

# Nanočestice željeza kao sorbensi za odabrane tehnološki kritične elemente ; Kolorimetrija u srednjoškolskoj nastavi kemije: školski mini projekt

---

Ilakovac, Ivan

Master's thesis / Diplomski rad

2021

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Science / Sveučilište u Zagrebu, Prirodoslovno-matematički fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:217:063089>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-10-06**



Repository / Repozitorij:

[Repository of the Faculty of Science - University of Zagreb](#)





Sveučilište u Zagrebu  
PRIRODOSLOVNO-MATEMATIČKI FAKULTET  
Kemijski odsjek

Ivan Ilakovac

**Nanočestice željeza kao sorbensi za odabrane  
tehnološki kritične elemente**

**Kolorimetrija u srednjoškolskoj nastavi kemije:  
školski mini-projekt**

**Diplomski rad**

predložen Kemijskom odsjeku  
Prirodoslovno-matematičkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu  
radi stjecanja akademskog zvanja  
magistra edukacije fizike i kemije

Zagreb, 2021.



Ovaj diplomski rad izrađen je u Zavodu za analitičku kemiju Kemijskog odsjeka Prirodoslovno-matematičkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu pod mentorstvom prof. dr. sc.

Sande Rončević i neposrednim voditeljstvom dr. sc. Ivana Nemeta.

Metodički dio ovog diplomskog rada izrađen je u Zavodu za opću i anorgansku kemiju

Kemijskog odsjeka Prirodoslovno-matematičkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu pod

mentorstvom izv. prof. dr. sc. Draginje Mrvoš-Sermek.



## Zahvale

*Zahvaljujem mentorici prof. dr. sc. Sandi Rončević na primanju u mentorstvo, prenesenom znanju i nesebičnoj pomoći tijekom izrade eksperimentalnog dijela diplomskog rada. Hvala Vam i na svim stručnim i životnim savjetima.*

*Zahvaljujem mentorici metodičkog dijela diplomskog rada izv. prof. dr. sc. Draginji Mrvoš-Sermek na prenesenom metodičkom znanju, svim savjetima vezanim za rad u školi i što me uvijek saslušala i uvažila moje ideje.*

*Veliko hvala i neposrednom voditelju diplomskog rada dr. sc. Ivanu Nemetu na strpljenju, izdvojenom vremenu, prijateljskom pristupu i što je uvijek pronašao rješenje za u mojim očima nerješive probleme.*

*Hvala izv. prof. dr. sc. Ivani Biljan na mjerenju uzoraka pomoću AFM-a.*

*Hvala asistentu Ediju Topiću, mag. chem. na snimanju FT-IR spektara.*

*Hvala dragoj kolegici Josipi na svim laboratorijskim pustolovinama i što je tijekom rada ponekad razmišljala umjesto mene.*

*Hvala svim mojim kolegicama, kolegama, prijateljicama i prijateljima koji su moje fakultetske dane učinili ljepšima, posebno Ivi, Ana-Mariji, Magdaleni i Luciji.*

*Hvala mojim domskim cimerima Luki i Ediju na suživotu i podršci tijekom studiranja.*

*Hvala svim prijateljima i prijateljicama iz Folklornog ansambla Zagreb-Markovac, mojoj „drugoj obitelji“.*

*Najveće hvala mojoj Obitelji: bratu i sestri i njihovim obiteljima, a posebno hvala mami koja se unatoč teškim životnim okolnostima i nedaćama izborila da mi omogući ovo što imam danas. Hvala Vam svima što ste vjerovali u mene i kada ja nisam!*

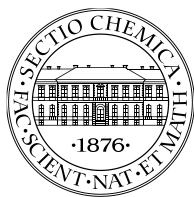


## Sadržaj

|   |              |
|---|--------------|
| <b>SAŽETAK.....</b>   | <b>IX</b>    |
| <b>ABSTRACT .....</b>   | <b>XI</b>    |
| <b>§ 1. UVOD.....</b>   | <b>1</b>     |
| <b>§ 2. LITERATURNI PREGLED .....</b>                                   | <b>2</b>     |
| 2.1. Metali rijetkih zemalja kao tehnološki kritični elementi.....      | 2            |
| 2.2. Neutralne nanočestice željeza.....                                 | 6            |
| 2.3. Metode karakterizacije čvrste faze.....                            | 10           |
| 2.4. Pregled analitičkih metoda.....                                    | 11           |
| <b>§ 3. EKSPERIMENTALNI DIO .....</b>                                   | <b>13</b>    |
| 3.1. Kemikalije.....  | 13           |
| 3.2. Instrumentacija .....  | 14           |
| 3.3. Sinteza nanočestica .....  | 15           |
| 3.4. Priprava otopina za analizu .....                                  | 17           |
| 3.5. Mjerni postupci .....  | 18           |
| <b>§ 4. REZULTATI I RASPRAVA .....</b>                                  | <b>19</b>    |
| 4.1. Karakterizacija nanočestica metodom FT-IR.....                     | 19           |
| 4.2. Karakterizacija nanočestica metodama SEM i AFM .....               | 22           |
| 4.3. Ispitivanje sorpcijskih svojstava nanočestica metodom ICP-MS ..... | 25           |
| <b>§ 5. ZAKLJUČAK .....</b>   | <b>29</b>    |
| <b>§ 6. LITERATURNI IZVORI.....</b>                                     | <b>30</b>    |
| <b>§ 7. METODIČKI DIO RADA .....</b>                                    | <b>33</b>    |
| 7.1. Uvod .....   | 33           |
| 7.2. O nastavi kemije i školskom projektu.....                          | 34           |
| 7.3. Upute za nastavnika.....   | 38           |
| 7.4. Pregled aktivnosti učenika .....                                   | 52           |
| 7.5. Prijedlog eksperimentalnog postupka.....                           | 54           |
| 7.6. Zaključak.....   | 61           |
| 7.7. Literaturni izvori.....  | 62           |
| 7.8. Dodatak.....   | 64           |
| <b>ŽIVOTOPIS.....</b>   | <b>LXVII</b> |







Sveučilište u Zagrebu  
Prirodoslovno-matematički fakultet  
**Kemijski odsjek**

Diplomski rad

## SAŽETAK

### NANOČESTICE ŽELJEZA KAO SORBENSI ZA ODABRANE TEHNOLOŠKI KRITIČNE ELEMENTE; KOLORIMetriJA U SREDNJOŠKOLSKOJ NASTAVI KEMIJE: ŠKOLSKI MINI-PROJEKT

Ivan Ilakovac

Ovaj rad se sastoji od eksperimentalnog i metodičkog dijela. U eksperimentalnom dijelu rada ispitana je sorpcija odabranih lantanoida (lantan, neodimij, samarij, europij, gadolinij) pomoću neutralnih nanočestica željeza i nanočestica modificiranih dipikolinskom kiselinom u molarnom omjeru željeza i liganda 2:1. Karakterizacijom sintetiziranih nanočestica (FT-IR, AFM) i asignacijom FT-IR spektara utvrđeno je da su čestice uspješno modificirane. Metodom AFM uočeno je smanjenje veličine modificiranih nanočestica u odnosu na neutralne. Rezultati dobiveni metodom ICP-MS upućuju na povećanje sorpcije s povećanjem masene koncentracije lantanoida do određene granice kada se postiže zasićenje, pri čemu je uočena veća efikasnost sorpcije kod modificiranih nanočestica. U metodičkom dijelu ovog rada pod nazivom *Kolorimetrija u srednjoškolskoj nastavi kemije: školski mini-projekt* prikazan je detaljan teorijski pregled očekivanih predznanja, detaljne upute za nastavnika i učenika uz ogledni primjerak eksperimenta. Odabrani odgojno-obrazovni ishodi iz *Kurikuluma za nastavni predmet Kemija za osnovne škole i gimnazije u Republici Hrvatskoj* ostvaruju se izvodeći kolorimetrijska mjerenja pomoću mjernog uređaja *Labdisc* i pomoću pametnog telefona.

(79 stranica, 26 slika, 12 tablica, 68 literaturnih navoda, jezik izvornika: hrvatski jezik)

Rad je pohranjen u Središnjoj kemijskoj knjižnici Prirodoslovno-matematičkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu, Horvatovac 102a, Zagreb i Repozitoriju Prirodoslovno-matematičkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu

Ključne riječi: kolorimetrija, lantanoidi, nanočestice, poučavanje kemije, sorpcija, željezo

Mentor: prof. dr. sc. Sanda Rončević

Neposredni voditelj: dr. sc. Ivan Nemet, str. savj.

Mentor metodičkog dijela diplomskog rada: izv. prof. dr. sc. Draginja Mrvoš-Sermek.

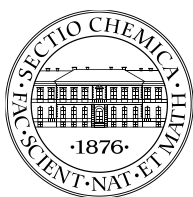
Ocjenitelji:

1. prof. dr. sc. Sanda Rončević
2. izv. prof. dr. sc. Draginja Mrvoš-Sermek
3. doc. dr. sc. Maja Planinić
4. doc. dr. sc. Vedran Đerek

Zamjena: prof. dr. sc. Predrag Novak; dr. sc. Katarina Jeličić, pred.

Datum diplomskog ispita: 22. rujna 2021.





University of Zagreb  
Faculty of Science  
**Department of Chemistry**

Diploma Thesis

## ABSTRACT

### IRON NANOPARTICLES IN SORPTION OF SELECTED TECHNOLOGY-CRITICAL ELEMENTS; COLORIMETRY IN HIGH SCHOOL CHEMISTRY COURSE: SCHOOL MINI-PROJECT

Ivan Ilakovac

This Diploma thesis consist of two parts: the research part and the methodical part. Sorption of selected lanthanides (lanthanum, neodymium, samarium, europium and gadolinium) on zero-valent iron nanoparticles and particles modified with dipicolinic acid in 2:1 molar ratio of iron to ligand was examined in this work. Characterization of synthesized nanoparticles by FT-IR and AFM methods confirmed successful modification of particle surface. Reduction of particle size of modified particles was observed by AFM method. The results obtained by ICP-MS method confirmed more pronounced sorption by use of modified nanoparticles. *Colorimetry in high school chemistry course: school mini-project* is the methodical part of this work. Detailed theoretical overview of prior knowledge, instruction for teachers and pupils and an example of the colorimetry experiment were proposed. Selected educational outcomes from Croatian chemistry education curriculum in elementary and grammar schools were fulfilled by colorimetric experiments using *Labdisc* device and smartphone application.

(79 pages, 26 figures, 12 tables, 68 references, original in Croatian)

Thesis deposited in Central Chemical Library, Faculty of Science, University of Zagreb, Horvatovac 102a, Zagreb, Croatia and in Repository of the Faculty of Science, University of Zagreb

Keywords: chemistry teaching, colorimetry, iron, lanthanides, nanoparticles, sorption

Mentor: Dr. Sanda Roncevic, Full Professor

Assistant mentor: Dr. Ivan Nemet, Expert

Methodical part mentor: Dr. Draginja Mrvos-Sermek, Associate Professor

Reviewers:

1. Dr. Sanda Roncevic, Full Professor
2. Dr. Draginja Mrvos-Sermek, Associate Professor
3. Dr. Maja Planinic, Assistant Professor
4. Dr. Vedran Djerek, Assistant Professor

Substitutes: Dr. Predrag Novak, Full Professor and Dr. Katarina Jelacic, Lecturer

Date of exam: September 22, 2021



## § 1. UVOD

Razvoj naprednih tehnologija u područjima elektronike, obnovljivih izvora energije i medicine doveo je do potrebe utvrđivanja pojavnosti i utjecaja skupine tehnološki kritičnih elemenata (engl. *technology-critical elements*, TCE) u okolišu.<sup>1</sup> Izuzev nekih rijetkih polumetala i prijelaznih metala u skupinu TCE ubrajaju se i lantanoidi. Eksploatacija i primjena lantanoida iznimno je porasla te ih nalazimo u različitim proizvodima kao što su mobilni telefoni, autokatalizatori, hibridne baterije, stalni magneti, a također su nezaobilazni obilježivači u medicinskoj radiografiji i rezonancijskoj dijagnostici. S obzirom na nedostatak baza podataka o njihovom ponašanju i utjecajima na okoliš, razvijaju se novi pristupi za otkrivanje, odvajanje i obnavljanje lantanoida, koji se temelje na nanotehnologijama. Nove strategije koriste prednost nanočestica, materijala s nanometarskim dimenzijama, koji pokazuju magnetska svojstva, visoku osjetljivost na prisutnost analita i efikasnu sorpciju.<sup>2</sup>

Ovaj diplomski rad temelji se na ispitivanju separacijskih postupaka pomoću željezovih nanočestica (nZVI) za poboljšanje detekcije odabranih lakih i srednje teških lantanoida (La, Nd, Sm, Eu, Gd). Postupak sinteze nanočestica željeza temelji se na redukciji željezovog(III) klorida heksahidrata natrijevim borhidridom i naknadnoj funkcionalizaciji dipikolinskom kiselinom.<sup>3</sup> Učinkovitost uklanjanja odabranih lantanoida ispitana je u modelnim vodenim otopinama nakon sorpcije na česticama nZVI. Postupak separacije se temelji na ultrazvukom potpomognutoj ekstrakciji i odvajanju čvrste faze. Sadržaj metala zaostalih u matičnici određen je spektrometrijom masa uz induktivno spregnutu plazmu (ICP-MS). Rezultati uključuju i komparativne morfološke i strukturne podatke sintetiziranih nanomaterijala dobivene metodama FT-IR i SEM-EDS. Očekivano je da će se jasno razgraničiti utjecaj različitih aktivnih površina, točnije neutralnih i funkcionaliziranih čestica, na učinkovitost uklanjanja odabranih lantanoida iz vodenih otopina.

## § 2. LITERATURNI PREGLED

### 2.1. Metali rijetkih zemalja kao tehnološki kritični elementi

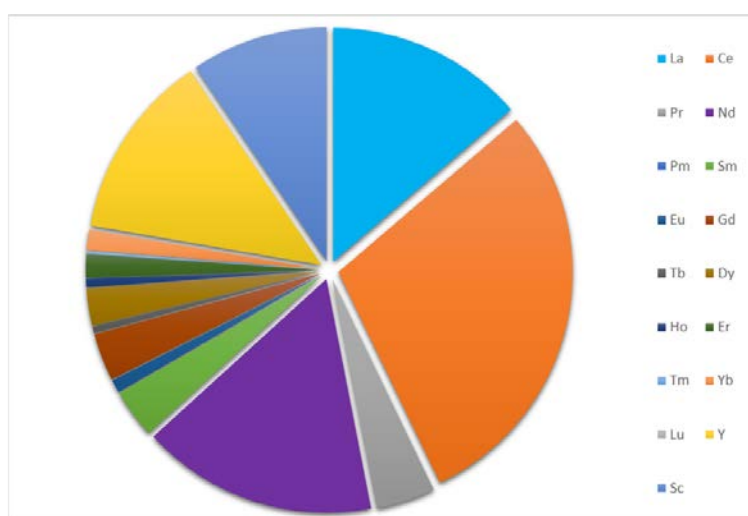
#### 2.1.1. Metali rijetkih zemalja

Prema definiciji Međunarodne unije za čistu i primijenjenu kemiju (eng. *International Union of Pure and Applied Chemistry, IUPAC*) metali rijetkih zemalja (eng. *rare earth elements, REE*) skupni je naziv za niz od petnaest elemenata iz skupine lantanoida (lantan, cerij, praseodimij, neodimij, prometij, samarij, europij, gadolinij, terbij, disprozij, holmij, erbij, tulij, iterbij, lutecij) te skandij i itrij.<sup>4</sup> Metali rijetkih zemalja dijele se na lake (lantan, cerij, praseodimij, neodimij i prometij), srednje (samarij, europij i gadolinij) i teške (terbij, disprozij, holmij, erbij, tulij, iterbij i lutecij).<sup>5</sup> Zajednička značajka lantanoida popunjenost je valentne 5s orbitale, dok se broj elektrona progresivno mijenja unutar *f* orbitala s porastom atomskog broja. Posljedica takve elektronske konfiguracije su izuzetno slična fizikalna i kemijska svojstva elemenata unutar te skupine.<sup>6</sup> U spojevima se elementi iz skupine lantanoida uglavnom nalaze u oksidacijskom stanju +3.<sup>7</sup>

Unatoč tome što ova skupina elemenata u svom nazivu sadrži epitet „rijetki“, velik dio metala rijetkih zemalja zastupljeniji je od nekih drugih, više laicima poznatih tehnološki važnih metala, primjerice cerij je zastupljeniji od kositra, a itrij je zastupljeniji od olova. Ova skupina elemenata naziva se rijetkima zato što ih je u prirodi teško pronaći u količinama koje su eksploatacijski isplative (izuzev nekoliko mineralnih vrsta koje sadrže velik udio lakih metala rijetkih zemalja). Procjena je da se prosječna zastupljenost metala rijetkih zemalja u Zemljinoj kori u kreće u rasponu od 130 µg/g do 240 µg/g. Najzastupljeniji su cerij, neodimij, lantan i itrij, dok su najmanje zastupljeni terbij, tulij, lutecij i prometij (Slika 1). Procjenjuje se da će zalihe metala rijetkih zemalja u zemljinoj kori biti dostupne sljedećih 600 do 50 000 godina.<sup>5,6,8</sup> Poznato je više od 200 minerala koji sadrže metale rijetkih zemalja. Zbog velike reaktivnosti, metale rijetkih zemalja nije moguće pronaći u elementarnom stanju, niti ih je moguće pronaći u obliku pojedinačnih kemijskih spojeva, nego se javljaju u smjesi u obliku minerala. Najzastupljeniji su u obliku silikata (~43% svih minerala koji sadrže metale rijetkih zemalja), karbonata (23%), oksida (14%), fosfata (14%, uključujući i oksisoli fosfata), dok su najmanje zastupljeni sulfati metala rijetkih zemalja. Jedna vrsta minerala može sadržavati više elemenata iz skupine metala rijetkih zemalja, čiji maseni udio može varirati, stoga se može govoriti o

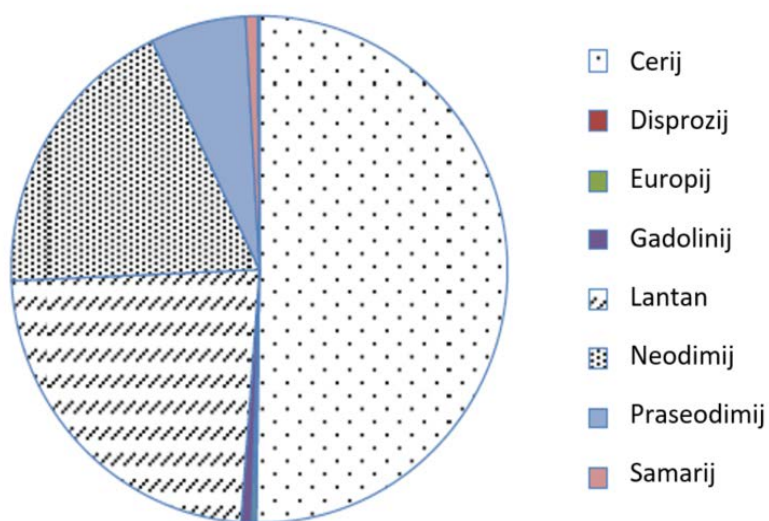
skupinama minerala. Najpoznatije skupine minerala koje sadrže rijetke zemljane metale su bastnazit, monazit, ksenotim, alanit, apatit, gadolinit, samarskit, liparit i brojni drugi. Osim metala rijetkih zemalja, navedene skupine minerala mogu sadržavati i znatne količine urana i torija. Iako brojne, samo se dvadesetak skupina minerala intenzivno eksploatira zadnjih desetljeća, od kojih najviše bastnazit, monazit i ksenotim. Razlog tome je velika raspršenost pojedinih grupa minerala u Zemljinoj kori, što ekonomski i ekološki nije isplativo. Unutar spomenutih skupina minerala najzastupljeniji su cerij, itrij, lantan i neodimij. Udio navedenih elemenata u odnosu na sve metale rijetkih zemalja može prijeći i 95 posto (Slika 2). Manja raspršenost lakih metala rijetkih zemalja u odnosu na teške posljedica je ionskog radijusa. Zbog velikog ionskog radijusa u odnosu na teške metale rijetkih zemalja, te zbog veće međusobne razlike u ionskom radijusu, navedena četiri metala međusobno su nekompatibilna, što za posljedicu ima veće grupiranje pojedinačnog elementa unutar rude. Nasuprot tome, ionski radijusi teških metala rijetkih zemalja su manji i međusobno vrlo slični, pa su kompatibilniji, što u konačnici rezultira nemogućnošću većeg grupiranja teških metala rijetkih zemalja. Takva distribucija zastupljenosti odražava se na proizvodnju i cijene na tržištu – godišnje se proizvede najviše cerija, lantana, neodimija i itrija, a najmanje teških metala rijetkih zemalja. Prema podacima za 2020. godinu, prosječna cijena terbijevog oksida po kilogramu u SAD-u iznosila je 628 američkih dolara, dok je prosječna cijena cerijevog oksida po kilogramu iznosila tek 2 američka dolara, što je više od 300 puta manje. Procjenjuje se da je u 2020. godini proizvedeno 240 000 tona metala rijetkih zemalja, od čega u proizvodnji prednjače Kina i SAD (Slika 3).<sup>9-</sup>

13

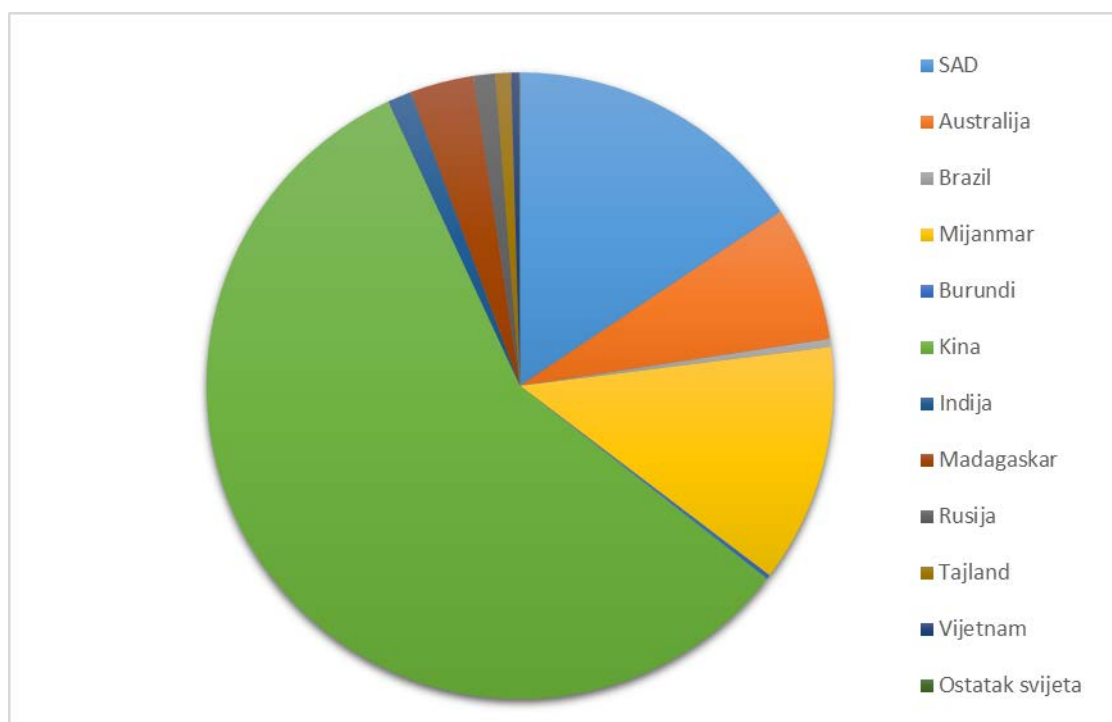


Slika 1. Prosječna koncentracija pojedinih metala rijetkih zemalja u zemljinoj kori u odnosu na ukupnu prosječnu koncentraciju svih metala rijetkih zemalja (233 µg/g)<sup>8</sup>





Slika 2. Prosječna raspodjela metala rijetkih zemalja u rudniku Bayan Obo, Kina (preuzeto i prilagođeno prema <sup>8)</sup>)



Slika 3. Prosječni udio pojedinih država u svjetskoj proizvodnji metala rijetkih zemalja za 2020. godinu<sup>11</sup>

### 2.1.2. Tehnološki kritični elementi

Pojam tehnološki kritičnog elementa nije jednoznačno određen jer se uobičajeno kritičnim elementima smatraju elementi koji su rijetko zastupljeni u Zemljinoj kori. Eksploatacija tih elemenata je ekonomski neisplativa i štetna za okoliš, što se odražava na dostupne zalihe, a takvi elementi su ključni za naprednu proizvodnju, prijenos i skladištenje energije kao i za daljnji razvoj tehnologije. Zbog svojih jedinstvenih magnetskih, katalitičkih i luminescencijskih svojstava, metali rijetkih zemalja ubrajaju se u skupinu tehnološki kritičnih elemenata. Trenutna istraživanja usmjerena su na preinaku zaliha, razvoj zamjenskih materijala, recikliranje i održiva tehnološka rješenja. Metali rijetkih zemalja koriste se kao katalizatori u automobilskim motorima, u rafinerijama nafte, luminescirajuća sredstva u zaslonima (računala, televizori i pametni telefoni), zbog izuzetnih magnetskih svojstava kao trajni magneti (poglavito generatori u vjetroturbinama), sastavni su dijelovi baterija u hibridnim i električnim vozilima, važni su materijali u vojnoj industriji, a koriste se i u medicinske svrhe (gadolinij kao kontrastno sredstvo u nuklearnoj magnetskoj rezonanciji).<sup>1,14-16</sup>

Rudarenje metala rijetkih zemalja vrlo je skup i destruktivan proces, što podrazumijeva veliku količinu nusprodukata koji imaju razne štetne utjecaje na okoliš i zdravlje ljudi. Uz to, rude bogate metalima rijetkih zemalja često sadrže i radioaktivne elemente, poput urana i torija, pa rudarenje metala rijetkih zemalja uzrokuje značajna zagađenja radijacijom.<sup>14</sup> Iz navedenih razloga, nužno je posegnuti za drugim izvorima metala rijetkih zemalja. Među takve izvore ubrajaju se razni industrijski proizvodi koji sadrže metale rijetkih zemalja, čijim se recikliranjem (nakon što im istekne radni vijek) metali mogu ponovno upotrijebiti. Druga vrsta su antropogeni izvori – korištenjem metala rijetkih zemalja velika količina istih završava u okolišu, posebno u vodi i tlu. Primjerice, u gusto naseljenim područjima na Zemlji kao i industrijski važnim regijama opažena je značajna količina metala rijetkih zemalja u otpadnim vodama.<sup>17-22</sup> Kako raste svjetska proizvodnja metala rijetkih zemalja, u budućnosti se očekuje sve veće ispuštanje istih u okoliš, stoga je nužno razviti održive metode ekstrakcije iz okoliša. Upravo je i sorpcija odabranih lantanoida (lantan, neodimij, samarij, europij, gadolinij) na neutralne nanočestice željeza u modelnim vodenim otopinama, što je temelj ovog rada, jedan od potencijalnih načina ekstrakcije metala rijetkih zemalja iz otpadnih voda, u smislu recikliranja istih, kao i jedan od potencijalnih načina remedijacije otpadnih voda.

## 2.2. Neutralne nanočestice željeza

### 2.2.1. Nanočestice

Svojstva materije znatno su različita na nanometarskoj skali pa se posljednja dva desetljeća intenzivno radi na sintezi i istraživanju nanomaterijala koji svoju primjenu pronalaze u širokom spektru djelatnosti. Nanočestice su materijali veličine od 1 do 100 nm. Među mnoštvom vrsta nanočestica razvijenih u posljednja dva desetljeća, u primjeni se ističu one s posebnim magnetskim, plazmonskim i fluorescencijskim značajkama.<sup>23</sup>

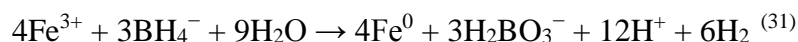
### 2.2.2. Neutralne nanočestice željeza

Neutralne nanočestice željeza (eng. *nanoscale zero-valent iron, nZVI*) pripadaju vrsti metalnih nanočestica. Temeljne značajke neutralnih nanočestica su velika specifična površina, visoka reaktivnost, magnetičnost, ekonomičnost i ekološka prihvatljivost. Sklonost aglomeraciji, brza sedimentacija, zapaljivost i korozivnost negativne su značajke nanočestica, jer umanjuju njihovu efikasnost i otežavaju primjenu. Funkcionalizacija površine neutralnih nanočestica željeza ligandima (poput etilendiamintetraoctene kiseline, EDTA i dipikolinske kiseline, PDCA) jedan je od načina smanjivanja negativnog utjecaja tih značajki, stabilizacije čestica i povećavanja njihove efikasnosti.<sup>24</sup>

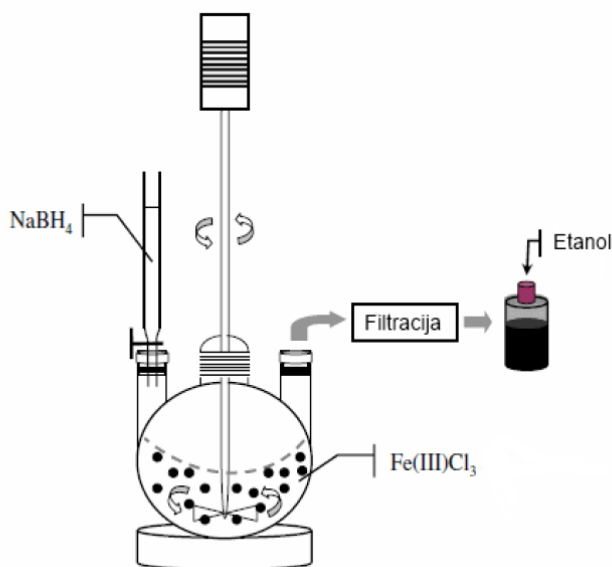
Mogućnost primjene neutralnih nanočestica željeza iz dana u dan raste. Primjena nanočestica željeza u dopremanju lijekova na ciljano mjesto posljedica je magnetskih svojstava, a vrlo je važna i primjena neutralnih nanočestica željeza u remedijaciji zagađenog tla i vode. Brojna istraživanja pokazala su veliku učinkovitost u uklanjanju organskih i anorganskih zagađivala (naročito teških metala poput kadmija i kroma) iz laboratorijskih uzoraka vode. Unatoč tome, praktična primjena neutralnih nanočestica željeza u realnim uzorcima nailazi na neke tehničke poteškoće, pri čemu se postavlja i pitanje utjecaja velike količine nanočestica željeza na biosferu.<sup>22,24,25,26,27,28</sup>

Nanočestice željeza sintetiziraju se raznim fizikalnim i kemijskim postupcima. Pod fizikalnim postupcima podrazumijevaju se metode usitnjavanja gotovih materijala do nanoveličine, primjerice metoda preciznog mljevenja. Kemijske metode temelje se na redukciji željeza iz vodenih otopina pomoću reducirajućih reagensa, karbotermalnoj redukciji, redukciji potpomognutoj ultrazvučnim valovima, elektrokemijskim metodama redukcije i „zelenoj“ sintezi.<sup>28</sup>

Najkorištenija metoda sinteze neutralnih nanočestica<sup>28</sup>, koju su razvili H. Paul Wang i Wei-Xian Zhang, temelji se na redukciji iona željeza(II) i željeza(III) u vodenom mediju, koja se odvija prema jednadžbi kemijske reakcije:<sup>29,30</sup>



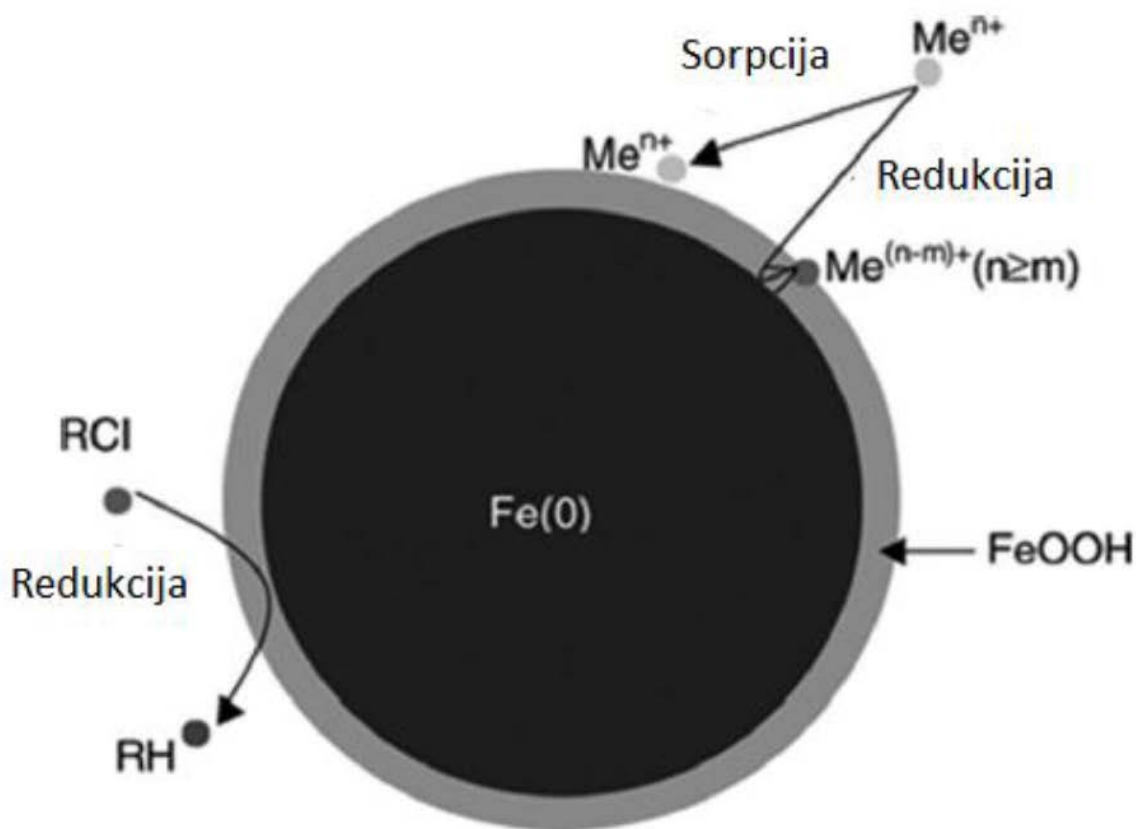
Za sintezu se koriste vodene otopine natrijevog borhidrida ( $c(\text{NaBH}_4) = 0,2 \text{ M}$ ) i željezovog(III) klorida heksahidrata ( $c(\text{FeCl}_3) = 0,05 \text{ M}$ ) u volumnom omjeru 1:1, pri čemu se nakon titracije reakcijska smjesa snažno miješa 30 minuta. Unatoč tome što je za potpunu redukciju 0,05 mola  $\text{Fe}^{3+}$  potrebno 0,0375 mola  $\text{BH}_4^-$ , zbog iskorištenja reakcije vodena otopina natrijevog borhidrida dodaje se u suvišku. Radi mogućeg utjecaja na sastav i površinska svojstva nanočestica, potrebno je pH, brzinu miješanja, temperaturu, brzinu titracije i koncentracije reaktanata držati konstantnima. Sintetizirane nanočestice filtriraju se uz vakuum, potom isperu deioniziranom vodom, etanolom i pohrane u epruvetu s etanolom radi sprječavanja oksidacije nanočestica. Sinteza nanočestica odvija se u aparaturi na slici 4.<sup>30</sup>



Slika 4. Aparatura za sintezu nanočestica željeza prema Zhang-u i Whang-u (preuzeto i prilagođeno prema <sup>30</sup>)

Promjer nanočestica željeza kreće se u rasponu od 10 do 100 nm. Tipična struktura nanočestice sastoji se od jezgre i ljuske. Jezgra čestice sastoji se od neutralnog željeza, dok se na površini čestice stvara zaštitna ljuska koja se sastoji od različitih oksida i hidroksida željeza(II) i željeza(III) kao posljedica djelovanja molekula vode u vodenom mediju i kisika iz zraka, najčešće magnetita i maghemita.<sup>31</sup> Primjerice, karakterizacija površine čestica funkcionaliziranih dipikolinskom kiselinom XRD metodom pokazuje i prisustvo feroksihita ( $\delta$ -FeOOH), koji je prema navodima iz izvora<sup>24</sup> prvi put detektiran.

Struktura nanočestice željeza prikazana je na slici 5. Djelovanje nanočestica temelji se na mehanizmima redukcije, adsorpcije i kompleksiranja.<sup>24</sup> Za mehanizam redukcije zaslužna je jezgra nanočestice, koja služi kao izvor elektrona u reakcijama redukcije. Metali većeg redukcijskog potencijala od željeza na površinu čestice vežu se mehanizmom redukcije, a oni manjeg vežu se mehanizmom adsorpcije. Moguće su kombinacije tih dvaju mehanizama.<sup>25</sup> U svrhu bolje primjenjivosti nanočestica, njihova se površina može kompleksirati raznim ligandima, pa se u nekim slučajevima uočava veća efikasnost modificiranih neutralnih nanočestica u odnosu na gole neutralne nanočestice željeza.<sup>3</sup>



Slika 5. Shematski prikaz neutralne nanočestice željeza (preuzeto i prilagođeno prema<sup>30</sup>)

### 2.2.3. Pregled recentnih dostignuća u remedijaciji okoliša pomoću nanočestica željeza

Jedan od glavnih ciljeva remedijacije pomoću uklanjanje je tvari koje su vrlo štetne za žive organizme. Vrlo veliku efikasnost u uklanjanju olova pokazale su neutralne nanočestice željeza modificirane L-cisteinom. Pokazalo se da L-cistein preventivno djeluje na oksidaciju čestica i umanjuje njihovu sklonost aglomeraciji. Adsorbens se lako može izdvojiti pomoću vanjskog magnetskog polja.<sup>32</sup>

Mahmoud i sur. (2018.) pokazali su da vrlo stabilne nanočestice željeza modificirane dietilentriaminom i 2-formilpiridinom uspješno uklanjaju Co(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II), Cu(II), Hg(II) i radionuklide iz vodovodne vode.<sup>27</sup>

Nanočestice željeza modificirane dipikolinskom kiselinom u posebnim slučajevima su se pokazale efikasnijim sorbensom kadmija od golih nanočestica. Također, primijećeno je da su nanočestice željeza modificirane dipikolinskom kiselinom stabilnije od golih nanočestica, što je moguća posljedica posebnih morfoloških karakteristika čestica modificiranih dipikolinskom kiselinom.<sup>3</sup>

Stabilnost nanočestica može se ostvariti i adhezijom na nosač. Osim što adhezija na nosač povećava stabilnost i umanjuje agregaciju nanočestica, uočeno je da su takve nanočestice efikasnije u uklanjanju arsena iz vodenih otopina i u uklanjanju kerozina iz tla.<sup>33,34</sup> D. S. Ken i A. Sinha (2020.) u svom radu dali su detaljan pregled načina površinske modifikacije nanočestica.<sup>35</sup>

Nedavni pilot-projekt *in situ* primjene nanočestica željeza u remedijaciji tla zagađenog halogeniranim ugljikovodicima, ne jamči održivu remedijaciju zagađenog tla, ali sama izvedba je dala uvid u inducirane hidrogeokemijske i mikrobiološke procese unutar tla, što uvelike pomaže u dizajniranju održive metode remedijacije tla pomoću nanočestica željeza.<sup>36</sup>

R. A. Crane i D. J. Sapsford (2018.) u svom istraživanju pokazali su da neutralne nanočestice željeza pokazuju vrlo visoku efikasnost u uklanjanju metala rijetkih zemalja iz laboratorijskih uzoraka vode i iz odvodnih kanala rudnika, posebno u uzorcima koji sadrže metale rijetkih zemalja u ultratragovima.<sup>22</sup>

### 2.3. Metode karakterizacije čvrste faze

Pri karakterizaciji čvrstih nanočestica uobičajeno se koriste metode rendgenske difrakcije (XRD), skenirajuće ili transmisijske elektronske mikroskopije (SEM, TEM), infracrvene spektroskopije (IR). Ovim metodama moguće je dobiti uvid u strukturne i morfološke značajke sintetiziranih materijala. U novijoj literaturi sve je više zastupljena metoda mikroskopije atomskih sila (eng. *Atomic Force Microscopy*, AFM).

Prvi mikroskopi atomskih sila proizvedeni su krajem 80-ih godina 20. stoljeća. Mikroskop atomskih sila pripada vrsti mikroskopa sa skenirajućom sondom. Ovaj mikroskop omogućuje konstrukciju slika vodljivih i nevodljivih površina u vrlo visokoj rezoluciji. Između uzorka i skenirajućeg vrha postoji međudjelovanje. Ako se sila između skenirajućeg vrha i uzorka drži konstantnom, dolazi do otklona nosača na kojem se nalazi skenirajući vrh. Podatci o otklonu nosača tijekom skeniranja osnova su za konstrukciju slika.

Drugi način dobivanja topografije površine je pomoću piezoeletričnog kristala. Razmak između površine uzorka i skenirajućeg vrha je stalan, što se osigurava pomoću piezoeletričnog kristala. Očitanje napona na piezoeletričnom kristalu koji mora biti takav da se razmak drži stalnim osnova je za konstrukciju slike.<sup>37</sup>

## 2.4. Pregled analitičkih metoda

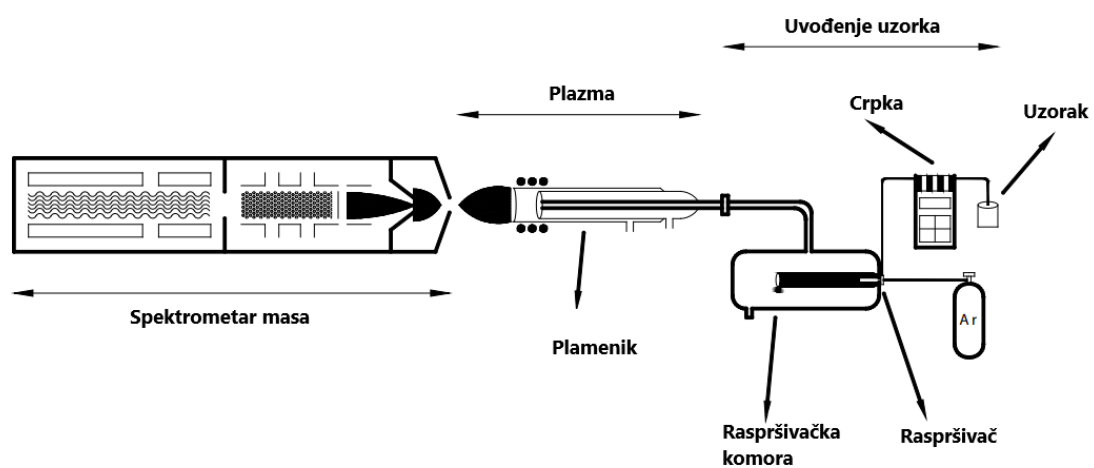
### 2.4.1. Najčešće spektrometrijske metode u analizi metala rijetkih zemalja

Vrlo velika sličnost u fizikalnim i kemijskim svojstvima čini analizu metala rijetkih zemalja težom i kompliciranijom u odnosu na druge analite. Realni uzorci koji sadrže metale rijetkih zemalja u najvećem broju slučajeva su smjese istih, pa analitičke metode poput gravimetrije, titrimetrije, spektrofotometrije ili plamene atomske apsorpcijske spektrometrije nisu prikladne. Umjesto toga, u analizi metala rijetkih zemalja prikladnije je koristiti metode poput spektrometrije masa.<sup>6</sup> U ovom radu koristi se spektrometrija masa uz induktivno spregnutu plazmu, pa će ona biti kratko opisana u sljedećem odjeljku.

### 2.4.2. Spektrometrija masa uz induktivno spregnutu plazmu

U spektrometriji masa uz induktivno spregnutu plazmu kao ekscitacijski izvor koristi se argonova plazma. Dovođenjem argona u polje visokog napona dolazi do izboja i nastanka plazme u plameniku. S obzirom da je plamenik obavijen zavojnicom generira se visokofrekventno magnetsko polje koje zadržava plazmu. Zbog sudara iona i elektrona unutar plazme temperature dosežu do 10 000 K. Uzorak se pomoću crpke dovodi do raspršivača koji ga pretvara u aerosol. U komori dolazi do separacije kapljica aerosola. Najfinije kapljice pomoću argona dovode se u plamenik te atomiziraju i ioniziraju. Iz hladnijeg dijela plazme uzorak se uvodi u spektrometar masa. U spektrometru masa čestice uzorka se ubrzavaju i razdvajaju na temelju omjera mase i naboja pod utjecajem elektromagnetskog polja i potom detektiraju. Na konačan spektar dobiven pomoću računala mogu utjecati izobarne, poliatomske ili matrične interferencije. Izobarne interferencije nastaju kada dva iona različitih elemenata formiraju ione istog omjera mase i naboja, primjerice  $^{40}\text{K}$  i  $\text{Ca}$  tvore ione koji imaju isti omjer mase i naboja. Poliatomne interferencije nastaju kada različite poliatomne specije, primjerice  $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ , koje imaju isti omjer mase i naboja kao ion analita, primjerice ion atoma  $^{56}\text{Fe}$ . Kada matrica sadrži neisparivu krutinu, primjerice neisparive soli također dolazi do interferencija.<sup>38</sup>





Slika 6. Shematski prikaz spektrometra masa uz induktivno spregnutu plazmu (preuzeto i prilagođeno prema <sup>39)</sup>)

## § 3. EKSPERIMENTALNI DIO

### 3.1. Kemikalije

- željezov(III) klorid heksahidrat,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Acros Organics)
- natrijev borhidrid,  $\text{NaBH}_4$  (Alfa Aesar)
- 2,6-piridindikarboksilna kiselina (dipikolinska kiselina, PDCA),  $\text{C}_7\text{H}_5\text{NO}_4$
- natrijev hidroksid,  $\text{NaOH}$
- etanol,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
- dušična kiselina,  $\text{HNO}_3$  konc.
- standardna monoelementna otopina (lantan, La)
- standardna monoelementna otopina (europij, Eu)
- standardna monoelementna otopina (neodimij, Nd)
- standardna monoelementna otopina (gadolinij, Gd)
- standardna monoelementna otopina (samarij, Sm)
- destilirana, deionizirana voda

Prije korištenja laboratorijsko posuđe oprano je deterdžentom, zatim isprano redom vodovodnom vodom, destiliranom vodom, razrijeđenom dušičnom kiselinom ( $v/v$ , 10 %) i deioniziranom vodom.

### 3.2. Instrumentacija

- Analitička vaga (Mettler Toledo)
- pH-metar (Mettler Toledo)
- Magnetska mješalica
- Ultrazvučna kupelj
- Spektrometar ICP-MS Agilent 7900
- Mikroskop atomskih sila AFM Multimode-8E, Bruker
- Thermo Fisher Scientific Nicolet i550 FT-IR spektrometar s ATR ćelijom od dijamanta

### 3.3. Sinteza nanočestica

#### 3.3.1. Sinteza neutralnih nanočestica željeza

Neutralne nanočestice željeza dobivene su redukcijom željeza(III) u vodenoj otopini željezovog(III) klorida heksahidrata natrijevim borhidridom. Redukcija se odvijala na sobnoj temperaturi i pri atmosferskom tlaku.

Vaganjem 2 g željezovog(III) klorida heksahidrata i otapanjem u 200 mL destilirane deionizirane vode pripravljena je vodena otopina željeza(III). Vaganjem 1,6 g natrijevog borhidrida u 200 mL destilirane deionizirane vode pripravljena je vodena otopina natrijevog borhidrida. Čaša s vodenom otopinom  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  stavi se na magnetsku mješalicu. Uz stalno miješanje na magnetskog mješalici dodaje se vodena otopina  $\text{NaBH}_4$  kap po kap do prvih vidljivih znakova pojave taloga. Nakon pojave crno obojenog taloga doda se ostatak vodene otopine  $\text{NaBH}_4$ , zatim se reakcijska smjesa miješa još 10 minuta na magnetskoj mješalici. Čestice su od matičnice odvojene pomoću magneta. Nakon magnetske separacije, matičnica je dekantirana, a ostatak matičnice uklonjen je pomoću automatske pipete. Čestice se isperu u nekoliko obroka malom količinom etanola zatim se pohrane u zatvorenu plastičnu epruvetu s etanolom.

#### 3.3.2. Sinteza neutralnih nanočestica željeza modificiranih s 2,6-piridindikarboksilnom kiselinom (PDCA)

Neutralne nanočestice željeza dobivene su redukcijom željeza(III) u lužnatoj vodenoj otopini željezovog(III) klorida heksahidrata natrijevim borhidridom, uz dodatak vodene otopine 2,6-piridindikarboksilne kiseline tako da je omjer Fe:PDCA jednak molarnom omjeru 2:1. Redukcija se odvijala na sobnoj temperaturi i pri atmosferskom tlaku.

Vaganjem 4 g željezovog(III) klorida heksahidrata i otapanjem u 400 mL destilirane deionizirane vode pripravljena je vodena otopina željeza(III). Vaganjem 2,8 g natrijevog borhidrida u 360 mL destilirane deionizirane vode pripravljena je vodena otopina natrijevog borhidrida. Otapanjem 4 g natrijevog hidroksida u 40 mL destilirane deionizirane vode pripravljena je 10%-tna vodena otopina NaOH, a otapanjem 1,6 g PDCA u 600 mL destilirane deionizirane vode pripravljena je vodena otopina dipikolinske kiseline. Čaša s vodenom otopinom  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  stavi se na magnetsku mješalicu. Uz stalno miješanje na magnetskog mješalici dodaje se vodena otopina  $\text{NaBH}_4$  kap po kap do prvih vidljivih znakova pojave taloga. Nakon pojave taloga simultano se dodaju ostatak vodene otopine  $\text{NaBH}_4$  i vodena otopina

dipikolinske kiseline, zatim se reakcijska smjesa miješa još 10 minuta na magnetskoj mješalici. Čestice su od matičnice odvojene pomoću magneta. Nakon magnetske separacije, matičnica je dekantirana, a ostatak matičnice uklonjen je pomoću automatske pipete. Čestice se isperu u nekoliko obroka malom količinom etanola zatim se pohrane u zatvorenu plastičnu epruvetu s etanolom.



Slika 7. Neutralne nanočestice željeza modificirane s dipikolinskom kiselinom (PDCA)

### 3.4. Priprava otopina za analizu

#### 3.4.1. Priprava otopina lantanoida za dobivanje suspenzije nanočestica željeza u vodenoj otopini lantanoida

Za potrebe ovog istraživanja razrjeđivanjem iz monoelementnih standardnih otopina pripremljeno je pet serija (lantana, neodimija, samarija, europija i gadolinija) po sedam otopina sljedećih masenih koncentracija: 0,1, 0,5, 2, 10, 20, 50 i 100 mg L<sup>-1</sup>, u odmjernim tikvicama od 25 mL.

Monoelementne otopine masenih koncentracija 10, 20, 50 i 100 mg L<sup>-1</sup> pripremljene su pipetiranjem 250, 500, 1250 i 2500 µL standardne monoelementne otopine masenih koncentracija 1000 mg L<sup>-1</sup> u odmjerne tikvice od 25 mL u koje je prethodno dodana destilirana deionizirana voda. U tikvice se doda vodena otopina NaOH množinske koncentracije 1 mol dm<sup>-3</sup> tako da vrijednost pH otopine bude u rasponu od 5,0 do 6,5. Tikvice se napune destiliranom deioniziranom vodom do oznake.

Za pripravu monoelementnih otopina masenih koncentracija 0,1, 0,5 i 2 mg L<sup>-1</sup> pipetiranjem 1000 µL standardne monoelementne otopine masene koncentracije 1000 mg L<sup>-1</sup> u odmjerne tikvice od 10 mL (koje su prethodno do polovine volumena napunjene ultračistom vodom) i dopunjavanjem destiliranom deioniziranom vodom do oznake pripravljene su radne monoelementne otopine masene koncentracije 100 mg L<sup>-1</sup>. Monoelementne otopine masenih koncentracija 0,1, 0,5 i 2 mg L<sup>-1</sup> pripravljene su pipetiranjem 25, 125 i 500 µL radnih monoelementnih otopina u tikvice od 25 mL u koje je prethodno dodana destilirana deionizirana voda. Tikvice su zatim nadopunjene destiliranom deioniziranom vodom do oznake.

#### 3.4.2. Priprava suspenzije nanočestica željeza u otopini lantanoida

U 35 čaša od 100 mL odvagano je po 10 mg nanočestica. U svaku čašu ulivena je po jedna otopina pripremljena u tikvici od 25 mL. Čaše se stave u ultrazvučnu kupelj na 30 minuta uz povremeno resuspendiranje protresanjem. Nakon toga, nanočestice su uklonjene metodom magnetske separacije, a matičnica je prebačena u čiste tikvice od 25 mL. Isti je postupak ponovljen s nanočesticama funkcionaliziranim dipikolinskom kiselinom, ali u novih pet serija po sedam otopina.

### 3.5. Mjerni postupci

#### 3.5.1. Priprava uzoraka za analizu i mjerenje uzoraka metodom ICP-MS

Za analizu lantanoida metodom ICP-MS pripravljene su otopine razrjeđivanjem matičnice u 2 %-tnoj otopini HNO<sub>3</sub> (v/v). Kalibracijske otopine pripravljene su dodatkom standardnih otopina mjerenih elemenata u koncentracijskom rasponu 0,1 do 20 µg L<sup>-1</sup>. Intenziteti signala odabranih izotopa mjereni su bez dodatka He kao kolizijsko/reakcijskog plina (tzv. *No Gas Mode*).

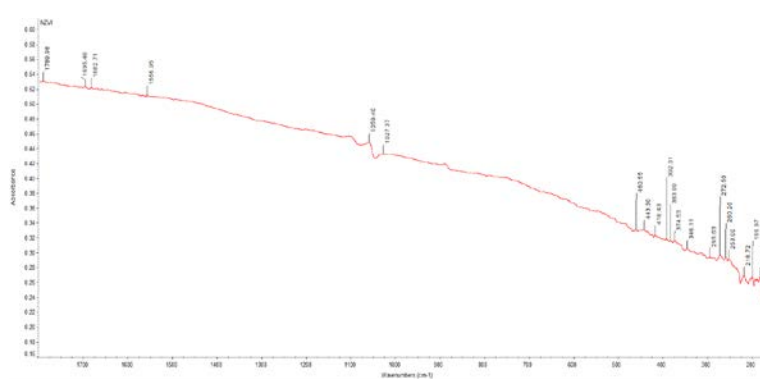
#### 3.5.2. Karakterizacija čvrste faze

Informacije o morfološkim i strukturnim karakteristikama prikupljene su metodom mikroskopije atomske sile i FT-IR spektroskopijom. Za karakterizaciju čestica metodom SEM komentirani su rezultati iz prijašnjeg rada.<sup>40</sup>

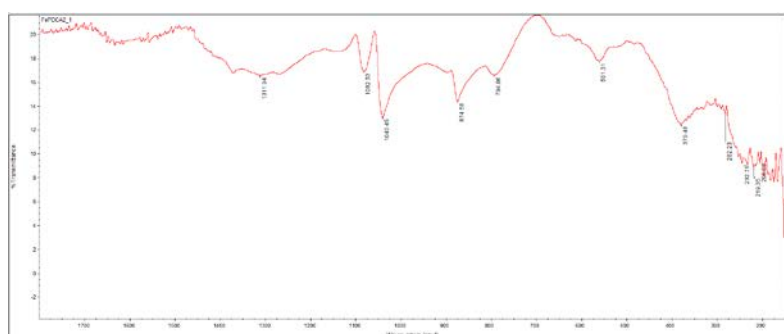
## § 4. REZULTATI I RASPRAVA

### 4.1. Karakterizacija nanočestica metodom FT-IR

Pripremljeni uzorci nanočestica željeza analizirani su metodom infracrvene spektroskopije u srednjem i dalekom dijelu IR spektra, a dobiveni spektri prikazani su na slikama 8 i 9. Također je za potrebe provjere funkcionalizacije nanočestica snimljen i apsorpcijski spektar dipikolinske kiseline prikazan na slici 10.

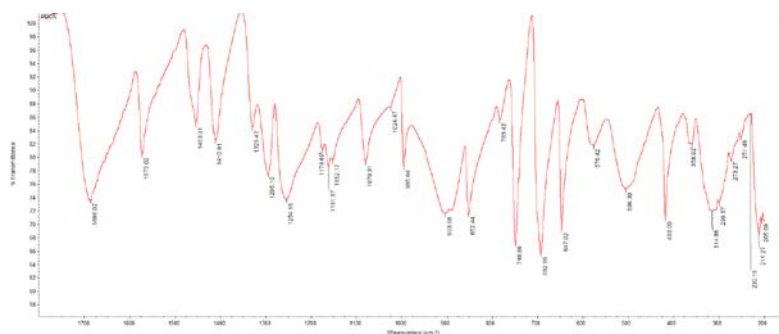


Slika 8. FT-IR spektar neutralnih nanočestica željeza



Slika 9. FT-IR spektar nanočestica modificiranih dipikolinskom kiselinom u molarnom omjeru Fe:PDCA 2:1





Slika 10. FT-IR spektar dipikolinske kiseline

U dobivenom IR spektru nefunkcionaliziranih čestica ne naziru se izražene apsorpcijske vrpce koje bi se mogle pripisati istezanjima veza Fe-O. Budući da su čestice snimane odmah nakon pripreve, zamjetna oksidacija nanomaterijala nije utvrđena. Funkcionalizirane čestice nZVI-PDCA 2:1 u IR spektru pokazuju izražene vrpce Fe-O istezanja uz dodatne skeletne vibracije dipikolinske kiseline. Asignacija apsorpcijskih vrpce temeljila se na podacima dostupnim u literaturi, a prikazana je u Tablici 1. <sup>41-44</sup>

Iz dobivenih podataka može se zaključiti da su nanočestice željeza uspješno funkcionalizirane dipikolinskom kiselinom. Pri tome je oksidiran vanjski sloj čestica željeza, na što ukazuje pojava vrpce istezanja Fe-O u spektru. U prethodnim istraživanjima metodom rendgenske difrakcije utvrđena je pojava magnetitnog i feroksihitnog sloja prilikom dodatka dipikolinske kiseline tijekom sinteze funkcionaliziranih nanočestica.<sup>3</sup> U ovom istraživanju, prošireno područje u rubnom srednjem i dalekom IR dijelu spektra omogućilo je potvrdu pojave više različitih oksida na površini čestica. U spektru su uočena istezanja veze Fe-O koja su specifična za magnetit, hematit i feroksihit.

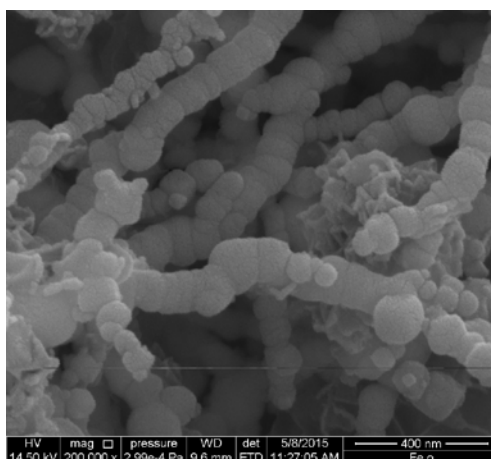
Tablica 1. Asignacija IR asporpcijskih vrpca dipikolinske kiseline i funkcionaliziranih nanočestica željeza (nZVI-PDCA 2:1)

| Apsorpcijska vrpca $\tilde{\nu} / \text{cm}^{-1}$ | Dipikolinska kiselina                          | Apsorpcijska vrpca $\tilde{\nu} / \text{cm}^{-1}$ | nZVI-PDCA 2:1                             |
|---|--|---|---|
| 1686  | C=O istežanje                                  | 1082  | Prsten PDCA + C-O                         |
| 1573  | istežanje prstena                              | 874   | Skeletne vibracije PDCA                   |
| 1453  | istežanje prstena (-C)                         | 794   | Fe-O istežanje ( u ravnini)<br>feroksihit |
| 1254  | C-H savijanje (u ravnini)                      | 561   | Fe-O istežanje magnetit                   |
| 1161  | C-O istežanje                                  | 379   | Fe-O istežanje hematit                    |
| 903<br>748<br>692                                 | skeletna istežanja                             |   |   |
| 576   | O-H savijanje (izvan ravnine)                  |   |   |
| 506   | savijanje prsten-C(O) <sub>2</sub> (u ravnini) |   |   |
| 418   | deformacija prstena ( izvan ravnine)           |   |   |
| 358   | skeletno istežanje (O-C-O)                     |   |   |
| 211   | O-C-O savijanje                                |   |   |

## 4.2. Karakterizacija nanočestica metodama SEM i AFM

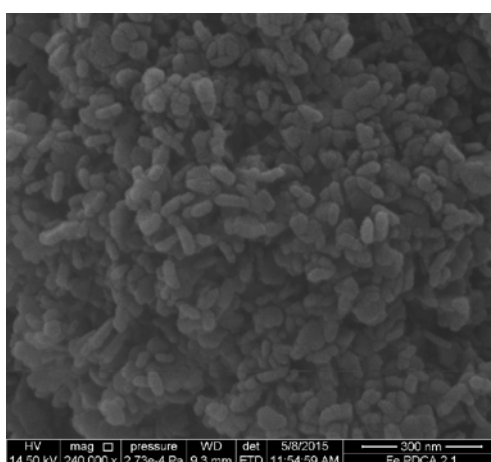
### 4.2.1. Rezultati dobiveni metodom SEM

Prethodnom analizom uzoraka u radu koji se bavio karakterizacijom nanočestica<sup>40</sup> neutralnih nanočestica željeza i nanočestica željeza modificiranih dipikolinskom kiselinom u molarnom omjeru Fe:PDCA = 2:1. Rezultati snimanja prikazani su na slikama 11 i 12.



Slika 11. Neutralne nanočestice željeza snimljene metodom SEM<sup>4</sup>

Prema slici 11, neutralne nanočestice željeza sferičnog su oblika i međusobno različitih veličina. Nanočestice su međusobno povezane i tvore dendritične strukture.

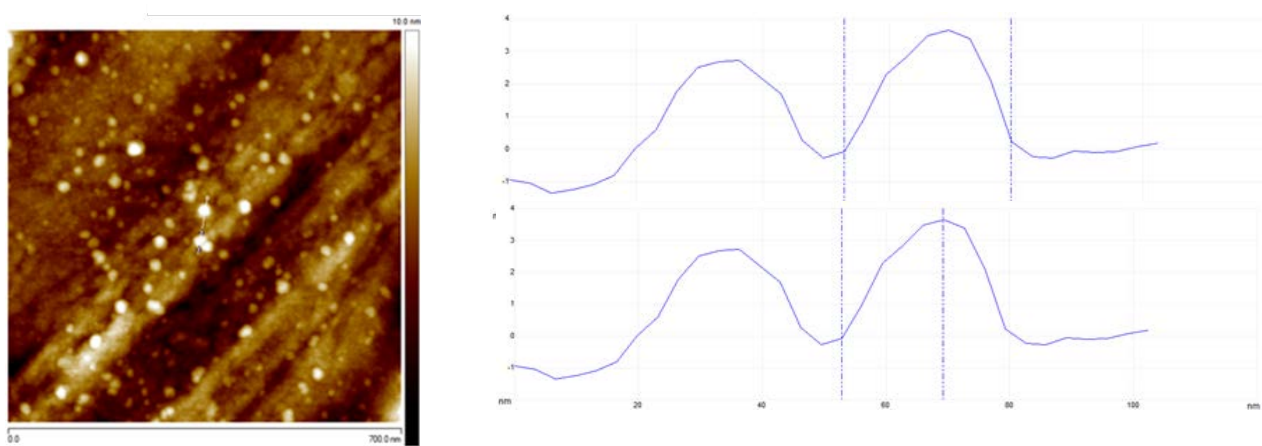


Slika 12. Nanočestice željeza modificirane sa PDCA u množinskom omjeru 2:1 snimljene metodom SEM<sup>40</sup>

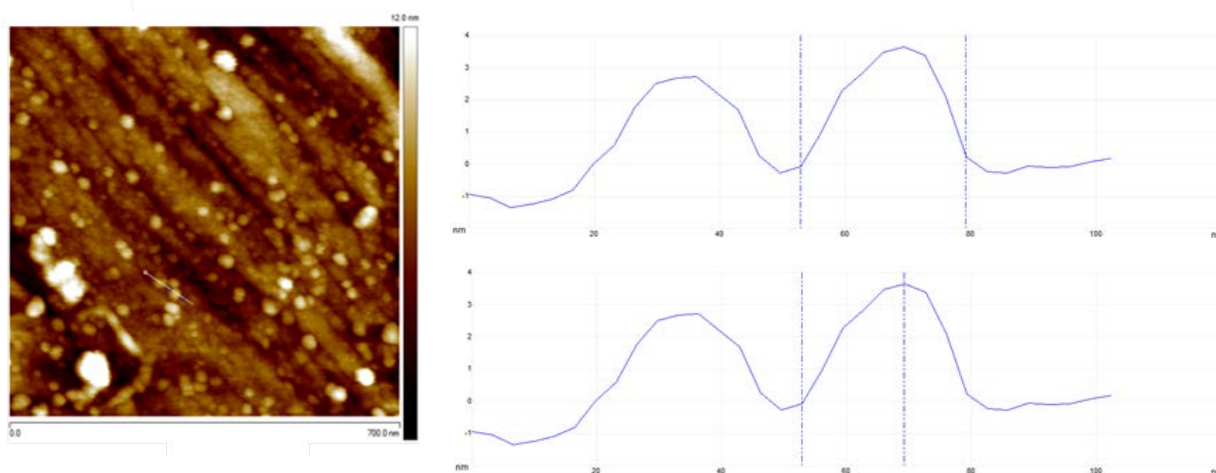
Prema slici 12, nanočestice željeza modificirane sa PDCA u množinskom omjeru 2:1 drugačijeg su oblika i veličine te međusobno tvore drugačiju strukturu. U ovom slučaju čestice su sitnije, gubi se sferičnost, odnosno eliptičnog su oblika. Dendritična struktura se gubi, čestice su međusobno povezane u amorfne nakupine.

#### 4.2.2. Rezultati dobiveni metodom AFM

Analizom uzoraka pomoću mikroskopije atomskih sila dobiveni su rezultati prikazani na slikama 13 i 14. Metodom mikroskopije atomskih sila analizirani su uzorci neutralnih nanočestica željeza i nanočestica željeza modificiranih s PDCA u molarnom omjeru 2:1.



Slika 13. Neutralne nanočestice željeza snimljene metodom AFM



Slika 14. Nanočestice željeza modificirane s PDCA u molarnom omjeru 2:1 snimljene metodom AFM

Iz profila dobivenih metodom AFM utvrđeno je da se u promatranom području uočavaju neutralne nanočestice željeza prosječnog promjera 30,6 nm, dok su funkcionalizirane čestice manjeg promjera koji iznosi 26,5 nm. Prosječna visina nZVI čestica iznosi 3,8 nm, a nZVI-PDCA 2:1 iznosi 3,7 nm. Iz slika se također može uočiti djelomično stvaranje agregiranih nakupina kod funkcionaliziranih čestica.

### 4.3. Ispitivanje sorpcijskih svojstava nanočestica metodom ICP-MS

Za ispitivanje efikasnosti sorpcije sintetiziranih nanočestica pripravljene su vodene otopine odabranih tehnološki kritičnih elemenata iz skupine lantanoida. Otopine pojedinačnih lakih i srednje teških iona lantanoida sadržavale su La, Nd, Sm, Eu i Gd u koncentracijskom rasponu od 0-100 mg L<sup>-1</sup>. Magnetskom separacijom nakon provedene sorpcije uklonjene su nanočestice i rezultirajuća otopina analizirana je metodom ICP-MS. U tablici 2 prikazani su rezultati mjerenja metodom ICP-MS nakon sorpcije pomoću neutralnih nanočestica željeza. U tablici 3 prikazani su rezultati mjerenja metodom ICP-MS nakon sorpcije pomoću nanočestica željeza modificiranih s PDCA u molarnom omjeru 2:1. Dobivene vrijednosti odnose se na semi-kvantitativna mjerenja metodom ICP-MS. Za utočnjavanje mjerenih koncentracija potrebno je prethodno validirati mjernu metodu. Kako odabrani elementi pokazuju složenu prirodnu zastupljenost stabilnih izotopa (Tablica 2), prethodna razrada analitičke metode uključila bi dugotrajna pojedinačna mjerenja. Primjerice, izotopni signali samarija uključuju svih sedam stabilnih izotopa, a mjereni signal prikupljan je samo za izotop <sup>147</sup>Sm. Pri tome je ukupna pogreška analize veća od uobičajene dozvoljene za mjernu metodu.

Tablica 2. Izotopi samarija i udjeli pojedinih izotopa u prirodi u odnosu na ukupni samarij<sup>45</sup>

| Izotop            | Udio izotopa u odnosu na ukupni broj atoma/% |
|-------------------|--|
| <sup>144</sup> Sm | 3,07   |
| <sup>147</sup> Sm | 14,99  |
| <sup>148</sup> Sm | 11,24  |
| <sup>149</sup> Sm | 13,82  |
| <sup>150</sup> Sm | 7,38   |
| <sup>152</sup> Sm | 26,75  |
| <sup>154</sup> Sm | 22,75  |

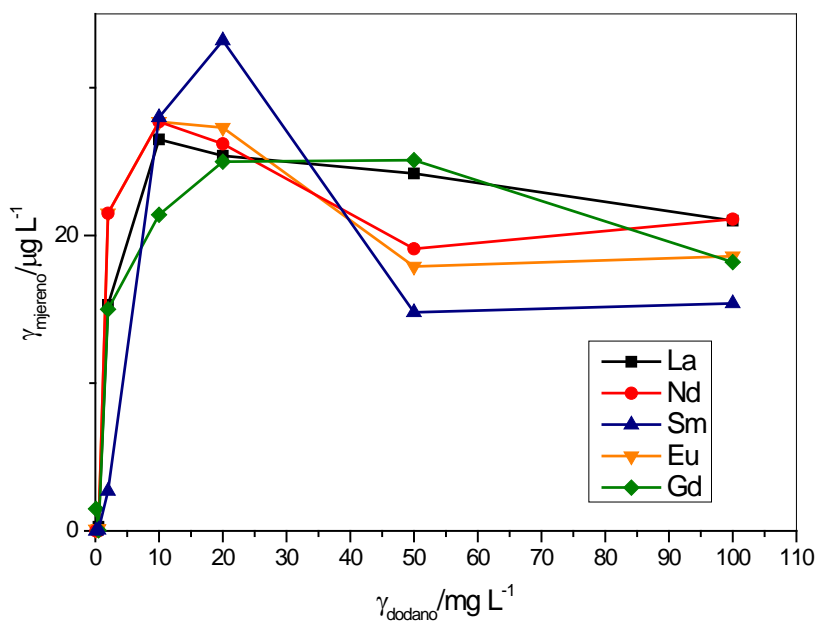
Tablica 3. Rezultati mjerenja dobiveni metodom ICP-MS nakon sorpcije pomoću nanočestica nZVI

| $\gamma_0/\text{mg L}^{-1}$ | $\gamma(^{139}\text{La})/\mu\text{g L}^{-1}$ | $\gamma(^{146}\text{Nd})/\mu\text{g L}^{-1}$ | $\gamma(^{147}\text{Sm})/\mu\text{g L}^{-1}$ | $\gamma(^{153}\text{Eu})/\mu\text{g L}^{-1}$ | $\gamma(^{157}\text{Gd})/\mu\text{g L}^{-1}$ |
|-----------------------------|--|--|--|--|--|
| <b>100</b>                  | 21,0   | 21,1   | 15,4   | 18,6   | 18,2   |
| <b>50</b>                   | 24,2   | 19,1   | 14,8   | 17,9   | 25,1   |
| <b>20</b>                   | 25,4   | 26,2   | 33,2   | 27,3   | 25,0   |
| <b>10</b>                   | 26,5   | 27,7   | 28,0   | 27,7   | 21,4   |
| <b>2</b>                    | 15,3   | 21,5   | 2,70   | 21,5   | 15,0   |
| <b>0,5</b>                  | 0,278  | 0,001  | 0,074  | 0,133  | 0,042  |
| <b>0,1</b>                  | 0,001  | 0,001  | 0,001  | 0,104  | 1,5  |

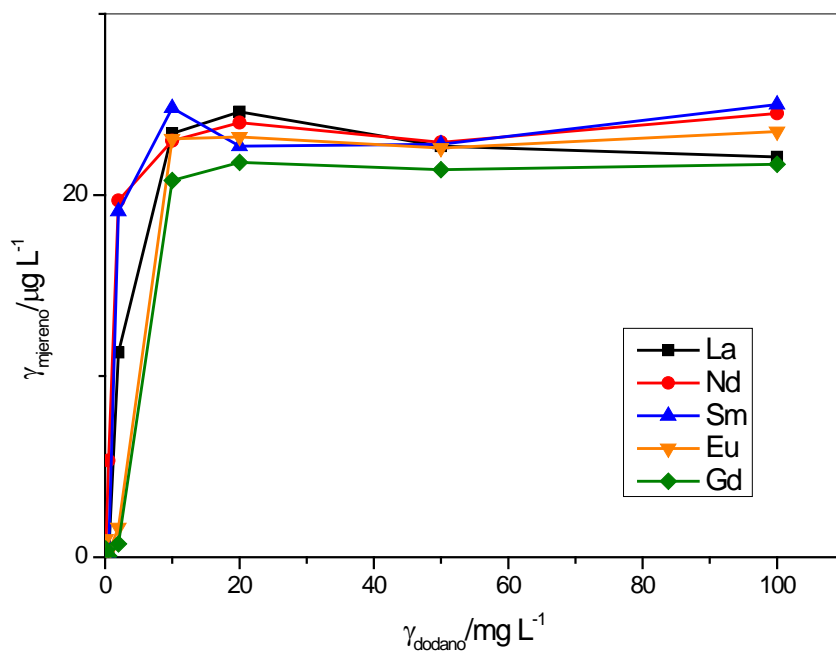
Tablica 4. Rezultati mjerenja dobiveni metodom ICP-MS nakon sorpcije pomoću nanočestica nZVI-PDCA 2:1

| $\gamma_0/\text{mg L}^{-1}$ | $\gamma(^{139}\text{La})/\mu\text{g L}^{-1}$ | $\gamma(^{146}\text{Nd})/\mu\text{g L}^{-1}$ | $\gamma(^{147}\text{Sm})/\mu\text{g L}^{-1}$ | $\gamma(^{153}\text{Eu})/\mu\text{g L}^{-1}$ | $\gamma(^{157}\text{Gd})/\mu\text{g L}^{-1}$ |
|-----------------------------|--|--|--|--|--|
| <b>100</b>                  | 22,1   | 24,5   | 25,00  | 23,5   | 21,7   |
| <b>50</b>                   | 22,7   | 22,9   | 22,8   | 22,6   | 21,4   |
| <b>20</b>                   | 24,6   | 24,0   | 22,7   | 23,2   | 21,8   |
| <b>10</b>                   | 23,4   | 23,0   | 24,8   | 23,1   | 20,8   |
| <b>2</b>                    | 11,3   | 19,7   | 19,1   | 1,64   | 0,735  |
| <b>0,5</b>                  | 0,035  | 5,33   | 0,187  | 0,258  | 0,075  |
| <b>0,1</b>                  | 0,038  | 0,194  | 0,100  | 0,100  | 0,449  |

U svrhu boljeg uočavanja specifičnosti rezultati su prikazani i grafički. Na slikama 15 i 16 grafički su prikazane ovisnosti mjerene koncentracije analita nakon sorpcije ( $\gamma_{\text{mjereno}}$ ) o početnoj dodanoj koncentraciji elemenata ( $\gamma_{\text{dodano}}$ ).



Slika 15. Koncentracija elementa nakon sorpcije na nanočesticama nZVI mjerena metodom ICP-MS



Slika 16. Koncentracija elementa nakon sorpcije na nanočesticama nZVI-PDCA 2:1 mjerena metodom ICP-MS



Iz mjerenih rezultata prikazanih na slici 15 može se zaključiti da sorpcija odabranih elemenata na česticama nZVI raste s porastom dodane koncentracije elemenata u rasponu od 0,1 do 20 mg L<sup>-1</sup>. U većem koncentracijskom području krivulja sorpcije ne pokazuje daljnji rast nego pretežito stagnira oko vrijednosti postignutih za 20 mg L<sup>-1</sup>. Obzirom da je u ispitivanjima sorpcije korištena jednaka masa čestica pri svim ispitivanjima sorpcije u otopini (10 mg), može se zaključiti da se zasićenje postiže pri koncentracijama većim od 20 mg L<sup>-1</sup> i efikasnost sorpcije opada.

Grafički prikaz sorpcije istih elemenata funkcionaliziranim česticama nZVI-PDCA 2:1, prikazana na slici 16, pokazuje blage razlike u odnosu na nefunkcionalizirane čestice. Ovdje se ravnoteža postiže pri nešto nižim dodanim koncentracijama (10 mg L<sup>-1</sup>). Pomak u efikasnosti sorpcije može se objasniti mogućim kompleksiranjem lantanoida na sloju dipikolinske kiseline kojom su funkcionalizirane čestice željeza. Za potvrdu ove hipoteze potrebno je provesti dodatna istraživanja koja bi uključila detaljnije studije sorpcije pri različitim ishodnim uvjetima, te dodatne analitičke instrumentne tehnike.

## § 5. ZAKLJUČAK

Sintetizirane su neutralne nanočestice željeza i modificirane nanočestice željeza dipikolinskom kiselinom u molarnom omjeru Fe:PDCA, 2:1. Nanočestice su karakterizirane metodama FT-IR, SEM i AFM. Sorpcijska svojstva nanočestica u modelnim vodenim otopinama koje su sadržavale ione La, Nd, Sm, Eu i Gd ispitana su metodom ICP-MS.

Asignacijom FT-IR spektara neutralnih nanočestica željeza, nanočestica željeza modificiranih dipikolinskom kiselinom i dipikolinske kiseline ustanovljeno je da su čestice uspješno modificirane. Prošireno je područje u rubnom srednjem i dalekom IR dijelu spektra. U spektru su uočena istezanja veze Fe-O koja su specifična za magnetit, hematit i feroksihit.

Iz slika dobivenih metodom AFM vidljivo je da je prosječan promjer neutralnih nanočestica željeza 30,6 nm, a nanočestica željeza modificiranih dipikolinskom kiselinom 26,5 nm. Prosječna visina neutralnih nanočestica željeza iznosi 3,8 nm, a modificiranih 3,7 nm. Također, uočeno je i djelomično nakupljanje modificiranih nanočestica u agregate.

Ispitivana je sorpcija pri različitim koncentracijama otopina pojedinačnih iona lantanoida i konstantnu masu sintetiziranih čestica koja je iznosila 10 mg. Zbog složenog izotopnog sastava svih odabranih lantanoida, mjerenja u otopinama pomoću metode ICP-MS dobivena su u semi-kvantitativnom načinu rada. Promjene koncentracije analiziranih elemenata u otopinama nakon sorpcije na nanočesticama pokazuju razlike obzirom na vrstu nanomaterijala. Na zamijećene razlike utječe funkcionaliziranje čestica dipikolinskom kiselinom.

## § 6. LITERATURNI IZVORI

1. J. Wojcieszek, J. Szpunar, R. Lobinski, *TrAC, Trends Anal. Chem.* **104** (2018) 42-53.
2. R. M. Pallares, R. J. Abergel, *Nanoscale* **12** (2020) 1339-1348.
3. S. Rončević, I. Nemet, V. Zagorec, A. Selmani, *New J. Chem.* **44** (2020) 17840-17848.
4. N. G. Connelly, T. Damhus, R. M. Hartshorn, A. T. Hutton, *Nomenclature of Inorganic Chemistry*, International Union of Pure and Applied Chemistry, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, 2005, str. 51-52.
5. P. Koltun, A. Tharumarajah, *ISRN Metall.* (2014) 907536. DOI: 10.1155/2014/907536.
6. V. Balaram, *Geosci. Front.* **10** (2019) 1285-1303.
7. C. E. Housecroft, A. G. Sharpe, *Inorganic Chemistry*, Pearson, Harlow, 2012, str. 1004-1006.
8. N. Haque, A. Hughes, S. Lim, C. Vernon, *Resources* **3** (2014) 614-635.
9. B. Zhou, Z. Li, C. Chen, *Minerals* **7** (2017) 203. DOI: 10.3390/min7110203.
10. A. R. Chakmouradian, F. Wall, *Elements* **8** (2012) 333-340.
11. *Rare Earths Statistics and Information, Rare Earths*, 2021, <https://www.usgs.gov/centers/nmic/rare-earths-statistics-and-information> (datum pristupa 10. lipnja 2021.)
12. C. K. Gupta, N. Krishnamurthy, *Extractive Metallurgy of Rare Earths*, CRC Press, Boca Raton, 2005, str. 15-70.
13. <https://www.britannica.com/science/rare-earth-element/Abundance-occurrence-and-reserves> (datum pristupa 13. lipnja 2021.)
14. <https://css.umich.edu/factsheets/critical-materials-factsheet> (datum pristupa 13. lipnja 2021.)
15. <https://www.energy.gov/eere/amo/critical-materials-hub> (datum pristupa 13. lipnja 2021.)
16. M. Humphries, *Rare Earth Elements: The Global Supply Chain*, Congressional Research Service, Washington, 2013, str. 2-7.
17. A. Grawunder, D. Merten, G. Büchel, *Environ. Sci. Pollut. Res.* **21** (2014) 6812-6823.

18. W. Gwenzi, L. Mangori, C. Danha, N. Chaukura, N. Dunjana, E. Sanganyado, *Sci. Total Environ.* **636** (2018) 299-313.
19. P. Louis, A. Messaoudene, H. Jrad, B. A. Abdoul-Hamid, D. A.L. Vignati, M.-N. Pons, *Sci. Total Environ.* **742** (2020) 140619. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2020.140619.
20. S. Squadrone, P. Brizio, C. Stella, M. Mantia, M. Battuello, N. Nurra, R. Mussat Sartor, R. Orusa, S. Robetto, F. Brusa, P. Mogliotti, A. Garrone, M. C. Abete, *Sci. Total Environ.* **660** (2019) 1383-1391.
21. A. H. Bu-Olayan, B.V. Thomas, *Environ. Pollut.* **265** (2020) 115064. DOI: 10.1016/j.envpol.2020.115064.
22. R. A. Crane, D. J. Sapsford, *Chem. Eng. J.* **345** (2018) 126-137.
23. R. M. Pallares, R. J. Abergel, *Nanoscale* **12** (2020) 1339-1348.
24. S. Rončević, I. Nemet, T. Zubin Ferri, D. Matković-Čalogović, *RSC Adv.* **9** (2019) 31043-31051.
25. V. Starešinčić, *Ispitivanje utjecaja modifikacije nanočestica željeza s 1,5 - difenilkarbazidom pri sorpciji kroma iz vodenih otopina*, Diplomski rad, Prirodoslovno-matematički fakultet, Sveučilište u Zagrebu, 2019., str. 1-28.
26. V. Zagorec, *Spektrometrijska analiza ukljanjanja kadmija iz vodenih otopina pomoću neutralnih nanočestica željeza*, Diplomski rad, Prirodoslovno-matematički fakultet, Sveučilište u Zagrebu, 2018., str. 1-11.
27. M. E. Mahmoud, E. A. Saad, M. Ali Soliman, M. S. Abdelwahab, *Microchem. J.* **145** (2019) 1102-1111.
28. M. Stefaniuk, P. Oleszczuk, Y. Sik Ok, *Chem. Eng. J.* **287** (2016) 618-632.
29. Y.-P. Sun, X. Li, J. Cao, W. Zhang, H. P. Wang, *Adv. Colloid Interface Sci.* **120** (2006) 47-56.
30. W. Zhang, *J. Nanopart. Res.* **5** (2003) 323-332.
31. B. I. Kharisov, H. V. Rasika Dias, O. V. Kharissova, V. M. Jiménez-Pérez, B. Olvera Pérez, B. Muñoz Flores, *RSC Adv.* **2** (2012) 9325-9358.
32. Y. Bagbi, A. Sarswat, S. Tiwari, D. Mohan, A. Pandey, P. R. Solanki, *Environ. Nanotechnol. Monit. Manag.* **7** (2017) 34-45.
33. J. Fana, X. Chen, Z. Xu, X. Xu, L. Zhao, H. Qiu, X. Cao, *J. Hazard. Mater.* **398** (2020) 122901. DOI: 10.1039/c2ra20812a.
34. B. Zhang, Y. Guo, J. Huo, H. Xie, C. Xu, S. Liang, *Chem. Eng. J.* **382** (2020) 123055.

35. D. S. Ken, A. Sinha, *Environ. Nanotechnol. Monit. Manag.* **14** (2020) 100344.
36. M. Czinnerova, N. H. A. Nguyen, J. Nemecek, K. Mackenzie, C. Boothman, J. Lloyd, T. Laszlo, R. Spanek, M. Cernik, A. Sevcu, *Environ. Sci. Eur.* **32** (2020) 154. DOI: 10.1186/s12302-020-00434-2.
37. F. Holler, D. Skoog, S. Crouch, *Principles of Instrumental Analysis*, 6th Ed., Thomson/Brooks/Cole, Belmont, USA, 2007, str. 613-622.
38. D. Kealey, P. J. Haines, *Analytical Chemistry*, BIOS Sci. Pub. Ltd., Phoenix, USA, 2002, str. 210-215.
39. A. Kashani, J. Mostaghimi, *Atomization Spray* **20** (2010) 415-433.
40. I. Živičnjak, *Sinteza i spektroskopska karakterizacija neutralnih nanočestica željeza*, Diplomski rad, Prirodoslovno-matematički fakultet, Sveučilište u Zagrebu, 2015, str. 1-48.
41. S. Onari, T. Arai, K. Kudo, *Phys. Rev. B Condens. Matter* **16** (1977) 1717-1721.
42. K. McCann, J. Laane, *J. Mol. Struct.* **890** (2008) 346-358.
43. B. Weckler, H. D. Lutz, *Eur. J. Solid State Inorg. Chem.* **35** (1998) 531-544.
44. M. Veneranda, J. Aramendia, L. Bellot-Gurlet, P. Colomban, K. Castro, J. Manuel Madariaga, *Corros. Sci.* **133** (2018) 68-77.
45. <https://webelements.com/samarium/isotopes.html> (datum pristupa 5. srpnja 2021.)

## § 7. METODIČKI DIO RADA

### Kolorimetrija u srednjoškolskoj nastavi kemije: školski mini-projekt

#### 7.1. Uvod

U čovjekovom traganju za spoznajama o svemu čime je okružen, opažanjem procesa i pojava u prirodi i društvu te pridavanjem racionalnih objašnjenja istima došlo je do razvoja znanosti. Jedna od temeljnih prirodnih znanosti je kemija. Kemija je prirodna znanost koja proučava građu, svojstva, sastav i strukturu tvari, promjene tvari i mehanizme promjena tvari. Zadaća kemije kao nastavnog predmeta u školi je na temelju odabranih sadržaja razviti sustav mišljenja kojeg će učenik primijenjivati i nadograđivati kroz cijeli svoj život.<sup>1</sup> Okosnica nastave kemije u Republici Hrvatskoj je *Kurikulum nastavnog predmeta Kemija za osnovne škole i gimnazije*.<sup>2</sup>

Razvoj sofisticiranih analitičkih instrumenata i metoda omogućio je znanstvenicima pogled na svijet na razini atoma i molekula. Visoke cijene instrumenata i nužnost određenih stručnih kompetencija za rukovanje s određenim instrumentima uzrok su vrlo slabe zastupljenosti instrumentnih analitičkih metoda u nastavi kemije. Pojava pametnih mobilnih telefona i različitih didaktičkih pomagala poput *Labdisc* uređaja otvorili su mogućnost uvođenja instrumentnih analitičkih metoda u eksperimentalnu nastavu kemije. Cilj metodičkog dijela ovoga rada je obogatiti nastavne sadržaje kurikulumske teme za četvrti razred gimnazije *Elektromagnetsko zračenje i tvari* kroz međupredmetni školski mini-projekt o kvantitativnoj tehnici *kolorimetriji*. Provedba uključuje odabir relevantnih obrazovnih ishoda propisanih *Kurikulumom*, prijedlog pokusa i njegovu metodičku obradu, prijedlog didaktičkih materijala, prijedloge izvedbe mini-projekta s obzirom na očekivana učenička predznanja i pojavnosti odabranih sadržaja u svakodnevnom životu. Elementi provedbe objedinjeni su u nastavnoj pripremi. Ovaj mini-projekt zamišljen je kao dio nastave iz kemije za četvrti razred gimnazije i zbog vrlo uske povezanosti sa nastavnim sadržajima iz fizike projekt ima interdisciplinarna obilježja. Eksperimentalni dio predloženog projekta (*kolorimetrija*) može se ostvariti pomoću improviziranog kolorimetra uz korištenje pametnog telefona kao detektora zračenja i pomoću *Labdisc* mjernog uređaja, što će biti detaljnije opisano u jednom od poglavlja.<sup>1,2,3</sup>

## 7.2. O nastavi kemije i školskom projektu

### 7.2.1. Kemija kao nastavni predmet

*Kurikulum nastavnog predmeta Kemija za osnovne škole i gimnazije* (dalje u tekstu Kurikulum) temeljni je dokument Ministarstva znanosti i obrazovanja Republike Hrvatske kojim se od 2019. godine propisuju odgojno obrazovni ciljevi i ishodi učenja i poučavanja kemije, konceptualne domene i njihov udio u učenju i poučavanju kemije, predlažu sadržaji kojima se ostvaruju propisani ishodi, propisuju nastavne metode te načini i kriteriji vrednovanja u nastavi kemije. Predmet *Kemija* zaseban je i obavezan predmet u sedmom i osmom razredu osnovne škole (70 sati tjedno) i u svim razredima četverogodišnjih gimnazijskih programa (140 sati u okviru predmeta *Kemija s vježbama* u prirodoslovnim gimnazijama, 70 sati u svim ostalim gimnazijskim programima).

Glavni odgojno-obrazovni ciljevi učenja i poučavanja *Kemije* su: stjecanje iskustva koje pobuđuje interes za prirodnim znanostima, razumijevanje i komuniciranje o temeljnim konceptima iz kemije, usvajanje i primjena kemijskog nazivlja i simbolike, razumijevanje znanstvenih i etičkih principa u istraživanju, rješavanje kemijskih problema i stjecanje metakognitivnog znanja kao preduvjeta za razvijanje samostalnosti, samopouzdanja, inovativnosti, odgovornosti i kreativnosti.

Kemija kao nastavni predmet organizirana je u četiri koncepta (organizacijska područja). Konceptualne domene *Tvari*, *Promjene i procesi* i *Energija* pokrivaju osnovne ideje i sadržaje iz područja kemije kao prirodne znanosti, dok četvrti koncept, *Prirodnoznanstveni pristup* uveden je u svrhu razvoja eksperimentalnih i matematičkih vještina, kao i u svrhu modeliranja metoda kojima se služe znanstvenici u svojim istraživanjima. Koncept *Tvari* obuhvaća temeljne kemijske pojmove i razumijevanje građe tvari počevši od atoma i molekula, tj. od čestične do makroskopske razine. Koncept *Promjene i procesi* obuhvaća konceptualno razumijevanje kemijskih i fizikalnih promjena te povezivanje makroskopskih opažanja prilikom tih promjena s događajima na čestičnoj razini. Koncept *Energija* obuhvaća izmjene energije vezane uz kemijske procese. Temelji koncepta *Prirodnoznanstveni pristup* su pokusi i prirodne pojave, čijim je proučavanjem i opažanjem dobivene podatke potrebno analizirati, po potrebi matematički obraditi i jasno prikazati i interpretirati rezultate. Postotni udio prva tri koncepta unutar etape poučavanja (razreda) varira i ovisi o odluci nastavnika, dok unutar svakog udjela pojedinog koncepta, određeni udio zauzima *Prirodnoznanstveni pristup*.<sup>2</sup>

Za učinkovito ostvarivanje odgojno-obrazovnih ciljeva i ishoda i aktivnog učenja, u nastavi kemije najčešće se koriste obrazovne strategije *poučavanja* i *učenja otkrivanjem*. Unutar strategije *učenja otkrivanjem* razlikujemo metode *istraživanja*, *projekta* i *simulacije*. *Istraživanje* se temelji na uočavanju i postavljanju problema, oblikovanju pretpostavki o rješenju problema, prikupljanju podataka promatranjem ili izvođenju pokusa, radu na tekstu te izvođenju zaključaka koji u konačnici dovode do rješenja problema. *Projekt* je metoda slična istraživanju, a s obzirom da se metodički dio ovog rada temelji na projektnoj nastavi, bit će detaljnije opisan u sljedećem odjeljku. *Simulacija* se izvodi kada nije moguće ostvariti iskustvo u stvarnoj situaciji. Također se temelji na postavljanju problema, ali se polazi od neke zamišljene situacije za koju se pronalazi rješenje. U nastavi kemije, naglasak treba biti na metodi istraživanja uz izvođenje pokusa. Ukoliko za ostvarivanje pojedinog odgojno-obrazovnog ishoda nije moguće primijeniti niti jednu metodu unutar strategije *učenja otkrivanjem*, koristi se obrazovna strategija *poučavanja*, pri čemu treba i dalje inzistirati na što većoj aktivnosti učenika. Unutar strategije *poučavanja*, u nastavi kemije najzastupljenije su metode: *problemsko poučavanje*, *heurističko poučavanje* i *programirano poučavanje*. *Problemsko poučavanje* sastoji se od nastavnih postupaka poput izlaganja, razgovora, laboratorijskog rada, demonstracijskih pokusa i sl. *Heurističko poučavanje* temelji se na pitanje-odgovor načinu komunikacije, gdje nastavnik učenika nesugestivnim pitanjima postupno usmjerava k rješenju problema. U *programiranom poučavanju* vještine i koncepti koje učenik treba usvojiti predočavaju se unaprijed određenim redoslijedom. Primjer programiranog poučavanja je radni listić.<sup>1,2</sup>

### 7.2.2. Školski projekt

Školski projekt oblik je učenja otkrivanjem u kojem učenik kao nastavni subjekt u suradnji s nastavnikom i ostalim učenicima interaktivno opsežno planira i provodi aktivnosti koje vode k rješenju zadanog problema. Ciljevi projektne nastave su višestruki i nisu nepromjenjivi, nego ovise o dogovoru između nastavnika i učenika. Postoji nekoliko različitih podjela projekata: prema strukturiranosti (strukturirani, nestrukturirani i polustrukturirani), prema broju učenika koji sudjeluju u projektu (grupni i individualni) i prema svrsi (procesni i produktni).<sup>4</sup>

Radi bolje organizacije i lakše izvedbe, projekt valja podijeliti na sljedeće etape: postavljanje problema, upoznavanje problema, izrada plana za rješavanje problema, izvršavanje izrađenog plana, oblikovanje rješenja i izvođenje zaključaka te evaluacija. Metode koje se



najčešće koriste u provedbi projekta su: pedagoška radionica, praktični rad, istraživanje i eksperimentiranje, promatranje izvorne stvarnosti, anketiranje i intervjuiranje, rasprave, sistematiziranje, vrednovanje, izvješćivanje i mnoge druge.<sup>4,5</sup>

Za uspješnu provedbu projekta učenici koji sudjeluju u projektu moraju biti intrinzično motivirani. Učenici su vrlo bitni sudionici projekta i u samom središtu projekta mora biti njihov aktivan rad od početka do kraja. Na samom početku učenik se mora upoznati s problematikom, promisliti o problematici, donijeti prijedloge plana provedbe projekta i proučiti literaturu. Nakon što se iznesu pretpostavke, slijedi dizajn i provedba istraživanja. Dobivene rezultate učenici moraju analizirati i interpretirati ih. Iz interpretacije rezultata izvode se zaključci. Nakon izvođenja zaključaka slijedi prezentacija projekta pred većim brojem ljudi (npr. na Danu škole).<sup>4,6</sup> Tijekom sudjelovanja na projektu učenici se osposobljavaju za aktivno sudjelovanje u nastavi, učinkovito pretraživanje i korištenje izvora informacija te njihovoj kritičkoj evaluaciji, te vrednovanje i evaluaciju rada. Potiče se i razvija istraživački pristup učenju, kao i pozitivan odnos prema radu. Stečene vještine trajne su i primjenjive u svim sferama života. Ako je projekt grupni, razvija se osjećaj odgovornosti za cijelu grupu, što je posebno poželjna osobina u današnjem svijetu zaposlenih. Odnos učenika s nastavnikom poprima drugačiju dimenziju od tipičnog odnosa na školskom satu. Sudjelovanjem u projektnoj nastavi učenik jača svoje samopoštovanje i samopouzdanje.<sup>4,6</sup>

U projektnoj nastavi nastavnik ima ulogu voditelja i organizatora projekta. Kako bi uspješno vodio projekt, nužno je da nastavnik posjeduje niz psiholoških, organiziracijskih, didaktičkih, metodičkih, komunikacijskih i pedagoških vještina te veliko stručno znanje. Nastavnik razvija suradnički odnos s učenicima. Dužnost nastavnika je da u početnim fazama rada osigura potrebne informacije i materijale za rad, vrši podjelu rada među učenicima i usmjerava učenike pri donošenju plana. S vremenom nastavnik smanjuje svoje aktivnosti, no to ne znači da treba prepustiti učenike samima sebi, već naprotiv, i dalje vode proces, ali tako da ne odraduje ono što učenici trebaju, već da ih usmjerava, ukazuje na eventualne pogreške i pomaže u savladavanju problema na koje učenici nailaze tijekom provedbe projekta. Nastavnik intervenira raspravljajući s učenicima, dopunjujući podatke, sugerirajući razna rješenja i metode i slično. Vrlo je važno da nastavnik ciljeve i metode drži fleksibilnima i da je otvoren prema učeničkim idejama, štoviše, poželjno je da potiče i ohrabruje učenike na što veće izražavanje vlastitih ideja. Važno je da nastavnik ima na umu da ciljevi projekta moraju biti ostvarivi i primjereni dobi i stupnju razvoja učenika. Najvažnije komponente planiranja rada o

kojima nastavnik mora voditi računa su provjeravanje motivacije, sposobnosti, predznanja i interesa učenika, prilagođavanje učeničkim očekivanjima, procjena raspoloživog vremena, utvrđivanje metodologije i postizanje dogovora s učenicima, odnosno raspodjela dužnosti učenika i utvrđivanje pravila rada.<sup>4,5,6</sup>

### 7.3. Upute za nastavnika

#### 7.3.1. Teorijski pregled

##### 7.3.1.1. Odabrani temeljni pojmovi – analitička kemija

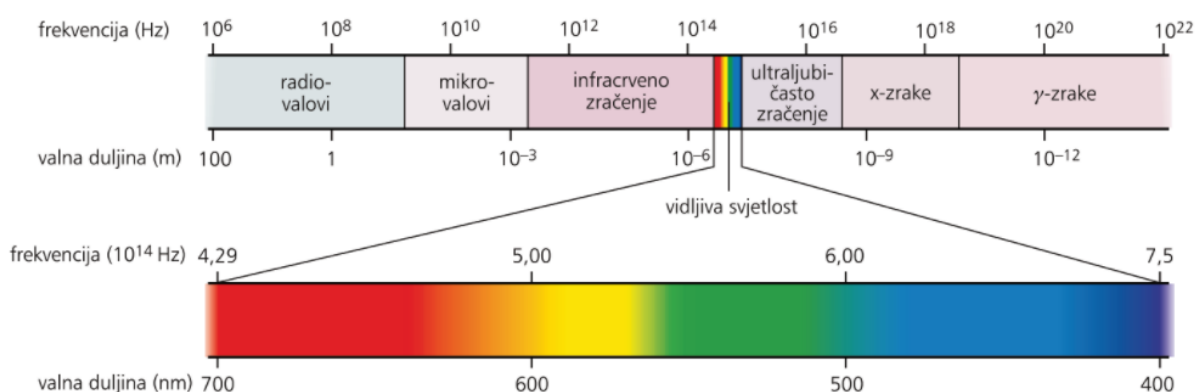
U ovom odjeljku bit će prikazan pregled osnovnih pojmova i koncepata analitičke kemije i kvantne fizike za koje se podrazumijeva da ih nastavnik poznaje i razumije kako bi uspješno vodio projekt, a učenici ih moraju savladati prije ili tijekom provedbe projekta kako bi uspješno izvršili sve zadatke unutar projekta.

*Analitika* je znanstvena disciplina koja se bavi proučavanjem i primjenjivanjem koncepata, načela i strategija određivanja i mjerenja značajki kemijskih sustava i vrsta. Pri mjerenju i određivanju značajki kemijskih sustava i vrsta u analitici se koriste suvremene instrumentne metode. Analitika obuhvaća i analitičku kemiju, kao granu kemije koja se bavi određivanjem sastava tvari primjenjujući klasične kemijske dokazne postupke.

Suvremeni analitički postupci koriste se u svrhu kvalitativne i kvantitativne analize. Sastojak uzorka koji se određuje naziva se analit, čiji su signali temelj eksperimentalnih metoda u analitici. Tipični analitički važni signali su: promjena boje otopine ili plamena, talozi, spektralne linije, apsorbcija, intenzitet emitiranog i apsorbiranog zračenja i drugi. Najčešće primjenjivane analitičke eksperimentalne metode su: gravimetrija, titrimetrija, atomska i molekulska spektroskopija, spektrometrija masa, kromatografija i elektroforeza, termička analiza, elektrokemijska analiza i radiokemijska analiza. Metodički prijedlog školskog projekta u ovom radu temelji se na spektroskopskim metodama.<sup>7</sup>

##### 7.3.1.2. Elektromagnetsko zračenje

Neka od najvažnijih otkrića u povijesti znanosti, kao i današnja tehnologija oslanjaju se na elektromagnetsko zračenje. Spektar elektromagnetskog zračenja sastoji se od (poredano od najveće valne duljine prema najmanjoj): radio-valova, mikro-valova, infracrvenog zračenja, vidljive svjetlosti, ultraljubičastog zračenja, rendgenskih zraka i gama zraka (Slika M1). Izvori vidljivog, ultraljubičastog i infracrvenog dijela spektra su užarene krutine i plinovi. Užarene krutine daju kontinuirani, a užareni plinovi linijski spektar.<sup>8</sup>

Slika M1. Spektar elektromagnetskog zračenja (preuzeto iz <sup>12)</sup>)

### 7.3.1.3. Interakcija elektromagnetskog zračenja i materije i kvantnomehanički model

Na pragu 20. stoljeća fizičari su naišli na dva problema koji se nisu mogli objasniti valnim modelom elektromagnetskog zračenja: zračenje crnog tijela i fotoelektrični efekt. Početak kvantne ere obilježilo je objašnjenje zračenja crnog tijela njemačkog fizičara Maxa Plancka. Max Planck je 1900. objasnio zračenje crnog tijela predloživši pojam kvanta energije, odnosno diskretnih količina energije. Energija se može apsorbirati ili emitirati samo u diskretnim količinama. Planckovu hipotezu 1905. godine proširio je Albert Einstein. Prema Einsteinu, svjetlost dolazi u obliku valnih paketa, tzv. fotona. Energija fotona kojeg emitira izvor elektromagnetskog zračenja je:

$$E = h \cdot f,$$

gdje je  $h = 6,626 \cdot 10^{-34}$  J s, a  $f$  frekvencija fotona. Pretpostavka o fotonima dovela je do objašnjenja fotoelektričnog efekta. Elektron će izaći s površine metala kad apsorbira foton energije jednake ili veće izlaznom radu:

$$E_k = h \cdot f - W_i.$$

Ovakvo objašnjenje upućuje na čestičnu prirodu elektromagnetskog zračenja, jer fotoni sudjeluju u sudarima na isti način kao i čestice (Comptonovo raspršenje), pa se govori o dualnoj prirodi elektromagnetskog zračenja, odnosno da je elektromagnetsko zračenje u isto vrijeme i val i čestica (valna svojstva svjetlosti opisuju refleksija, lom, ogib i interferencija).

Prema načelu simetrije, ako valovi imaju čestična svojstva, čestice bi trebale imati valna svojstva. Tu konstataciju je matematički opisao Louis de Broglie 1924. godine, a eksperimentalno su ju dokazali difrakcijom na kristalu nikla C. Davisson i L. Germer 1927. godine.

Valna duljina je veličina koja se povezuje s valnim svojstvima, a količina gibanja s čestičnim:

$$\lambda = \frac{h}{p}.$$

Iako je Planckov zakon dobro objašnjavao kontinuirane spektre, nije mogao objasniti linijske spektre. Objašnjenje za atom vodika i njemu slične atome daju dva Bohrova postulata. Prema prvom Bohrovom postulatu, elektron ne može kružiti oko jezgre po bilo kojim stazama, već samo po onima s točno određenim kvantiziranim stanjima. Orbitalni moment količine gibanja mora biti cjelobrojni višekratnik Planckove konstante:  $L = nh/2\pi$ . Prema drugom postulatu, atom mora apsorbirati foton točno određene energije da bi elektron prešao iz nižeg energijskog stanja u više energijsko stanje. Pri prelasku elektrona iz višeg u niže energijsko stanje atom emitira foton energije jednake razlici u energiji između dva stanja. Međutim, pomoću Bohrovog modela atoma mogu se objasniti samo spektralne linije atoma vodika. Spektralne linije atoma ostalih elemenata objašnjava kvantnomehanički model atoma. U linijskom spektru, foton određene valne duljine predstavlja jedan energijski prijelaz u elektronskom omotaču. Apsorpciju zračenja (tj. apsorbirane valne duljine) predstavljaju tamne linije u kontinuiranom spektru, a emisiju linijski spektar (Slika M2).<sup>8</sup>



Slika M2. Apsorpcijski i emisijski spektar atoma vodika (preuzeto iz<sup>11</sup>)

#### 7.3.1.4. Spektroskopija

Spektroskopske metode temelje se na interakciji elektromagnetskog zračenja i materije. Prema vrsti materije, razlikuju se atomska i molekulska spektroskopija, a prema vrsti energijskih prijelaza emisijska, apsorpcijska i luminescencijska. Kolorimetrija kao spektroskopska metoda pripada apsorpcijskoj molekularnoj spektroskopiji. Osim elektronskih prijelaza, na izgled spektra utječu i promjene vibracija i rotacija unutar molekula.

Kvalitativna spektroskopska mjerenja temelje se na izgledu spektra zračenja koje pada na površinu detektora u instrumentu, a kvantitativna na intenzitetu zračenja. Primjerice, tipični apsorpcijski spektrometar radi na sljedeći način: svjetlost kontinuiranog spektra iz izvora ulazi kroz ulaznu pukotinu. Iz ulazne pukotine pada na leću ili zrcalo čija je uloga proizvesti paralelni snop svjetlosti. Nakon leće ili zrcala paralelni snop pada na površinu disperzijskog sredstva. Svjetlost se dispergira pomoću prizme ili optičke rešetke. Takva svjetlost ulazi u kivetu s uzorkom i fotoni svjetlosti međudjeluju s molekulama unutar otopine u kiveti. Pri interakciji dolazi do procesa apsorpcije, pri čemu se atomi pobuđuju, a pri povratku u nepobuđeno stanje dolazi do neradijativne relaksacije, zbog čega je izlazna svjetlost različitog intenziteta i spektra od upadne svjetlosti. Izlazna svjetlost ponovno dolazi na leću ili zrcalo, koji ovoga puta paralelni snop svjetlosti fokusiraju u jednu točku, odnosno na izlaznu pukotinu. Iza izlazne pukotine nalazi se detektor. Odziv detektora ovisi o tome kakav je analitički signal, odnosno intenzitet zračenja pri pojedinoj valnoj duljini svjetlosti. Detektor je povezan s računalom, odnosno pretvornikom signala koji različitim postupcima očitavanja s detektora prevodi u analitički važne podatke.

Primjer spektrometrijskog instrumenta jednostavnije konstrukcije je kolorimetar. Kolorimetrija se temelji na mjerenju intenziteta obojenog zračenja, odnosno na mjerenju intenziteta zračenja određene valne duljine. Tipičan kolorimetar sastoji se od izvora svjetlosti, leće, filtera, prostora za smještanje kivete s uzorkom i detektora (slika M3). Otopina koja apsorbira svjetlost određene valne duljine, bit će obojena komplementarnom bojom (slika M4). Primjerice, sok od cikle crvene je boje jer molekule unutar otopine apsorbiraju zelenu svjetlost, a propuštaju crvenu svjetlost. Izbor filtera ovisi o valnoj duljini svjetlosti koju apsorbiraju molekule koje čine otopinu. Filter mora izolirati svjetlost one valne duljine koja se apsorbira unutar otopine. Svjetlost koja izlazi iz otopine slabijeg je intenziteta ( $I$ ) od intenziteta svjetlosti koja ulazi u otopinu ( $I_0$ ). Omjer intenziteta izlazne i intenziteta upadne svjetlost naziva se transmitancija:

$$T = \frac{I}{I_0}.$$

Transmitancija se izražava u postotcima. Intenzitet  $I_0$  je intenzitet zračenja koje izlazi iz otopine koja sadrži sve osim analita (takva otopina se zove matrica, a mjerenje intenziteta zračenja kroz matricu slijepa proba). Količina apsorbiranog zračenja izražava se pomoću apsorbancije:

$$A = -\log T.$$

Što je veća apsorbancija, veći je intenzitet apsorbiranog zračenja. Pri niskim koncentracijama apsorbancija je proporcionalna koncentraciji (Lambert-Beerov zakon):

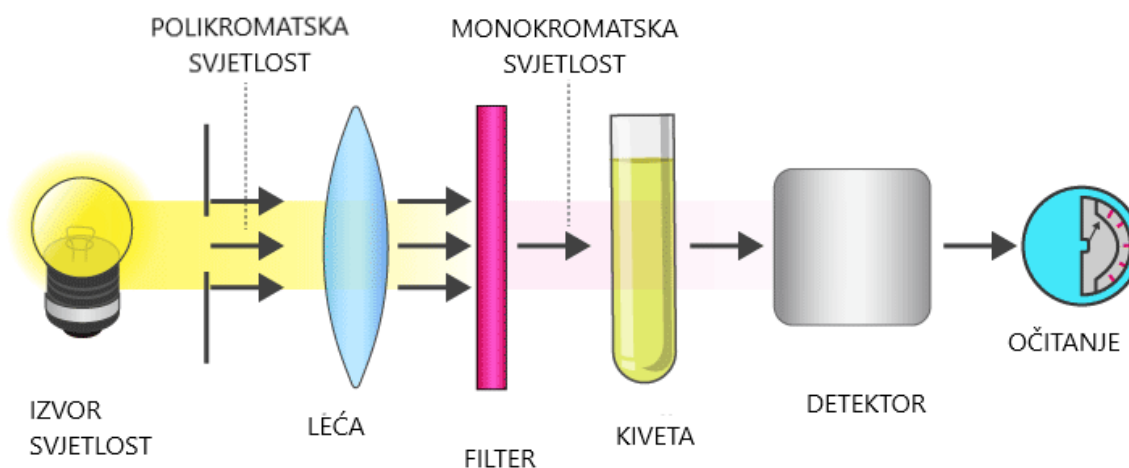
$$A = \varepsilon \cdot b \cdot c,$$

gdje je  $\varepsilon$  molarni ekstincijski koeficijent,  $b$  duljina optičkog puta kroz analit (debljina kivete), a  $c$  množinska koncentracija analita u otopini.

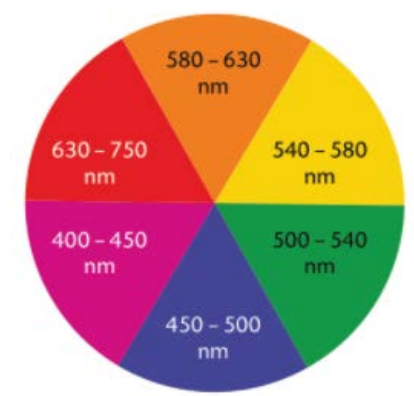
U fotometrijskim mjerenjima često se koristi i osvjetljenje,  $E_S$  (također poznato pod nazivima jakost rasvjete i iluminacija). Osvjetljenje se definira kao omjer svjetlosnog toka,  $\Phi_S$  i površine plohe,  $P$ :

$$E_S = \frac{\Phi_S}{P}.$$

Mjerna jedinica za osvjetljenje je luks (oznaka: lx).<sup>7</sup>



Slika M3. Shematski prikaz jedne od mogućih tehničkih izvedbi kolorimetra



Slika M4. Parovi komplementarnih boja nalaze se nasuprotno u prikazanom krugu (preuzeto iz <sup>12)</sup>)

### 7.3.2. Osvrt na udžbeničku literaturu

U pripremi ovoga projekta korišteno je novo izdanje udžbenika iz fizike u četvrtom razredu gimnazije<sup>9</sup>, kao i nova izdanja udžbenika kemije u četvrtom razredu gimnazije različitih autora i nakladnika<sup>10-12</sup>. Nova izdanja udžbenika prilagođena su *Kurikulumu*. Prema prijašnjem gimnazijskom programu poučavanja kemije<sup>13</sup>, u četvrtom razredu kemije obrađivani su isključivo sadržaji iz područja organske kemije, stoga udžbenici pisani prema starom nastavnom planu i programu iz predmeta kemija nisu uzeti u razmatranje.

Udžbenik fizike u četvrtom razredu gimnazije *Fizika oko nas 4* može poslužiti nastavniku i učenicima u pripremi ili provedbi projekta jer daje detaljan uvod u sadržaje koji se obrađuju u sklopu projekta i koji su važna konceptualna podloga za razumijevanje principa na kojima se temelji kolorimetrija. Na početku udžbenika u nastavnoj cjelini *Elektromagnetski valovi* objašnjeno je što su elektromagnetski valovi, opisan je nastanak elektromagnetskih valova, spektar elektromagnetskih valova, vrste elektromagnetskih valova i primjena. Sljedeća relevantna cjelina u tom udžbeniku je *Valno-čestična svojstva elektromagnetskog zračenja* u kojoj su opisani i objašnjeni fotoelektrični efekt i njegova primjena, zračenje zagrijanih tijela i Planckov zakon zračenja. U nastavnoj cjelini *Valno-čestična svojstva tvari* opisani su i objašnjeni ogib elektrona, Heisenbergove i de Broglieove relacije i osnovna načela kvantne fizike. *Povijesni razvoj modela atoma* daje povijesni pregled nastanka današnjeg tumačenja građe materije. Cjelina *Energijski spektri* interdisciplinarnog je karaktera i obrađuje teme koje su zajedničke fizici i kemiji, poput emisije i apsorpcije fotona.<sup>9</sup>

U udžbenicima kemije, tematska cjelina *Elektromagnetsko zračenje i tvari* razlikuje se po izboru obrazovnih ishoda, sadržaju (zajednički sadržaji razlikuju se po opsegu), redosljedu poučavanja pojedinih koncepata i primjerima analitičkih metoda. U svim udžbenicima ova je tematska cjelina prva po redu. Osvrt se odnosi samo na dio gradiva koji je relevantan za temu ovog rada, ostatak sadržaja unutar cjeline *Elektromagnetsko zračenje i tvari* neće se razmatrati. Udžbenik nakladnika *Alfa* na početku daje kratki povijesni pregled razvoja modela atoma, zatim kratki kvalitativni opis svjetlosti i spektara, nakon čega slijedi Bohrov model atoma, uz kojeg je odmah napomenuto da se intenzitet apsorbirane, emitirane ili raspršene svjetlosti koristi u analitičke svrhe u spektroskopiji. Ova nastavna jedinica popraćena je s pokusom bojenja plamena. Nakon Bohrovog modela atoma slijede spektri i spektroskopija gdje se u kratkim crtama opisuje na čemu se temelje spektroskopska mjerenja i navedeni su primjeri primjene spektroskopije.<sup>10</sup> U udžbeniku nakladnika *Profil Klett* obrada teme također započinje



povijesnim pregledom, ali u ovom povijesnom pregledu ukratko su opisani pokusi kojima se došlo do otkrića subatomske čestice i pokusa koji su doveli do današnjeg kvantnomehaničkog modela atoma. Nakon toga slijedi nastavna jedinica *Elektromagnetsko zračenje i Bohrov model atoma* gdje je na nekoliko stranica opisano elektromagnetsko zračenje, Bohrovi postulati, spektri elektromagnetskog zračenja na primjeru atoma vodika, a prisutan je i pokus bojenja plamena. Od spektroskopskih metoda nabrojane su i ukratko opisane infracrvena spektroskopija i nuklearna magnetska rezonancija. U rubrici *Proširimo vidike* na kraju cjeline na primjeru određivanja olova u dječjim igračkama navode se metode atomske apsorpcije (AA), optičke emisijske spektroskopije uz induktivno spregnutu plazmu (ICP-OES) i spektrometrije masa uz induktivno spregnutu plazmu (ICP-MS).<sup>11</sup> Udžbenik nakladnika *Školska knjiga* nema povijesni pregled otkrića atoma, ali su ukratko opisani pokusi s katodnim cijevima i listićima zlata. Na sličan način u kao u prethodno spomenutom udžbeniku opisani su spektri elektromagnetskog zračenja i Bohrov model atoma, također popraćeni pokusom bojenja plamena. Međutim, ovaj udžbenik posvećuje najviše pažnje spektroskopiji, gdje je ona obrađena kao zasebna nastavna jedinica. Uveden je i Lambert-Beerov zakon, kao što su i opisani neki primjeri spektroskopijskih postupaka (između ostalog i postupak kolorimetrije). U kombinaciji s udžbenikom iz fizike, ovaj udžbenik daje najdetaljniju podlogu za razumijevanje kolorimetrije.<sup>12</sup>

### 7.3.3. Potrebna predznanja i odgojno-obrazovni ciljevi i ishodi

Za **potpuno** razumijevanje kolorimetrije i procesa na kojima se ta metoda temelji, potrebno je ostvariti ishode iz *Kurikuluma za nastavni predmet Fizika za osnovne škole i gimnazije u Republici Hrvatskoj* (tablica M1) te *Kurikuluma nastavnog predmeta Kemija za osnovne škole i gimnazije u Republici Hrvatskoj* (tablica M2). Izlazni obrazovni ishodi su podvučeni. Uz odgojno-obrazovne ishode zadanim dvama navedenim kurikulumima, učenici radom na projektu ostvaruju i brojne međupredmetne ishode (tablica D1). Pri planiranju projekta važno je da nastavnik prilagođava aktivnosti predznanju i dobi učenika.

Tablica M1.\* Učenička predznanja iz *Kurikuluma za nastavni predmet Fizika za osnovne škole i gimnazije u Republici Hrvatskoj*<sup>14</sup>

| Odgojno-obrazovni ishodi   | Razrada ishoda  |
|--|---|
| <p>FIZ SŠ C.4.1., FIZ SŠ D.4.1. <i>Analizira valnu prirodu svjetlosti.</i><br/>           FIZ SŠ C.4.2., FIZ SŠ D.4.2. <i>Objašnjava nastanak, svojstva i primjene elektromagnetskih valova.</i></p> | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Opisuje svjetlost kao val.</li> <li>• Analizira elektromagnetske valove.</li> <li>• Opisuje izvore elektromagnetskog zračenja.</li> <li>• Opisuje energijski spektar elektromagnetskog zračenja.</li> <li>• Objasnjava vrste elektromagnetskog zračenja i primjene.</li> </ul> |
| <p>FIZ SŠ A.4.3., FIZ SŠ D.4.3. <i>Analizira valno-čestičnu prirodu svjetlosti i tvari.</i></p>  | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Matematički opisuje i analizira fotoelektrični učinak.</li> <li>• Opisuje valno-čestični model elektromagnetskog zračenja.</li> <li>• Opisuje de Broglievu hipotezu i difrakciju elektrona.</li> </ul>   |
| <p>FIZ SŠ A.4.4., FIZ SŠ D.4.4. <i>Analizira modele atoma i energijske spektre.</i></p>  | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Analizira Rutherfordov model atoma.</li> <li>• <u>Analizira emisijske i apsorpcijske spektre.</u></li> <li>• Analizira Bohrov model atoma.</li> <li>• Opisuje kvantnomehanički model atoma.</li> </ul>   |

\*KEM – kemija; SŠ – srednja škola; A,B,C – koncept kojem ishod pripada (A – Tvari, B – Kemijske promjene i procesi; C – Energija; D – Prirodnoznanstveni pristup)

Tablica M2.\* Učenička predznanja i očekivana postignuća iz Kurikuluma za nastavni predmet Kemija za osnovne škole i gimnazije u Republici Hrvatskoj<sup>2</sup>

| Odgojno-obrazovni ishodi  | Razrada ishoda  |
|---|---|
| <p>KEM SŠ ABC.4.1. <i>Povezuje građu atoma s energijom te s fizikalnim i kemijskim svojstvima tvari.</i></p> <p>KEM SŠ BC.4.2. <i>Analizira međudjelovanja tvari s elektromagnetskim zračenjem.</i></p> <p>KEM SŠ D.4.3. <i>Povezuje rezultate pokusa s konceptualnim spoznajama.</i></p> | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Opisuje Bohrov model atoma.</li> <li>• <u>Objašnjava svojstva elektromagnetskoga zračenja te međudjelovanje tvari i elektromagnetskoga zračenja (apsorpcija, emisija) povezujući promjene energijskih stanja elektrona u atomu s emisijskim i apsorpcijskim spektrima bojenjem plamena.</u></li> <li>• <u>Povezuje atomske spektre i građu elektronskog omotača.</u></li> <li>• <u>Istražuje primjenu spektroskopije u znanosti i tehnologiji.</u></li> <li>• <u>Povezuje promjene energijskih stanja atoma ili molekule s emisijskim i apsorpcijskim spektrima na temelju boje plamena ili boje tvari.</u></li> <li>• <u>Primjenjuje Lambert-Beerov zakon.</u></li> </ul> |

\*KEM – kemija; SŠ – srednja škola; A,B,C – koncept kojem ishod pripada (A – Tvari, B – Kemijske promjene i procesi; C – Energija; D – Prirodnoznanstveni pristup)

### 7.3.4. Provedba učeničkog mini-projekta: prijedlog metode

#### 7.3.4.1. Sporazum

Prije donošenja plana izrade projekta i same provedbe projekta, poželjno je potpisati *Sporazum*, koji će definirati zadatak, pitanja na koja se odgovara izvršavanjem zadatka, vremensko razdoblje za provedbu projekta, oblike provedbe projekta i način izlaganja projekta. Nastavnik i učenici ravnopravno sudjeluju u oblikovanju Sporazuma. *Sporazumom* se učenicima osigurava transparentnost i propisuju se njihove dužnosti, kao i dužnosti nastavnika., tj. *Sporazum* je dogovor o izvršenju kojeg su dužni poštivati i učenik i nastavnik. Nastavnik je dužan pomoći pri odabiru teme ili predložiti temu projekta, upućivati i usmjeravati učenike te ih pratiti tijekom obrade teme. Na kraju izvršenja uloga nastavnika je da vrednuje rad. U *Sporazumu* je poželjno da je ukratko prikazan sadržaj projekta kao i metode korištene u provedbi projekta. Nastavnik mora voditi računa o informiranosti, predznanju, sposobnostima, zainteresiranosti i osobnosti učenika, dostupnosti materijala i u slučaju eksperimentalnog rada, o dostupnosti pribora i kemikalija. Također, *Sporazum* mora sadržavati popis prezentacijskih tehnika i načine obrade podataka koje se učenici obvezuju izvršiti (primjerice, razne prezentacije, pisana izvješća, video-izvješća, plakati, referati, zbirke, modeli, tablični i grafički prikazi i ostalo). *Sporazum* učenicima donosi osjećaj samostalnog odlučivanja i planiranja učenja, mogućnost samostalnog izbora sadržaja, mogućnost izražavanja osobnosti, osobnu provjeru sposobnosti samostalnog učenja i mogućnost vježbanja samostalne prezentacije rada, a nastavniku element za vrednovanje rada učenicima. Elementi vrednovanja prema *Sporazumu* trebaju biti: složenost sadržaja, strukturiranost, oblikovanost, sustavnost, originalnost, urednost, točnost, uporaba izvora, primjerenost i kvaliteta prezentacije rada. Primjer sporazuma s učenikom prikazan je u tablici D2. Na kraju projekta, poželjno bi bilo da učenik izradi Izvješće (tablica D3).<sup>15</sup>

#### 7.3.4.2. Prijedlog aktivnosti nastavnika

Faze provedbe projekta preuzete su iz izvora<sup>16</sup> i prilagođene. U nastavku slijedi prijedlog aktivnosti nastavnika po fazama provedbe projekta. Faze provedbe projekta mogu se organizirati i prema izvoru<sup>17</sup>.

**1. Uvođenje projekta.** Razrađivanje uputa za realizaciju projekta, motivacija učenika za sudjelovanje u projektu i donošenje okvirnog broja učenika koji će sudjelovati u projektu.

**2. Sastavljanje *Sporazuma*.** Pripremanje *Sporazuma*, upoznavanje učenika s pravilima, postavljanje pravila rada, vodeći računa o ravnopravnosti nastavnika i učenika u donošenju pravila, predstavljanje dužnosti i obaveza učenika, prijedlog metoda rada.

**3. Izbor teme.** Nastavnik određuje tematski okvir, a samu temu zadaje nastavnik ili se tema projekta utvrđuje dogovorom između nastavnika i učenika. Naziv teme mini-projekta proizvoljan je i ovisi o izboru nastavnika. Ovaj projekt zasniva se na kolorimetrijskom određivanju željeza u odabranim namirnicama. Dodatkom otopine koja sadrži tiocijanatne ione u otopinu koja sadrži ione željeza, dolazi do obojenja otopine u crveno, a intenzitet obojenja ovisi o koncentraciji iona željeza u uzorku. Projekt se može modificirati u veliki interdisciplinarni školski projekt (primjerice, projekt koji uključuje detaljan pregled povijesti atoma i važnost konzumiranja namirnica bogatih željezom, uz provođenje ankete o konzumiranju namirnica bogatih željezom, pri čemu se u projekt uključuju i nastavnici fizike i biologije, kao i veći broj učenika), no u ovom radu naglasak je na mini-projektu u okviru nastave kemije.

**4. Definiranje ciljeva.** Cilj ovog mini-projekta je pomoću jednostavnog kolorimetra odrediti koja namirnica sadrži najveći maseni udio željeza.

**5. Izbor literature.** Zahtijevanje nastavnika na samostalnom učeničkom pretraživanju literature proširuje opseg projekta, pa bi ovaj projekt zbog toga mogao izaći iz okvira mini-projekta. Kako bi se to spriječilo, nastavnik zadaje literaturu. Literatura su različiti udžbenici iz kemije, fizike i biologije za srednje škole, različite praktikumske upute<sup>18</sup> i znanstvene publikacije<sup>3</sup>. Cilj je da se proučavanjem literature sudionici detaljnije upoznaju s tematikom projekta kako bi što produktivnije sudjelovali u daljnjem planiranju i provedbi projekta.

**6. Raspodjela zadataka i određivanje etapa i vremenskog okvira provedbe.** Podijeliti učenike u sljedeće grupe: *pripravljači uzoraka, pipeta-majstori, instrumentatori, matematičari i dizajneri prezentacije*.

**7. Izvedba zadataka.** U ovoj etapi nastavnik treba omogućiti učenicima što veću samostalnost, a u slučaju poteškoća, dužan je usmjeriti učenike k rješavanju problema (indirektno). Nastavnik promatra i bilježi rad grupa i pojedinaca.

**8. Predstavljanje rezultata projekta.** U ovoj etapi aktivnosti se svode na aktivnosti učenika.

**9. Evaluacija projekta.** Izvještavanje učenika o postignutom uspjehu prema kriterijima vrednovanja definiranih *Sporazumom*, nagovještavanje mogućih budućih projekta

### 7.3.5. Kolorimetrija pomoću Labdisc mjernog uređaja i pametnog telefona

U znanstvenoj i edukacijskoj literaturi navode se različiti načini izvođenja kolorimetrije pomoću pametnog telefona.<sup>3,19,20</sup> Kolorimetrija pomoću pametnog telefona razlikuje se prema načinu detekcije svjetlosti i prema tehničkoj izvedbi (aparaturi).

Prema načinu detekcije, u literaturi se navode detekcija intenziteta kroz kolorimetrijsku analizu fotografija<sup>19,20</sup> i izravno mjerenje osvjetljenja (iluminacije, jakosti rasvjete)  $E_s$ , mjerne jedinice luks, lx pomoću mobilnih aplikacija (princip analogan mjerenjima pomoću luksmetra)<sup>3</sup>. S obzirom da je drugi način detekcije jednostavniji i omogućuje bolju konstrukciju improviziranog školskog kolorimetra, predloženi eksperimentalni postupak temelji se na tom načinu detekcije.

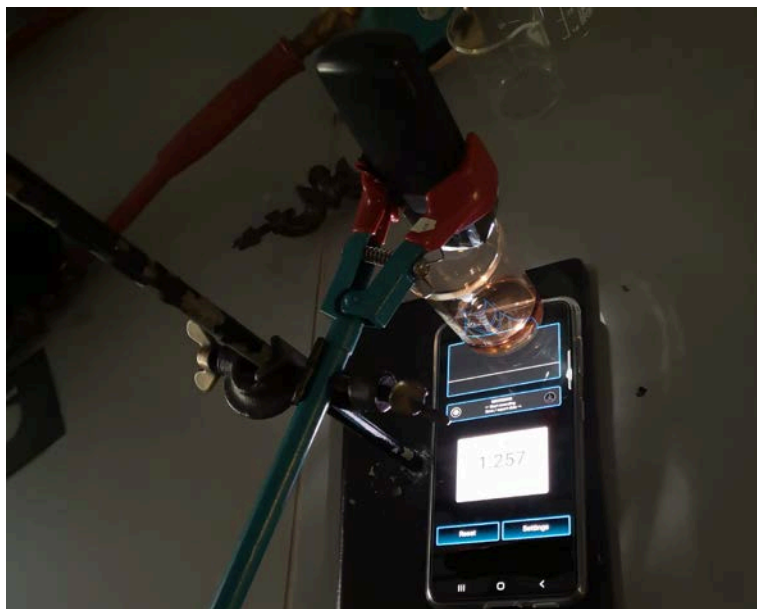
Osnovni dijelovi školskog kolorimetra su izvor svjetlosti, filter, čaša s uzorkom i detektor. Pomoćni dijelovi su stativ, mufa i klema (slika M5). U ovom primjeru kao izvor svjetlosti korištena je LED svjetiljka bijele svjetlosti. Ova svjetiljka se koristi u svrhu noćnog osvjetljenja, što znači da daje vrlo širok i rasut snop svjetlosti (zbog ugrađenih reflektora), a da bi se rasipanje snopa svelo na najmanju moguću razinu, svjetiljku treba postaviti na što manji razmak od detektora kao na slici 5. Za postizanje uskog i neraspršenog snopa, pogodnije je koristiti volframovu žarulju (snage otprilike 40 W do 60 W), staviti ju u kutiju s otvorom promjera otprilike 1 cm i postaviti aparaturu tako da snop prolazi kroz uzorak i pada na detektor. Za postizanje monokromatske svjetlosti, koriste se filteri. Otopina koja sadržava željezove ione kompleksirane tiocijanatom crveno je obojena, što znači da je boja koju apsorbira zelena, stoga se koristi filter zelene boje. Ukoliko zeleni filter nije dostupan, kao filter zelene svjetlosti može poslužiti izrezani komad zelene plastične boce. Filter se mora nalaziti između izvora i uzorka.

Čaša u koju se ulijeva uzorak mora biti potpuno prozirna, poželjno je da nema ogrebotina niti baždarnih oznaka, jer svaka nepravilnost i neprozirnost na površini čaše utječe na svjetlosni snop. Za svako mjerenje položaj čaše i volumen uzorka u čaši moraju biti isti. Idealno rješenje za spremnik uzorka su kivete. Upute za pripremu otopina nalaze se u sljedećem poglavlju.

Za detekciju zračenja koriste se luksmetar aplikacije (*Luxmeter*, *Lightmeter*, *Physics Toolbox* i sl.) koje se besplatno mogu preuzeti na bilo koji pametni telefon. Detekcija se izvršava tako da se pokrene aplikacija, a pametni telefon se postavi tako da najgušći dio svjetlosnog snopa pada na prednju kameru telefona. Neke aplikacije će dati očitavanje u luksima, odnosno mjerit će osvjetljenje ( $1 \text{ lx} = 1 \text{ lm/m}^2$ ), no nije potrebno vršiti nikakav račun da bi se

dobio intenzitet jer su intenzitet,  $I$  i osvjetljenje,  $E_s$  proporcionalni, što znači da su im omjeri jednaki:<sup>21</sup>

$$\frac{E_s}{E_{s,0}} = \frac{I}{I_0}$$



Slika M5. Prijedlog aparature (probna verzija bez zelenog filtera, op. a.)

Provedba eksperimenta uz pomoć *Labdisc biochem* uređaja ne zahtijeva složenu aparaturu. Prije izvođenja samog mjerenja potrebno je kalibrirati uređaj. Upute za korištenje uređaja nalaze se u priručniku.<sup>22</sup> Pri mjerenju uređaj prikazuje transmitanciju crvene, plave i zelene svjetlosti. S obzirom da je već ranije spomenuto da uzorak apsorbira zelenu svjetlost, za baždarni pravac očitava se transmitancija pri zelenoj svjetlosti.



Slika M6. *Labdisc biochem* uređaj

Važno je napomenuti da metoda kolorimetrije pomoću pametnog telefona nije validirana analitička metoda. Rezultati koji se dobiju ovom metodom ne mogu služiti za istraživačke radove. Svrha kolorimetrije pomoću pametnog telefona je načiniti nastavni model koji učenicima pomaže pri razumijevanju spektroskopije i rada spektroskopskih instrumenata. Također, učenici u pripremi otopina i u mjerenjima moraju biti brzi jer je željezo(III) s tiocijanatnim anionom u otopini tvori nestabilan kompleks.



## 7.4. Pregled aktivnosti učenika

U nastavku slijedi prijedlog aktivnosti učenika po etapama.

- 1. Uvođenje projekta.** Učenici se upoznaju s mogućnošću sudjelovanja u projektu.
- 2. Sastavljanje *Sporazuma*.** Sudjeluju s nastavnikom u definiranju pravila, prihvaćaju dužnosti i uvjete sudjelovanja u projektu.
- 3. Izbor teme.** Upoznaju se s temom, proučavaju relevantne činjenice i koncepte, prisjećaju se gradiva koje im je potrebno da bi razumjeli cilj i metode korištene u provedbi projekta.
- 4. Definiranje ciljeva.** Konzultirajući se s nastavnikom provjeravaju jesu li razumjeli cilj, postavljaju se eventualni partikularni ciljevi, tj. cilj svake skupine ili pojedinca unutar grupe ukoliko je potrebno.
- 5. Izbor literature.** Učenici detaljno i s razumijevanjem proučavaju literaturu koju im je zadao nastavnik.
- 6. Raspodjela zadataka i određivanje etapa i vremenskog okvira provedbe.** Zadaća *pripravljača uzoraka* je istražiti u literaturi koje su namirnice bogate željezom i pripremiti uzorke. *Pipeta-majstori* istražuju koje se kemikalije koriste u kolorimetrijskom određivanju željeza i pripremaju otopine za baždarni dijagram. *Instrumentatori* provode mjerenja nakon što su proučili koje veličine i na koji način trebaju mjeriti. *Matematičari* računaju maseni udio iona željeza u pojedinom uzorku. *Dizajneri prezentacije* prikupljaju informacije o aktivnostima u sklopu projekta i izrađuju prezentaciju o projektu.
- 7. Izvedba zadataka.**

*Pripravljači uzoraka* nakon pretraživanja literature osiguravaju potrebne količine pojedinih namirnica za analizu. Učenici namirnice drže nekoliko dana na suhom i toplom mjestu. Nakon što su se namirnice vidno osušile, učenici važu prethodno izarene i ohlađene lončice za žarenje na analitičkoj vagi i zapisuju njihovu masu. Dodaju količinu uzorka tako da dvije trećine lončića budu popunjene te ih ponovno važu i zapisuju masu. Uzorci se u lončićima žare u peći za žarenje. Kao zamjena za peć za žarenje može poslužiti i klasična metoda žarenja pomoću plamena. Nakon žarenja, uzorci se hlade u eksikatoru.

*Pipeta-majstori* pripremaju otopine za baždarni dijagram. Otopine za baždarni dijagram pripremaju se na način da se u odmjerne tikvice pipetiraju jednaki volumeni dušične kiseline i amonijevog tiocijanata, a otopina željezovog(III) klorida pipetira se tako da je u svakoj sljedećoj tikvici veća koncentracija željezovih(III) iona. Tikvice se nadopunjavaju vodom do oznake. Također, potrebno je pripremiti i otopinu uzorka. To se postiže kvantitativnim prenošenjem u

otopinu koja sadrži amonijev tiocijanat i dušičnu kiselinu, filtriranjem otopine u odmjernu tikvicu i nadopunjavanjem do oznake.

*Instrumentatori* provode mjerenja na dva načina: pomoću pametnog telefona i *Labdisc biochem* uređaja.

*Matematičari* konstruiraju baždarni pravac tako da na apscisu bilježe množinsku koncentraciju željeza(III), a na ordinatu apsorbanciju. Iz grafa ovisnosti apsorbancije o koncentraciji očita se koncentracija željeza(III) u uzorku, izračuna se množina iona željeza, a iz množine masa iona željeza i njihov maseni udio u uzorku.

*Dizajneri prezentacije* izrađuju plakate i *PowerPoint* prezentacije.

**8. Predstavljanje rezultata projekta.** Predstavnik svake grupe izlaže ono što su radili svi članovi njegove grupe tijekom mini-projekta pred ostalim učenicima ili širom publikom.

**9. Evaluacija projekta.** Svaki učenik pišući izvještaj evaluira svoj rad.

## 7.5. Prijedlog eksperimentalnog postupka

### 7.5.1. Kolorimetrija pomoću pametnog telefona

Ovaj primjer izvedbe pokusa daje detaljan opis postupka kojeg bi trebali odraditi članovi grupe prema svojim zaduženjima (osim *dizajnera prezentacije* koji samo prate i na pogodan način bilježe sve etape rada). Eksperimentalni postav osmišljen je po uzoru na onaj u navedenom literaturnom izvoru.<sup>3</sup>

#### *Kemikalije i pribor*

Standardna otopina željezovog(III) klorida koncentracije  $c(\text{Fe(III)}) = 5 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$ , standardna otopina amonijevog tiocijanata  $c(\text{NH}_4\text{NCS}) = 5 \text{ mol dm}^{-3}$ , otopina dušične kiseline koncentracije  $c(\text{HNO}_3) = 5 \text{ mol dm}^{-3}$ , deset odmjernih tikvica od 10 mL (preporuča se istog oblika), dvije od 100 mL i tri od 25 mL, pipete od 1, 2 i 5 mL, propipeta, stativ, mufa, klema, svjetiljka, zeleni filter i pametni telefon.

Ako se izvodi pokus opisan pod 7.5.2., koristi se *Labdisc* mjerni uređaj s kivetama uz sav navedeni pribor osim svjetiljke, stativa, mufa, kleme, zelenog filtera i pametnog telefona.

#### *Mjere opreza*

Oprez pri radu s jakim kiselinama. Obavezno korištenje zaštitnih rukavica, naočala i laboratorijske kute tijekom rada u laboratoriju.

#### *Priprema uzorka*

Odabrani uzorak je čaj od koprive. Ižareni, ohlađeni i izvagani lončić napunjen je do dvije trećine volumena i ponovno izvagan. Razlika tih masa je masa uzorka. Dobivena je masa  $m(\text{uzorka}) = 1,4515 \text{ g}$ . Uzorak je stavljen u peć za žarenje i žarenje je trajalo 30 minuta pri otprilike  $900 \text{ }^\circ\text{C}$ .

#### *Priprema otopina*

Standardna otopina željezovog(III) klorida pripremljena je vaganjem 13,5 mg željezovog(III) klorida heksahidrata, prebacivanjem u odmjernu tikvicu od 100 mL i dopunjavanjem destiliranom vodom do oznake. Standardna otopina amonijevog tiocijanata pripremljena je vaganjem 9,65 g amonijevog tiocijanata, prebacivanjem u odmjernu tikvicu od 25 mL i dopunjavanjem destiliranom vodom do oznake. Dušična kiselina razrijeđena je dodavanjem 9,65 mL koncentrirane dušične kiseline u odmjernu tikvicu od 25 mL u koju je prethodno dodana količina vode od otprilike 10 mL. Tikvica se nakon dodatka kiseline nadopuni do oznake..

Ižareni uzorak kvantitativno je prenesen u odmjernu tikvicu od 25 mL te je razoren s 3 mL dušične kiseline, a u otopinu je dodano još 3 mL otopine amonijevog tiocijanata. Tikvica je nadopunjena destiliranom vodom do oznake i profiltrirana. S obzirom da je odmjerna tikvica u kojoj se razara uzorak 2,5 puta većeg volumena od odmjerne tikvice za pripremu otopina za baždarni pravac, dobiveni rezultat za uzorak množi se s 2,5, pri čemu je izrazito važno voditi računa o tome da je koncentracija dodane dušične kiseline i amonijevog tiocijanata jednaka kao i u otopinama za baždarni pravac (volumen dodane dušične kiseline i vodene otopine amonijevog tiocijanata mora također biti 2,5 puta veći u odnosu na volumen istih koji se dodaje u tikvice od 10 mL).

Otopine za baždarni pravac pripremljene su prema podacima u tablici M3 (opaska: broj otopina za određivanje baždarnog pravca može biti i manji). Očekuje se da potrebne volumene otopine željezovog(III) klorida matematičari izračunaju sami. Nakon dodavanja otopina prema podacima iz tablice M3, tikvice se napune destiliranom vodom do oznake. (Opaska: mjerenje potrebno načiniti brzo zbog nestabilnosti nastalog kompleksa željeza.)

Tablica M3. Volumeni otopina koje je potrebno otpipetirati za pripremu 10 mL otopina za izradu baždarnog pravca. Kemikalije se pipetiraju redom slijeva nadesno.

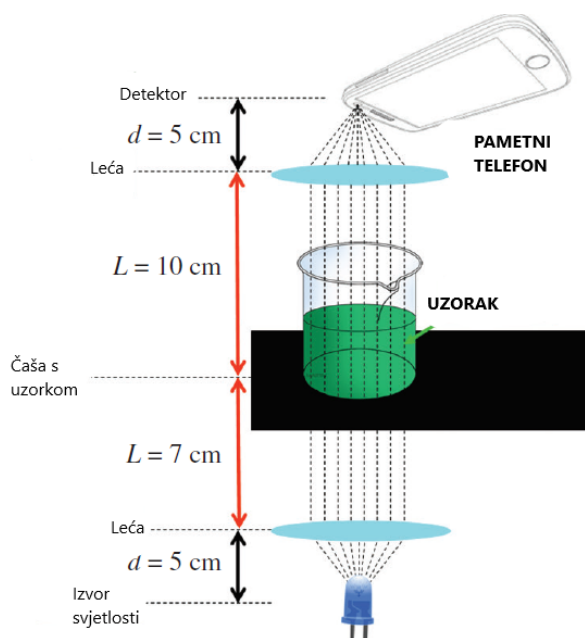
| Broj uzorka | V(Fe(III))/mL | c(Fe(III))/mol dm <sup>-3</sup> | V(HNO <sub>3</sub> )/mL | V(NH <sub>4</sub> NCS)/mL |
|-------------|---------------|---------------------------------|-------------------------|---------------------------|
| 1           | 0,00          | 0,00                            | 1,2                     | 1,2                       |
| 2           | 0,10          | 5,0×10 <sup>-6</sup>            | 1,2                     | 1,2                       |
| 3           | 0,30          | 1,5×10 <sup>-5</sup>            | 1,2                     | 1,2                       |
| 4           | 0,50          | 2,5×10 <sup>-5</sup>            | 1,2                     | 1,2                       |
| 5           | 0,70          | 3,5×10 <sup>-5</sup>            | 1,2                     | 1,2                       |
| 6           | 1,00          | 5,0×10 <sup>-5</sup>            | 1,2                     | 1,2                       |
| 7           | 1,50          | 7,5×10 <sup>-5</sup>            | 1,2                     | 1,2                       |
| 8           | 2,00          | 1,0×10 <sup>-4</sup>            | 1,2                     | 1,2                       |
| 9           | 2,50          | 1,25×10 <sup>-4</sup>           | 1,2                     | 1,2                       |
| 10          | 3,00          | 1,5×10 <sup>-4</sup>            | 1,2                     | 1,2                       |



Slika M7. Otopine pripremljene prema uputama iz tablice M3 (tikvice su istih volumena, ali različitih oblika, op. a.)

### Izvođenje mjerenja i rezultati

Za izvođenje mjerenja potrebno je preuzeti neku od aplikacija (eng. *light meter apps*) kojima se može izmjeriti osvjtljenje u luksima (lx). Postavi se aparatura (slika M8) i očita se osvjtljenje. Otopine se iz tikvica prelijevaju u čašu koja se između ulijevanja dviju otopina ispere destiliranom vodom. Osvjetljenje i snaga su proporcionalni, pa je moguće uvrštavati osvjtljenje u formulu za transmitanciju. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici M4.



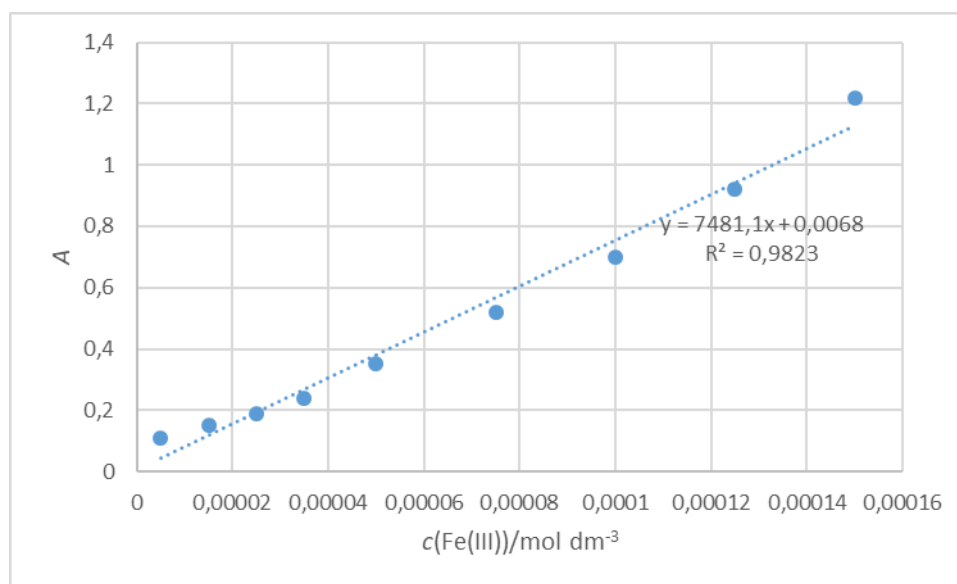
Slika M8. Eksperimentalni postav prema izvoru <sup>3</sup>

Tablica M4. Rezultati dobiveni mjerenjem

| Broj uzorka        | Osvjetljenje/lx | $T^*$ | $A^*$                   |
|--------------------|-----------------|-------|-------------------------|
| 1                  | 3180            | -     | -                       |
| 2                  | 2470            | 0,77  | 0,11                    |
| 3                  | 2250            | 0,70  | 0,15                    |
| 4                  | 2050            | 0,64  | 0,19                    |
| 5                  | 1850            | 0,58  | 0,24                    |
| 6                  | 1428            | 0,45  | 0,35                    |
| 7                  | 980             | 0,30  | 0,52                    |
| 8                  | 640             | 0,20  | 0,70                    |
| 9                  | 380             | 0,12  | 0,92                    |
| 10                 | 200             | 0,06  | 1,22                    |
| <b>Uzorak čaja</b> | 598             | 0,18  | 0,73 (preračunato 1,83) |

\*Transmitanciju i apsorbanciju računaju *matematičari* koristeći izraze navedene u teorijskom pregledu na str. 41 i 50.

Grafički prikaz rezultata nalazi se na slici M9. Za uzorak čaja izmjereno je osvjtljenje 598 lx, što pripada apsorbanciji 0,73. S obzirom da je apsorbancija proporcionalna koncentraciji, a otopina uzorka je 2,5 puta razrjeđenija (uz uvjet konstantne matrice), apsorbancija je jednaka 1,83. Uvrštavanjem u jednadžbu pravca dobije se koncentracija  $c(\text{Fe(III)}) = 2,4 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$ . Koncentraciju je moguće očitati i iz baždarnog pravca.



Slika M9. Ovisnost apsorbancije o množinskoj koncentraciji željeza(III)

Iz činjenice da je  $n(\text{Fe(III)}, \text{uzorak}) = n(\text{Fe(III)}, \text{otopina})$ , može se izračunati maseni udio željeza u uzorku čaja.

$$n(\text{Fe(III)}, \text{uzorak}) = n(\text{Fe(III)}, \text{otopina}) = c(\text{Fe(III)}, \text{otopina}) \cdot V(\text{otopina})$$

$$= 2,4 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3} \cdot 0,01 \text{ dm}^{-3} = 2,4 \times 10^{-6} \text{ mol}$$

$$m(\text{Fe(III)}, \text{uzorak}) = n(\text{Fe(III)}, \text{uzorak}) \cdot M(\text{Fe}) = 2,4 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot 55,8 \text{ g mol}^{-1}$$

$$m(\text{Fe(III)}, \text{uzorak}) = 1,34 \times 10^{-4} \text{ g}$$

$$w(\text{Fe(III)}, \text{uzorak}) = m(\text{Fe(III)}, \text{uzorak})/m(\text{uzorak})$$

$$= 1,34 \times 10^{-4} \text{ g}/1,4515 \text{ g}$$

$$= 0,01 \%$$

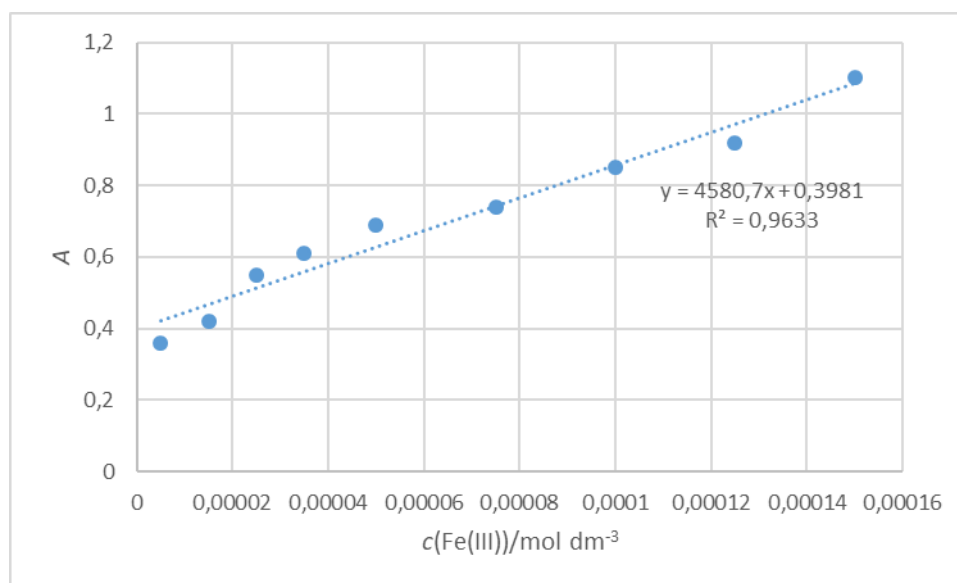
## 7.5.2. Kolorimetrija pomoću uređaja Labdisc

Upute za rukovanje komercijalnim uređajem *Labdisc biochem* nalaze se u brošuri koja se dobije uz uređaj.<sup>22</sup> Postupak pripreme uzoraka je identičan (opisan u potpoglavlju 7.5.1.), očitavanje se vrši pri odabiru zelene svjetlosti u izborniku uređaja. Uređaj se može spojiti na računalni program i automatski iscrtati graf, ali preporučuje se očitavanje transmitancije s uređaja i samostalno crtanje grafova. U tablici M5 prikazani su rezultati dobiveni mjerenjem.

Tablica M5. Rezultati dobiveni mjerenjem pomoću uređaja *Labdisc*

| Broj uzorka        | <i>T</i> | <i>A</i> *              |
|--------------------|----------|-------------------------|
| 1                  | -        | -                       |
| 2                  | 0,43     | 0,36                    |
| 3                  | 0,38     | 0,42                    |
| 4                  | 0,28     | 0,55                    |
| 5                  | 0,24     | 0,61                    |
| 6                  | 0,20     | 0,69                    |
| 7                  | 0,18     | 0,74                    |
| 8                  | 0,14     | 0,85                    |
| 9                  | 0,12     | 0,92                    |
| 10                 | 0,08     | 1,10                    |
| <b>Uzorak čaja</b> | 0,13     | 0,88 (preračunato 2,19) |

\*Matematičari računaju apsorbanciju iz izmjerene transmitancije.



Slika M10. Ovisnost apsorbancije o množinskoj koncentraciji željeza(III)



Korištenjem istog računa kao u prethodno opisanom postupku dobiveni su sljedeći rezultati:

$$m(\text{uzorak}) = 0,692 \text{ g}$$

$$A(\text{uzorak}) = 2,19$$

$$c(\text{Fe(III)}) = 3,25 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$$

$$w(\text{Fe(III)}, \text{uzorak}) = 0,03 \text{ \%}.$$

Iz dobivenih rezultata uočava se značajna razlika u masenom udjelu. Maseni udio željeza(III) u listu koprive kreće se od 100 do 500 mg/kg željeza (0,01 % do 0,05 %) i ovisi u doba godine tijekom kojeg je rasla kopriva.<sup>23</sup> S obzirom da rezultati ulaze u raspon vrijednosti dobivenih znanstvenim istraživanjem, eksperimentalni dio projekta može se smatrati uspješnim. Očekivane razlike u rezultatima dobivenim kolorimetrijom pomoću pametnog telefona i pomoću *Labdisc* uređaja, mogu se objasniti tehničkim nedostacima kolorimetra (npr. neprikladan izvor svjetlosti, nehodično pomicanje dijelova aparature koji se ne smiju micati i sl.) ili nedostacima uzorka (npr. uzorak nije stopostotni čaj od koprive i nije homogen).

## 7.6. Zaključak

Strategija učenja otkrivanjem u nastavi kemije može se ostvariti na tri načina: istraživanjem, projektom i simulacijom. Metodički dio ovoga rada temelji se na školskom mini-projektu, na primjeru eksperimentalne metode kolorimetrije. Kako bi se uspješno ostvarili navedeni obrazovni ishodi, nužno je da nastavnik dobro poznaje gradivo dano u teorijskom pregledu. Uz to, nastavnik mora biti dobro upućen u metodologiju provođenja projekta. Kritičkim osvrtom na udžbeničku literaturu ustanovljeno je da je pomoću samo jednog udžbenika moguće ostvariti odabrane odgojno-obrazovne ishode iz *Kurikuluma za nastavni predmet kemija za osnovne škole i gimnazije u Republici Hrvatskoj*.

U ovom radu dan je prijedlog aktivnosti nastavnika i učenika, a izvedba eksperimenta detaljno je prikazana na primjeru kolorimetrijskog određivanja željeza u uzorku čaja od koprive. Eksperiment je moguće izvesti pomoću pametnih telefona i *Labdisc biochem* komercijalnog uređaja.

## 7.7. Literaturni izvori

1. M. Sikirica, *Metodika nastave kemije*, Školska knjiga, Zagreb, 2003.
2. *Kurikulum za nastavni predmet Kemija za osnovne škole i gimnazije u Republici Hrvatskoj* [https://narodne-novine.nn.hr/clanci/sluzbeni/2019\\_01\\_10\\_208.html](https://narodne-novine.nn.hr/clanci/sluzbeni/2019_01_10_208.html) (datum pristupanja: 22.06.2021.)
3. P. Onorato, L. Gratton, S. Oss, A. Salmoiraghi, M. Polsello, *Phys. Educ.* **53** (2018) 035033. DOI: 10.1088/1361-6552/aab441.
4. M. Cindrić, D. Miljković, V. Strugar, *Didaktika i kurikulum*, Učiteljski fakultet Sveučilišta u Zagrebu, Zagreb, 2016, str. 147–166.
5. G. Juranko, *Školski projekti: primjeri aktivnog učenja i poučavanja*, Diplomski rad, Odjel za pedagogiju, Sveučilište u Zadru, 2016, str. 8–16.
6. I. Perković, *Razvoj projektne kulture u školama*, Diplomski rad, Filozofski fakultet u Rijeci, Sveučilište u Rijeci, 2017, str. 11–19.
7. F. Holler, D. Skoog, S. Crouch, *Principles of Instrumental Analysis*, 6th Ed., Thomson/Brooks/Cole, Belmont, USA, 2007.
8. H. D. Young, R. A. Freedman, *University physics*, 13th Ed., Pearson/Addison-Wesley, San Francisco, USA, 2012, str. 1261–1356.
9. V. Paar, A. Hrlec, K. Vadlja Rešetar, M. Sambolek, *Fizika oko nas 4*, udžbenik fizike u četvrtom razredu gimnazije, Školska knjiga, Zagreb, 2021, str. 134-230.
10. Z. Popović, Lj. Kovačević, I. Futivić, *Kemija 4*, udžbenik za četvrti razred gimnazije, Alfa, Zagreb, 2021, str. 10–51.
11. A. Habuš, M. Barić Tominac, A. Dragobratović, S. Liber, A. Kučak, D. Bajić, *Kemija 4*, udžbenik kemije za četvrti razred gimnazije, Profil Klett, Zagreb, 2021, str. 9–75.
12. T. Begović, M. Luetić, F. Novosel, V. Petrović Peroković, S. Rupčić Petelinc, *Kemija 4*, udžbenik kemije za četvrti razred gimnazije, Školska knjiga, Zagreb, 2021, str. 11–55.
13. <https://www.ncvvo.hr/nastavni-planovi-i-programi-za-gimnazije-i-strukovne-skole/> (datum pristupanja: 05.07.2021.)
14. *Kurikulum za nastavni predmet Fizika za osnovne škole i gimnazije u Republici Hrvatskoj*, [https://narodne-novine.nn.hr/clanci/sluzbeni/2019\\_01\\_10\\_210.html](https://narodne-novine.nn.hr/clanci/sluzbeni/2019_01_10_210.html) (datum pristupanja: 03.07.2021.)

15. D. Mrvoš-Sermek, M. Kovačević, D. Barić, *Priručnik za nastavnike, Kemija 7*, Alfa, Zagreb, 2009, str. 433–441.
- 16.. M. Kolodziejski, M. Przybysz-Zaremba, *University Review* **11** (2017) 26–32.
17. <http://globe.hr/9-koraka-u-izradi-ucenickog-istrazivackog-projekta/>(datum pristupanja: 06.07.2021.)
18. A. Gojmerac Ivšić, *Praktikum analitičke kemije II*, skripta za internu uporabu, Prirodoslovno-matematički fakultet, Sveučilište u Zagrebu, [https://www.pmf.unizg.hr/chem/predmet/pak2\\_b](https://www.pmf.unizg.hr/chem/predmet/pak2_b) (datum pristupanja: 04.07.2021.)
19. J. F. Destino, K. Cunningham, *J. Chem. Educ.* **97** (2020) 2960–2966.
20. W. Al-Soufi, J. Carrazana-Garcia, M. Novo, *J. Chem. Educ.* **97** (2020) 3090–3096.
21. V. Kruz, *Tehnička fizika za tehničke škole*, Školska knjiga, Zagreb, 1969.
22. [https://www.e-skole.hr/wp-content/uploads/2016/12/Prirucnik\\_Interaktivni\\_mjerni\\_uredjaji.pdf](https://www.e-skole.hr/wp-content/uploads/2016/12/Prirucnik_Interaktivni_mjerni_uredjaji.pdf) (datum pristupanja 04.07.2021.)
23. A. Paulauskien , Ž. Tarasevičien, V. Laukagalis, *Plants* **10** (2021) 686 DOI: 10040686.

## 7.8. Dodatak

Tablica D1.\* Međupredmetni odgojno-obrazovni ishodi

| <b>Odgojno-obrazovni ishodi</b>  |
|--|
| <i>IKT A.5.4. Kritički prosuđuje utjecaj tehnologije na zdravlje i okoliš.</i>   |
| <i>IKT C.5.2. Samostalno i samoinicijativno provodi složeno pretraživanje informacija u digitalnome okružju.</i>                       |
| <i>IKT C.5.3. Samoinicijativno i samostalno kritički procjenjuje proces i rezultate pretraživanja te odabire potrebne informacije.</i> |
| <i>ODR B.5.1. Kritički promišlja o utjecaju našega djelovanja na Zemlju i čovječanstvo.</i>  |
| <i>ODR C.5.1. Objašnjava povezanost potrošnje resursa i pravedne raspodjele za osiguranje opće dobrobiti.</i>                          |
| <i>UKU B.5.4. Samovrednuje svoje rezultate i ostvareni napredak.</i>   |

\*IKT – informacijsko – komunikacijska tehnologija; UKU – učiti kako učiti; ODR – održivi razvoj

Tablica D2. Primjer *Sporazuma* s učenikom<sup>15</sup>

|   |  |
|---|--|
| <b>Ime i prezime učenika</b>            |  |
| <b>Ime i prezime nastavnika</b>         |  |
| <b>Nastavni predmet</b>                 |  |
| <b>Zadatak koji želim ostvariti</b>     |  |
| <b>Pitanja na koja želim odgovoriti</b> |  |
| <b>Metode</b>                           |  |
| <b>Vremenski rok</b>                    |  |
| <b>Oblik prezentacije</b>               |  |
| <b>Potpis učenika</b>                   |  |
| <b>Potpis nastavnika</b>                |  |
| <b>Datum</b>                            |  |

Tablica D3. Primjer učeničkog *Izvešća*<sup>15</sup>

|  |  |
|--|--|
| <b>Izvori korištenih informacija</b>       |  |
| <b>Teškoće tijekom rada</b>                |  |
| <b>Moj odnos prema ovakvom obliku rada</b> |  |
| <b>Osobni značaj ovog projekta</b>         |  |
| <b>Period izvršavanja zadatka</b>          |  |
| <b>Potpis učenika</b>                      |  |
| <b>Ocjena i potpis nastavnika</b>          |  |

## ŽIVOTOPIS

### Osobni podatci

Ime i prezime: Ivan Ilakovac

Datum rođenja: 22. svibnja 1997.

Mjesto rođenja: Slavonski Brod

### Obrazovanje

2004.–2012. Osnovna škola „Ivan Filipović“, Velika Kapanica

2012.–2016. Gimnazija „Matija Mesić“, Slavonski Brod

2016.–danas Integrirani preddiplomski i diplomski studij fizike i kemije, smjer: nastavnički, Prirodoslovno-matematički fakultet, Sveučilište u Zagrebu, Zagreb

### Sudjelovanja u popularizaciji znanosti

2018. Otvoreni dan Kemijskog odsjeka Prirodoslovno-matematičkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu

### Posebna postignuća tijekom studija

2021. Dekanova nagrada za izuzetan uspjeh u studiju