

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije
Zavod za analitičku kemiju

VJEŽBE
UVOD U KEMIJU OKOLIŠA
2. dio
Interna skripta

PRIPREMILI: dr.sc. Alka Horvat, izv. prof.
dr.sc. Sandra Babić, izv. prof.
dr.sc. Dragana Mutavdžić Pavlović, izv.prof.

Zagreb, 2013.
Akademski godina 2012./2013.

Radni materijal namijenjen je studentima kolegija
UVOD U KEMIJU OKOLIŠA na dodiplomskim studiju Primijenjena kemija

ANALIZA VODE

Voda zbog svoje strukture ima posebna svojstva, nepravilno se ponaša u usporedbi s tvarima slične građe i nije moguće samo jednim modelom objasniti sva ta svojstva. Ta su svojstva vode između ostalog niska termička vodljivost i neobično veliki toplinski kapacitet, velika napetost površine (samo živa ima veću), veliki viskozitet, ne da se stlačiti čak niti kod visokih tlakova, gustoća pada s temperaturom, dobro provodi zvuk, dobro je otapalo.

Velika napetost površine ima za posljedicu dizanje vode u kapilari iznad nivoa okolne vode. Ta kapilarnost, djelomično odgovorna za sistem cirkulacije kroz korijenje i tkivo, razvijena je u živim organizmima. Smrzavanje vode je neobično u usporedbi s ostalim tekućinama. Vodikova veza stvara orijentaciju kristala koja izaziva ekspanziju leda. Time je njegova gustoća manja od gustoće tekuće faze i led pliva. Da to nije slučaj rijeke i jezera bi se smrzavali od dna prema gore i život kakav znamo bio bi onemogućen.

Voda je zapravo jako reaktivna tvar. Mnoge kemijske reakcije od praktičnog značenja odvijaju se u vodenim otopinama. Voda ima amfoterni karakter, tj. reagira s oksidima metala i nemetala dajući bazične i kisele hidrate. S alkalijama se ponaša kao kiselina, a s kiselinama kao baza. Reagira s nekim solima razlažući se izmjenom – hidroliza, taložne reakcije. Ovisno o uvjetima voda može učestvovati u reakcijama oksidacije i redukcije. Voda zbog slobodnih elektronskih parova može igrati ulogu liganda u kompleksima stvaranjem donor-akceptorske veze. Hidratacija jednostavnih kationa proces je nastajanja kompleksa.

Voda u čvrstim tvarima može biti vezana kompleksno preko kationa ili preko aniona vodikovim vezama, može biti prisutna kao kristalna voda a da nije direktno orijentirana na kation ili anion, te kao zeolitna voda.

U praksi niti jedna tvar nije sasvim čista bez obzira da li se javlja u prirodi ili je dobivena sintezom u laboratoriju, pa tako ni voda. U prirodi dolazi u kontakt s raznim tvarima u tlu i zraku, te se kao vrlo dobro otapalo obogaćuje mineralnim i organskim tvarima te plinovima.

Uzorkovanje vode

Isppravno je uzorkovanje preduvjet za pouzdanu analizu. Mora odgovarati ispitivanju i mjestu uzorkovanja.

Uzorak mora biti reprezentativan.

Za pohranjivanje uzoraka do analize moraju se koristiti potpuno čiste staklene ili plastične posude, ovisno o tome što je potrebno odrediti. Boca za uzorak nekoliko puta se ispiru vodom koja se uzorkuje, ispunjena boca do vrha dobro se začepi staklenim ili plastičnim čepovima.

Količina uzetog uzorka ovisi o planiranom ispitivanju.

Temperatura

Temperatura se isključivo mjeri na mjestu uzorkovanja i izražava u °C.

Isparni ostatak

Uzorak vode isparava se na vodenoj kupelji u digestoru u porculanskoj zdjelici na 105 °C.

Postupak:

Porcelanska zdjelica se prethodno suši, zatim ohlađena važe. U izvaganu zdjelicu stavi se 50,00 mL vode i isparava. Ostatak se suši u sušioniku 1 sat na 105 °C. Ohladi se i važe. Rezultat se izrazi kao masa isparnog ostatka u mg/L.

Specifična provodnost, κ

Mjerenjem specifične provodnosti procjenjuje se ukupna mineralizacija vode.

Električnu struju kroz otopinu prenose ioni. Pozitivni ioni kreću se prema negativnoj elektrodi, a negativni prema pozitivnoj elektrodi. Pri mjerenju provodnosti elektrolita koristi se izmjenična struja frekvencije 1000 Hz između elektroda dovoljno velike površine. Istosmjerna struja se ne može koristiti jer bi došlo do elektrolize, a osim toga javila bi se i polarizacija suprotnog smjera upotrebljenom članku.

Mjera za provodnost elektrolita je recipročna vrijednost otpora $1/R$ i izražava se u simensima odnosno u "recipročnim omima" [$\text{ohm}^{-1} = \text{siemens (S)}$].

Ako je površina elektroda 1 cm^2 , a elektrode su na udaljenosti 1 cm, provodnost otopine, G , naziva se **specifična provodnost, κ** . Specifična provodnost, κ , je dakle provodnost kocke tekućine s bridom od 1 cm; jedinica je $\text{ohm}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ili S cm^{-1} .

Primjena direktnog mjerenja provodnosti u kvalitativnoj i kvantitativnoj analizi je ograničena zbog ne selektivnosti. Koristi se za praćenje ukupne mineralizacije otopine (kvaliteta demineralizirane ili destilirane vode), kao detektor u kromatografijama te za određivanje točke završetka titracije. Za razliku od potenciometrijske titracije gdje se koriste elektrode koje reagiraju samo na titrirani sustav, kod konduktometrijske titracije svi prisutni ioni sudjeluju u provođenju naboja kroz otopinu. Specifična provodnost čiste deionizirane vode trebala bi biti $5 \times 10^{-8} \text{ S/cm}$.

Ćelije za mjerenje provodnosti moraju biti od netopljivog materijala. Elektrode su najčešće od platine ili legure platine i iridija. Ako otopine nisu jako kisele i nije prisutna dušična kiselina elektrode mogu biti i od srebra. U alkalnim otopinama se upotrebljavaju V2A čelici, te ugljen i grafit. Ipak elektrode od platine su najčešće u upotrebi. To su obično platinirane platinske elektrode da bi se povećala efektivna površina i minimalizirali kapacitivni efekti.

Kod konduktometrijskih mjerenja najčešće je specifična provodnost κ vrijednost koja nam je potrebna. Vrijednost κ je proporcionalna provodnosti otopine, a ovisi o površini elektroda i njihovoj međusobnoj udaljenosti. Taj odnos elektroda, konstantan za svaku konduktometrijsku ćeliju, naziva se konstanta ćelije. Konstanta ćelije (CC) određuje se eksperimentalno pomoću otopina poznate koncentracije pri određenoj temperaturi čija je specifična provodnost poznata iz literature. Za tu svrhu najčešće se koristi otopina KCl.

Instrumenti:



Slika 1.

- Konduktometar InoLab Cond 720

Mjerenje

Otopinu KCl poznate koncentracije (termostatiranu na zadanu temperaturu) stavi u čašu. Uključi magnetsku miješalicu ispod čaše.

Pronađi u tablicama vrijednost za specifičnu provodnost κ otopine i prema uputstvu za određivanje konstante ćelije (CC) unesi specifičnu vodljivost u program konduktometra i očitaj konstantu ćelije.

Sva daljnja mjerenja se provode uz tu određenu konstantu ćelije.

Vrijednost pH

Vrijednost pH definirana je kao negativni logaritam aktiviteta vodikovih iona (točnije H_3O^+ -iona). Određuje se elektrokemijskim mjerenjem, potenciometrijski s ion selektivnom elektrodom kao indikatorskom i Ag/AgCl elektrodom kao referentnom.

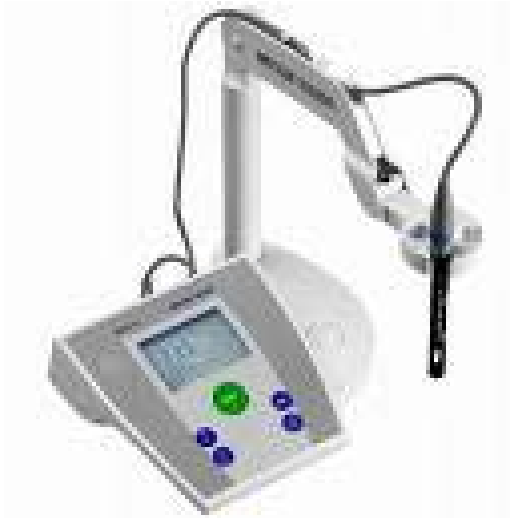
U prirodnim vodama pH regulira ravnotežu ugljikovog(IV) oksida i karbonata i može se kretati od 4,5 (kisele vode) do 8,5 (slabo alkalne vode). U kiselo-bazičnoj ravnoteži mogu sudjelovati i drugi spojevi koji pokazuju kiselo-bazični karakter, na pr. humusne tvari, soli koje hidroliziraju. Jako onečišćene vode, otpadne vode, mogu imati mnogo širi raspon vrijednosti pH.

Vrijednost pH vode utječe na kemijska i biološka svojstva prirodne ili otpadne vode. U principu se kao i temperatura mjeri na mjestu uzimanja uzorka što je danas jednostavno ostvarivo prenosivim pH-metrima. Ukoliko pH nije moguće izmjeriti na mjestu uzorkovanja bocu treba napuniti do vrha i dobro začepiti da se spriječi gubitak CO_2 .

Postupak:

Kalibrirati pH-metar s dva standardna pufera. Provjeriti nagib pravca elektrode (nagib treba biti oko 59,1 mV). Isprati elektrodu, izmjeriti ispitivanu vodu.

Instrumenti:



Slika 2.

- Mikroprocesorski laboratorijski pH-metar Seven Easy firme Mettler Toledo
- kombinirana staklena elektroda

Tvrdoća vode

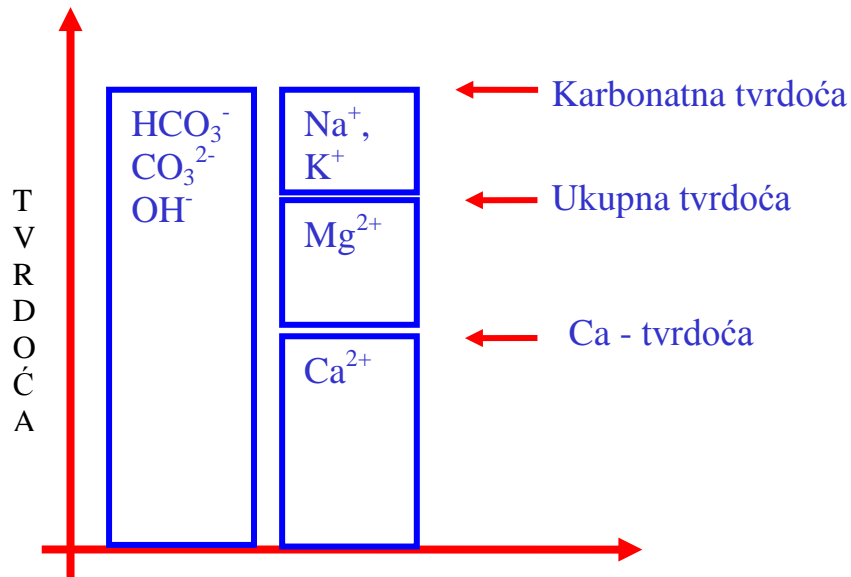
Voda kao dobro otapalo otapa minerale u tlu i tako se obogaćuje otopljenim solima. Otapa i organske tvari i plinove.

Količina otopljenih mineralnih tvari čini tvrdoću vode. Tvrdoća se izražava stupnjevima tvrdoće (njemački, francuski, američki ili kao udio ppm (CaCO_3)). Svaki njemački stupanj tvrdoće ($^{\circ}\text{D}$) odgovara količini od 10 mg CaO/L , francuski ($^{\circ}\text{F}$) 10 mg CaCO_3/L , a američki odgovara 1 mg CaCO_3/L .

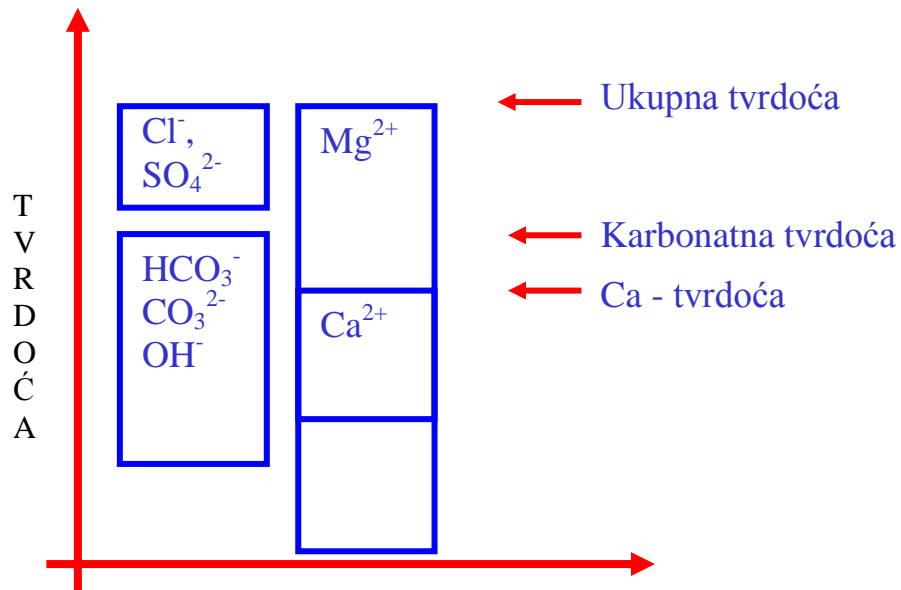
Tvrdoća može biti prolazna i neprolazna. Prolaznu tvrdoću čine prisutni hidrogenkarbonati (ion HCO_3^-). Stalnu tvrdoću čine ostali spojevi u vodi.

Tvrdoće dijelimo na **ukupnu tvrdoću** koju čine kalcijeve i magnezijeve soli te **karbonatnu tvrdoću** koju čine karbonati i hidrogenkarbonati.

Ako je
karbonatna tvrdoća > ukupne tvrdoće



karbonatna tvrdoća < ukupne tvrdoće



Ukupna tvrdoća

Ukupna tvrdoća se određuje titracijom s kompleksonom III. Komplekson III je trivijalno ime za natrijevu sol etilendiamintetraoctene kiseline (EDTA).

Postupak:

50,00 ili 100,00 mL uzorka vode stavi se u Erlenmeyerovu tikvicu, doda 2 mL pufera (pH=10), malo krutog indikatora (Erio krom crno T) i titrira uz stalno protresivanje tikvice standardnom otopinom kompleksona III do promjene boje iz crvene u plavu.

Kalcijeva tvrdoća

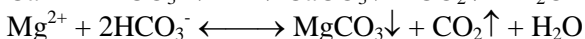
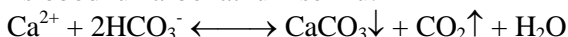
Kalcijevu tvrdoću čine soli kalcija. Određuje se također titracijom s kompleksonom III.

Postupak:

50,00 ili 100,00 mL uzorka vode stavi se u Erlenmeyerovu tikvicu, doda 2 mL NaOH (30%) malo krutog indikatora (kalkon karboksilna kiselina ili mureksid) i titrira uz stalno protresivanje tikvice standardnom otopinom kompleksona III do promjene boje iz ružičaste u ljubičaste.

Karbonatna tvrdoća

Karbonatnu tvrdoću čine svi kalcijevi i magnezijevi karbonati kao dio ukupne tvrdoće. Izražava se u mg CaO/L, tj. u njemačkim stupnjevima tvrdoće. Duljim kuhanjem vode kod 90-100°C raspadaju se u vodi topljivi kalcijevi i magnezijevi hidrogenkarbonati na teško topljive karbonate i slobodnu karbonatnu kiselinu:



Stoga se karbonatna tvrdoća naziva i prolazna tvrdoća, a tvrdoća koja ostaje i nakon kuhanja vode stalna tvrdoća.

Nekarbonatnu tvrdoću čine preostale kalcijeve i magnezijeve soli, tj. kloridi, sulfidi, nitriti, nitrati, silikati. Nekarbonatna tvrdoća jednaka je razlici ukupne i karbonatne tvrdoće.

Otpipetirati 50,00 mL uzorka u Erlenmayer tikvicu, dodati 3 kapi metiloranža i titrirati uz miješanje sa standardnom otopinom kloridne kiseline (c=0,1 mol/L) do prve promjene boje iz žute u narančastu.

Određivanje alkaliteta u vodama

Alkalitet je kvalitativni kapacitet vode da neutralizira jaku kiselinu do određenog pH. Kod površinskih voda primarno je funkcija sadržaja karbonata, bikarbonata i hidroksida, pa se i koristi za određivanje tih tvari u vodi. Soli slabih kiselina kao što su borati, silikati i fosfati također mogu utjecati na vrijednost alkaliteta.

Glavni je oblik bikarbonat, dok su karbonati i hidroksidi prisutni pri visokoj algalnoj aktivnosti i u određenim industrijskim i otpadnim vodama.

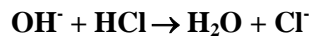
Alkalitet se izražava kao ukupni i fenolftaleinski alkalitet.

Ukupni alkalitet se određuje titracijom s kloridnom kiselinom (ili sulfatnom) do promjene boje indikatora metiloranža iz žute u narančastu. Tom se titracijom određuju u vodi prisutni hidroksidi, karbonati i bikarbonati. To je tzv. m-vrijednost koja se izražava utroškom kloridne kiseline ($c=0,1$ mol/L) potrebne za neutralizaciju 100 mL uzorka vode uz metiloranž kao indikator.

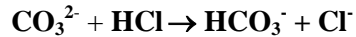
Fenolftaleinski alkalitet (p-vrijednost) obuhvaća ukupne hidrokside i karbonate, a određuje se titracijom uz fenolftalein kao indikator do nestanka ružičaste boje. Izražava se kao volumen utrošene kloridne kiseline ($c=0,1$ mol/L) za neutralizaciju 100 mL uzorka vode.

Princip metode

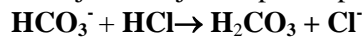
Kloridna (ili sulfatna) kiselina reagira sa sva tri oblika prevodeći ih u vodu ili karbonatnu kiselinu:



- ova je reakcija kompletna pri pH=10



- ova je reakcija kompletna pri pH=8,3



- ova je reakcija kompletna pri pH=4,5

S obzirom na sadržaj alkalnih sastojaka, postoje sljedeće mogućnosti sastava uzorka i odgovarajućih odnosa volumena potrošene kloridne kiseline:

PRISUTNI ION	TITRACIJA U DVA ALIKVOTA (V=100 mL)	TITRACIJA U JEDNOM ALIKVOTU (V=100 mL)
OH^-	$m=p$	$p>0$ $m=0$
CO_3^{2-}	$2p=m$	$p=m$
HCO_3^-	$p=0$ $m>0$	$p=0$ $m>0$
$\text{OH}^- + \text{CO}_3^{2-}$	$2p>m$	$p>m$
$\text{CO}_3^{2-} + \text{HCO}_3^-$	$2p<m$	$m>p$
$\text{OH}^- + \text{HCO}_3^-$	- ne postoji u otopini zbog reakcije $\text{HCO}_3^- + \text{OH}^- \leftrightarrow \text{CO}_3^{2-} + \text{H}_2\text{O}$	

Uzeti 50,00 mL uzorka u Erlenmayer tikvicu, dodati 3 kapi fenolftaleina i titrirati uz miješanje sa standardnom otopinom kloridne kiseline koncentracije 0,1 mol/L do nestanka ljubičaste boje. Očitati volumen kloridne kiseline utrošen za titraciju (p-vrijednost).

U istu tikvicu dodati metiloranž i titrirati s kloridnom kiselinom do promjene boje iz žute u narančastu (m-vrijednost).

Određivanje sulfata

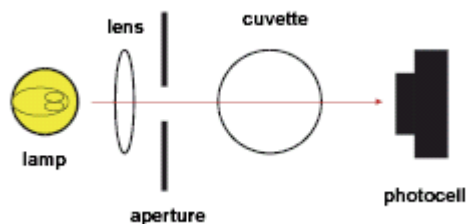
Sulfati se mogu osim gravimetrijski kao BaSO_4 odrediti i turbidimetrijski. Turbidimetrija i nefelometrija su metode kojima se određuje koncentracija čestica u suspenziji. Osniva se na elastičnom raspršivanju EM zračenja na suspendiranim česticama u otopini. Mjeri se smanjenje intenziteta prolaznog zračenja ili intenzitet raspršenog zračenja kao posljedicu sraza s česticama. Raspršivanje EMZ na suspendiranim česticama često se naziva i Tyndallov efekt. Ako je dimenzija čestica reda veličine valne duljine upadnog zračenja ili manja, zračenje će se raspršivati no ako je veća doći će do refleksije. Optimalna veličina čestica da bi došlo do raspršenja je 100–1000 nm, dakle veličina koloida.

Kod **turbidimetrijskih** mjerenja pravocrtno usmjereno zračenje prolazi iz izvora kroz otopinu uzorka do detektora, a mjeri se smanjenje intenziteta prolaznog zračenja. Turbidimetrijski se određuje zamućenje vode u ekološkom okruženju ili koncentracija u sustavima u kojima reakcijom nastaje talog koji se teško filtrira zbog malih čestica ili želatinozne prirode taloga. Turbidimetrija često zamjenjuje dugotrajno gravimetrijsko određivanje.

Plavo svjetlo se raspršuje efikasnije nego crveno (zbog čega je i boja neba plava). Kroz obojene suspenzije propušta se zračenje iste boje, opet zbog smanjenja apsorpcije.

Instrumenti koji se koriste u turbidimetriji su vrlo slični spektrometrima za UV/VIS područje (spektrofotometri), a mogu se koristiti i obični spektrofotometri ili čak kolorimetri. Izvori zračenja su živin luk s filtrima za odabir samo jedne valne duljine ili volframova lampa u kombinaciji s monokromatorima ili filtrima. Monokromatsko svjetlo je nužno kod turbidimetrijskih određivanja da se smanji apsorpcija EMZ na česticama, te da je smanjenje intenziteta posljedica uglavnom raspršenja (prividna apsorpcija). Detektori su u turbidimetriji kao i u spektrofotometriji, fotoćelije, a fotomultiplikatori su potrebni kod nefelometrijskih instrumenata. Kivete za tekuće uzorke su u turbidimetriji iste kao i za spektrofotometrijska određivanja.

Sustavi se, ukoliko se određuje zamućenje, kalibriraju sa suspenzijama formazina (polimerni spoj, primarni standard za kalibraciju) ili sa sekundarnim standardima koji mogu biti stakleni štapovi raznog stupnja neprozirnosti i na taj način simuliraju zamućene sustave. Suspenzije formazina su po boji slične mlijeku. **Oprez!** Za formazin postoji vjerojatnost da je kancerogen. Ako je mjerenje zamućenja u funkciji zamjene dugotrajnog gravimetrijskog određivanja, sustav se kalibrira kao i svako relativno instrumentalno određivanje jednim od naprijed objašnjenih postupaka kalibracije.



Slika 3. Shematski prikaz turbidimetra

Rezultati mjerenja s ove dvije tehnike ne mogu se direktno uspoređivati kada se određuje zamućenje otopina. Jedinice u kojima se izražava zamućenje su NTU (nephelometric turbidity units), FTU (formazine turbidity units) ukoliko se mjeri nefelometrijski, a FAU (formazine attenuation units) ako se mjeri smanjenje intenziteta u prolaznom zračenju (turbidimetrijski). Svi propisi i standardi za vodene ekosustave traže nefelometrijska određivanja i rezultate daje u NTU jedinicama. U literaturi postoje podaci da 1 NTU odgovara ekvivalentu od 1 mg/mL suspendiranog SiO₂.

Metode koje se osnivaju na raspršenju EMZ kao što je gore navedeno upotrebljavaju se najčešće za određivanje koncentracije u suspenzijama ili za određivanje stupnja zamućenja u ekosustavima.

Instrumenti



Slika 4.

fotometar MA 9502, MA 9507 Iskra;
Kranj, Slovenija
fotometar s obojenim filtrima

Kivete

Čistoća kiveta za mjerenje zamućenja vrlo je važna. Otisci prstiju, prljavština ili ogrebotine smetaju pri određivanju jer mogu uzrokovati dodatno raspršenje ili mogu apsorbirati dio zračenja.

Potrebne otopine i reagensi

- otopine poznate koncentracije SO₄²⁻ - iona (otopina Na₂SO₄):
 - temeljna standardna otopina (TSO) – $\gamma(\text{SO}_4^{2-})=1000,00 \mu\text{g/mL}$
 - standardna otopina – $\gamma(\text{SO}_4^{2-})=200,00 \mu\text{g/mL}$
- otopina za kondicioniranje:
 - glicerol 50 mL, konc. HCl 30 mL, etanol 95 %-ni ili *izo*-propanol 100 mL, NaCl 75 g , H₂O 300 mL; dobro promiješati
- BaCl₂, p.a.

Uvjeti mjerenja

fotometar MA 9502, MA 9507 Iskra; Kranj

Filtar: obojeni (plavi)

Priprema otopina

Pripremite radnu standardnu otopinu (200 µg/mL) razrjeđenjem temeljne standardne otopine (1,0 mg/mL).

Pripremite u odmjernim tikvicama od 25 mL otopine SO_4^{2-} iona za izradu umjernog dijagrama tako da koncentracija bude između 0 – 180 µg/mL za mjerenja turbidimetrijski, a 0-40 µg/mL za mjerenja nefelometrijski. U svaku odmjernu tikvicu dodajte 2,5 mL otopine za kondicioniranje, nadopunite do oznake (25 mL) deioniziranom vodom i dobro promućkajte.

Pripremite standarde u pažljivo očišćenom staklenom posuđu. Upotrebljavajte samo čistu deioniziranu vodu za ispiranje staklenog posuđa i za sva razrjeđenja.

Temeljna standardna otopina je pripremljena ranije, a radne standardne otopine mogu se pripremati zajednički za cijelu grupu.

Priprema uzorka

Uzorak se priprema pod istim uvjetima kao i standardne otopine za izradu umjernog dijagrama.

Umjerni postupak

Otopine sulfata za izradu umjernog dijagrama staviti u Erlenmeyerovu tikvicu od 100 mL i dodati na vrhu spatule krutog BaCl_2 . Miješati na magnetskoj miješalici 60 sekundi. Na isti način pripremiti slijepi uzorak. Prenijeti slijepi uzorak i otopine sulfata u kivete, staviti u držač na fotometru i kad se kazaljka umiri, očitati otklon na skali apsorbancije fotometra pet puta (5). Očitane otklone kazaljke fotometra (intenzitet raspršenog zračenja - prividna apsorpcija na skali fotometra E ili A) prema koncentraciji SO_4^{2-} -iona u otopini i prikazati grafički.

Rezultati analize vode

Voda uzorkovana:.....
(datum i sat)

Mjesto uzorkovanja:

	jedinica mjere	rezultat
Temperatura	°C	
miris		
boja		
pH		
specifična provodnost, κ	S/cm	
isparni ostatak	mg/L	
ukupna tvrdoća	°D	
kalcijeva tvrdoća	°D	
magnezijeva tvrdoća	°D	
karbonatna tvrdoća	°D	
p-vrijednost m-vrijednost		
sulfati	mg/L	
kloridi	mg/L	
nitрати	mg/L	
nitriti	μg/L	
fosfati	mg/L	
mangan	μg/L	
željezo	μg/L	
amonijev ion	μg/L	
otopljeni kisik zasićenost kisikom	mg/L %	
permanganatni broj	mg/L	

ANALIZA TLA

Određivanje kiselosti tla

Određivanje pH-vrijednosti tla obavlja se u suspenziji tla s H₂O i u 1 M KCl. Mućkanjem tla s otopinom KCl određuju se, ne samo slobodni H⁺-ioni, nego i H⁺-iona vezani u adsorpcijski kompleks u tlu koji se istiskuju s K⁺-ionima.

Standardni odnos tla i vode (odnosno KCl) je 1 : 2,5.

Postupak:

20 g tla mućka se 1 sat s 50 mL KCl (c=1 M). Suspenzija se prelije u čašu u koju se uroni elektroda pH-metra.

Potrebne kemikalije i otopine

- 1 M KCl

Određivanje udjela humusa u tlu

Udio humusa u tlu može se odrediti suhim postupkom (elementarna analiza) ili mokrim postupkom oksidacijom s kalijevim bikromatom ili kalijevim permanganatom u sulfatno kiselom mediju. Retitracijom suviška bikromata ili permanganata s pogodnom standardnom otopinom (najčešće otopinom Mohrove soli FeSO₄(NH₄)₂ x 6H₂O ili oksalnom kiselinom) odredi se količina bikromata ili permanganata utrošena za oksidaciju humusa u tlu.

Postupak:

0,5 g tla (izvagano na odsip na analitičkoj vagi na 4 decimale) prenese se u Erlenmayerovu tikvicu od 300 mL. Tome se doda 100 mL vode, 20 mL sulfatne kiseline (1:3) i 50,00 mL otopine KMnO₄, c(1/5KMnO₄)=0,1 M. Tikvica se pokrije malim lijevkom i kuha 15 minuta (računa se od trenutka kad sadržaj zavrije). Nakon 15 minuta iz birete se u tikvicu dodaje otopine H₂C₂O₄, c(1/2 H₂C₂O₄)=0,1 M do obezbojenja (ako se troši manje od 25 mL, postupak se ponavlja s manjom odvagom tla). Obezbojena otopina se retitrira otopinom KMnO₄ do pojave slabe ružičaste boje. Udio humusa računa se iz empirijskog odnosa:

0,000514 g C ili 0,0008841 g humusa

ekvivalentno je s 1 mL otopine KMnO₄, c(1/5KMnO₄)= 0,1 M

a = V(ukupni KMnO₄) · c(1/5KMnO₄) · 10

b = V(H₂C₂O₄ utrošen za titraciju) · c(1/2 H₂C₂O₄) · 10

$$\% \text{ humusa(H)} = \frac{(a - b) \cdot 0,0008841}{m(\text{sitnice tla})} \cdot 100$$

Određivanje anorganskih zagađivala u tlu

Određivanje ukupnog olova

Uzorak tla se osuši na zraku i usitni u tarioniku. Uzorak se zatim suši na 105 °C jedan sat. Osušeni uzorak se izvaže na odsip na analitičkoj vagi (odvaga 4 do 5 g) u čašu od 250 mL. Tome se doda 50 mL zlatotopke (HLC : HNO₃, 1 : 3). Uzorak, poklopljen sa satnim stakalcem, se zagrijava 5 sati na vodenoj kupelji. Nakon hlađenja uzorak se profiltrira kroz filter papir (plava vrpca) u odmjernu tikvicu od 100 mL i nadopuni s redestiliranom vodom do oznake. Koncentracija olova se odredi atomskom apsorpcijskom spektroskopijom (AAS) metodom standardnog dodatka.

Mjerno područje za olovo: do 20 mg/L

Potrebne kemikalije i otopine

- H₂SO₄ (1:3)
- standardna otopina KMnO₄, c(1/5 KMnO₄)=0,1 M
- standardna otopina H₂C₂O₄, c(1/2 H₂C₂O₄)=0,1 M

Literatura

1. I. Piljac, Elektroanalitičke metode, RMC, Zagreb 1995.