

## UVOD U KEMIJSKU ANALIZU

Analićka kemija je grana kemije koja proučava metode određivanja sastava tvari. Naziv potječe od grčke riječi „analysis“, što znači rastavljanje cjeline na sastavne dijelove. Analićku kemiju dijelimo na **kvalitativnu i kvantitativnu**. U kvalitativnoj analizi dokazujemo iz kojih se sastavnih dijelova (atoma, iona, molekula) sastoji ispitivana tvar, dok se u kvantitativnoj analizi određuju kolićine ovih sastavnih dijelova. Kvalitativna analiza daje odgovor na pitanje što je prisutno u uzorku, a kvantitativna na pitanje koliko je čega prisutno.

Metode analitićke kemije su vrlo raznolike, pa ih stoga dijelimo u različite grupe. Najčešća je podjela na kemijske, fizikalno-kemijske i fizikalne analitićke metode.

U osnovi kemijskih metode su kemijske reakcije. Kao rezultat tih reakcija mjerimo masu ili volumen, pa se metode mjerenja mase nazivaju gravimetrijske, a metode mjerenja volumena volumetrijske metode. Ove dvije metode često nazivamo klasićnim metodama analize.

Fizikalno-kemijske metode mjere intenzitet kemijske reakcije preko fizikalnih velićina, poput apsorpcije svjetlosti, elektroprovodljivosti, toplinskog zraćenja, itd.

Ako analitićki signal kemijskih reakcija nastaje kao rezultat fizikalnih pojava (emisija svjetlosti, luminiscencija, nuklearna i paramagnetićna rezonancija, rentgensko i radioaktivno zraćenje, itd.) govorimo o fizikalnim analitićkim metodama.

Između fizikalnih i fizikalno-kemijskih metoda ne postoje oštre granice pa se često zajednićki nazivaju instrumentalne analitićke metode.

S obzirom na masu uzorka kojega ispitujemo, razlikujemo makro, semimikro, mikro i ultramikroanalizu.

METODA	MASA UZORKA / g	REAKCIJSKI VOLUMEN / mL
makro	>1	> 10
semimikro	0,1 – 1	1 – 10
mikro	0,01 – 0,1	0,1 – 1
ultramikro	< 0,001	< 0,1

Analićki signal: signal koji nam pruža informaciju o analitićkom sustavu u kojem se provodi analitićki proces kvalitativnog odnosno kvantitativnog određivanja uzorka. Može biti razlićit: masa, volumen, intenzitet svjetlosti, vodljivost... .

Podjela analitićkih metoda prema vrsti analitićkog signala:

- uglavnom za kvantitativne metode: masa – gravimetrijske metode  
volumen – volumetrijske metode  
intenzitet svjetlosti – spektrometrijske metode  
vodljivost – konduktometrijske metode...

### KVALITATIVNA ANALIZA

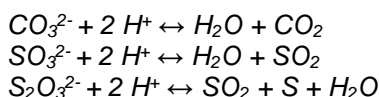
Kvalitativna analiza može biti potpuna ili djelomićna. Zadatak potpune kvalitativne analize je utvrđivanje kemijskog sastava svih komponenti uzorka. U praksi češće izvodimo djelomićne analize kojima utvrđujemo nazoćnost ili odsutnost jedne ili više komponenti uzorka.

Na ovom stupnju obrazovanja bavit ćemo se klasićnom kvalitativnom analizom što znaći da ćemo pojedine komponente uzorka dokazivati kemijskim reakcijama. Također uglavnom ćemo se fokusirati na analizi anorganskih krutina (uglavnom soli naćinjene od kationa i aniona). Kemijske reakcije koje primjenjujemo za dokazivanje ili određivanje tvari nazivamo analitićkim reakcijama, a tvari poznatog sastava koje dodajemo da bi došlo do reakcije nazivamo reagensima. Prisutnost neke tvari određujemo prema nekim karakteristićnim svojstvima, npr. promjena boje otopine, stvaranje taloga odrećene boje, izdvajanje plinova odrećenog mirisa itd.

Većinu analitićkih reakcija provodimo u otopinama, pa govorimo o analizi „mokrim“ putem. Kvalitativna analiza anorganskih tvari mokrim putem može biti sustavna (dokazivanje svih kationa i aniona razvrstanih u skupine) ili pojedinaćna (tvar dokazujemo bez prethodnog odvajanja od ostalih tvari u otopini).

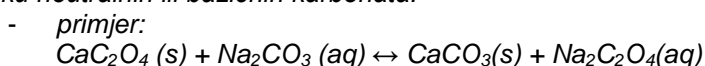
Ako ispitujemo svojstva čvrste tvari pri zagrijavanju ili taljenju uz dodatak sredstava za taljenje, govorimo o analizi „suhim“ putem. Ova analiza je obićno dio preliminarnih ispitivanja koja izvodimo prije sustavne analize mokrim putem.





Te promjene se mogu i pozitivno iskoristiti. Naime, na temelju dobivenih produkata razgradnje aniona (posebno plinova) može se zaključiti o prisutnosti određenih aniona. Ipak, otopine za dokazivanje aniona ne trebaju se pripremati otapanjem uzorka u kiselinama zbog već spomenute povećane reaktivnosti aniona u kiselim otopinama.

Za dokazivanje aniona uzorak je najbolje otopiti u vodi (kao uzorci se zato koriste natrijeve, kalijeve i amonijeve soli jer su dobro topljive u vodi). Ukoliko pak uzorak za dokazivanje aniona nije topljiv u vodi dodajemo mu natrijev karbonat i kuhamo. Time dolazi do kemijskih procesa čija je posljedica nastajanje topljivih natrijevih soli aniona čime anioni prelaze u otopinu, dok kationi zaostaju kao talog u obliku neutralnih ili bazičnih karbonata.



Prije nego što pristupimo analizi aniona poželjno je ukloniti suvišak natrijevog karbonata. To radimo neutralizacijom sodne otopine octenom kiselinom:



Kod analize aniona pridržavamo se redoslijeda i određenih pravila:

1. Preliminarna ispitivanja
  - Dodatkom razrijeđene sumporne kiseline čvrstom uzorku za dokazivanje aniona može se osloboditi slaba kiselina koja može biti lako hlapljiva ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) ili se može osloboditi plin određenog mirisa ili boje (sulfidi, sulfiti, karbonati)
  - Konc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ujedno može djelovati kao oksidans na anione reducense
2. Priprema otopine za dokazivanje aniona
  - Otopina ne smije sadržavati akcije koji mogu smetati analizi aniona, zato koristimo natrijeve ili kalijeve soli
  - Ispituju se boja i pH otopine (bikromat je narančast, kromat žut, permanganat je ljubičast; u kiselom mediju se neki anioni razlažu)
3. Ispitivanje aniona na redukcijsko i oksidacijsko djelovanje
  - Koristimo otopine  $\text{KMnO}_4$  (ljubičasta),  $\text{I}_2$  (žuta) i  $\text{KI}$  (bezbojna)
  - Otopina uzorka se mora lagano zakiseliti s otopinom  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , a zatim se razdjeli na tri dijela
    - a. Jednom dijelu kisele otopine dodajemo kap po kap vrlo razrijeđene otopine  $\text{KMnO}_4$  te zagrijemo do vrenja – ako se boja izgubi, prisutan je anion reducens ( $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{CNS}^-$ ,  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ )
    - b. Drugom dijelu kisele otopine dodajemo kap po kap vrlo razrijeđene otopine joda koju smo prethodno obojili otopinom škroba (plavo) – ako boja nestane dodatkom jedne kapi uzorka prisutan je anion reducens ( $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$ )
    - c. Trećem dijelu kisele otopine dodajemo otopinu  $\text{KI}$  i otopinu škroba – ukoliko se otopina oboji plavo prisutan je anion oksidans ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{ClO}_3^-$ ,  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ )
4. Sustavno odjeljivanje aniona u otopini
  - Kod sustavne analize aniona najčešće primjenjujemo podjelu aniona u pet analitičkih skupina. Podjela je zasnovana na taloženju aniona pomoću grupnih reagensa. Kao reagense koristimo soli octene ili dušične kiseline. Shodno tome, acetatni ili nitratni anioni dokazuju se prije dodavanja zajedničkih reagensa.

Grupa	Reagens	Anioni
I	$\text{Ca}^{2+}$	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ , $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$ , $\text{SO}_3^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$
II	$\text{Ba}^{2+}$	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{CrO}_4^{2-}$ , $\text{IO}_3^-$
III	$\text{Zn}^{2+}$	$\text{S}^{2-}$ , $\text{CN}^-$ , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$
IV	$\text{Ag}^+$	$\text{SCN}^-$ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ , $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$
V	Nema	$\text{NO}_2^-$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{ClO}_3^-$ , $\text{ClO}_4^-$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$ , $\text{BrO}_3^-$

- Unutar svake skupine postoje karakteristične reakcije za dokazivanje aniona.