinama. Ovo je *specifična reakcija* za dokazivanje sulfatnih iona,  $\text{SO}_4^{2-}$ .

## Dokazivanje aniona u smjesi

Otopinu za analizu podijeliti u pet epruveta te u svakoj pojedinačno dokazivati po jedan anion.

*Dokazivanje klorida,  $Cl^-$ :* Otopinu je potrebno prethodno zakiseliti (dodavati  $HNO_3$  dok plavi lakmus ne pocrveni). Kloridi se dalje dokazuju specifičnom reakcijom ( $AgNO_3$ ,  $NH_4OH$ ,  $HNO_3$ ). Dokaz za  $Cl^-$  ione je bijeli sirasti talog srebra klorida,  $AgCl_{(s)}$ .

*Dokazivanje karbonata,  $CO_3^{2-}$ :* U ispitivanu otopinu se doda razrijeđena sumporna kiselina,  $H_2SO_4$ . Izdvajanje mjehurića plina  $CO_{2(g)}$  dokaz je za  $CO_3^{2-}$ .

*Dokazivanje fosfata,  $PO_4^{3-}$ :* Fosfatni ioni dokazuju se specifičnom reakcijom (dodavanje  $Mg$  smjese). Dokaz za  $PO_4^{3-}$  je bijeli talog amonijeva magnezijeva fosfata,  $MgNH_4PO_{4(s)}$ .

*Dokazivanje nitrata,  $NO_3^-$ :* Nitratni ioni se dokazuju specifičnom reakcijom ( $FeSO_4$ , konc.  $H_2SO_4$ ). Dokaz za  $NO_3^-$  je smeđi prsten.

*Dokazivanje sulfata,  $SO_4^{2-}$ :* Otopinu je potrebno prethodno zakiseliti (dodavati  $HNO_3$  dok plavi lakmus ne pocrveni). Sulfati ioni dokazuju se specifičnom reakcijom ( $BaCl_2$ ). Bijeli talog barijeva sulfata,  $BaSO_{4(s)}$  dokaz je za  $SO_4^{2-}$ .

## Analiza anorganskih soli

Kationi i anioni se u uzorcima dokazuju odvojeno, ali to ne znači da su prilikom dokazivanja kationa u nekom uzorku prisutni samo kationi. Anorganske tvari (najvećim dijelom anorganske soli) ionski su spojevi građeni od kationa i aniona. Kvalitativna analiza anorganskih soli stoga se svodi na prevođenje uzorka u otopinu i dokazivanje prisutnosti i kationa i aniona u dobivenoj otopini.

Redoslijed kojim se uzorak pokušava otopiti je sljedeći:

1. destilirana voda (prvo hladna, a zatim vruća)
2. razrijeđene kiseline ( $HCl$ ,  $HNO_3$ )
3. koncentrirane kiseline ( $HCl$ ,  $HNO_3$ )
4. zlatotopka (smjesa konc.  $HCl$  i  $HNO_3$  u omjeru 1 : 3)

Ukoliko anorganska sol nije topljiva u navedenim otapalima, uzorak se najčešće tali s natrijevim ili kalijevim karbonatom, a ohlađena taljevina potom otapa u vodi.

Pitanja i zadatci:

1. Zašto prije dokazivanja klorid iona i sulfat iona uzorak moramo prethodno zakiseliti? Kako dokazujemo kiselost otopine?
2. Kojim reagensom i kako možemo razlikovati bijeli talog barijeva karbonata od bijelog taloga barijeva sulfata?
3. Što sadrži magnezijalna smjesa i što se njome dokazuje?
4. Napišite specifičnu reakciju za dokazivanje nitrat iona. Zašto se reakcija dokazivanja nitratnih iona
5. Zašto nastaje pjenušanje prilikom dodavanja razrijeđene otopine sumporne kiseline u otopinu u kojoj su prisutni karbonati? Napišite jednadžbu kemijske reakcije.
6. Smeđi prsten za dokaz nitratnih iona nastaje na granici dvaju otopina. Ako je gustoća sumporne kiseline  $1,83 \text{ g cm}^{-3}$ , a gustoća vodenih otopina uzorka i željezova(II) sulfata približno  $1 \text{ g cm}^{-3}$ , koja se otopina nalazi ispod, a koja iznad smeđeg prstena?

## KVANTITATIVNA KEMIJSKA ANALIZA

Kvantitativnom kemijskom analizom određuje se količina pojedinih sastojaka (*analita*), spojeva ili elemenata koji se nalaze u ispitivanom uzorku. Kvantitativna kemijska analiza obično slijedi nakon kvalitativne kemijske analize.

Metode kvantitativne kemijske analize klasificirane prema *vrsti* određivanja su:

1. *volumetrija* - mjeri se *volumen* reagensa poznate koncentracije koji je potreban za potpunu reakciju s ispitivanom tvari;
2. *gravimetrija* – temelji se na mjerenju *mase*. Kod *taložnih* metoda analit se kemijskom reakcijom prevodi u produkt poznatog sastava koji se zatim važe. Iz mase produkta odredi se masa analita. Metoda *ishlapljivanja* temelji se na masi koju uzorak izgubi za vrijeme zagrijavanja usljed ishlaplivanja.
3. *elektroanalitičke metode* - obuhvaćaju mjerenje vrijednosti kao što su snaga, napon, otpor i količina naboja (npr. *potenciometrija*).
4. *spektroskopske metode* - temelje se na mjerenju količine svjetlosti koje analit emitira ili apsorbira (npr. UV-Vis i infracrvena spektroskopija).

Prema *vrsti reakcije i svojstvima tvari kvantitativna kemijska analiza se dijeli na:*

1. *kemijske metode* - temelje se na kemijskim reakcijama (gravimetrija i volumetrija);
2. *fizikalne metode* - temelje se na mjerenju fizikalnih osobina ispitivane tvari (spektroskopija)
3. *fizikalno-kemijske metode* - temelje se na mjerenju fizikalno-kemijskih osobina ispitivanih tvari (npr. elektroanalitičke metode, kolorimetrija, spektrofotometrija, kromatografija).

Fizikalne i fizikalno-kemijske metode provode se primjenom instrumenta te se ujedno zovu i instrumentalne metode kemijske analize. Nekim metodama je moguće istovremeno vršiti i kvalitativnu i kvantitativnu analizu, primjerice kromatografskim metodama.

Prema *masi ispitivane tvari* kvantitativna kemijska analiza može biti:

1. *makroanaliza*: ako je masa uzorka veća od 100 mg
2. *semimikroanaliza*: ako je masa uzorka od 10 mg do 100 mg
3. *mikroanaliza*: ako je masa uzorka manja od 10 mg.

### Volumetrija

Volumetrija je metoda kvantitativne kemijske analize kojom se mjeri volumen otopine reagensa točno poznate koncentracije (*standardne otopine*) koji je utrošen za kvantitativnu reakciju s ispitivanom tvari. *Točka ekvivalencije* je točka u titraciji u kojoj je dodana količina standardnog reagensa *ekvivalentna* količini analita. Taj se trenutak ne može eksperimentalno odrediti već se mora procijeniti opažanjem promjene nekog fizikalnog svojstva koja se zbiva u tom trenutku (primjerice, promjena boje indikatora, promjena jakosti struje, napona struja, itd. Trenutak promjene fizikalnog svojstva u titraciji kod stanja ekvivalencije naziva se *završna točka*).

Kemijska reakcija koja se koristi u volumetriji mora zadovoljavati sljedeće uvjete:

- mora se odvijati točno stehiometrijski prema kemijskoj jednadžbi (bez niza reakcija)
- reaktanti moraju reagirati u potpunosti (ne smije biti povratna reakcija)
- mora biti brza
- razlika u volumenu standardne otopine između točke ekvivalencije i završne točke (*pogreška ekvivalencije*) mora biti što manja.

Količina ispitivane tvari računa se stehiometrijski iz izmjerene volumena standardne otopine, po čemu je metoda i dobila ime. Standardna otopina dodaje se iz *graduirane staklene cijevi (birete)* koja na donjoj strani ima pipac pomoću kojeg se može ispustiti točno određena količina tekućine. Postupak dodavanja standardne otopine iz birete naziva se *titracija*, odnosno kažemo da *titriramo* standardnom otopinom.

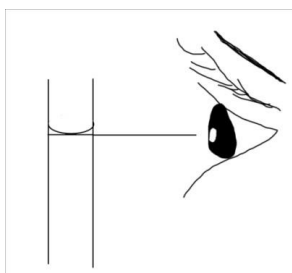
Prema vrsti kemijske reakcije razlikuju se sljedeće *metode volumetrijske analize*:

1. *Neutralizacijske titracije*: temelje se na reakcijama neutralizacije. Reakcije neutralizacije su reakcije prijenosa protona (*protolitičke reakcije*) između kiseline i baze, pri čemu nastaju sol i voda. Ako se određivanje neke baze vrši titracijom standardnom otopinom kiseline, radi se o *acidimetriji*. Određivanje neke kiseline standardnom otopinom neke baze naziva se *alkalimetrija*.
2. *Oksidacijsko-redukcijske titracije*: temelje se na reakcijama prijenosa elektrona (*redoks reakcije*). Kao standardne otopine oksidacijskih sredstava najčešće se koriste: kalijev permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ), jod ( $\text{I}_2$ ) i kalijev bromat ( $\text{KBrO}_3$ ). Za standardna redukcijska sredstva koriste se natrijev tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) i oksalna kiselina ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ).
3. *Taložne titracije*: količina ispitivane tvari određuje se na temelju volumena reagensa koji je utrošen za taloženje te tvari. Taložnim volumetrijskim metodama najčešće se određuju srebro i halogenidi.
4. *Kompleksometrijske titracije*: temelje se na svojstvu soli aminopolikarbonskih kiselina da s metalnim ionima stvaraju u vodi lako topljive, ali slabo disocirane kompleksne spojeve.

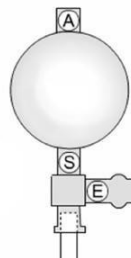
### Pipetiranje

Za titraciju su najprikladnije Erlenmeyerove tikvice širokog grla u kojima se otopina može i zagrijavati do vrenja, ako je potrebno. Oblik tikvice onemogućuje gubljenje otopine uslijed prskanja tijekom titracije. Točan volumen uzorka uzima se pomoću odmjerne pipete, a taj se postupak naziva pipetiranje. Usisavanje otopine može se provoditi ustima ili propipetom. Za manje volumene koriste se poluautomatske i automatske pipete. Ako se otopina usisava ustima, tekućina se povuče malo iznad oznake i otvor pipete zatvori vrškom kažiprsta. Laganim popuštanjem kažiprsta tekućina se ispusti do oznake. Oznaka mora biti tangenta na donji rub meniskusa tekućine. Položaj oka, kod svih volumetrijskih posuda, mora biti u visini meniskusa (Slika 33).

Pipeta se prazni tako da maknemo kažiprst i pustimo da tekućina slobodno isteče pazeći da otopina ne prska izvan posude. Za pipetiranje otrovnih, koncentriranih, nagrizajućih i lako hlapivih otopina ne smijemo pipetirati ustima, već se koristimo propipetom. Propipeta se sastoji od gumene loptice s tri ventila (Slika 34). Pomoću ventila **A** (*Air valve*) ispuše se loptica. Pipeta se uroni u otopinu i pomoću ventila **S** (*Suction valve*) usisava se otopina u pipetu. Ako se pipeta nije napunila, ponovo se stisne ventil **A** i isprazni loptica te nastavi usisavanje do otprilike 1 cm iznad oznake. Ventilom **E** (*Empty valve*) ispusti se otopina do oznake, odnosno ispusti sadržaj pipete u pripremljenu posudu bez skidanja propipete s pipete. Ne smije se dozvoliti da otopina uđe u propipetu.



**Slika 33.** Pravilno očitavanje tekućine u pipeti.



**Slika 34.** Propipeta.

## Titracija

Tijekom titracije se standardna otopina reagensa (*titrant*) postupno dodaje iz *birete* otopini titrirane tvari (*analita*), sve dok njena količina ne bude stehiometrijski ekvivalentna količini tvari koja se određuje, odnosno do *završne točke*. Iz volumena ( $V/\text{dm}^3$ ) i koncentracije utrošene standardne otopine ( $c/\text{mol dm}^{-3}$ ), uz poznavanje stehiometrije kemijske reakcije, može se izračunati količina tražene tvari primjenom izraza:

MNOŽINSKA KONCENTRACIJA OTOPINE

$$c = n/V$$

KOLIČINA TVARI

$$n = m/M$$

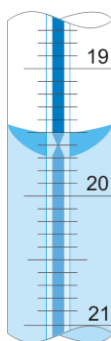
Obzirom da tijekom titracije dolazi do određene eksperimentalne pogreške u mjerenju, preciznost titracije se provjerava višekratnim mjerenjem. U pravilu se vrše najmanje tri uzastopne titracije, pri čemu razlika između mjerenja ne smije biti veća od 0,1 do 0,2 %.

Titracija se vrši tako da se pažljivo dodaje standardna otopina iz birete u otopinu uzorka pazeći da se ne izgubi niti jedna kap. Jednom rukom drži se pipac i regulira istjecanje standardne otopine, a drugom tikvica s otopinom uzorka. Reakcijska smjesa u tikvici neprestano se miješa kružnim pokretima ručnog zgloba. Kapljice zaostale na unutrašnjim stijenkama tikvice isperu se s malo destilirane vode.

### Očitavanje volumena u bireti

Kod prozirnih tekućina oznaka mora biti tangenta na donji rub, a kod neprozirnih, kao što je otopina kalijeve permanganata, na gornji rub meniskusa tekućine. Birete po Schellbachu (Šelbahu) (Slika 35) imaju s unutrašnje strane, nasuprot podjeli, utaljenu vrpću od mliječnog stakla u sredini koje se nalazi plava crta. Lomom svjetlosti u meniskusu, plava crta dobiva oblik dvostrukog šiljka što predstavlja razinu tekućine koju je potrebno očitati.

Nakon završene titracije, otopinu treba ispustiti iz birete i isprati je destiliranom vodom. Natrijeva lužina se ne smije dugo zadržavati u staklenoj bireti, jer lužine nagrizzaju staklo te će se u tom slučaju začepiti pipac.

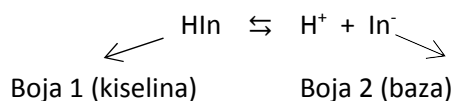


**Slika 35.** Razina tekućine u bireti po Schellbachu.

### Indikatori u volumetriji

Završna točka titracije mora biti vidljiva kako bi na vrijeme zaustavili dodavanje standardne otopine i valjano očitali volumen dodane otopine. Neke reakcije završavaju vidljivom promjenom (tzv. *samoindikacija*), primjerice u permanganometriji. Kod reakcija gdje završna točka nema vidljivu promjenu, koristimo se indikatorima. Indikatori su tvari čija se fizikalna svojstva (najčešće boja) naglo mijenjanju u području točke ekvivalencije. Promjenu izaziva nestanak analita i pojava titranta u sustavu. Promjena boje indikatora nastaje usljed: promjene pH (*kiselo-bazni indikatori*), adsorpcijom na površini taloga (*adsorpcijski indikatori*), promjena potencijala u sustavu (*redoks-indikatori*) ili nastajanja obojenih kompleksa s metalnim ionima (*metalo-kromni indikatori*).

Indikatori u kiselo-baznim titracijama su slabe organske kiseline ili baze koje mogu dati ili primiti protone i kod kojih je boja protoniranog i deprotoniranog oblika različita:



protonirani oblik indikatora

deprotonirani oblik indikatora

$$K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{I}^-]}{[\text{HI}]}$$

Interval pH u kojem se može uočiti promjena boje kiselo-baznog indikatora naziva se intervalom promjene boje ili intervalom prijelaza indikatora. *Metil-oranž* u pH području 3,1 – 4,4 mijenja boju iz žute, preko narančaste, u crvenu te se koristi u acidimetriji. *Fenolftalein* mijenja boju u pH području 8 – 10 iz bezbojne u ljubičastu i primjenjuje se u alkalimetriji. Pregled kiselo-baznih indikatora dan je u **Tablici 2.**

**Tablica 2.** Pregled najvažnijih kiselo–baznih indikatora.

Indikator	Boja kisela - bazna	pH područje promjene boje pri 18 °C
metil-oranž	narančasto crvena - žuta	3,1 - 4,4
bromfenolno modrilo	žuta - modra	3,0 - 4,6
metilno crvenilo	crvena - žuta	4,4 - 6,2
bromkrezol zeleno	zeleno žuta - modra	4,0 - 5,6
fenolftalein	bezbojna - crvena	8,0 - 10,0
timolftalein	bezbojna - modra	9,4 - 10,6

### Standardne otopine

Otopina točno poznate koncentracije pomoću koje se određuje koncentracija ispitivane otopine naziva se *standardna otopina*. *Primarni standardi* su spojevi visoke čistoće, stabilni na zraku, nisu higroskopne te stoga služe kao referentne tvari u volumetriji. Takvih tvari je jako malo, stoga se umjesto primarnih standarda koristimo manje čistim tvarima, tzv. *sekundarnim standardima*. Točna koncentracija otopina sekundarnih standarda određuje se primarnim standardima, najčešće bezvodnim solima. Tako se u acidimetriji kao primarni standard koristi bezvodni natrijev karbonat,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , a u permanganometriji bezvodni natrijev oksalat,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .

Za primjenu u volumetriji mogu se koristiti i kupovne standardne otopine tzv. *titrivali*, pakirani u zataljenim ampulama. Razrijeđivanjem titrival otopine u propisanom volumenu redestilirane vode dobiju se otopine primarnih standarda.

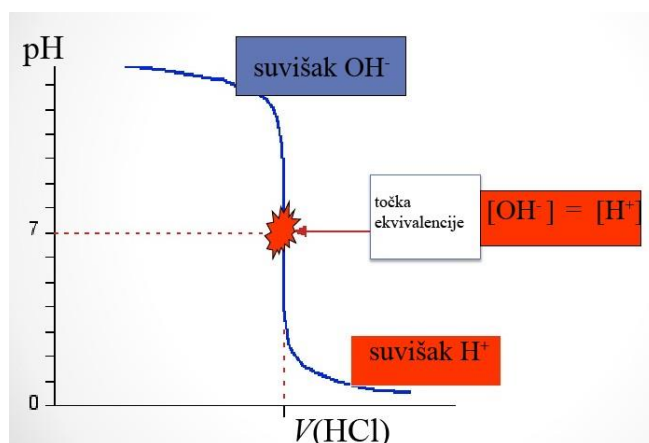
Danas postoje vrlo precizne aparature za titraciju, tzv. **titratori** koji ručno (poluautomatski) ili elektronski (automatski) podešavaju doziranje standardne otopine i određuju završnu točku.

## ACIDIMETRIJA

Acidimetrija je metoda volumetrijskog određivanja količine baze titranjem standardnom otopinom kiseline. Tijekom titracije mijenja se *pH otopine*. Krivulja koja pokazuje promjenu pH otopine naziva se *krivulja titracije*. Pri neutralizaciji jakih kiselina jakim bazama pH otopine naglo se mijenja u blizini točke ekvivalencije. Točka ekvivalencije je postignuta kada se otopini baze doda točno ekvivalentna množina kiseline. Promjena pH tijekom neutralizacije otopine baze otopinom kiseline može se prikazati i grafički, tzv. *krivuljom titracije* (u ovom slučaju *krivuljom neutralizacije*). Na temelju podataka što ih daje krivulja neutralizacije može se odabrati takav indikator koji mijenja boju u području točke ekvivalencije.

U ovoj vježbi odredit ćemo masu natrijeva hidroksida u 100 cm<sup>3</sup> otopine uzorka. Uzorak ćemo titrirati standardnom otopinom klorovodične kiseline. Određivanju mase NaOH prethodi priprema otopine primarnog standarda (otopine Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) te priprema i određivanje točne koncentracije otopine HCl kao sekundarnog standarda.

*Krivulja titracije* otopine natrijeva hidroksida standardnom otopinom klorovodične kiseline prikazana je na Slici 36. Prilikom titracije jake baze standardnom otopinom kiseline, u *točki ekvivalencije* pH je 7, odnosno otopina je neutralna. Pri tom pH metil-oranž je još žut. Međutim, prva kap suviška HCl, nakon točke ekvivalencije, zakiselit će ispitivanu otopinu u pH području prijelaza boje metil-oranža (3,1 – 4,4) te će on u tom trenutku promijeniti boju u narančastu. Taj trenutak moramo uočiti na vrijeme kako bi zaustavili titraciju i izmjerili volumen utrošene standardne otopine kiseline. Svaka suvišna kap HCl nakon točke ekvivalencije uzrokovat će promjenu boje otopine u crvenu, što je znak da smo dodali suviše HCl, odnosno kažemo da smo „*pretitrirali*“. Takva titracija nije valjana i rezultat će greškom u mjerenju.



**Slika 36.** Titracijska krivulja određivanja mase NaOH standardnom otopinom HCl

Priprema standardne otopine natrijeva karbonata, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, koncentracije 0,05 mol dm<sup>-3</sup>

Molarna masa natrijeva karbonata je 106,00 g mol<sup>-1</sup>. Za pripremu 1 dm<sup>3</sup> otopine koncentracije 0,05 mol dm<sup>-3</sup> potrebno je odvagati točno 5,30 g te kvantitativno prenijeti u odmjernu tikvicu od 1 dm<sup>3</sup>. Nakon otapanja u dovoljnoj količini destilirane vode, otopina se dobro promiješa i pažljivo se dopuni destiliranom vodom do marke.

Priprema otopine klorovodične kiseline, HCl, približne koncentracije 0,1 mol dm<sup>-3</sup>

Molarna masa HCl je 36,46 g mol<sup>-1</sup>. Za pripremu 250 cm<sup>3</sup> otopine potrebno je 2.15 cm<sup>3</sup> 36 %-tne HCl, gustoće 1,18 g cm<sup>-3</sup>. U odmjernu tikvicu od 250 cm<sup>3</sup> ulije se malo destilirane vode, zatim doda oko 2.2 cm<sup>3</sup> 36 %-tne HCl, dobro promiješa i pažljivo dopuni destiliranom vodom do marke.



## Određivanje točne koncentracije otopine HCl

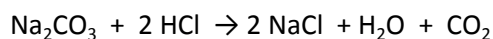
Točna koncentracija HCl određuje se titracijom sa standardnom otopinom natrijeva karbonata. Titracija se vrši na sljedeći način: bireta se napuni otopinom HCl-a, a u Erlenmayerovu tikvicu otpipetira 10 cm<sup>3</sup> otopine Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> i doda 2 do 3 kapi metiloranža, pri čemu se otopina oboji u žuto. Pod tikvicu se stavi bijeli papir kako bi se bolje vidjela promjena boje indikatora. Tijekom titracije, jednom rukom na pipcu birete regulira se brzina protoka kapi, dok se drugom rukom kružnim pokretima miješa sadržaj tikvice. U završnoj točki, prva kap suviška HCl-a oboji otopinu u svijetlo narančastu boju. Tada se zaustavi titracija i očita se volumen utrošene otopine HCl-a. Titracija se ponovi još dva puta i izračuna srednja vrijednost utrošenog volumena  $\bar{V}$  (HCl):

$$\bar{V}(\text{utrošene HCl}) = (V_1 + V_2 + V_3)/3$$

### Račun:

$$c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$$

$$V(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,01 \text{ dm}^{-3}$$



$$n(\text{HCl}) = 2 \times n(\text{Na}_2\text{CO}_3)$$

$$c(\text{HCl}) \times V(\text{HCl}) = 2 \times c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \times V(\text{Na}_2\text{CO}_3)$$

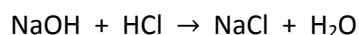
$$\begin{aligned} c(\text{otopine HCl}) &= 2 \times c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \times V(\text{Na}_2\text{CO}_3) / V(\text{HCl}) = \\ &= 2 \times 0,05 \text{ mol dm}^{-3} \times 0,01 \text{ mol dm}^{-3} / V(\text{HCl}) = \\ &= \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol dm}^{-3} \end{aligned}$$

## Određivanje mase natrijeva hidroksida ( $m(\text{NaOH})/\text{mg}$ )

Uzorak za analizu u odmjernoj tikvici od 100 cm<sup>3</sup> pažljivo se dopuni destiliranom vodom do marke. Bireta se napuni standardnom otopinom HCl. U Erlenmayerovu tikvicu otpipetira se 20 cm<sup>3</sup> otopine uzorka i doda 2 do 3 kapi metiloranža. Titracija je završena kada žuta boja prijeđe u narančastu. Titracija se ponovi još dva puta te izračuna srednja vrijednost utrošenog volumena HCl:

$$\bar{V}(\text{utrošene HCl}) = (V_1 + V_2 + V_3)/3$$

### Račun:



$$M(\text{NaOH}) = 40 \text{ g mol}^{-1}$$

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}) = c(\text{HCl}) \times V(\text{HCl})$$

$$m(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}) \times M(\text{NaOH})$$

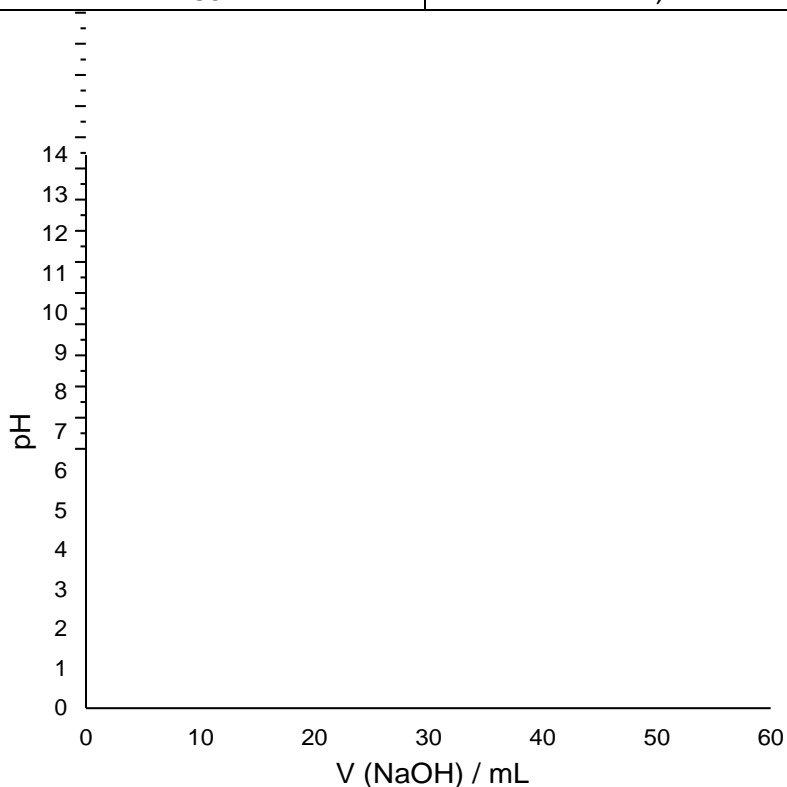
$$m(\text{NaOH}) = c(\text{HCl}) \times V(\text{HCl}) \times M(\text{NaOH})$$

$$m(\text{NaOH}) = c(\text{HCl}) \times V(\text{HCl}) \times M(\text{NaOH}) \times \frac{100}{20} \times 1000 = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg}/100 \text{ cm}^3$$

Pitanja i zadatci:

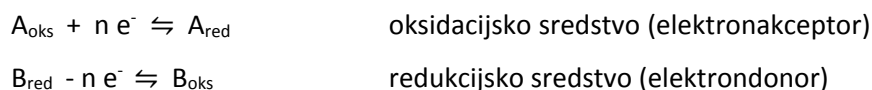
1. Definirajte pojmove: a) kvalitativna kemijska analiza, b) kvantitativna kemijska analiza, c) volumetrija, d) standardna otopina.
2. Koja je uloga primarnog standarda u volumetriji?
3. Na koji način određujemo točku ekvivalencije u acidimetriji?
4. Koje uvjete koja mora zadovoljavati kemijska reakcija da bi se mogla primijeniti u volumetriji?
5. Kolika je koncentracija klorovodične kiseline ako je za titraciju 10,0 cm<sup>3</sup> natrijeva karbonata,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ , utrošeno 14,55 cm<sup>3</sup> klorovodične kiseline?
6. Kolika je množinska koncentracija otopine natrijeve lužine ako je prilikom titracije 20 cm<sup>3</sup> otopine NaOH reagiralo 34,45 cm<sup>3</sup> standardne otopine klorovodične kiseline koncentracije 0,1192 mol dm<sup>-3</sup>?
7. Nacrtaj krivulju titracije klorovodične kiseline ( $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ ) natrijevom lužinom koncentracije 0,1 mol dm<sup>-3</sup> prema danim podatcima u tablici.

$V(\text{NaOH}) / \text{cm}^3$	pH
0	1,0
10	1,7
20	1,9
30	6,0
40	12,0
50	12,2



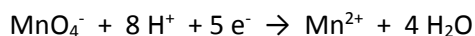
## PERMANGANOMETRIJA

Metoda oksidacije i redukcije temelji se na reakciji između dva redoks-sustava. Jedan sustav je u standardnoj otopini, a drugi u otopini uzorka. Jedan sustav djeluje oksidacijski, a drugi reduksijski:



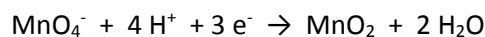
Permanganometrija je metoda volumetrije u kojoj se kao oksidacijsko sredstvo koristi otopina kalijeva permanganata,  $\text{KMnO}_4$ . U kalijevom permanganatu oksidacijski broj mangana je +7 što je ujedno i njegovo najviše oksidacijsko stanje. Kalijev permanganat je vrlo jako oksidacijsko sredstvo (*oksidans*) što znači da vrlo lako oksidira druge tvari, a sam se pri tome reducira. Do kojeg će se stanja reducirati ovisi u kakvom se mediju odvija titracija.

1. U *jako kiselom* mediju, koji se postiže dodatkom sumporne kiseline, permanganatni ioni ( $\text{MnO}_4^-$ ) se reducira do bezbojnog  $\text{Mn}^{2+}$  iona:



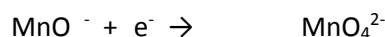
**ljubičasta otopina**      **bezbojna otopina**

2. U *slabo kiseloj* otopini redukcijom  $\text{MnO}_4^-$  nastaje *smeđi talog* manganova(IV) oksida u kojemu je oksidacijski broj mangana +4.



**ljubičasta otopina**      **smeđi talog**

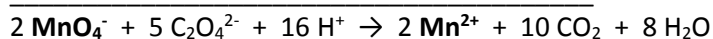
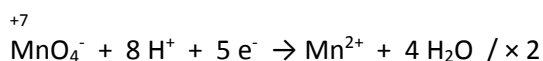
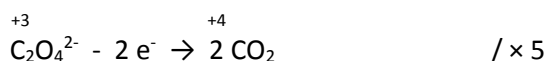
3. U *jako bazičnoj* otopini crvenoljubičasti  $\text{MnO}_4^-$  se reducira u zeleni manganat ion,  $\text{MnO}_4^{2-}$ :



**ljubičasta otopina**      **zelena otopina**

Permanganometrija se najčešće provodi u kiselom mediju koji se postiže dodatkom sumporne kiseline. Pri permanganometrijskoj titraciji nije potreban nikakav indikator jer prva suvišna kap otopine  $\text{KMnO}_4$  bezbojnu otopinu oboji ružičasto.

Permanganometrijskom metodom može se odrediti oksalna kiselina,  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ . U toj redoks reakciji *elektrondonor* ili *reducens* je oksalat ion,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , koji se oksidira u dvije molekule  $\text{CO}_2$ . Permanganatni ion djeluje kao *elektronakceptor* ili *oksidans* koji se reducira u bezbojni  $\text{Mn}^{2+}$ :



**ljubičast**                                      **bezbojan**

Ukupna reakcija:  $2 \text{KMnO}_4 + 5 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 3 \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 2 \text{MnSO}_4 + 10 \text{CO}_2 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 8 \text{H}_2\text{O}$

2 mola  $\text{KMnO}_4$  reagira s 5 mola  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ :

$$\frac{n(\text{KMnO}_4)}{n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)} = \frac{2}{5}$$

$$n(\text{KMnO}_4) = 2/5 \times n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$$

$$n(\text{KMnO}_4) = c(\text{KMnO}_4) \times V(\text{KMnO}_4)$$

$$c(\text{KMnO}_4) = n(\text{KMnO}_4) / V(\text{KMnO}_4)$$

$$c(\text{KMnO}_4) = \frac{2}{5} \times c(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \times \frac{V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{V(\text{KMnO}_4)}$$

Priprema standardne otopine  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  koncentracije  $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Natrijev oksalat,  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , suši se u sušioniku 1 sat na  $105 \text{ }^\circ\text{C}$ . Masa jednog mola te soli je  $134,00 \text{ g mol}^{-1}$ . Analitičkom vagom odvagne se točno  $6,70 \text{ g}$  i kvantitativno prenese u odmjernu tikvicu od  $1 \text{ dm}^3$ . Otopi se u dovoljnoj količini destilirane vode, dobro promiješa i pažljivo dopuni destiliranom vodom.

Priprema otopine  $\text{KMnO}_4$  približne koncentracije  $0,02 \text{ mol dm}^{-3}$

Kalijev permanganat u vodenoj otopini se pod utjecajem u vodi topljivih plinova (npr.  $\text{NH}_3$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  i dr.) reducira u  $\text{MnO}_2$ . Budući da  $\text{MnO}_2$  djeluje katalitički na raspad  $\text{KMnO}_4$ , s vremenom može doći do promjene koncentracije otopine. Masa jednog mola  $\text{KMnO}_4$  iznosi  $158,04 \text{ g}$ . Odvaži se  $3,2 \text{ g}$  te soli i otopi u  $1 \text{ dm}^3$  destilirane vode. Otopina se prelije u tamnu bocu, začepi staklenim čepom i ostavi stajati u mraku oko 8 dana. Za to vrijeme se ustalila koncentracija  $\text{KMnO}_4$ . Otopina se filtrira radi uklanjanja  $\text{MnO}_2$  koji se većinom zadržava na površini otopine. Priređena otopina čuva se u tamnoj boci.

Određivanje točne koncentracije otopine  $\text{KMnO}_4$

Točna koncentracija  $\text{KMnO}_4$  određuje se standardnom otopinom  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  koncentracije  $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ . Titracija se vrši na sljedeći način: bireta se napuni otopinom  $\text{KMnO}_4$ , a u Erlenmayerovu tikvicu se otpipetira  $10 \text{ cm}^3$  standardne otopine  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  te se menzutom doda oko  $15 \text{ cm}^3$  otopine  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (razrijeđene s vodom u omjeru  $1 : 4$ ). Smjesa se zagrije na  $60 - 70 \text{ }^\circ\text{C}$  i titracija se vrši u vrućoj otopini kako bi reakcija bila brža. Vruća otopina u Erlenmayerovoj tikvici se polako titrira otopinom  $\text{KMnO}_4$  i to tako da se svaka sljedeća kap dodaje tek onda kada se izgubila boja od prethodne kapi. Početkom titracije, reakcija teče sporo što možemo primijetiti po tome što se ljubičasta boja  $\text{KMnO}_4$  u reakcijskoj smjesi sporo obezbojava. Nakon dodane određene količine  $\text{KMnO}_4$  koja stvara dovoljno  $\text{Mn}^{2+}$  iona, reakcija se ubrzava, odnosno obezbojavanje  $\text{KMnO}_4$  teče brzo. Naime,  $\text{Mn}^{2+}$  ioni djeluju kao katalizatori kemijske reakcije redukcije  $\text{MnO}_4^-$  iona. Obezbojavanje traje sve dok u titriranoj otopini ima reducirajuće tvari, odnosno  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ . Neposredno nakon točke ekvivalencije, kada su svi  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  ioni oksidirani, prva kap suviška  $\text{KMnO}_4$  oboji cijelu otopinu u blijedo ružičasto. Ta blijedo ružičasta boja treba potrajati oko 1 minutu. Na kraju se očita volumen za reakciju utrošenog  $\text{KMnO}_4$ . Titracija se ponovi još dva puta i izračuna srednja vrijednost utroška  $\text{KMnO}_4$ . Točna koncentracija  $\text{KMnO}_4$  računa se izrazom:

$$c(\text{KMnO}_4) = \frac{2}{5} \times c(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \times \frac{V(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{V(\text{KMnO}_4)}$$

Određivanje mase  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Zadatak je metodom volumetrije odrediti masu oksalne kiseline u otopini volumena  $100 \text{ cm}^3$ . Uzorak za analizu u odmjernoj tikvici od  $100 \text{ cm}^3$  se pažljivo dopuni destiliranom vodom do marke. Bireta se napuni standardnom otopinom  $\text{KMnO}_4$ . U Erlenmayerovu tikvicu otpipetira se  $20 \text{ cm}^3$  otopine za analizu, menzutom se doda  $15 \text{ cm}^3$  otopine  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $1 : 4$ ) i zagrije na  $60 - 70 \text{ }^\circ\text{C}$ . Titrira se do promjene

boje od bezbojne do blijedo ružičaste. Titracija se ponovi još dva puta i izračuna srednja vrijednost utroška  $\text{KMnO}_4$ .

$$\bar{V}(\text{utrošene } \text{KMnO}_4) = (V_1 + V_2 + V_3)/3$$

Masa  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  izračuna se u  $\text{mg}/100 \text{ cm}^3$ :

$$n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 5/2 \times n(\text{KMnO}_4)$$

$$\frac{m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)} = \frac{5}{2} \times c(\text{KMnO}_4) \times V(\text{KMnO}_4)$$

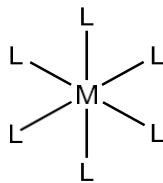
$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 5/2 \times c(\text{KMnO}_4) \times V(\text{KMnO}_4) \times M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \times 100/20 \times 1000 = \text{_____} \text{ mg}/100 \text{ cm}^3$$

Pitanja i zadatci:

1. Objasnite kako određujemo točku ekvivalencije u manganometrijskim titracijama? Objasnite zašto pri manganometrijskom određivanju mase oksalne kiseline ne koristimo indikator.
2. Parcijalnim redoks reakcijama prikažite ovisnost jačine redukcije permanganatnog iona o pH otopine!
3. Objasnite pojmove oksidans i reducens.
4. Može li se kalijev permanganat koristiti kao primarni standard? Objasnite zašto.
5. Koja je uloga standardne otopine natrijeva oksalata u manganometriji?
6. Objasnite zašto se manganometrijsko određivanje mase oksalne kiseline provodi u vrlo kiselom mediju?
7. Zašto se u manganometrijskim titracijama otopina  $\text{H}_2\text{SO}_4$  u tikvicu može dodati menzurom?

## KOMPLEKSOMETRIJA

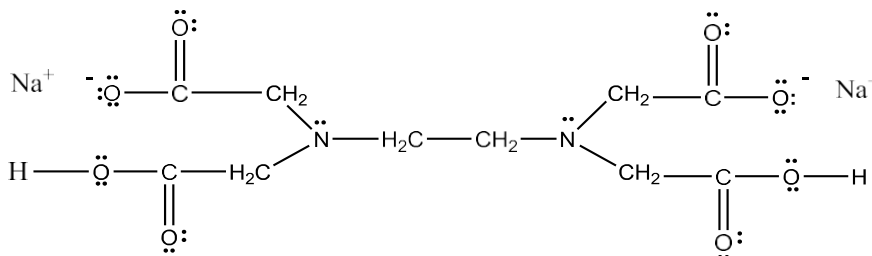
*Kompleksni spojevi* su molekule ili kompleksni ioni koji sadrži središnji metalni atom koji veže ili koordinira atome, ione ili molekule koje imaju slobodne elektronske parove, tzv. *ligande*.



**Slika 37.** Shematski prikaz strukturne formule kompleksnog spoja (M = središnji metalni ion; L = ligand).

Ligande dijelimo obzirom na broj slobodnih elektronskih parova koje doniraju metalnom atomu na: monodentatne (jednozube, *dentus*, lat. = zub); bidentatne (dvozube) te polidentatne (višezube) ligande koji doniraju više od dva elektronska para. *Kelati* su kompleksi nastali s polidentatnim ligandima u kojima je više od jednog donorskog atoma vezano na isti središnji atom.

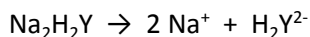
*Kompleksometrija* je volumetrijska metoda za određivanje metalnih iona koja se temelji na reakcijama stvaranja stabilnih kompleksnih spojeva koji su dobro topivi u vodi, ali slabo disocirani. Standardne otopine u kompleksometriji su obično tvari koji imaju više slobodnih elektronskih parova koji koriste za vezivanje s metalnim kationom. Te tvari nazivamo *kompleksoni*. Najpoznatiji kompleksion je dinatrijeva sol etilendiamintetraoctene kiseline (kraće EDTA) ili *komplekson III* ( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ ).



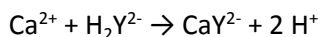
**Slika 38.** Dinatrijeva sol etilendiamintetraoctene kiseline ili kompleksion III ( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ ).

Dinatrijeva sol EDTA je *heksadentatni* (šesterozubi) *ligand* jer posjeduje 6 donorskih atoma sa slobodnim elektronskim parovima koji se koriste za koordinacijsku vezu s metalom: 4 atoma kisika karboksilne skupine i 2 atoma dušika amino skupine. Nastali kompleks metalni kation i EDTA naziva se *kompleksonat*.

Pri određenom pH kompleksion III disocira prema sljedećoj reakciji:

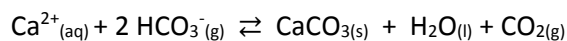


Primjerice, s kalcijevim ionom stvara kompleksionat  $\text{CaY}^{2-}$  prema reakciji:



Obzirom da pri nastanku kompleksionata dolazi do osobađanja  $\text{H}^+$  iona i stoga povećanja kiselosti otopine, prilikom kompleksometrije je potrebno koristiti amonijačni pufer.





Tvrdoću vode izražavamo *njemačkim stupnjevima tvrdoće* (°nj ili °dH):

$$1 \text{ °nj} = 10 \text{ mg CaO/L}$$

Tvrda voda predstavlja problem u kućanstvima jer uzrokuje taloženje kamenca na sanitarijama, bojlerima, kuhalima za kavu, itd. Tvrda voda također otežava postupak pranja rublja i suđa. Kvaliteta vode prema ukupnoj tvrdoći prikazana je u Tablici 5.

**Tablica 5.** Kvaliteta vode prema ukupnoj tvrdoći.

Tvrdoća °dH	Kvaliteta vode
0 - 5	vrlo meka
5 - 10	meka
10 - 15	umjereno tvrda
15 - 25	tvrda
preko 25	vrlo tvrda

Priprema standardne otopine kompleksona III koncentracije  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$

Komplekson III,  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \times 2 \text{ H}_2\text{O}$ , molarne mase  $372,24 \text{ g mol}^{-1}$ , je bijeli prah dobro topljiv u vodi. Njegova vodena otopina je slabo kisela. Može se dobiti u vrlo čistom stanju te se standardna otopina priređuje otapanjem točne odvage ( $37,2240 \text{ g}$ ) na  $1 \text{ dm}^3$  *redestilirane* vode. Otopina je stabilna ako se čuva u polietilenskim bocama.

Određivanje ukupne tvrdoće

Bireta se napuni otopinom kompleksona III. U Erlenmayerovu tikvicu se otpipetira  $20 \text{ cm}^3$  otopine uzorka, doda  $1 \text{ cm}^3$  otopine pufera i „na vrh noža“ indikator *eriokrom-crno T* pri čemu otopina poprimi crvenu boju. Otopina se zagrije na oko  $40 - 50 \text{ °C}$  (tikvica se mora orositi vodenom parom, otopina ne smije ključati). Topla otopina se odmah titrira sve dok crvena boja ne pređe u izrazito modru boju. Titracija se vrši u dva ponavljanja. Ukupna tvrdoća vode ( $U^\circ$ ), izražena u °nj računa se izrazom:

$$U^\circ = \frac{c(\text{kompleksna III}) \times V(\text{kompleksna III})}{V(\text{uzorka})} \times M(\text{CaO}) \times \frac{1000}{10} = \text{_____}^\circ\text{nj}$$

Određivanje kalcijeve tvrdoće

Bireta se napuni otopinom kompleksona III. U Erlenmayerovu tikvicu se otpipetira  $20 \text{ cm}^3$  otopine uzorka, doda  $2 \text{ cm}^3$  otopine NaOH i „na vrh noža“ indikator *mureksid* pri čemu otopina poprimi crvenu boju. Otopina se zagrije na oko  $40 - 50 \text{ °C}$ . Topla otopina se odmah titrira sve dok crvena boja ne pređe u ljubičastu boju (mora se izgubiti nijansa crvene boje). Titracija se vrši u dva ponavljanja. Kalcijeva tvrdoća vode ( $\text{Ca}^\circ$ ), izražena u °nj računa se izrazom:

$$\text{Ca}^\circ = \frac{c(\text{kompleksna III}) \times V(\text{kompleksna III})}{V(\text{uzorka})} \times M(\text{CaO}) \times \frac{1000}{10} = \text{_____}^\circ\text{nj}$$



Pitanja i zadatci:

1. Koje soli čine stalnu, a koje prolaznu tvrdoću vode?
2. Objasnite pojam "jedan njemački stupanj tvrdoće vode".
3. Objasnite način djelovanja metalokromnih indikatora.
4. Objasnite zašto se kuhanjem vode smanjuje tvrdoća vode.
5. Na strukturnoj formuli kompleksona III označi slobodne elektronske parove kojim stvaraju vezu s metalnim ionom.
6. Nakupljeni kamenac u kahalima za vodu možemo ukloniti octom. Napišite jednadžbu te kemijske reakcije.
7. Zašto se za pripremu standardne otopine kompleksona III treba koristiti redestilirana (dvaput destilirana) voda?

## LITERATURA

1. Radić, Nj.; Kukoč Modun, L. Uvod u analitičku kemiju, Školska knjiga, Zagreb, 2016.
2. Skoog, D.; West, D. M.; Holler, F. J. Osnove analitičke kemije, Školska knjiga, Zagreb, 1999.
3. Sikirica M.; Korpar-Čolig B. Praktiku iz opće kemije, Školska knjiga, Zagreb, 2005.
4. Šoljić, Z. Laboratorijske osnove kvantitativne kemijske analize, Udžbenici Sveučilišta u Zagrebu, Zagreb, 2006.

## OSNOVNI LABORATORIJSKI PRIBOR – radni list

Ime i prezime: \_\_\_\_\_

Datum: \_\_\_\_\_

Zadatak:

Skicirajte sljedeći laboratorijski pribor:

epruveta

laboratorijska čaša

Erlenmeyerova tikvica

tikvica s okruglim dnom

menzura

odmjerna tikvica

pipeta

porculanska zdjelica

metalni prsten

Pregledao:

\_\_\_\_\_

## DOKAZIVANJE KATIONA I. ANALITIČKE SKUPINE – radni list

Ime i prezime: \_\_\_\_\_

Broj uzorka: \_\_\_\_\_ Datum: \_\_\_\_\_

### Dopunite rečenice:

- Nakon dodavanja klorovodične kiseline u uzorak u otopini se stvorio \_\_\_\_\_.
- Dodavanjem kalijeva bikromata u filtrat \_\_\_\_\_ žuti talog. (stvorio se / nije se stvorio)

To je dokaz da \_\_\_\_\_ u uzorku prisutni ioni \_\_\_\_\_.  
(su / nisu)

- Nakon otapanja taloga s amonijevim hidroksidom i zakiseljavanja filtrata s razrijeđenom  $\text{HNO}_3$ , u otopini \_\_\_\_\_ bijeli talog. (se stvorio / nije se stvorio)

To je dokaz da \_\_\_\_\_ u uzorku prisutni ioni \_\_\_\_\_.  
(su / nisu)

Zaključak:

U uzorku broj \_\_\_\_\_ dokazan(i) je (su) ion(i) \_\_\_\_\_.

Pregledao:

\_\_\_\_\_

## DOKAZIVANJE ANIONA – radni list

Ime i prezime: \_\_\_\_\_

Broj uzorka: \_\_\_\_\_ Datum: \_\_\_\_\_

Odgovorite na pitanja i dopunite rečenice.

1. EPRUVETA: Dokazivanje kloridnog iona:

Što se dogodilo u epruveti nakon dodavanja srebrova(I) nitrata?

\_\_\_\_\_

To je dokaz da \_\_\_\_\_

2. EPRUVETA: Dokazivanje karbonatnog iona:

Što se dogodilo u epruveti nakon dodavanja razrijeđene sumporne kiseline?

\_\_\_\_\_

To je dokaz da \_\_\_\_\_

3. EPRUVETA: Dokazivanje fosfatnog iona:

Što se dogodilo u epruveti nakon dodavanja magnezijalne smjese?

\_\_\_\_\_

To je dokaz da \_\_\_\_\_

4. EPRUVETA: Dokazivanje nitratnog iona:

Jeste li u epruveti primijetili pojavu smeđeg prstena? \_\_\_\_\_

To je dokaz da \_\_\_\_\_

5. EPRUVETA: Dokazivanje sulfatnog iona:

Što se dogodilo u epruveti nakon dodavanja barijeva klorida?

\_\_\_\_\_

To je dokaz da \_\_\_\_\_

Zaključak:

U uzorku broj \_\_\_\_\_ dokazan(i) je (su) ion(i) \_\_\_\_\_.

Pregledao:

\_\_\_\_\_

## ACIDIMETRIJA – radni list

Ime i prezime: \_\_\_\_\_

Broj uzorka: \_\_\_\_\_ Datum: \_\_\_\_\_

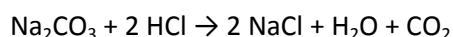
### Određivanje točne koncentracije otopine HCl

V <sub>1</sub> (utrošene HCl) / mL	
V <sub>2</sub> (utrošene HCl) / mL	
V <sub>3</sub> (utrošene HCl) / mL	

$$\bar{V} \text{ (utrošene HCl)} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \text{_____ mL (cm}^3\text{)} / : 1000 = \text{_____ dm}^3$$

$$c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$$

$$V(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,01 \text{ dm}^{-3}$$



$$n(\text{Na}_2\text{CO}_3) = c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \times V(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3} \times 0,01 \text{ dm}^{-3} = \text{_____ mol}$$

$$n(\text{HCl}) = 2 \times n(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \text{_____ mol}$$

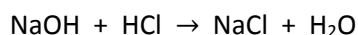
$$c(\text{standardne otopine HCl}) = \frac{2 \times c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \times V(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{V(\text{HCl})} = \text{_____} =$$

$$c(\text{standardne otopine HCl}) = \text{_____ mol dm}^{-3}$$

V <sub>1</sub> (utrošene HCl) / mL	
V <sub>2</sub> (utrošene HCl) / mL	
V <sub>3</sub> (utrošene HCl) / mL	

$$\bar{V} \text{ (utrošene HCl)} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \text{_____ mL (cm}^3\text{)} / : 1000 = \text{_____ dm}^3$$

### Račun:



$$M(\text{NaOH}) = 40 \text{ g mol}^{-1}$$

$$m(\text{NaOH}) = c(\text{HCl}) \times V(\text{HCl}) \times M(\text{NaOH}) = (\text{NaOH}) = c(\text{HCl}) \times V(\text{HCl}) \times M(\text{NaOH}) \times \frac{100}{20} \times 1000 =$$

$$= \text{_____} =$$

$$m(\text{NaOH}) = \text{_____ mg/100 cm}^3$$

Pregledao: \_\_\_\_\_

## MANGANOMETRIJA – radni list

Ime i prezime: \_\_\_\_\_

Broj uzorka: \_\_\_\_\_ Datum: \_\_\_\_\_

### Točna koncentracija $\text{KMnO}_4$

$c(\text{KMnO}_4) =$  \_\_\_\_\_  $\text{mol dm}^{-3}$

### Određivanje $m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ / mg

$V_1(\text{utrošene KMnO}_4) / \text{mL}$	
$V_2(\text{utrošene KMnO}_4) / \text{mL}$	
$V_3(\text{utrošene KMnO}_4) / \text{mL}$	

$$\bar{V} (\text{utrošene KMnO}_4) = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{\quad\quad\quad}{3} =$$

$$= \quad\quad\quad \text{mL (cm}^3) : 1000 = \quad\quad\quad \text{dm}^3$$

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 5/2 \times c(\text{KMnO}_4) \times V(\text{KMnO}_4) \times M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \times \frac{100}{20} \times 1000 = \quad\quad\quad \text{mg/100 cm}^3$$

### Račun:

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \quad\quad\quad =$$

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \quad\quad\quad \text{mg/100 cm}^3$$

Pregledao:

\_\_\_\_\_

## KOMPLEKSOMETRIJA – radni list

Ime i prezime: \_\_\_\_\_

Broj uzorka: \_\_\_\_\_ Datum: \_\_\_\_\_

### ODREĐIVANJE UKUPNE TVRDOĆE

$c(\text{komplesona III}) = \text{_____ mol dm}^{-3}$

$V_1(\text{komplesona III}) / \text{mL}$	
$V_2(\text{komplesona III}) / \text{mL}$	

$\bar{V}(\text{komplesona III}) = V_1 + V_2 / 2 = \text{_____ mL} / :1000 = \text{_____ L}$

$$U^\circ = \frac{c(\text{komplesona III}) \times \bar{V}(\text{komplesona III})}{V(\text{uzorka})} \times M(\text{CaO}) \times \frac{1000}{10} = \text{_____}^\circ\text{nj}$$

$U^\circ = \text{_____}^\circ\text{nj}$

### ODREĐIVANJE KALCIJEVE TVRDOĆE

$c(\text{komplesona III}) = \text{_____ mol dm}^{-3}$

$V_1(\text{komplesona III}) / \text{mL}$	
$V_2(\text{komplesona III}) / \text{mL}$	

$\bar{V}(\text{komplesona III}) = V_1 + V_2 / 2 = \text{_____ mL} / :1000 = \text{_____ L}$

$$\text{Ca}^\circ = \frac{c(\text{komplesona III}) \times \bar{V}(\text{komplesona III})}{V(\text{uzorka})} \times M(\text{CaO}) \times \frac{1000}{10} = \text{_____}^\circ\text{nj}$$

$\text{Ca}^\circ = \text{_____}^\circ\text{nj}$

Pregledao:

\_\_\_\_\_