



UNIVERZITET U NIŠU
FAKULTET ZAŠTITE NA RADU U NIŠU



Ana Bijelić

**PRAKTIKUM IZ
INSTRUMENTALNIH METODA ANALIZE
ZAGAĐUJUĆIH SUPSTANCI
SA IZVODIMA IZ TEORIJE**

Niš, 2022.

Univerzitet u Nišu, Fakultet zaštite na radu u Nišu

Praktikum iz Instrumentalnih metoda analize zagađujućih supstanci
sa izvodima iz teorije

Prvo izdanje, 2022.

Ana Bijelić

Izdavač:

Fakultet zaštite na radu u Nišu

Za izdavača:

Dr Srđan Glišović, redovni profesor Fakulteta zaštite na radu u Nišu

Recenzenti:

Dr Marina Stojanović, redovni profesor Fakulteta zaštite na radu u Nišu

Dr Niko Radulović, redovni profesor Prirodno-matematičkog fakulteta u Nišu

Dizajn korica:

Rodoljub Avramović, master inženjer zaštite na radu

Štampa:

Unigraf X-copy, Niš

Tiraž:

80 primeraka

Odlukom Nastavno-naučnog veća Fakulteta zaštite na radu u Nišu br. 03-68/12 od 18.02.2022. godine, odobreno je štampanje rukopisa „Praktikum iz Instrumentalnih metoda analize zagađujućih supstanci sa izvodima iz teorije“, kao pomoćnog univerzitetskog udžbenika.

Niš, 2022.

CIP - Каталогизација у публикацији
Народна библиотека Србије, Београд

543.08(075.8)(076)
504.5:543(075.8)(076)

БИЈЕЛИЋ, Ана, 1985-

Praktikum iz Instrumentalnih metoda analize zagađujućih supstanci sa izvodima iz teorije / Ana Bijelić. - 1. izd. - Niš : Fakultet zaštite na radu, 2022 (Niš : Unigraf X-copy). - 245 str. : ilustr. ; 24 cm

Na vrhu nasl. str.: Univerzitet u Nišu. - Tiraž 80. - Napomene i bibliografske reference uz tekst. - Bibliografija uz svako poglavlje. - Registar.

ISBN 978-86-6093-103-2

a) Аналитичка хемија -- Инструментални методи -- Вежбе б) Загађивачи -- Анализа -- Вежбе

COBISS.SR-ID 61333513

Predgovor

Ovaj Praktikum je nastao na osnovu višegodišnjeg iskustva autora u izvođenju nastave, predavanja i vežbi, na predmetu Instrumentalne metode kontrole zagađenja na smeru Zaštita životne sredine, na Fakultetu zaštite na radu, Univerziteta u Nišu. Kada sam pre 5 godina počela da držim nastavu iz pomenutog predmeta susrela sam se sa nedostatkom literature na srpskom jeziku iz oblasti instrumentalnih metoda analize zagađujućih supstanci, a naročito one prilagođene potrebama studenata fakulteta inženjerskih profila na kojima se izučava zaštita životne sredine. Prilikom koncipiranja i pisanja Praktikuma težila sam tome da on posluži kao obrazovno sredstvo u pripremi inženjera zaštite životne sredine za rad u laboratoriji i na terenu i popuni prazninu koja postoji u ovoj vrsti udžbeničke literature.

Vodeći računa o potrebama budućih inženjera zaštite životne sredine, predznanju studenata Fakulteta zaštite na radu i broju termina za izvođenje vežbi, Praktikum je koncipiran tako da se sastoji iz 15 vežbi od kojih je 5 teorijskih/računskih, a 10 laboratorijskih. U prvom delu Praktikuma (vežbe 1-4), dati su osnovni pojmovi koji se tiču analize zagađujućih supstanci u životnoj sredini, uzorkovanju, opremi i sredstvima za uzorkovanje, pripremi uzorka za analizu, merenju, greškama merenja, obradi i načinima prikazivanja rezultata merenja. Peta vežba je posvećena pravilima rada u laboratoriji kako bi se studenti pripremili za eksperimentalni rad. Nakon svake od ovih vežbi dati su zadaci i/ili pitanja za proveru znanja.

Cilj laboratorijskih vežbi je upoznavanje studenata sa teorijskim osnovama i sticanje praktičnog iskustva u analizi zagađujućih supstanci u životnoj sredini primenom klasičnih (vežbe 6 i 7) i instrumentalnih (vežbe 8-15) metoda analize. Svaka laboratorijska vežba se sastoji iz tri dela: teorijskih osnova, eksperimentalnog dela i rezultata i diskusije. Teorijske osnove sadrže izvode iz teorije koji se tiču same metode analize i kratak opis prirode zagađujuće supstance u određenom medijumu životne sredine i njenog ponašanja u životnoj sredini. U eksperimentalnom delu je dat kratak opis principa metode, spisak potrebnog laboratorijskog pribora, opreme i reagenasa, opis eksperimentalnog postupka, mere predostrožnosti prilikom izvođenja vežbe i način odlaganja otpada. Zatim sledi deo koji se tiče rezultata, koji se upisuju u unapred pripremljene tabele za prikupljanje podataka, prostor za grafike, spektre i/ili hromatograme i prostor za diskusiju rezultata. Od studenta se очekuje da na kraju vežbe utvrde da li se izmerene vrednosti nalaze u okviru maksimalno dopuštenih, odnosno graničnih, vrednosti za analiziranu zagađujuću spustancu u određenom medijumu životne sredine, prema našoj pravnoj regulativi. Na kraju svake vežbe dat je spisak korišćene literature, a na kraju Praktikuma indeks pojmova i set praznih stranica gde studenti mogu da zapisuju svoja opažanja u toku eksperimenta.

Kako prilikom analize zagađujućih supstanci u životnoj sredini eksperimenti moraju biti izvedeni na način koji je pravno validan, većina odabranih eksperimentalnih postupaka zasniva se na standardnim metodama. Prilikom odabira laboratorijskih vežbi vođeno je računa o tome da se većina eksperimenta

može izvesti u laboratorijama Fakulteta zaštite na radu u Nišu. U Praktikumu je više pažnje posvećeno analizi neorganskih supstanci u životnoj sredini zato što je oprema za izvođenje ovih analiza dostupnija i ne tako skupa. Veliki broj organskih jedinjenja je u životnoj sredini prisutan u tragovima, pa je za njihovo određivanje potrebna složena priprema uzorka koja zahteva puno vremena i upotrebu sofisticiranih instrumenata koji su prilično skupi i ne lako dostupni, naročito u studentskim laboratorijama.

Praktikum je prvenstveno namenjen studentima osnovnih akademskih studija Fakulteta zaštite na radu, ali ga mogu koristiti i studenti drugih nivoa studija i drugih fakulteta. Treba imati na umu da Praktikum nije namenjen profesionalcima koji rade u akreditovanim laboratorijama koje se bave analizom uzoraka iz životne sredine, ali može poslužiti kao osnova onima koji se obučavaju za rad u njima. Iskreno se nadam da će Praktikum popuniti prazninu koja postoji u ovoj vrsti udžbeničke literature na srpskom jeziku.

Na kraju, želela bih da se zahvalim svim studentima IV godine osnovnih akademskih studija Fakulteta zaštite na radu u Nišu, sa smera Zaštita životne sredine, koji su mi ukazali poverenje opredelivši se da upišu izborni predmet Instrumentalne metode kontrole zagađenja, a naročito studentima prve, Ani Lilić, i druge generacije, Andeliji Orlić, Dini Stanković, Petri Vasiljević, Milici Arsić, Nataliji Ilić i Nemanji Janićijeviću, i to ne samo na ukazanom poverenju, već i na inspiraciji i motivaciji. Veliku zahvalnost dugujem kolegama i prijateljima, Ani Stojković i Aci Božilovu, na sugestijama i pomoći da Praktikum što bolje približim potrebama budućih inženjera zaštite životne sredine. Posebnu zahvalnost želim da izrazim recenzentima, prof. dr Marini Stojanović i prof. dr Niku Raduloviću, ne samo na korisnim sugestijama, koje su značajno doprinele da ovaj Praktikum dobije svoj konačni oblik, već i na pomoći i korisnim savetima kojima su me usmeravali tokom profesionalnog sazrevanja. Za dizajn korica zaslužan je Rodoljub Avramović, na čemu sam mu jako zahvalna. Hvala i Bojanu, na pomoći i podršci u profesionalnom i privatnom životu.

U Nišu, marta 2022. godine

Dr Ana Bijelić, docent

Sadržaj

| | | |
|---|---|-----------|
| Vežba br. 1 | Uvod u analizu zagađujućih supstanci..... | 1 |
| Zagađivanje životne sredine..... | 3 | |
| Analiza zagađujućih supstanci..... | 3 | |
| Tehnika/metoda/protokol/procedura..... | 5 | |
| Metode analize zagađujućih supstanci | 7 | |
| Pitanja za proveru znanja | 9 | |
| Literatura..... | 12 | |
| Vežba br. 2 | Uzorkovanje i priprema uzorka za analizu..... | 13 |
| Uzorkovanje | 15 | |
| Vrste uzoraka..... | 15 | |
| Minimalna količina uzorka | 19 | |
| Metode za konzerviranje uzorka..... | 20 | |
| Maksimalno vreme čuvanja uzorka | 22 | |
| Sredstva i oprema za uzorkovanje | 22 | |
| Pravila i mere predostrožnosti prilikom uzorkovanja | 27 | |
| Priprema uzorka za analizu | 27 | |
| Metode digestije uzorka zemljišta i suspendovanih čestica za analizu metala | 28 | |
| Ekstrakcija tečnih ili čvrstih uzoraka..... | 30 | |
| Pitanja za proveru znanja | 31 | |
| Literatura..... | 36 | |
| Vežba br. 3 | Merenje fizičkih veličina i izražavanje sastava uzorka | 39 |
| Merenje fizičkih veličina..... | 41 | |
| Fizičke veličine | 41 | |
| Merenje..... | 41 | |
| Osnovne i izvedene fizičke veličine..... | 41 | |
| Eksponencijalni zapis | 43 | |
| Prefiksi..... | 44 | |
| Izražavanje sastava uzorka | 45 | |
| Pitanja i zadaci za proveru znanja..... | 48 | |
| Literatura..... | 54 | |
| Vežba br. 4 | Greške merenja i prikazivanje rezultata merenja | 55 |
| Vrste grešaka..... | 57 | |
| Grube greške (omaške)..... | 57 | |
| Sistematske greške | 57 | |
| Slučajne greške..... | 58 | |
| Indikatori kvaliteta merenja..... | 58 | |
| Greške merenja: apsolutna, relativna greška i standardna devijacija..... | 60 | |
| Srednja vrednost..... | 60 | |
| Apsolutna greška | 60 | |
| Relativna greška..... | 61 | |
| Standardna devijacija | 61 | |
| Prikazivanje rezultata merenja | 62 | |

| | |
|--|------------|
| Rezultat merenja..... | 62 |
| Sigurne i značajne cifre | 62 |
| Pravila zaokruživanja..... | 64 |
| Tabelarno prikazivanje rezultata merenja..... | 66 |
| Grafičko prikazivanje rezultata merenja | 67 |
| Pitanja za proveru znanja | 69 |
| Literatura..... | 73 |
| Vežba br. 5 Opšte napomene o radu u laboratoriji | 75 |
| Priprema za rad u laboratoriji | 77 |
| Radno okruženje i pravila rada u laboratoriji | 77 |
| Lična zaštitna oprema (PPE, engl. <i>personal protective equipment</i>) | 78 |
| Opasnost od požara..... | 78 |
| Električni uređaji..... | 80 |
| Opasnost od trovanja..... | 80 |
| Vrste povreda i pružanje prve pomoći u hemijskoj laboratoriji..... | 81 |
| Mehaničke povrede..... | 81 |
| Termičke povrede | 81 |
| Povrede od električnih udara | 82 |
| Hemijske povrede | 82 |
| Toksikološke povrede (trovanja)..... | 83 |
| Odlaganje otpada..... | 84 |
| Pitanja za proveru znanja | 85 |
| Literatura..... | 92 |
| Vežba br. 6 Gravimetrijsko određivanje čvrste materije u vodi | 93 |
| TEORIJSKE OSNOVE | 95 |
| Osnove gravimetrijskih metoda analize..... | 95 |
| Čvrste materije u vodi..... | 97 |
| EKSPERIMENTALNI DEO | 98 |
| Princip metode | 98 |
| Bezbednost pri izvođenju vežbe..... | 99 |
| Laboratorijski pribor i oprema | 99 |
| Reagensi..... | 99 |
| Uzorak | 99 |
| Postupak..... | 99 |
| Odlaganje otpada..... | 101 |
| RESULTATI I DISKUSIJA | 101 |
| Rezultati analize..... | 101 |
| Diskusija rezultata analize | 104 |
| Literatura..... | 106 |
| Vežba br. 7 Volumetrijsko određivanje koncentracije SO₂ u vazduhu .. | 107 |
| TEORIJSKE OSNOVE | 109 |
| Osnove volumetrijskih metoda analize | 109 |
| Sumpor-dioksid..... | 111 |
| EKSPERIMENTALNI DEO | 112 |
| Princip metode | 112 |

| | |
|--|------------|
| Bezbednost pri izvođenju vežbe | 113 |
| Laboratorijski pribor i oprema..... | 113 |
| Reagensi | 113 |
| Uzorak..... | 113 |
| Postupak..... | 114 |
| Odlaganje otpada..... | 114 |
| REZULTATI I DISKUSIJA..... | 114 |
| Rezultati analize..... | 114 |
| Diskusija rezultata analize..... | 115 |
| Literatura..... | 117 |
| Vežba br. 8 Termogravimetrijska analiza fosilnih goriva i biomase | 119 |
| TEORIJSKE OSNOVE..... | 121 |
| Osnove termogravimetrijskih metoda analize (TGA) | 121 |
| Fosilna goriva i biomasa..... | 123 |
| EKSPERIMENTALNI DEO..... | 123 |
| Princip metode | 123 |
| Bezbednost pri izvođenju vežbe | 124 |
| Laboratorijski pribor i oprema..... | 124 |
| Uzorci | 124 |
| Postupak..... | 124 |
| Odlaganje otpada..... | 124 |
| REZULTATI I DISKUSIJA..... | 125 |
| Rezultati analize..... | 125 |
| Diskusija rezultata analize..... | 128 |
| Literatura..... | 130 |
| Vežba br. 9 Elektrohemijsko određivanje vrednosti pH, specifične provodljivosti i koncentracije rastvorenog kiseonika u vodi..... | 131 |
| TEORIJSKE OSNOVE..... | 133 |
| Osnove elektrohemijskih metoda analize | 133 |
| pH, provodljivost i koncentracija rastvorenog kiseonika kao hemijski parametri kvaliteta vode | 140 |
| EKSPERIMENTALNI DEO..... | 141 |
| Princip metode | 141 |
| Bezbednost pri izvođenju vežbe | 142 |
| Laboratorijski pribor i oprema..... | 142 |
| Reagensi | 142 |
| Uzorak..... | 142 |
| Postupak..... | 142 |
| Odlaganje otpada..... | 143 |
| REZULTATI I DISKUSIJA..... | 144 |
| Rezultati analize..... | 144 |
| Diskusija rezultata analize..... | 145 |
| Literatura..... | 147 |

| | |
|---|------------|
| Vežba br. 10 Određivanje koncentracije gvožđa u vodi metodom UV-Vis spektroskopije | 149 |
| TEORIJSKE OSNOVE | 151 |
| Spektroskopske metode | 151 |
| Osnove utraljubičasto-vidljive (UV-Vis) spektroskopije..... | 153 |
| Lambert-Beer-ov zakon | 156 |
| Gvožđe..... | 158 |
| EKSPERIMENTALNI DEO | 159 |
| Princip metode | 159 |
| Bezbednost pri izvođenju vežbe..... | 159 |
| Laboratorijski pribor i oprema..... | 160 |
| Reagensi..... | 160 |
| Uzorak | 160 |
| Postupak..... | 160 |
| Odlaganje otpada..... | 162 |
| REZULTATI I DISKUSIJA | 162 |
| Rezultati analize..... | 162 |
| Diskusija rezultata analize..... | 165 |
| Literatura..... | 167 |
| Vežba br. 11 Turbidimetrijsko određivanje mutnoće vode | 169 |
| TEORIJSKE OSNOVE | 171 |
| Osnove turbidimetrije i nefelometrije | 171 |
| Mutnoća vode..... | 172 |
| EKSPERIMENTALNI DEO | 173 |
| Princip metode | 173 |
| Bezbednost pri izvođenju vežbe..... | 173 |
| Laboratorijski pribor i oprema | 174 |
| Reagensi..... | 174 |
| Uzorak | 174 |
| Postupak..... | 174 |
| Odlaganje otpada..... | 174 |
| REZULTATI I DISKUSIJA | 175 |
| Rezultati analize..... | 175 |
| Diskusija rezultata analize..... | 176 |
| Literatura..... | 177 |
| Vežba br. 12 Određivanje koncentracije rastvorenog bakra u vodi metodom atomske apsorpcione spektroskopije (AAS) | 179 |
| TEORIJSKE OSNOVE | 181 |
| Osnove atomske apsorpcione spektroskopije (AAS)..... | 181 |
| Bakar | 184 |
| EKSPERIMENTALNI DEO | 184 |
| Princip metode | 184 |
| Bezbednost pri izvođenju vežbe..... | 185 |
| Laboratorijski pribor i oprema | 185 |
| Reagensi..... | 185 |
| Uzorak | 185 |

| | |
|---|------------|
| Postupak..... | 186 |
| Odlaganje otpada..... | 187 |
| REZULTATI I DISKUSIJA..... | 188 |
| Rezultati analize..... | 188 |
| Diskusija rezultata analize..... | 191 |
| Literatura..... | 193 |
| Vežba br. 13 Određivanje sadržaja teških metala u vodi i zemljištu metodom optičke emisione spektroskopije sa induktivno-spregnutom plazmom (ICP-OES)..... | 195 |
| TEORIJSKE OSNOVE..... | 197 |
| Osnove optičke emisione spektroskopije sa induktivno-spregnutom plazmom (ICP-OES) | 197 |
| Metali u životnoj sredini..... | 199 |
| EKSPERIMENTALNI DEO..... | 200 |
| Princip metode | 200 |
| Bezbednost pri izvođenju vežbe | 200 |
| Laboratorijski pribor i oprema..... | 200 |
| Reagensi | 201 |
| Uzorak..... | 201 |
| Postupak..... | 201 |
| Odlaganje otpada..... | 204 |
| REZULTATI I DISKUSIJA..... | 204 |
| Rezultati analize..... | 204 |
| Diskusija rezultata analize..... | 207 |
| Literatura..... | 209 |
| Vežba br. 14 Određivanje sadržaja gasova staklene bašte u vazduhu metodom infracrvene spektroskopije sa Fourier-ovom transformacijom (FTIR) | 211 |
| TEORIJSKE OSNOVE..... | 213 |
| Osnove infracrvene (IR) spektroskopije..... | 213 |
| Gasovi staklene bašte..... | 216 |
| EKSPERIMENTALNI DEO..... | 217 |
| Princip metode | 217 |
| Bezbednost pri izvođenju vežbe | 217 |
| Laboratorijski pribor i oprema..... | 217 |
| Reagens..... | 217 |
| Uzorak..... | 217 |
| Postupak..... | 217 |
| REZULTATI I DISKUSIJA..... | 218 |
| Rezultati analize..... | 218 |
| Diskusija rezultata analize..... | 221 |
| Literatura..... | 222 |
| Vežba br. 15 Određivanje sastava goriva metodom gasne hromatografije sa masenom spektrometrijom (GC-MS)..... | 223 |
| TEORIJSKE OSNOVE..... | 225 |

| | |
|--|------------|
| Osnove hromatografije..... | 225 |
| Osnove gasne hromatografije (GC) | 226 |
| Osnove masene spektrometrije (MS)..... | 228 |
| Osnove gasne hromatografije sa masenom detekcijom (GC-MS)..... | 229 |
| Nafta..... | 231 |
| EKSPERIMENTALNI DEO | 232 |
| Princip metode | 232 |
| Bezbednost pri izvođenju vežbe..... | 233 |
| Laboratorijski pribor i oprema..... | 233 |
| Reagensi..... | 233 |
| Uzorak | 233 |
| Postupak..... | 233 |
| Odlaganje otpada..... | 234 |
| REZULTATI I DISKUSIJA..... | 234 |
| Rezultati analize..... | 235 |
| Diskusija rezultata analize..... | 238 |
| Literatura..... | 239 |
| Indeks pojmova | 241 |
| Beleške | 246 |