

Kemijska analiza antimikrobnih poliestera u sportskom biciklizmu

Jergović, Kristijan

Undergraduate thesis / Završni rad

2019

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Textile Technology / Sveučilište u Zagrebu, Tekstilno-tehnološki fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:201:101803>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-06-26**



Repository / Repozitorij:

[Faculty of Textile Technology University of Zagreb - Digital Repository](#)





SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
TEKSTILNO-TEHNOLOŠKI FAKULTET

ZAVRŠNI RAD

**KEMIJSKA ANALIZA ANTIMIKROBNIH POLIESTERA U
SPORTSKOM BICIKLIZMU**

Kristijan Jergović

Zagreb, 2019. rujan

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
TEKSTILNO-TEHNOLOŠKI FAKULTET
Zavod za primjenjenu kemiju

ZAVRŠNI RAD

**KEMIJSKA ANALIZA ANTIMIKROBNIH POLIESTERA U
SPORTSKOM BICIKLIZMU**

izv. prof. dr. dr. sc. Iva Rezić

Kristijan Jergović

Zagreb, 2019. rujan

Zavod za primjenjenu kemiju

Prediplomski smjer tekstilna kemija, materijali i ekologija (TKME)

KEMIJSKA ANALIZA ANTIMIKROBNIH POLIESTERA U SPORTSKOM BICIKLIZMU

Kristijan Jergović

kristijanjergs@gmail.com

Sportska odjeća obuhvaća široki spektar raznih polimernih materijala. Ovaj radi prikazuje glavne metode kemijske analize polimera koji se koriste u sportskom biciklizmu. Naglasak je na spektroskopskim, elektrokemijskim i kromatografskim metodama analize antimikrobnih zaštitnih materijala za bicikl

Članovi povjerenstva :

1. doc. dr. sc. Maja Somogyi Škoc, predsjednik
2. izv. prof. dr. dr. sc. Iva Rezić, član
3. doc. dr. sc. Karlo Lelas, član
4. prof. dr. sc. Mario Cetina, zamjenik člana

(36 stranica / 19 slika / 1 tablica / 13 literaturnih navoda / jezik izvornika: hrvatski)

Rad je pohranjen u knjižnici Tekstilno – tehnološkog fakulteta u Zagrebu

Mentor: izv. prof. dr. dr. sc. Iva Rezić

Contents

1. Povijest biciklističke opreme	6
2. Uvod.....	7
3. Polimeri	8
3.1. Veličina makromolekula	8
3.2. Orijentacija	9
3.3. Podjela polimera.....	10
3.3.1. Umjetna celulozna vlakna	10
3.3.2. Umjetna vlakna od sintetskih polimera	10
4. Zaštitna oprema u sportskom biciklizmu	15
4.1. Zaštitne rukavice	15
4.2. Kaciga.....	16
4.3. Biciklistički dres.....	17
4.4. Štitnik za podkoljenicu “Shin guard”	18
4.5. Biciklističke cipele	18
5. Antimikrobni polimeri	19
6. Kemijska analiza	19
6.2. Volumetrija	20
6.3. Kiselo bazne reakcije	20
6.4. Redoks reakcije.....	21
6.5. Permanganometrija	21
6.6. Jodometrija	22
6.7. Taložne metode.....	22
6.8. Gravimetrija.....	23
7. Instrumentalne metode.....	24
7.1. Osnovni zakoni svjetlosti	25
7.2. Spetrometar.....	26
7.3. Izvori zračenja	26
8. Kromatografija.....	27
8.1. Tekućinska kromatografija.....	28
8.2. Tekućinska kromatografija visoke djelotvornosti (HPLC).....	28
8.3. Ionska kromatografija.....	29
8.4. Plinska kromatografija.....	29
9. Elektrokemijske metode	30
9.1. Elektroliza.....	32

9.2.	Elektroanalitičke metode potenciometrija	32
9.3.	Potenciometrijska titracija.....	33
9.4.	Konduktometrija.....	34
10.	Odabir metode	34
10.1.	Koraci kemijske analize	35
10.2.	Metode odjeljivanja.....	36
10.3.	Obrada mjernih podataka.....	37
10.3.1.	Sustavne pogreške.....	37
10.3.2.	Grube pogreške	37
10.3.3.	Slučajne pogreške.....	38
11.	ZAKLJUČAK.....	39
12.	LITERATURA.....	40
12.1.	SLIKE.....	41

1. Povijest biciklističke opreme

U samim počecima biciklizma nije postojala bolja tkanina od vune. Vuneni materijal je uklanjao vlagu sa kože i apsorbirao znoj, savršeni materijal za vruće ljeta i hladne zime. Oko 1940-tih godina, Armando Castelli, talijanski krojač je uveo svilene dresove. Svila je bila mnogo lakša i hladnija. Nakon drugog svjetskog rata kemičari su promijenili svijet biciklističke odjeće svojim izumima od poliestera, najlona i spandexa. Tkanina od tih novih materijala poboljšala je način na koji su dizajneri i proizvođači napravili sportsku odjeću, uključujući i biciklističku odjeću. Kombiniranjem poliestera i elastike biciklisti su se odmakli od vune ili svile i prebacili se na novu vrstu sintetičkih tkanina koje uklanjaju znoj sa tijela, lagane su poput svile, ali su bile aerodinamično nepropusne za kožu i mogu se tiskati u različitim bojama. [1]



Sl. 1. Povijest biciklističke odjeće

2. Uvod

U posljednjem desetljeću, antimikrobni tekstilni materijali su stekli interes i od akademskih istraživanja i industrije zbog svog potencijala za pružanje visokokvalitetnih životnih i sigurnosnih uvjeta pogodnosti za ljude. Tekstilni proizvodi mogu biti učinkoviti protiv patogenih mikroorganizama te sprečavati neugodne mirise, degradaciju boja i pogoršanje svojstva tekstilatekstila. Antimikrobni tekstili mogu koristiti se za proizvodnju različitih vrsta odjeća kao što su sportska odjeća, donje rublje, cipele, namještaj, presvlake, bolničke posteljice, flasteri za rane, ručnici i brisevi. Tkanine koje se mogu same sterilizirati mogu imati potencijalne prednosti za smanjenje transfera bolesti među bolničkim populacijama. Antimikrobni agensi niske molekulske mase općenito prelaze iz tkanina u okoliš i na kožu nositelja. Antimikrobni polimeri koji imaju visoku molekularnu masu mogu prevladati ove probleme. [2]



Sl. 2. Sportski biciklizam

3. Polimeri

Naziv polimer grčkog je podrijetla, nastao od dvije riječi, poli i meros dio, a prvi put ga je uporabio švedski kemičar Jöns Jakob Berzelius jos davne 1833. Godine, nazvavši tako kemijske spojeve koji imaju jednaki sastav, a razlikuju se veličinom molekulske mase. Danas se pod pojmom polimer podrazumijevaju sve sintetski priređene i modificirane prirodne makromolekule. Prvu reakciju polimerizacije u laboratoriju, proveo je berlinski apotekar Eduard Simon 1839., kada je zagrijavanjem uljaste tekućine nastale destilacijom prirodnog balzama, storaksa, koju je nazvao stirolom, dobio krutu prozirnu masu. Reakciju nastajanja velike, asocirane molekule od većeg broja manjih molekula, nazvao reakcijom polimerizacije. Rasprave o građi polimernih makromolekula vođene su među znanstvenicima tijekom 19. stoljeća sve do 1924. Godine, kad je njemački kemičar Hermann Staudinger uveo naziv i pojam makromolekula. Opisao je kemijske formule za polistiren, polioksimetilen te cis-1,4-poliizopren, koje se i dan danas koriste. Danas se sintetski organski polimeri ubrajaju među najvažnije tehničke materijale i vlakna. [2]

3.1. Veličina makromolekula

Da bi vlakna imala zadovoljavajuća svojstva, polimerne makromolekule u pravilu trebaju biti velike. Veličina makromolekula ovisi o broju mera međusobno povezanih u lancu, ali i o veličini mera odnosno monomera. Broj ponavljanja jedinica neke polimerne molekule naziva se stupanj polimerizacije, DP. Polimeri sa malim stupnjem polimerizacije uobičajeno su viskozne kapljevine ili lako taljive krutine, lako su topljivi i nazivaju se oligimerima. Polimeri s većim stupnjem polimerizacije i molekulskim masama većim od 10000 otapaju se uz prethodno bubrenje i općenito stvaraju čvrste filmove ili vlakna. Relativna molekularna masa polimera koje izgrađuju vlakna nalaze se u vrlo širokom području od oko 20000 do nekoliko stotina tisuća, što odgovara stvaranju duljinama u području od oko 200 do 400nm. Makromolekule pojedinih vlakana većinom izgrađuje jedna vrsta mera, tj. U makromolekuli se ponavljaju istovrsni meri. Takvi polimeri nazivaju se homopolimeri. Kod manjeg broja vlakana u svakoj se makromolekuli ponavljaju dva ili više mera, tj. različite strukturne

jedinice. Takvi polimeri nazivaju se heteropolimeri. Molekulska masa polimera vrlo je značajna za postizanje potrebnih svojstava vlakana. [3]

Tab.1. Veličina makromolekula polimera za vlakna

Polimer	DP vlakna	Mr vlakna
Prirodna celuloza	4000-8000	650 000- 1300000
Keratin		9000 – 60 000
Fibroin		- 218 000
Regenerirana celuloza	300 - 500	50 000 – 65 000
Poliamid (PA 6)	100 - 200	11 000 – 22000
Polipropilen (PP)	5000 - 7000	210 000 – 300 000
Poliakrilonitril (PAN)	1000 - 2000	53 000 – 106 000

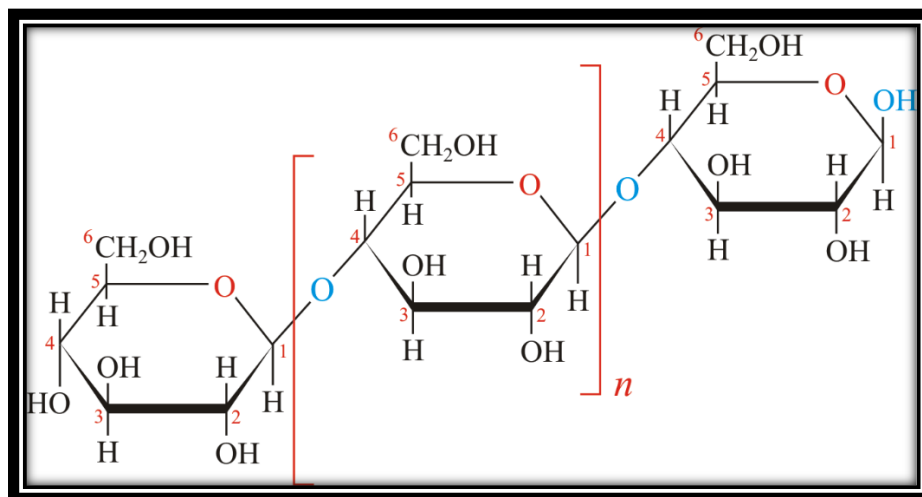
3.2. Orijehtacija

Pojam orijentacija opisuje stupanj usmjerenosti makromolekula i elemenata strukture prema uzdužnoj osi vlakana. U umjetnim vlaknima orijentacija strukture se ostvaruje tehnološkim parametrima pri oblikovanju vlakna, naročito oblikom kapilare na mlaznici za ispredanje vlakna, brzinom ispredanja i omjerom istezanja oblikovanog vlakna. Makromolekule u vlaknu mogu biti više ili manje usmjerene prema uzdužnoj osi, a mogu imati i slučajan poredak. Ako su makromolekule međusobno pralalene i istodobno elementi strukture paralelni uzdužnoj osi vlakna, takav se poredak označava pojmom visoke orijentacije.

3.3. Podjela polimera

3.3.1. Umjetna celulozna vlakna

Skupina obuhvaća veći broj vlakana koja se međusobno razlikuje po postupku dobivanja, ali i po svojstvima, te se označavaju i posebnim nazivima. Većina od njih proizvodi se iz drvene celuloze, a općenito se može ustvrditi da postupci dobivanja nisu jednostavni. Jedan od razloga je to što celuloza nije taljiva te se na povišenoj temperature razgrađuje. Celuloza se najprije prevodi kemijskom reakcijom u neki drugi kemijski spoj koji je lakše topljiv. Najčešće su to esteri, npr. Celulozni ksantat ili kompleksni spoj s bakar oksid amonijakom pa se od tih polimera priređuju otopine za ispredanje.



Sl. 3. Celuloza

Tijekom ispredanja vlakna, derivate se kemijski razara i ponovo prevodi u celulozu. Budući da se time regenerira celuloza, tako dobivena vlakna nazivaju se celulozna regenerirana vlakna. Neki celulozni derivati od kojih se ispredaju vlakna, celulozni acetate, ostaju nepromijenjenog kemijskog sastava.

3.3.2. Umjetna vlakna od sintetskih polimera

3.3.2.1. Poliesterska vlakna

Poliesterska vlakna se definiraju kao vlakna građena od linearnih poliesterskih makromolekula u kojima je maseni udio estera tereftalne kiseline i nekog dialkohola

najmanje 85%. Najveći dio poliesterskih vlakana je po kemijskoj građi poli(etilen-tereftalat), a kratica za taj polimer i vlakno načinjeno od njega je PET. Poliesterski polimeri za proizvodnju vlakana dobivaju se stupnjevitom polimerizacijom iz dikarboksilne kiseline i dialkohola. Standardna PES vlakna proizvode se kao vlasasta, duljine i finoće prilagođene duljini i finoći prirodnih vlakana. Sjaj PES vlakna umanjuje se dodatkom TiO_2 u polimernu talinu prije oblikovanja vlakna. PES vlakna imaju odlična mehanička svojstva. To su čvrsta vlakna te se čvrstoća ne smanjuje u mokrom stanju. Čvrstoća se nalazi unutar 30 do 70cN/tex. Te se kao takva vlakna koriste za tehnički tekstil, npr. transportne trake, materijali za jedra razne vrste užadi i dr. Kako u kemijskoj građi ne sadrže slobodne aktivne skupine, a i zbog velikog udjela kristalnosti, poliesterska vlakna vrlo slabo upijaju vodu i vlagu iz zraka te repriza iznosi 0.5%. Vlakna su osjetljiva na alkalije, naročito pri povišenoj temperaturi. Dobro podnose sredstva za bijeljenje.



Sl. 4. Poliester

Termička otpornost je vrlo dobra, omekšavaju na temperaturi iznad 230°C , a tale se u području od 250 do 260°C . PES vlakna su veoma otporna na mikroorganizme, nisu prikladna podloga za razvoj gljivica i plijesni. Relativno su otporna na UV zračenje, ali tijekom duljeg izlaganja suncu u vlaknu ipak može doći do degradacijskih procesa uz kemijske promjene. Poliester kao tkanina koristi se za proizvodnju raznih vrsta odjeće kao što su: košulje, hlače, jakne, kape te za izradu plahti, deka, tapeciranog namještaja, podloga za kompjuterske miševе i dr. Koristi se i za izradu sigurnosnih pojaseva u automobilima, užadi, transportnih trak, za pojačanje

izdržljivosti gume i plastike, za amortizaciju i kao izolacijski materijal. PES vlakna su vlakna dobre elektrovodljivosti i time vrlo male sklonosti nabijanju statičkim elektricitetom. Dobivaju se dodatkom finih elektrovodljivih čestica u talinu prije oblikovanja vlakna.

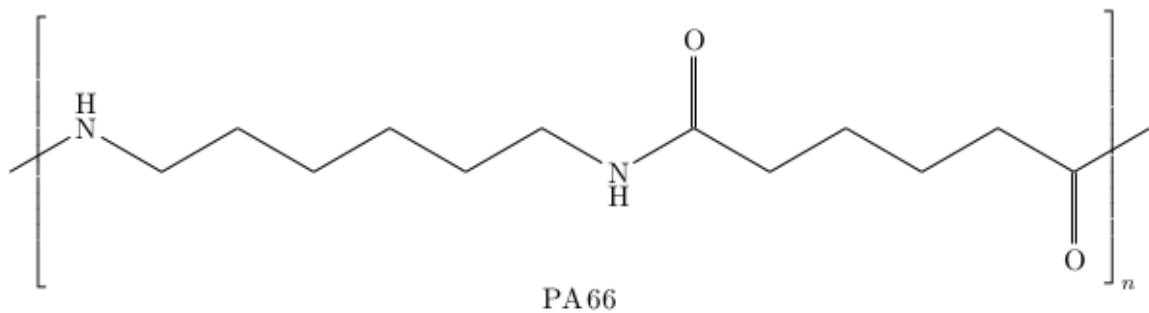


Sl. 5. Poliesterska tkanina

vlažnoj okolini. To su najčešće mješavine za izradu muških odijela, hlača, kaputa, sakoa. Posebni tipovi kovrčavih i šupljikavih poliesterskih vlakana upotrebljavaju se kao punila u jastucima, pokrivačima i zimskoj odjeći, a veliki dio PES vlakana upotrebljavaju se u izradi netkanog tekstila. Odjeća i drugi tekstilni proizvodi mogu se kemijski čistiti i prati u blago alkalnom mediju temperature 50 do 60 °C, te glačati na temperaturi do najviše 150°C.

3.3.2.2. Poliamidna vlakna

Poliamidna vlakna se definiraju kao vlakna građena od linearnih makromolekula u kojima su meri povezani amidnim vezama, pri čemu najmanje 85% njih povezuje alifatske ili cikloalifatske konstitucijske jedinice. Sva poliamidna vlakna se proizvode postupkom ispredanja iz taline, jer se polimeri mogu relativno lako prevesti u stabilnu talinu odličnih reoloških svojstva. Najveće komercijalno značenje u proizvodnji imaju PA 6 te PA 6.6.



Sl. 6. Poliamid 6.6

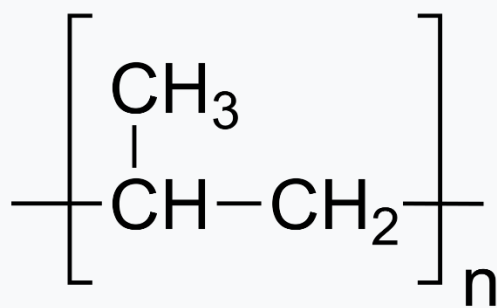
Poliamidna vlakna su uglavnom glatke površine i najčešće kružnog poprečnog presjeka, ali se proizvode i profilirana vlakna, tj. vlakna različitih oblika poprečnih presjeka, najčešće trilobalnog. Glatka površina rezultira staklastim sjajem. Vlakna imaju gustoću oko 1.14g/cm^3 . Veoma su otporna na trganje. Elastična su i otporna na savijanje pa se tekstilije načinjene od njih gotovo ne gužvaju. Čvrstoća vlakana u mokrom stanju smanjuje se za oko 5 do 10%. Zbog prisustva amidnih veza u makromolekulama, PA vlakna mogu stvarati vodikove veze, te zbog njih imaju bolju sposobnost upijanja vlage iz zraka od PES vlakna. Vlakna se mogu bojiti u kiselim, disperznim, i direktnim bojilima. Nakon izlaganja UV-zračenju vlaknima se smanjuje čvrstoća, rastezljivost i repriza, a povećava se krtost. PA vlakna su nešto više otpornija na kiseline nego na alkalije. Po svojim svojstvima vrlo su prikladne za izradu podnih prostirača i podnih obloga. Teksturirana poliamidna vlakna najvažniji su materijal za izradu ženskih čarapa. Od finih PA 6.6 pa sve do grubih PA 6. U manjoj mjeri prerađuju se u tkanine. Od glatkog filamentna izrađuju se tkanine za kišobrane, a vlasasta vlakna prerađuju se, najčešće u mješavinama s vunom i pamukom.



Sl. 7. Ženska čarapa izrađena od poliamida

3.3.2.3. Polipropilenska vlakna

Polipropilenska vlakna se definiraju kao vlakna građena od linearnih makromolekula u kojima se kao konstitucijska jedinica ponavlja zasićeni alifatski ugljikovodik, a na svaki drugi C-atom vezana je bočna metilenska skupina.



Sl. 8. Polipropilen

Polipropilenska vlakna većinom imaju kružni ili trilobalni poprečni presjek te tome odgovarajući oblik i površinu bez nekih morfoloških posebnosti. Ne upijaju vlagu ni vodu, ali im je

površina takvih karakteristika da brzo transportiraju vlagu prema drugim hidrofilnim slojevima tekstila. Otporna su na trenje i savijanje. Vrlo su otporna prema kiselinama i lužinama. Veliki dio polipropilenskih vlakna upotrebljava se za proizvodnju podnih prostirača i podnih obloga te za izradu tehničkog tekstila. Značajno područje primjene je netkani tekstil za razne tekstilne i netekstilne namjene. Većinom su to tekstilije za primjenu u građevinarstvu, a naročito je cijenjen geotekstil za primjenu u cestogradnji. Manji dio, uglavnom finih vlasastih vlakana, koristi se u odjevne svrhe, većinom za većinom za sportsku odjeću. [3]

4. Zaštitna oprema u sportskom biciklizmu

4.1. Zaštitne rukavice

Sportske biciklističke rukavice se koriste kako bi zadržale toplinu i štitile ruke od hladnoće tijekom hladnih dana. Kako su šake tijekom vožnje vrlo neaktivne i ne sadržavaju mišićnu masu, to doprinosi lakšem hlađenju šake. U svijetu biciklizma, na ruke djeluje veliki stres i pritisak na volan te za rukavice imaju deblje područje dlana koje smanjuje vibracije i smanjuju stres. Zato su rukavice korisne za povećanje udobnosti. Naravno, stres na rukama ovisi o geometriji bicikla, položaju tijela i masi same osobe. Međutim, višak materijala može dovesti do drugih problema. Prevelika količina materijala će težiti da pritisne meko tkivo te može komprimirati živce u rukama, uzrokujući nešto slično sindromu karpalnog tunela. Kako se biciklisti često bore sa znojem, izumljene su rukavice koje na gornjem dijelu sadrže *nose wipe* materijal koji služi za brisanje lica od znoja. Ozljede dlanova teško zarastaju jer čovjek uvijek koristi ruke u svakodnevnom životu. Bolje rukavice imaju umetke od gela i koncipirane su tako da ostavljaju slobodan prostor gdje živci prolaze dlanom. Materijal bi trebao biti neki koji se ne kliže, što je osobito važno za rukavice zimsku vožnju kad su uvjeti vlažni. Za zimsku vožnju preporučljivi su materijali koji “dišu” jer se dlanovi znoje, a kad se navlaže postaje hladno. [4][6]



Sl. 9. Zaštitne rukavice

4.2. Kaciga

Kaciga je oblik zaštitne opreme koja se nosi kako bi zaštitila glavu od ozljeda. Biciklistička kaciga obično mora biti lagana i osigurati dovoljnu ventilaciju, jer vožnja biciklom može biti intenzivna aerobna aktivnost koja značajno povećava tjelesnu temperaturu, a glava mora posebno biti u stanju regulirati temperaturu. Unutarnji dio kacige je najvažniji dio kacige, pjenasti sloj apsorbira udarce. Unutarnji dio je izrađen od polistirena (ESP). Vanjski dio kacige “školjka” je izražen od PET materijala te je unutarnji dio zaljepljen za vanjski dio. Neke kacige mogu biti izrađene čak do pet slojeva vanjskog sloja. Skate kacige imaju tvrde ljuske izrađene od ABS-a ili polikarbonatne plastike. “BMX” kacige mogu imati kompozitne tvrde ljuske, slojeve od fiberglasa ili čak kevlar vlakana postavljena u epoksi. ABS je oblikovan, ali školjke od staklenih vlakana općenito se polažu ručno. Remeni kacige su izrađeni od najlona ili polipropilena.[5]



Sl. 10. Sportska kaciga i BMX kaciga

4.3. Biciklistički dres

Biciklističke majice nekada su bile vunene, a danas se izrađuju od modernih sintetičkih materijala koji se brzo suše u ostavljaju tijelo suhim. Prilagođavanje oblika tijelu smanjuje otpor zraka. Biciklističke majice obilježava ovratnik koji štiti od sunca i hladnog zraka, dugački prednji patent zatvarač koji omogućava lako provjetravanje na velikim vrućinama, duži zadnji kraj i džepovi na leđima. Skoro svi sintetički materijali imaju veliki nedostatak da zadržavaju neugodne mirise. Kvalitetnija odjeća može se prati na višoj temperaturi i to pomaže. Kvalitetne biciklističke gaće povećavaju udobnost. Napravljene su od elastičnog materijala (spandex, lycra...) kako bi bile udobnije i davale slobodu pokreta. U području prepona imaju uložak za bolju udobnost na sjedalu bicikla.[6]



Sl. 11. Biciklistički dres

4.4. Štitnik za podkoljenicu “Shin guard”

Štitnik za podkoljenicu je dio zaštitne opreme koji se nosi na podkoljenici i štiti od naglih udaraca. Koristi se u sportovima kao što su nogomet, bejzbol, hokej na ledu, hokej na travi, kriket i u sportskom biciklizmu. Današnji štitnici su izrađeni od raznih materijala kao što su fiberglass koji je krut, čvrst i lagan. Pjenaste gume koja je lagana, ali ne i čvrsta. Poliuretana, vrlo čvrst, pruža gotovo potpunu zaštitu od većine udaraca. Metalni štitnici koji pružaju veliku zaštitu, ali su teški i neudobni. [7]



Sl.12. Štitnik za podkoljenicu

4.5. Biciklističke cipele

Biciklističke cipele sprječavaju bolove i ozljede stopala i gležnja istovremeno omogućuju bolji prijenos snage na pedale. Biciklističke cipele imaju tvrdi potplat koji omogućava efikasniji prijenos snage i raspoređuje opterećenje ravnomjerno na cijelo stopalo. Biciklističke cipele koriste se s posebnom pedalama koje omogućuju potpunu povezanost bicikla i biciklista. Cipela ne smije biti tijesna niti na jednom mjestu, ali mora omogućiti čvrsto vezivanje noge. Cipele za brdski biciklizam imaju mekši potplat i zato je prijenos snage lošiji. To može uzrokovati bolove u stopalu zbog male površine prijanjanja cipele na pedalu. [6]



Sl. 13. Biciklističke cipele

5. Antimikrobni polimeri

Antimikrobni polimeri, također poznati kao polimerni biocidi, su klasa polimera s antimikrobnim djelovanjem ili sposobnošću inhibiranja rasta mikroorganizama poput bakterija, gljivica ili protozoana. Ovi su polimeri dizajnirani tako da oponašaju antimikrobne peptide koje imuni sustav živih bića koristi za ubijanje bakterija. Uobičajeno, antimikrobni polimeri nastaju vezanjem ili umetanjem aktivnog antimikrobnog sredstva na polimernu podlogu preko alkil ili acetilnog veznika. Antimikrobni polimeri mogu poboljšati učinkovitost i selektivnost trenutno korištenih antimikrobnih sredstava, istovremeno smanjujući opasnosti za okoliš, jer su antimikrobni polimeri općenito nehlapljivi i kemijski stabilni.[8]

6. Kemijska analiza

Kemijska analiza je skup analitičkih tehnika i metoda za određivanje kemijskog sastava i strukture neke tvari. Temelji se na provedbi klasičnih kemijskih reakcija ili na određivanju nekog fizikalno-kemijskog svojstva tvari uz pomoć tehničkih instrumenata. Razlikuju se kvalitativna, kvantitativna i strukturna kemijska analiza. Kvalitativnom analizom utvrđuje se

prisutnost različitih sastojaka tvari, ponajprije kemijskih elemenata te je posebno važna u analizi anorganskih tvari. Kvantitativnom analizom određuje se udjel pojedinih sastojaka, a strukturnom analizom raspored atoma u molekuli. [9]

6.2. Volumetrija

Volumetrija je analitička metoda kojom količinu tvari u uzorku određujemo na temelju mjerenja volumena otopine reagensa poznate koncentracije, potrebnog za potpunu reakciju sa određivanom tvari. Količinu tvari u uzorku određujemo titracijom. Titracija je postupak dodavanja otopine reagensa u otopinu analiziranog sastojka i konačno mjerenje volumena otopine reagensa, potrošenog za potpunu reakciju određivanog sastojka s reagensom. Točka ekvivalencije je trenutak u kojem u potpunosti izreagira cijela količina analita tijekom reakcije s titrantom.

Ovisno o vrsti kemijske reakcije volumetrijske metode temelje se na:

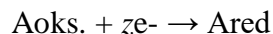
- Kiselo – baznim reakcijama
- Redoks reakcijama
- Reakcijama taloženja
- Reakcijama stvaranja kompleksa (kompleksometrija)

6.3. Kiselo bazne reakcije

Kiselo-baznim titracijama (acidimetrija i alkalimetrija) određuju se kiseline, lužine, soli jakih kiselina i slabih baza i soli jakih baza i slabih kiselina. Ekvivalentna točka titracije će biti pri pH 7 samo kod titracije jakih kiselina s jakim lužinama i obratno, dok će se u svim drugim slučajevima ekvivalentna točka biti pomaknuta u kiselo ili bazno područje, ovisno o hidrolizi nastale soli. Kao standard otopine u acidimetriji najčešće se koristi otopina klorovodične kiseline (HCl) ili sumporne kiseline (H₂SO₄), a kao standard otopina u alkalimetriji otopina natrijevog hidroksida (NaOH).

6.4. Redoks reakcije

Redoks-titracije se temelje na reakcijama oksidacije i redukcije. Karakteristika svakog redoks sustava je njegov redoks potencijal. Za opći redoks sustav vrijedi:

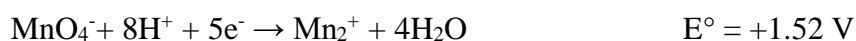


Tokom titracije do točke ekvivalencije raste potencijal redoks sustava koji se titrira (Aoks. Ared.). U točki ekvivalencije izjednačuju se potencijali oba sustava, a zatim raste potencijal sustava standard otopine. Kao oksidativni standardi u redoks titracijama najčešće se koriste kalijev permanganat (KMnO_4), otopina cerijevih soli, Ce(IV) i jod (I_2). Kao reduktivni standardi koriste se oksalna kiselina $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ i natrijev tiosulfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

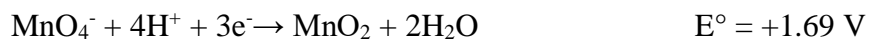
6.5. Permanganometrija

Permanganometrija obuhvaća redoks metode pri kojima se kao titracijska otopina upotrebljava otopina kalijevog permanganata (KMnO_4). Kalijev permanganat spada u jaka oksidacijska sredstva, a sposobnost oksidacije ovisi o kiselosti sredine:

a) u jako kiseloj sredini

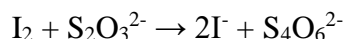


b) u slabo kiseloj ili neutralnoj sredini



6.6. Jodometrija

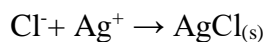
Jodometrija je reduktometrijska metoda koja se temelji na reakciji titracije otopine joda s otopinom natrijeva tiosulfata prema jednadžbi



Jodometrijom se određuju one oksidativne tvari koje mogu oksidirati jodid u jod kao što su Br_2 , Cl_2 , MnO_4^- , BrO_3^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, O_3 , Fe^{3+} , AsO_4^{3-} i drugi. U jodometriji, za određivanje završne točke titracije, koristi se vodena otopina škroba. Bit određivanja jest u tome da kiselj otopini oksidativnog analita dodamo kalijevog jodida u suvišku. Izlučena količina joda, koja je ekvivalentna količini prisutnog oksidativnog analita, odredi se titracijom sa standard otopinom natrijevog tiosulfata.

6.7. Taložne metode

Taložne volumetrijske metode temelje se na principu da ispitivani analit sa standard otopinom u brzj reakciji stvara teško topljivu sol točno poznatog stehiometrijskog sastava. Taložnim volumetrijskim metodama najčešće se određuju srebro i halogenidi. [10]



Kod taložnih volumetrijskih metoda mogu se primjeniti tri vrste indikatora:

- indikatori koji stvaraju obojeni talog
- indikatori koji stvaraju obojeni kompleks
- adsorpcijski indikatori

6.8. Gravimetrija

Gravimetrija je metoda kvantitativne kemijske analize kojom se sadržaj neke tvari određuje mjerenjem mase nekog elementa ili spoja izdvojene na pogodan način iz poznate mase uzorka za analizu. Izdvajanje elementa ili spoja kojeg sadrži dati uzorak postiže se na različite načine, od kojih su najvažniji izdvajanje taloženjem, izdvajanje elektrolizom, izdvajanje pretvaranjem u plinovite produkte i izdvajanje ekstrakcijom i kromatografijom. Osnovu gravimetrijske analize čine metode taloženja. Za analizu taloženjem značajni su sljedeći čimbenici:

1. Talog mora biti netopljiv da se ne gubi pri izdvajanju u čistom stanju. U praksi to znači da količina taloga koja zaostaje u otopini ne smije biti veća od 0,1 mg.
2. Talog izdvojen iz otopine i pripremljen za vaganje mora imati definiran stehiometrijski sastav.
3. Talog mora biti u takvom obliku koji omogućava lako i brzo odvajanje od matične otopine, što znači da mora biti krupnozrnast i kristalan.

U gravimetrijskoj analizi bitne su sljedeće osnovne operacije: taloženje, digeriranje, filtriranje, ispiranje taloga, prevođenje taloga u oblik pogodan za vaganje (sušenjem i žarenjem), vaganje i računanje rezultata analize

Taloženje je proces stvaranja taloga. Za vrijeme taloženja, uvjeti u otopini moraju biti tako podešeni da talog bude što manje onečišćen usijed usporednog taloženja, sutaloženja i naknadnog taloženja. Otopinu reagensa dodajemo izravno u otopinu uzorka. Taložni reagens dodajemo postupno, uz istovremeno miješanje, da se smanji lokalno prezasićenje otopine. Nakon što se talog slegne, bistroj otopini iznad taloga dodamo 1-2 kapi reagensa da ispitamo da li je taloženje potpuno.

Digeriranje je proces kojim se talog čisti. Nakon potpunog taloženja, ostavimo talog da stoji u matičnoj otopini određeno vrijeme. Digeriranje se najčešće obavlja na povišenoj

temperaturi, na vodenoj kupelji, obično u vremenu 1-2 sata. Digeriranje ne obavljamo ako se talog na povišenoj temperaturi kemijski mijenja ili otapa.

Filtiranje je postupak kojim talog odvajamo od tekućine. Filtrski papir upotrebljavamo za taloge koji se na mijenjaju pod utjecajem redukcijskog djelovanja ugljika prilikom pougljavanja i izgaranja papira. Prema veličini čestica taloga odabiremo filtarski papir odgovarajuće poroznosti, a veličinu papira zavisno o količini taloga.

Ispiranje taloga je nužno da bismo uklonili zaostatke matične otopine i nečistoće. Otopinu za ispiranje taloga izabire se tako da otopina ne otapa talog, niti nastaju kemijske promjene u talogu za vrijeme ispiranje. Tekućina za ispiranje dodaje se u malim obrocima.

Prevođenje taloga u oblik pogodan za vaganje je postupak sušenja ili žarenja prije vaganja. Sušenje je dovoljno samo za one taloge koje je moguće vagati u istom obliku u kojem su istaloženi. Suši se na temperaturi 110 – 130 °C, za vrijeme od 1 sata. Nakon toga slijedi postupak vaganja i računanja. Taloge koje je nemoguće vagati u obliku u kojem su

istaloženi potrebno je žarenjem prevesti u pogodan oblik. Taloge žarimo na temperaturi 800 – 1200 °C koristeći plamenike ili električne peći. Nakon žarenja, lončić izvadimo iz peći da mu se temperatura snizi, a zatim toplog stavimo u eksikator. Nakon 45 minuta, pristupamo vaganju. [11]

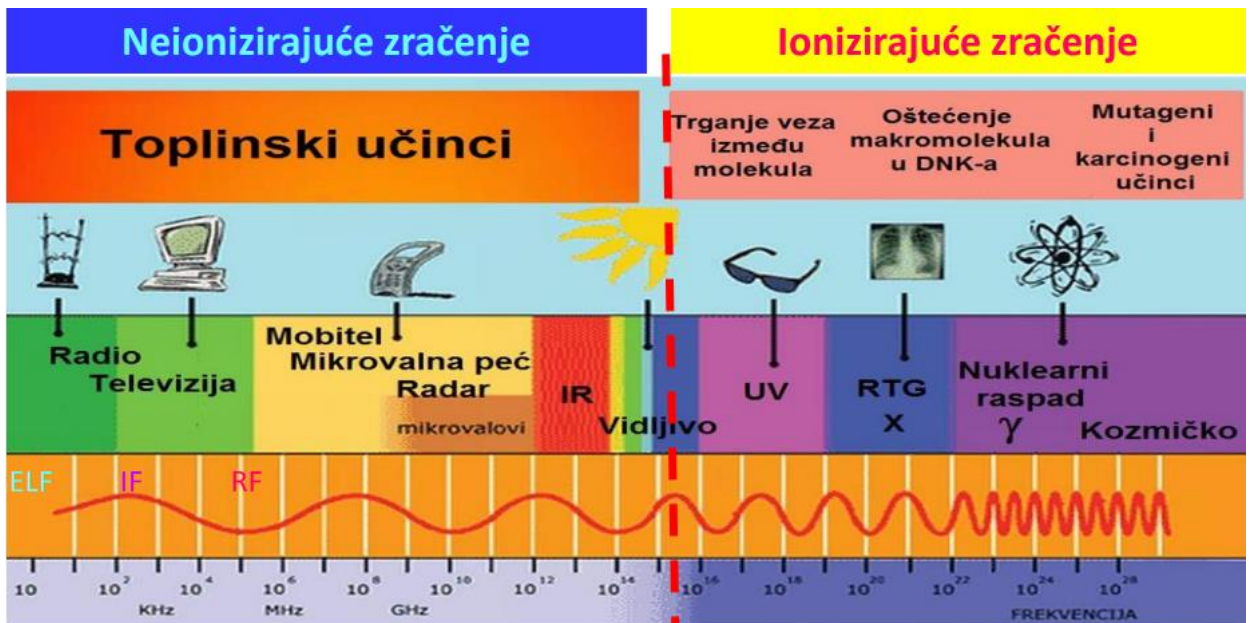
7. Instrumentalne metode

Spektrometrija je grana analitičke kemije koja proučava međudjelovanje elektromagnetskog zračenja i tvari, čime se određuje kemijski sastav i struktura tvari. Spektrometrija koristi apsorpciju, emisiju, ili rasipanje elektromagnetskog zračenja u svrhu kvalitativnih i kvantitativnih ispitivanja tvari.

Spektroskopija je grana znanosti koja se bavi proučavanjem svjetlosti razlučene u komponente, valne duljine, koje tvore spektar. grana fizike proučava učinke vezane uz emisiju i apsorpciju elektromagnetskog zračenja.

7.1. Osnovni zakoni svjetlosti

Svjetlost je elektromagnetsko zračenje koje je vidljivo ljudskom oku. Ljudsko oko u prosjeku može vidjeti svjetlost s valnom duljinom u rasponu od 380 do 780, koje ljudsko oko razlikuje kao boje, od ljubičaste s najmanjom do crvene s najvećom valnom duljinom. Svjetlost se širi u prostoru, pada na pravilnu materijalnu plohu i od nje se odbija ili reflektira te prolazi kroz pravilnu glatku plohu između dva prozirna sredstva i u njoj se lomi i refraktira.



Sl. 14. Elektromagnetski spektar s izdvojenim vidljivim područjem (400-700nm)

Kada bijelo svjetlo prolazi kroz neku obojenu supstancu, dio zračenja biva apsorbiran. Preostali dio koji prođe kroz supstancu (transparentnu) predstavlja komplementarnu boju apsorbiranom području valnih duljina i to je boja koju vidimo. Kod neprozirnih supstanci boja koju vidimo predstavlja reflektirani dio upadnog zračenja (bijelog svijetla).

7.2. Spetrometar

Spektrometar je uređaj koji izravno elektronskim detektorom snima spektar i mjeri njegovu jakost. Sastavljeni su od pet osnovnih dijelova: stabilnog izvora energije zračenja, selektora valnih duljina koji omogućuje izdvajanje određenog valnog područja, jednog ili više spremnika za uzorke, detektora zračenja ili pretvornika energije zračenja u mjerljiv signal te procesora signala i uređaja za njegovo očitavanje.



Sl. 15. Spektrometar

7.3. Izvori zračenja

Izvori zračenja mogu biti kontinuirani i linijski. Kontinuirani izvori se najčešće temelje na zračenju crnog tijela. Sve krutine emitiraju elektromagnetsko zračenje te intenzitet i valna duljina ovise samo o temperaturi. Zračenje izvora uglavnom se opisuje pomoću emisijskog spektra koji se sastoji od tri vrste spektra, a to su linijski, vrpčasti i kontinuirani. Atomi ili molekule mogu se pobuditi u jedno ili u nekoliko viših energijskih stanja na različite načine, a to su bombardiranjem elektronima ili drugim elementarnim česticama, izlaganjem visoko naponskoj izmjeničnoj iskri, podvrgavanjem utjecaju topline u plamenu ili električnom luku i izlaganjem izvoru elektromagnetskog zračenja.

Linijski spektri nastaju disperzijom svjetlosti koju emitiraju pobuđeni jednoatomni plinovi i pare metala. Pojedinačna vrsta atoma, kada je van dometa utjecaja neistovrsnih atoma, emitira elektromagnetsko zračenje (uglavnom u vidljivom dijelu spektra) pri prijelazu elektrona sa više na niže energetske nivoe. Stoga su valne duljine koje se emitiraju karakteristične za danu vrstu atoma.

Vrpčasti spektri nastaju disperzijom svjetlosti, koju emitiraju usijani plinovi s više atomnim molekulama. Izvor takvih vrsta spektara su male molekule i radikali. Linije su smještene tako blizu da ih se ne može potpuno razlučiti.

Kontinuirani spektar nastaje disperzijom idealne bijele svjetlosti koja sadrži fotone svih valnih duljina vidljive svjetlosti. Pravo kontinuirano zračenje nastaje zagrijavanjem krutina do usijanja (zračenje crnog tijela). Ovisno je o temperaturi površine koja zrači, a ne o materijalu te površine. Zračenje crnog tijela važan je izvor infracrvenog, vidljivog i ultraljubičastog zračenja.

8. Kromatografija

Kromatografija je metoda odvajanja koja se zasniva na različitoj raspodjeli komponenti uzorka između dvije faze od kojih je jedna nepokretna, a druga pokretna. Kromatografske metode služe za odjeljivanje, identifikaciju i kvantitativno određivanje kemijskih sastojaka u složenim smjesama. Ako je stacionarna faza kruta, a mobilna tekuća, imamo tekućinsku kromatografiju. Ako je pak mobilna faza plin, a stacionarna krutina ili tekućina, radi se o plinskoj kromatografiji.

Dva osnovna tipa tekućinske kromatografije su tankoslojna kromatografija i kromatografija na stupcu. Kod tankoslojne kromatografije stacionarna faza čini tanak sloj, obično na aluminijskoj ili staklenoj podlozi, a mobilna se faza kroz nju kreće djelovanjem kapilarnih sila, obično tako da se pločica s nanesenim uzorkom jednim krajem uroni u mobilnu fazu. Kod kromatografije na stupcu stacionarna je faza smještena u cijev kroz koju protječe

tekuća faza. Klasične stacionarne faze za tekućinsku kromatografiju su silicijev i aluminijev dioksid, dok se kao mobilna faza koriste razna organska otapala te voda.

8.1. Tekućinska kromatografija

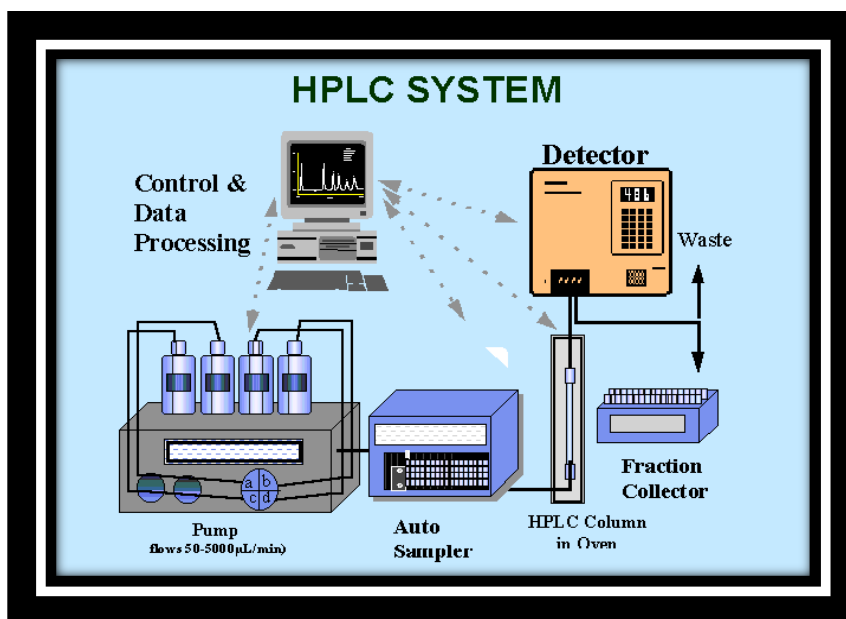
Tekućinska kromatografija (Liquid Chromatography - LC) je tehnika razdvajanja komponenti u kojoj je mobilna faza tekućina. Može se provesti bilo u koloni ili ravnini. Elucija je postupak ispiranja sastojaka koji prolaze kroz kolonu dodavanjem novih količina otapala. Ako je stacionarna faza u koloni polarna onda se za mobilnu fazu uzima nepolarna tvar. Postupci analize se mogu podijeliti na unošenje analita, razdvajanje analita u koloni, elucija i detekcija. Vrijeme zadržavanja, t_R je vrijeme koje je potrebno da analit nakon unošenja uzorka stigne do detektora. Mrtvo vrijeme, t_M je vrijeme potrebno da mobilna faza prođe kroz kolonu.

FAKTOR ZADRŽAVANJA:

$$K'_A = \frac{t_R - t_M}{t_M}$$

8.2. Tekućinska kromatografija visoke djelotvornosti (HPLC)

U tekućinskoj kromatografiji visoke djelotvornosti mobilna faza je tekuća, a stacionarna faza napravljena od finih zrna. Koristi se tlačna pumpa čiji tlak iznosi nekoliko milijuna paskala. HPLC se može podijeliti na razdjelnu kromatografiju, adsorpcijsku kromatografiju, ionsko-izmjenjivačku kromatografiju i kromatografija isključenjem na osnovi veličine čestica. Prednosti HPLC metode su osjetljivost, prilagodljivost, mogu se analizirati neisparljivi i termički osjetljivi spojevi te se koristi za širok spektar uzoraka. Tekućinska kromatografija koristi si za razdvajanje organskih tvari, anorganskih tvari i za razdvajanje iona.



Sl. 16. HPLC komponente

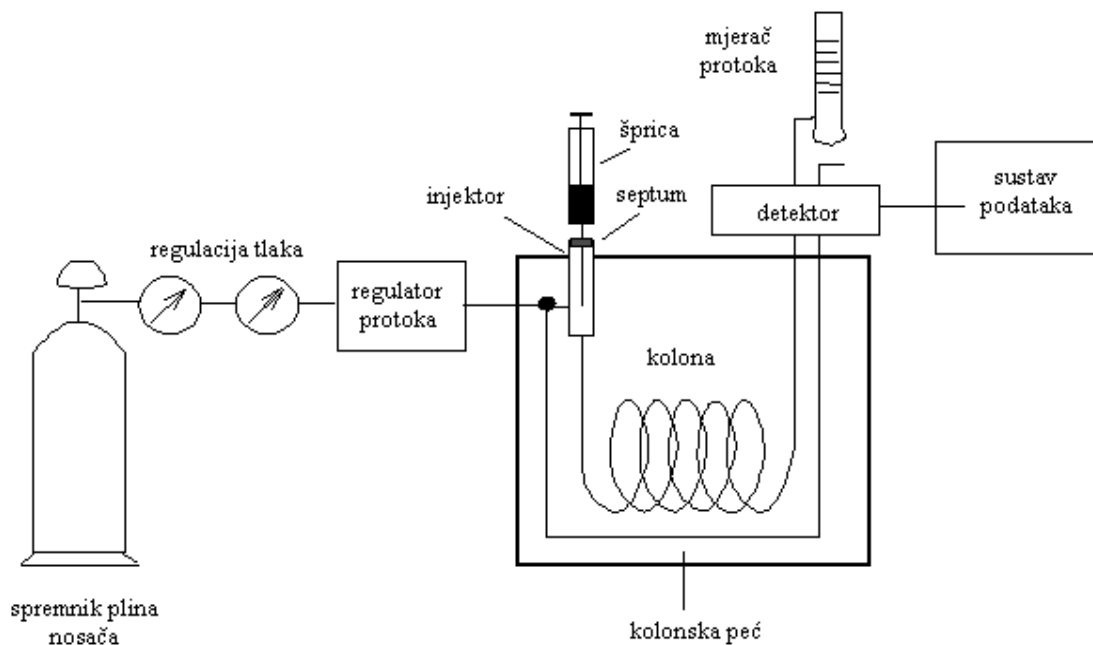
8.3. Ionska kromatografija

Ionska kromatografija je proces kromatografije koji razdvaja iona i polarne molekule koja se temelji na razdvajanju komponenti smjese zbog djelovanja ionskih sila. Dvije vrste ionske kromatografije su anionska izmjena i kationska izmjena. Često se upotrebljava u pročišćavanju proteina, analizi vode i kontroli kvalitete. Molekule koje su topljive i nabijene u vodi, kao što su proteini, aminokiseline i peptidi, vežu se na dijelove koji su suprotno nabijeni stvaranjem ionskih veza na netopljivu stacionarnu fazu.

8.4. Plinska kromatografija

Plinska kromatografija (GC) je uobičajeni tip kromatografije korišten u analitičkoj kemiji za odvajanje i analizu spojeva koji se mogu isparavati bez razgradnje. Tipične upotrebe GC uključuju ispitivanje čistoće određene tvari ili odjeljivanje različitih sastojaka smjese. Razlika između plinske i ionske kromatografije je u tome što analit ne reagira sa mobilnom fazom te zbog toga njegova brzina kretanja kroz kolonu ne ovisi o kemijskoj strukturi mobilne faze. Analit se ubrizgava kao tekućina koja zbog visoke temperature u kromatografu prelazi u plinovito stanje. Temperatura ulaza instrumenta postavlja se na 50°C višu

temperaturu od temperature vrelišta najslabije hlapljive komponente iz analizirane smjese. Mobilna faza je interni plin koji eluira komponente smjese u koloni napunjenoj stacionarnom fazom. Kod stacionarne faze za odjeljivanje komponenti male molekulske mase, koristi se čvrsta tvar velike specifične površine na koju se adsorbiraju analizirane komponente. Za odjeljivanje komponenti velike molekulske mase, koristi se tekuća faza nanešena na površinu čvrstog nosača adsorpcijom ili kemijskim vezanjem.



Sl. 17. Sastavni dijelovi plinskog kromatografa

9. Elektrokemijske metode

Elektrokemijske metode su skupina analitičkih postupaka kod kojih podatke o određivanoj molekulskoj vrsti dobivamo na temelju međusobno razmjernih električnih veličina, tj. s pomoću električnog napona električne struje ili električnog naboja. Kod metalnog vodiča naboji su elektroni, dok kod elektrolita imamo tok pozitivnih i negativnih iona u otopini koji se kreću u raznim smjerovima prema elektrodama. Elektroliti su tvari koji u vodenim otopinama disociraju na ione te stoga provode električnu struju. Elektrokemijski članak jest članak u kojem se pri odvijanju kemijske reakcije kemijska energija pretvara u električnu ili obrnuto. Sastoji se od dvije elektronski vodljive faze (metal ili poluvodič) koje se zovu

elektrode, međusobno povezane ionski vodljivom fazom (vodene i nevodene otopine elektrolita, taline ili ionski vodljive čvrste tvari). Reakcije oksidacije i redukcije se odvijaju istovremeno, ali su prostorno odijeljene.

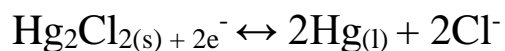
Referentna elektroda je elektroda čiji je potencijal poznat i potpuno neovisan o koncentraciji analita. Idealna referentna elektroda mora imati poznat i stalan potencijal, neovisan o sastavu otopine. Pri prolazu malih struja potencijal se ne smije mijenjati.

Standardna vodikova elektroda je univerzalna referentna elektroda prema kojoj se iskazuju potencijali ostalih elektroda. Sastoji se od pločice platinirane platine uronjene u otopinu vodikovih iona aktiviteta i kroz koju se propušta plinoviti vodik pod tlakom od 101 325 Pa.

Zbog zahtjevnosti održavanja, standardna vodikova elektroda se zamjenjuje sa sekundarnim referentnim elektrodama čiji su potencijali određeni u odnosu prema vodikovoj elektrodi. Kao referentne electrode najčešće se koriste kalomel i srebrov klorid elektroda.

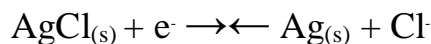
Kalomel elektroda se najčešće upotrebljava kao referentna elektroda u laboratoriju, jer ju je lako pripremiti tako da ima točno poznat potencijal. U unutrašnjoj cijevi nalazi se pasta od žive, kalomela (kalomel je trivijalno ime za živin (I) klorid, Hg_2Cl_2 i otopine kalijeva klorida u koju je uronjena platinska žica. Veza s otopinom analita ostvaruje se preko sinterirane pločice, poroznog stakla ili porozne vlaknaste brtve.

Elektrodna reakcija u polučlanku je :



Srebro/srebrov klorid elektroda je najčešće korištena referentna elektroda zbog svoje jednostavnosti, neotrovnosti, niske cijene i stabilnosti. Najčešći se puni zasićenim kalijevim

kloridom ali može biti punjena i kalijevim kloridom nižih koncentracija, npr. 3.5 mol dm⁻³ ili 1 mol dm⁻³. Rad srebro/srebrov klorid elektrode temelji se na polureakciji



9.1. Elektroliza

Elektroliza je elektrokemijski proces pri kojem se uz pomoć vanjskog izvora struje na elektrodama vrše reakcije oksidacije i redukcije. Negativno nabijeni ioni (anioni) putovat će prema pozitivnoj elektrodi (anodi), a pozitivno nabijeni ioni (kationi) prema negativnoj elektrodi (katodi). Na elektrodama se ioni izbijaju i izlučuju kao atomi ili kao molekule. Pritom anioni predaju anodi višak elektrona (oksidacija), a istodobno na katodi, kationi primaju jednaku količinu elektrona (redukcija). Faradayev zakon elektrolize kaže da količina tvari koja se izluči na elektrodi proporcionalna je količini naboja koja je protekla tokom elektrolize.

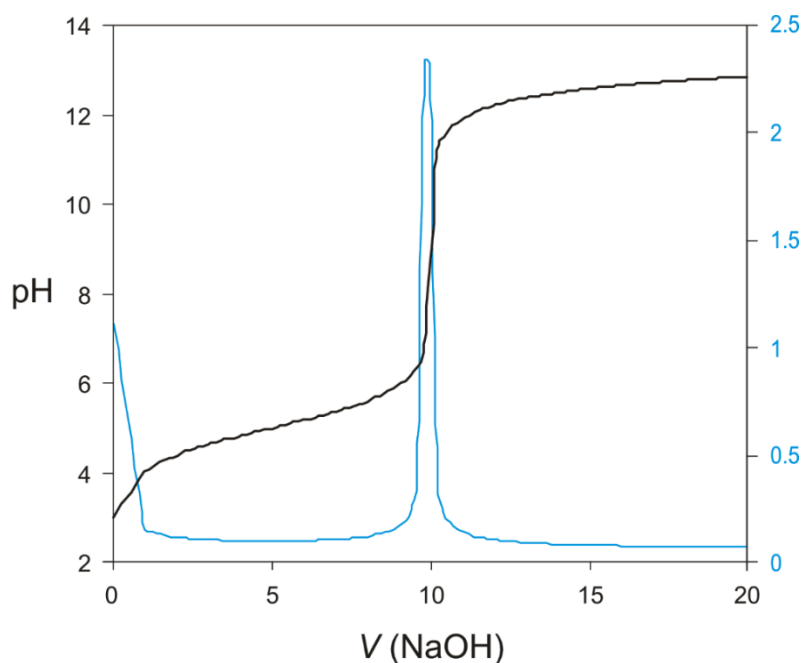
$$Q = z \cdot F \cdot n$$

9.2. Elektroanalitičke metode potenciometrija

Potenciometrija je metoda u kojoj se mjeri razlika potencijala između elektroda elektrokemijske ćelije uz ravnotežne uvjete. Napon ćelije mjerimo tako da kroz ćeliju teče vrlo mala struja te da ona ne utječe na mjerljivo stanje ravnoteže na elektrodama. Razlika potencijala između elektroda ćelije mjeri se pomoću osjetljivih mjernih uređaja potenciometra i voltmetra s velikom ulaznom impedancijom. Ove mjerne naprave omogućuju mjerenje razlike potencijala uz minimalni tok struje kroz elektrokemijsku ćeliju.

9.3. Potenciometrijska titracija

Potenciometrijska titracija je volumetrijska metoda kojom se mjeri potencijal između dvije elektrode kao funkcija dodanog volumena reagensa. Temeljni princip potenciometrijske titracije je određivanje nepoznate koncentracije ispitivane otopine titracijom s nekom standardnom otopinom pri čemu skokovita promjena potencijala indikatorske elektrode ukazuje i određuje završnu točku titracije. Titracijska krivulja ima karakterističan sigmoidalni oblik. Točku ekvivalencije možemo točnije odrediti iz diferencijalne krivulje $\Delta E/\Delta V$ gdje maksimum krivulje određuje točku ekvivalencije.

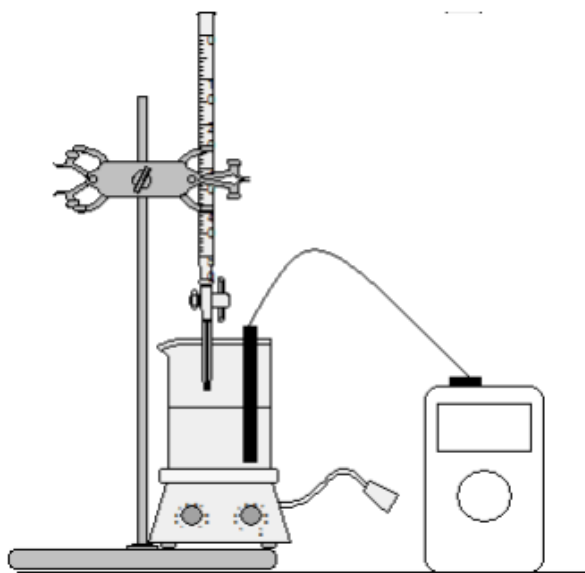


Sl. 18. Potenciometrijska krivulja, rezultat potenciometrijske titracije

Kod potenciometrijske titracije s jednom indikatorskom elektrodom koristi se referentna elektroda koja ima konstantan potencijal i indikatorska elektroda čiji potencijal nije stalan i ovisi o koncentraciji analita. Kod potenciometrijske titracije sa dvije indikatorske elektrode završna točka titracije utvrđuje se mjerenjem razlike potencijala između indikatorskih elektroda u ovisnosti o volumenu titransa.

9.4. Konduktometrija

Konduktometrija je volumetrijska analitička metoda u kojoj se završetak (ekvivalentna točka) određuje promjenom električne vodljivosti. Električna vodljivost ovisi o koncentraciji iona i o njihovoj pokretljivosti pod utjecajem električnog polja. Konduktometrijske titracije su titracije kod kojih se točka ekvivalencije određuje na osnovu mjerenja specifične električne vodljivosti reakcijske smjese. Kao produkt reakcije treba nastati teško topljivi talog (taložne reakcije) ili neki nedisocirani spoj (neutralizacija). Točka ekvivalencije odgovara reakciji između reaktanata prema stehiometrijskim odnosima koje definira odgovarajuća kemijska reakcija, tj. pri ekvivalentnom odnosu reaktanata. Instrumentom koji se zove konduktometar mjerimo otpor (R) koji elektrolit između dvije elektrode (uglavnom platinske) pruža prolasku električne struje. Recipročna vrijednost otpora jest električna vodljivost, G/S .



Sl.19. Konduktometrijska titracija

10. Odabir metode

Za odabiranje metode rada i vođenje analitičkog procesa potrebni su mnogi podaci o materiji uzorka kao što su porijeklo, agregatno stanje, koncentracija, vrsta materijala, npr., molekula, ion. Izbor metode uvjetuju priroda materijala uzorka koji može biti čestica materije, tekućina, plin, suspenzija dakle agregatno stanje uzorka odnosno analita, nadalje fizičke i kemijske značajke analita, npr., njegova korozivnost ili radioaktivnost koji mogu izazvati popratne efekte.

Izbor analitičke metode ovisi o mnogo raznih čimbenika:

- prirodi uzorka koji se ispituje (kruti, tekući, plinoviti, ...),
- prirodi analita,
- koncentraciji analita: 5 – 100 %glavni sastojci
3/4 0.01 – 5 %sporedni sastojci
3/4 < 0.01 %.....tragovi

Analitički postupak sastoji se od sljedećih faza:

- Definiranje problema
- Dobivanje reprezentativnog uzorka
- Priprema uzorka za analizu
- Provođenje neophodnih kemijskih razdvajanja
- Mjerenje
- Izračunavanje rezultata

10.1. Koraci kemijske analize

- **1.** postavljanje analitičkog zadatka; Analitički proces počinje studijem porijekla uzorka, planom analize i izborom metode rada, a završava obradom dobivenih podataka i njihovom interpretacijom.
- **2.** izbor prikladne metode U izboru prikladne metode važna je količina uzorka, izvedbene značajke metode, trajanje i cijena analize. Odabrana metoda treba zadovoljiti svrhu zbog koje se ta analiza radi pa se po mogućnosti za analizu odabire validirana metoda
- **3.** uzimanje uzorka S obzirom na to da trebamo reprezentativni uzorak pravilno uzimanje uzorka temelj je valjane analize.

Valja paziti da ne done do međusobnog onečišćavanja uzoraka, a važno je i pravilno čuvanje (skladištenje) uzoraka;

- **4.** priprema uzorka Nakon vizualnog pregledavanja uzorak se često podvrgava postupcima predobradbe kao što su: mrvljenje (čvrsti uzorak se usitnjava do finog praha u porculanskom ili ahatnom tarioniku, tvrdi uzorci kao

što su minerali u čeličnom tarioniku ili mlinu) miješanje, granuliranje, sušenje, žarenje i kontrola sadržaja vlage, otapanje, raščinjavanje, ekstrakcija, odjeljivanje analita i obogaćivanje kod bioloških materijala.

- **5.** završno mjerenje i procjena rezultata (interpretacija analitičke informacije i procjena rezultata mjerenja). Ovisno o količini uzorka analitičke metode se koriste različitim tehnikama rada odnosno izvode se u raznim mjerilima: makro-, semimikro-, mikro-, itd. One se razlikuju po količini uzorka koji se uzima za analizu odnosno po volumenima upotrebljenih otopina uzorka i reagensa.

Uzorkovanje je postupak kojim se uzima dio materijala za ispitivanje, a koji mora biti reprezentativni uzorak cjelokupnog materijala. Postupak uzimanja uzorka ovisi o veličini materijala iz koje se uzima uzorak, fizikalnom stanju uzorka koji se uzima (kruto, tekuće, plinovito) i kemiji materijala koji se uzima.

10.2. Metode odjeljivanja

Filtracija je postupak odvajanja čvrste tvari od tekućine propuštanjem suspenzije kroz filtar

Dijaliza je postupak razdvajanja tvari iz otopine na temelju razlika u sposobnosti difuzije kroz polupropusnu membranu.

Centrifugiranje je postupak razdvajanja čestica pod utjecajem centrifugalne sile.

Maskiranje je metoda kojom se tvar koja ometa analizu veže u kemijski neaktivan kompleks.

Destilacija je postupak odjeljivanja komponenti iz smjesa na temelju razlike temperatura njihovih vrelišta.

Sublimacija je direktan prijelaz tvari iz čvrstog u plinovito stanje.

Kristalizacija je proces nastajanja kristala neke tvari iz zasićene otopine ili taline.

Ekstrakcija je postupak izdvajanja tvari iz homogenih smjesa na osnovi njene različite topljivosti u različitim otapalima koja se međusobno ne miješaju. [12]

10.3. Obrada mjernih podataka

Svaki rezultat kemijske analize ima pogrešku ili mjernu nesigurnost. Cilj nam je smanjiti pogrešku te izračunati njenu veličinu.

10.3.1. Sustavne pogreške

Sustavne pogreške imaju točno određen izvor koji se u načelu može dokazati, te imaju isti predznak pri ponovljenim mjerenjima. Izvori sustavnih pogrešaka su osobne pogreške, pogreške instrumenta i pogreške metoda. Ove vrste pogrešaka mogu se smanjiti i ukloniti provjerom i poboljšanjem aparature. Ako smo svjesni mogućnosti nastanka sistematske pogreške u nekom mjerenju, često je moguće osmisliti eksperiment tako da se takve pogreške uklone

10.3.2. Grube pogreške

Nastaju ljudskim propustima u toku mjerenja, naglim poremećajem u okolini ili u mjernom uređaju. Rezultat je i grubog, subjektivno uvjetovanog propusta u mjernom postupku.

Opažać može zabilježiti krivu vrijednost, krivo očitati sa skale, zaboraviti znamenku prilikom očitavanja sa skale ili učiniti drugi sličan propust. Rezultati s ovakvim pogreškama trebali bi vidljivo odskakati od ostalih, ako je učinjeno više mjerenja ili ako jedna osoba provjerava rad druge. Oni se u pravilu isključuju iz analize podataka.

10.3.3. Slučajne pogreške

U vezi su s neizbježnom nesavršenosti opažaća i uređaja, mogu se smanjivati, ali se ne daju potpuno izbjeći. To su pogreške koje donosi samo mjerenje. Boljom izolacijom od okoline i savršenijim uređajem mogu se smanjivati do granica tehnoloških mogućnosti. Slučajne pogreške imaju važno svojstvo – proizvoljno su distribuirane oko prave vrijednosti. Prema zakonima vjerojatnosti najvjerojatnija prava vrijednost izmjerene veličine je aritmetička sredina svih izmjerenih podataka. Moguću uzroci su:

- a) Opažać: Npr. greška u prosudbi opažaća kad očitava vrijednosti na najmanjem podjeljku skale
- b) Okolina: Npr. nepredvidive fluktuacije mrežnog napona, temperature ili mehaničkih vibracija uređaja.

Za razliku od sustavnih, slučajne pogreške mogu se obraditi statističkom analizom, pouzdanije odrediti pravu vrijednost mjerene veličine te dati granice pogreške unutar kojih se najvjerojatnije nalazi prava vrijednost. [13]

11. ZAKLJUČAK

Ovaj završni rad prikazuje pregled razvoja biciklističke opreme, prikazuje razne materijale koji su se od prirodnih vlakana (vune) proširili na ogroman spektar različitih materijala te proizvoda od umjetnih vlakana te prirodnih materijala. Biciklistički dresovi omogućavaju visoku udobnost, sprječava opekline i omogućuju zadržavanje stvari bez narušavanja udobnosti. Većina dresova napravljena je od neke sintetičke tkanine koja je dizajnirana da brzo odnosi znoj iz kože. Zanimljivo je kako su prirodni materijali dan danas široko primijenjeni: pamuk koji upija vlagu i vuna koja sama po sebi sprečava brzi razvoj mikroorganizama i štetnih mirisa vrlo su popularni. No veliki tehnološki napredak tekstilna je industrija ostvarila uvođenjem i razvojem antibakterijskih materijala koji se dobivaju uporabom antimikrobnih djelatnih tvari poput nanočestica srebra, cinkovog oksida i titanijevog dioksida. Sintetički dresovi se danas u proizvodnji prekrivaju antimikrobnim slojevima zahvaljujući kojima ne dolazi do razvoja mikroorganizama (bakterija ili gljivica), čime se automatski sprečava razvoj štetnih mirisa i oboljenja.

U suvremenim kemijskim laboratorijima nisu razvijene metode za određivanje malih količina nanočestica na antimikrobnim tekstilnim materijalima, pa je to izazov koji čeka kemičare ovog stoljeća. Stoga ovaj rad sa pregledom kemijskih metoda koje se mogu u tu svrhu koristiti predstavlja mali iskorak prema tehnološkom razvoju budućnosti te određuje smjer razvoja novih metoda i procesa.

12. LITERATURA

- [1] <https://www.kitsbow.com/blogs/news/history-of-cycling-clothing>
- [2] https://www.fkit.unizg.hr/_download/repository/skripta-KARAKTERIZACIJA_MATERIJALA-skripta.pdf
- [3] Čunko, Ružica; Andrassy, Maja. Vlakna. Zagreb: Zrinski d.d. 2005.
- [4] https://en.wikipedia.org/wiki/Cycling_glove
- [5] https://en.wikipedia.org/wiki/Bicycle_helmet
- [6] https://issuu.com/maricajurec/docs/biciklisti_ki_priru_nik_hbs_izdanje
- [7] https://en.wikipedia.org/wiki/Shin_guard
- [8] https://en.wikipedia.org/wiki/Antimicrobial_polymer
- [9] <http://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?id=31151>
- [10] https://www.periodni.com/enig/volumetrijske_metode_analize.html
- [11] <http://www.kemija.unios.hr/wp-content/uploads/2015/04/PAK2-skripta..pdf>
- [12] D.A. Skoog; D.M. West; F.J. Holler; Osnove analitičke kemije, Školska knjiga, Zagreb, 1999
- [13] M. Kaštelan Macan; Kemijska analiza u sustavu kvalitete, Školska knjiga, Zagreb, 2003

12.1. SLIKE

- Sl. 1. <http://skola-biciklizma-zagreb.com/index.php/hr/2015/09/28/povijest-zagrebackog-biciklizma-2-dio/>
- Sl. 2. <http://hotspots.net.hr/2017/06/medunarodna-biciklisticka-utrka-velika-nagrada-dugopolja-2017-utrka-cestovni-kup-hrvatske/>
- Sl. 3. <https://glossary.periodni.com/glosar.php?hr=celuloza>
- Sl. 4. <https://hr.puntomariner.com/polyester-fibers-types-composition-properties/>
- Sl. 5. <https://www.mladina.si/178835/veliki-polom-imenovan-poliester/>
- Sl. 6. https://commons.wikimedia.org/wiki/File:PA_6_versus_PA_6.6.png
- Sl. 7. <https://www.carapeonline.com/shop/samodrzece-mrezaste-carape/>
- Sl. 9. https://www.kupindo.com/Dresovi-i-sportska-odeca/41039247_biciklisticke-rukavice
- Sl. 10. <http://www.triplesix.com.au/shadow-classic-helmet-gloss-black-xs>
- Sl. 11. <https://www.tportal.hr/sport/clanak/najbolji-biciklist-danasnjice-u-velikoj-nevolji-pokrenuta-je-istraga-20171213>
- Sl. 12. <https://mail.fatbmx.com/bmx-news/item/34248-introducing-shadow-invisa-lite-riding-gear-knee-pads-elbow-pads-and-shin-guards>
- Sl. 13. <https://keindl-sport.hr/proizvodi/odjeca/biciklisticke-cipele/>
- Sl. 14. https://ldap.zvu.hr/~msusak/Elektromagnetsko%20zracenje_web.pdf
- Sl. 15. <http://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?ID=57379>
- Sl. 16. <https://www.slideshare.net/SandraStevicZeljkoKecman/visokopritisna-tenahromatografija>
- Sl. 17. http://free-zg.t-com.hr/Svjetlana_Luterotti/09/091/0912.htm
- Sl. 18. <https://glossary.periodni.com/glosar.php?hr=potenciometrijska+titracija>
- Sl. 19. <http://www.rudarska.hr/wp-content/uploads/2018/02/Vjezba-14.-Konduktometrijska-titracija.pdf>
- Tab. 1. Čunko, Ružica; Andrassy, Maja. Vlakna. Zagreb: Zrinski d.d. 2005.

