

NEVENKA B. PETROVIĆ
BRANKICA Č. ANĐELIĆ
SUZANA D. STANKOVIĆ

Institut za rudarstvo i
metalurgiju, Bor, Srbija

STRUČNI RAD

661.006.2:658.62.018.2

HEMIKALIJE KOJE SE KORISTE U LABORATORIJI A NISU ODGOVARAJUĆEG KVALITETA

Uvođenjem standarda JUS ISO 17025:2001 o akreditaciji laboratorije, Zavod za hemijsko tehničku kontrolu (HTK) Instituta za rudarstvo i metalurgiju formirao je listu hemikalija koje su nabavljene na našem tržištu, a čiji kvalitet ne odgovara certifikatu. Nazvana je "Crna lista hemikalija". U radu su nabrojane hemikalije i dati komentari i zapažanja o upotrebi hemikalija neadekvatnog kvaliteta. Neka iskustva koja će verovatno koristiti i drugim korisnicima hemikalija data su u ovom radu.

Laboratorija Instituta u Boru je akreditovana za 12 materijala i 62 analitičke metode 2006. godine. Od svih materijala koji se analiziraju, za početak su izabrani gotovi proizvodi, t.j. metode koje karakterišu kvalitet tih proizvoda. Pored akreditovanih materijala, veliki je broj uzoraka kako gotovih tako i među-produkata koje kontroliše naša laboratorija. Iskustva su velika, jer laboratorija postoji od davne 1938. godine. Pre dobijanja akreditacije, prethodio je proces uvođenja sistema kvaliteta, prema ISO 9001/2000 [1].

Uvođenje standarda ISO 9001 i JUS ISO 17025:2001 [2], zahteva primenu i upotrebu čitavog niza tačno definisanih procedura. Pretpostavljamo da su mnoge kuće u Srbiji već dobile akreditaciju ili su na putu da dobiju, te da su upoznate sa svim zahtevima definisanog standarda. Zato mi u ovom tekstu ne razmatramo sve tačke pojedinačno, već izdvajamo jednu, koju opisujemo a koju smo nazvali "Crna lista hemikalija".

EKSPERIMENTALNI DEO

U periodu od 2005. do 2006. godine korišćenjem velikog broja hemikalija, odvojili smo one čiji kvalitet nije odgovarao deklaraciji koja je pratila proizvod. U tabeli 1 nabrojane su takve hemikalije.

REZULTATI RADA I TUMAČENJE

Tačka 1. Lantan (III) hlorid, $\text{LaCl}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$

Za određivanje kalcijuma i magnezijuma metodom atomske apsorpcione spektrofotometrije (AAS) u plamenu vazduh-acetilen, da bi uklonili uticaj aluminijuma [3], standarde i uzorke pripremamo sa 1%

Adresa autora: N. Petrović, Institut za rudarstvo i metalurgiju
Zeleni bulevar 33-35, 19210 Bor
E-mail: lab_htk@ptt.yu
Rad primljen: Novembar 30, 2007.
Rad prihvaćen: Mart 26, 2008.

Tabela 1. Hemikalije koje su na crnoj listi laboratorije u Boru
Table 1. CTC Laboratory Black List of Chemicals

Broj tačke	Datum zapažanja	Hemikalije	Oznaka proizvođača
1	Januar 2005.	$\text{LaCl}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$, min 99%	A
2	Februar 2005.	$\text{CH}_3\text{COONH}_4$, p.a.	B
3	Avgust 2005.	HF, p.a.	C
4	Septembar 2005.	HCl, p.a.	D
5	Novembar 2005.	HNO_3 , p.a., 65%	E
6	Mart 2006.	H_2SO_4 , purum, 95–97%	F
7	Septembar 2006.	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, p.a.	M

rastvorom lantana, koristeći lantan (III) hlorid. Pripremamo 5% rastvor La, a za neposredno snimanje koristimo 1%. U tabeli 2 vidi se da pri određivanju kalcijuma, apsorpciona vrednost 5%-og rastvor La, napravljenog od hemikalije A, jako visoka, dok je magnezijuma niska.

To pokazuje da hemikalija pod oznakom A lantan (III) hlorida ima kalcijuma a magnezijuma nema, i da ne zadovoljava kontrolni list sadržaja nečistoće, pa se za određivanje kalcijuma ne može koristiti, a za magnezijum može. Hemikalija $\text{LaCl}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$ ostalih

Tabela 2. Vrednosti apsorpcionih jedinica (A) 5% rastvora lantana pri snimanju Ca i Mg tehnikom AAS, u zavisnosti od različitih proizvođača $\text{LaCl}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$

Table 2. AAS absorption units (A) of the 5% La of LaCl_3 delivered from suppliers labeled as M, N, A and P

Proizvođač	A/Ca	A/Mg
M	0,004	0,006
N	0,010	0,008
A	0,310	0,008
P	0,009	0,007

proizvođača iz tabele 2 može se koristiti i za kalcijum i za magnezijum.

Tačka 2. Amonijum–acetat, $\text{CH}_3\text{COONH}_4$

Prilikom gravimetrijskog određivanja olova, najpre se olovo taloži kao PbSO_4 , koji se sa amonijum–acetatom rastvara i dalje određuje bilo gravimetrijski (taloženjem sa $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), ili kompleksometrijski [4]. Amonijum–acetat pod oznakom B penio je prilikom pripreme 25% rastvora, i dobijeni su niži rezultati olova od očekivanih. Visok kvalitet amonijum–acetata je neophodan za rad u našoj laboratoriji, pri radu sa nedovršenom kupelacijom [5]. Takođe se koristi pri uklanjanju Pb kod gravimetrijskog određivanja SiO_2 u platinskom lončetu [6].

Tačka 3. Fluorovodonična kiselina, HF, p.a.

Za određivanje kvaliteta kvarca neophodna je analiza na sadržaj gvožđa čiji je sadržaj manji od 0,10% Fe_2O_3 . Metoda se sastoji u prevođenju silicijuma sa HF u gasoviti SiF_4 i određivanju gvožđa metodom AAS ili spektrofotometrijski (SF). Kiselina HF za isterivanje silicijuma pod oznakom C bila je zaprljana gvoždem toliko da je gvožđa u nula uzorku bilo više nego u ispitivanom uzorku. Kvalitet kiseline ne zadovoljava i ne sme se koristiti za određivanje nečistoća, već samo za pogonske analize. Tako smo kiselinu utrošili za razaranje šljake i određivanje bakra, prethodno proverivši da bakra nema u kiselini.

Tačka 4. Hlorovodonična kiselina, HCl, p.a.

Boja kiseline bila je izrazito žuta. Iako na etiketi piše HCl p.a. za hemikaliju D, kiselina je bila zaprljana gvoždem, pa smo ovu kiselinu iskoristili kao tehničku.

Tačka 5. Azotna kiselina, HNO_3 , p.a.

Proizvođač sa oznakom E dao je kontrolnu listu kvaliteta HNO_3 sa oznakom p.a. U toku rada utvrđeno je da sadrži hloride, jer se dodatkom AgNO_3 kiselina zamuti. To smo uočili na uzorku Zlatare – dore metal (legura srebra i zlata u odnosu 80:10), koja nije mogla da se rastvori sa azotnom kiselinom, jer je u toku rastvaranja legure padao beo talog od srebro–hlorida koji je sprečavao da srebro ostane u rastvoru.

Tačka 6. Sumporna kiselina, H_2SO_4 , purum, 95–97%

Vizuelno je utvrđeno da je sumporna kiselina F, sa oznakom kvaliteta *purum*, 95–97% bila žuta i crn talog plivao u boci. Iskoristili smo je kao tehničku i za pranje staklenog posuda, praveći hromsumporna kiselinu.

Tačka 7. Kalijum–dihromat, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Ovu hemikaliju koristimo za taloženje olova iz acetatnog rastvora, praveći zasićen rastvor. Naš zasićen rastvor $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ proizvođača M, bio je mutan. U rastvoru, iznad taloga $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ bio je lebdeći sloj, gust i mutan, pa tek iznad njega bistar deo. Filtriranje taloga PbCr_2O_7 trajalo je dugo, a rezultati olova bili su viši od očekivanih. U tabeli 3 dati su uporedni rezultati na sadržaj olova iz uzoraka Zlatare, rađeni gravimetrijski (G) sa navedenim rastvorom kalijum–dihromata i metodom AAS. Vidi se da su rezultati metodom AAS znatno niži što odgovara očekivanim rezultatima.

Tabel 3. Sadržaj olova određen gravimetrijski i AAS
Table 3. Pb quantity determined by gravimetric method (G) and AAS

Oznaka uzorka	% Pb	
	G	AAS
Prženac š–85	10,58	8,44
Prženac š–86	11,03	10,16
Prženac š–87	10,10	9,05
Odbakreni mulj R–60	12,86	10,77

ZAKLJUČAK

U analitičkoj hemiji, pored pripreme uzoraka uvek sledi priprema nula uzorka, koji sadrži sve hemikalije za potrebnu metodu sem ispitivanog uzorka. Na taj način proveravamo da hemikalije sa kojima radimo na sadrže ispitivane elemente, ili ako sadrže moraju biti oduzeti od ispitivanog uzorka. To je u hemiji dobro poznata činjenica, kako se koriste hemikalije! Ali, u ovom tekstu hteli smo da skrenemo pažnju da se danas na našem tržištu pojavljuju neki novi proizvođači i nove firme koje nude kiseline, baze, soli sumnjivog kvaliteta.

Još jednom želimo da naglasimo, da se u našoj Laboratoriji uvek vodilo računa o kvalitetu hemikalija, kada još nije bilo aktuelno uvođenje ISO 9001 a sa njim i 17025.

Uvek nam nova vremena donose promene, pa je i ulazak u međunarodni sistem kvaliteta (QMS) i dobijanje akreditacije danas značajno i neophodno svakoj analitičkoj laboratoriji. Međutim, da li nam nova vremena donose šarolikost na tržištu hemikalija?

Hemijska laboratorija Instituta za rudarstvo i metalurgiju (prethodni naziv Institut za bakar) iz Bora je neko svoje iskustvo opisala u ovom članku. A šta je sa analitičkom opremom? Neka to bude tema za neku drugu priliku.

LITERATURA

- [1] Zbomik standarda serije ISO 9001/2000, Savezni zakon za standardizaciju, Beograd, 2000.

- [2] Zbornik standarda JUS ISO 17025:2001, Savezni zakon za standardizaciju, Beograd, 2000.
- [3] Perkin Elmer, Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry, 1990.
- [4] J. Holman, Analitička hemija, I i II deo, Naučna knjiga, Beograd, 1972.
- [5] B. Andelić, N. Petrović, M. Jovanović, Hemijska industrija, **57** (2003) 15.
- [6] I.M. Kolthoff, E.B. Sandell (prevod V.N. Njegovan), Anorganska kvantitativna analiza, Naučna knjiga, Beograd, 1963.

SUMMARY

THE CHEMICALS IN LABORATORY HAVE NO APPROPRIATE QUALITY

(Professional paper)

Nevenka Petrović, Brankica Andelić, Suzana Stanković
Mining and Metallurgy Institute, Bor

Laboratory of Department for Chemical Technical Control (CTC) of the Mining and Metallurgy Institute has been accredited since January 2006. The ultimate intend of such laboratory is the international recognition of analyzing results. Due to a need of obeying all laws, regulations and standards, a description of one segment example, namely the quality of chemicals for analyzing was given in this work. Bad quality of chemicals is included into the "Black List of Chemicals". This List also includes chemicals, and comments of their bad quality.

Key words: ISO 9001 • JUS ISO 17025 • Chemicals •

Ključne reči: ISO 9001 • JUS ISO 17025 • Hemikalije •