

Ingurumen Kimika

# ATMOSFERAREN KUTSADURA

laginketa eta analisisia



LANBIDE EKIMENA





⚙️ *Proiektuaren bultzatzaileak*

**LANeki**



⚙️ *Laguntzaileak*



⚙️ *Hizkuntza-koordinazioa*



*Egilea(k): QUIJERA PÉREZ Jose Antonio: Atmosferaren kutsadura: laginketa eta analisia.*

*Zuzenketak: Elhuyar Hizkuntza Zerbitzuak*

*Maketa: Ainara Sarasketa*

*Azalaren diseinua: Naiara Beasain*

*2011n prestatua*



## Aurkibidea

SARRERA .....	3
1. KUTSATZAILE ATMOSFERIKOAK. HASTAPENA .....	5
1.1. Kutsatzaile atmosferikoen jatorria eta kimika .....	5
1.2. Kutsatzaile atmosferikoen laginketa .....	14
2. PROTOKOLO ANALITIKOAK .....	23
2.1. Partikula jalkikorren kontzentrazioa (I) .....	23
2.2. Partikula jalkikorren kontzentrazioa (II) .....	27
2.3. PM-10 partikula esekien kontzentrazioa .....	29
2.4. Ke beltzaren indizearen determinazioa .....	32
2.5. Sufre dioxidoaren kontzentrazioa .....	35
2.6. Airearen kutsadura azidoaren adierazlearen determinazioa .....	41
2.7. Aireko azido sulfurikoaren kontzentrazioaren determinazioa .....	46
2.8. Nitrogeno-oxidoen kontzentrazioaren determinazioa .....	51
2.9. Amoniako-lurrunen kontzentrazioaren determinazioa .....	57
2.10. Berunaren kontzentrazioa aire atmosferikoan (I) .....	61
2.11. Berunaren kontzentrazioa aire atmosferikoan (II) .....	67
2.12. BTEX konposatuaren kontzentrazioa gasen kromatografiaren bidez .....	71
3. ERANSKINAK .....	77
1. ERANSKINA: muga-balioak immisioan, kutsatzaile topiko batzuentzat .....	77
2. ERANSKINA: bibliografia .....	80
3. ERANSKINA: informazioa sarean .....	82



---

# **ATMOSFERAREN KUTSADURA: LAGINKETA ETA ANALISIA**

---





# SARRERA

## Sarrera

Atmosferaren kutsadura lehen mailako arazo bilakatu da azken urteotan. Ohiko gaia da politikoen, ikertzaileen eta pertsona arrunt askoren diskurtsoetan. Atmosferarekin erlazioatuak dauden eta kontu globaltzat hartzen diren zenbait arazok gero eta tarte handiagoak hartzen dituzte egunkari eta telebistetan. Horra hor, esate baterako, klima-aldaketa eta planetaren berotzea. Ozono-geruzaren ahultzea ere askotan aipatzen dute hedabideetan. Hala ere, atmosferarekin lotutako beste arazo larri batzuek ez dute lortzen halako hedapenik: hirietako smog oxidatzaileak edo erreduktoreak, emisio kutsatzaileek eragindako aire-kalitatearen galera, aerosol azidoek eraikuntza-materialetan eragindako narriadura, jalkitze azidoek landaretzaren, lurzoruen eta ur-masen kalitatean eragindako narriadura, eta, bereziki, arnasten dugun airearen kalitatearen galera garrantzitsua. Azken arazo horiek atmosferako emisio antropogenoen ondorioak dira, eta, oso aspalditik, kaltea sortzen ari dira gizakion bizitza-kalitatean, askotan herritarrok horren inguruan askorik jakin gabe, eta kezkatu gabe. Beraz, arazo horien guztien segimendu zehatza egitea beharrezkoa da.

Hain zuzen ere, baliabide honekin, emisioen ondorioen mamira jo nahi da zuzenean. Lan honen helburu zehatza aire-kalitatearen ebaluazio-tresna izatea da. Beraz, lan honen esparrua, bereziki (baina ez bakarrik), immisioa da, hau da, airearen kalitatea. Horretarako, substantzia kutsatzaileen laginketa-eta analisi-teknikak menperatu behar dira, eta laginketak eta analisiak egin. Dokumentu honetan proposatzen diren laginketa-teknikak eta analisi-protokoloak oso probatuak daude, urte askoan erabiliak, han eta hemen, laborategi akreditatu askotan. Gainera, ahal den neurrian, Europako direktibei jarraitzen diete.

Hala eta guztiz ere, beharrezkoa denean, prozedura analitikoak eraldatu egin ditugu Lanbide Heziketako ikastetxeetako ohiko baliabideetara egokitzeko, eta, halaber, ikasleekin lan egiteko unibertsitateek izaten dituzten baliabideetara egokitzeko (hemen proposatzen diren protokoloak aipaturiko bi euskal hezkuntza-esparruetan erabili dira, azken urte hauetan, ikastetxe batzuetan). Prozedura analitikoak egiteko analisi-tresnak horren arabera aukeratu dira, hain zuzen. Esate baterako, eta bi adibide emateagatik, bolumen txikiko kaptadorea da gehien aukeraturiko laginketa-ekipoa, hezkuntza-horniduretan arruntena delako. Era berean, analisisian, kolorimetroa eta adostasuneko prozedura proposatzen dira, espektrofotometro sofistikatuak alde batean utzita.

Eguneroko jarduera profesionalean, kutsatzaile atmosferikoen laginketa eta analiza egitea ingurumen-teknikarien ardura izaten da. Prozeduren azalpenak teknikari horientzat daude diseinatuta; horregatik, prozedurazko lana oso zehaztuta dago (askotan, material honen biltzailearen esperientzian oinarritutako aholkuak ematen dira). Goi Mailako Lanbide Heziketako hainbat ziklotarako lan-tresna egokia da baliabide idatzi hau: Ingurumen Kimika, Ingurumen Osasuna, Analisisa eta Kalitatearen Kontrola, eta Lan Arriskuen Prebentzioa, esate baterako. Unibertsitatean, berriz, Ingurumen Zientziak, hainbat ingeniari-tza, Kimika-ikasketak, eta abar.

Protokoloak aurrera eramateko, hona hemen zenbait aholku:

- ✓ Jarri laginketa-ekipoa leku babestuan baina, aldi berean, aire zabalean. Emaitzak lortzeko, ezinbestekoa da bilketa-onila eta plastikozko tutu malgua garbi egotea.
- ✓ Laginketa-denborekin esperimentatu behar da. Bolumen txikiko kaptadorea erabiliz, kokapenaren eta, bereziki, meteorologiaren arabera, gerta liteke protokoloetan emandako jarraibidea labur gelditzea eta bilketa-denbora luzatu behar izatea. Hori dela eta, ez da arraroa lagin adierazgarria lortzeko egunak behar izatea (2-3 egun, esate baterako). Bolumen handiko kaptadorea erabiltzeko aukera baldin badago, bilketa-denborak asko laburtzen dira. Askotan, ordu gutxirekin nahikoa izaten da.
- ✓ Ikasleen prozesatze-ahalmena garatzeko, oso egokia da protokolo bakoitza behin baino gehiagotan errepikatzea. Aztergai den kutsatzailea analizatzeko, komeni da, gainera, laginketa une eta kokapen desberdinetan egitea, eta, hala, alderaketarako datuak eskuratzea.
- ✓ Bilketa egin denetik zenbat eta denbora gehiago igaro, orduan eta aukera gutxiago dago analisi egokia egiteko. Lagina, ahal den neurrian, hartu eta berehala analizatu behar da. Garraiatzeko, arretaz mugitu bilketa-flaskoak, eta, beharrezkoa denean, egonkortu substantzia dagokion moduan.
- ✓ Zenbait errektiboren iraupena oso laburra da. Halako kasuetan, prestatu errektiboak behar diren unean berean, eta era egokian jaso erabili arte. Ez saiatu haien iraupena luzatzen; bestela, gerta liteke lagina galtzea, eta protokolo osoa hasieratik errepikatu behar izatea. Errektiboak eta adierazleak askotan garestiak direnez, ongi kalkulatu, aldeztu aurretik, behar den substantzia-kantitatea.
- ✓ Iragazpaperei buruzko jarraibideak oso garrantzitsuak dira. Beti erabili aholkatutako paper mota.
- ✓ Errektiboak jasotzeko, jarraitu fabrikatzailearen argibideei.

Sarrerari amaiera emateko, eskerrak eman nahi dizkiot idazlan hau zuzendu duen irakasle eta lagunari, Iñaki Mozos Muxika jaunari. Iñakik eskainitako lanari, denborari eta aholkuei esker gauzatu da laborategiko eskuliburu hau.

**Josean Quijera**

# KUTSATZAILE ATMOSFERIKOAK: HASTAPENAK

# 1

## 1.1 Kutsatzaile atmosferikoen jatorria eta kimika

### Kutsatzaileen sailkapena

Atmosferan aurkitu daitezkeen substantzia kutsatzaileen sailkapena hainbat modutara egin daiteke. Esate baterako, kutsatzaileak beren jatorriaren arabera bereizten dira. Bide horretatik, bi azpimultzo nagusi molda daitezke:

- ▶ **Lehen mailako kutsatzaileak.** Substantzia hauek gizakiak zuzenean sortzen ditu, edo izadiak berak, zenbait fenomeno naturalen ondorioz; isurketaren ondoren ez dute inolako eraldaketa kimikorik edo fisikorik izan. Hona hemen adibide nagusiak:
  - ✓ Ura ( $H_2O$ )
  - ✓ Sufre dioxidoa ( $SO_2$ )
  - ✓ Nitrogeno-oxidoak ( $NO_x$ )
  - ✓ Karbono-oxidoak ( $CO_2$  eta  $CO$ )
  - ✓ Hidruro halogenatuak ( $HF$ ,  $HCl$ )
  - ✓ Hainbat gas ez-organiko ( $NH_3$ ,  $H_2S$ )
  - ✓ Hidrokarburo arinak (metanoa, etanoa, propanoa...)
  - ✓ Partikula solidoak eta likidoak, aerosolak
  
- ▶ **Bigarren mailako kutsatzaileak.** Beste kutsatzaileen arteko erreakzio kimikoen bidez sortzen dira; erreakzio horien erreaktiboak lehen mailako kutsatzaileak, bigarren mailako kutsatzaileak edo atmosferaren osagai naturalak izan daitezke:
  - ✓ Ozono troposferikoa ( $O_3$ )
  - ✓ Sufre trioxidoa ( $SO_3$ )
  - ✓ Azido nitrikoa ( $HNO_3$ ) eta sulfurikoa ( $H_2SO_4$ )
  - ✓ Peroxiazilo-nitratoak edo PANak ( $R-CO-OO-NO_2$ )
  - ✓ ...

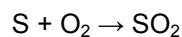
Bestalde, konposizio kimikoa ere sailkapenerako irizpide egokia da. Laburbilduz, honako substantzia kimiko nagusi hauek aurkitu daitezke airean, besteak beste:

- ✓ Sulfuratuak: SO<sub>x</sub> (nagusiki, SO<sub>2</sub> eta SO<sub>3</sub>), H<sub>2</sub>S, merkaptanoak...
- ✓ Karbonodunak: CO, CO<sub>2</sub>, HC-ak (hidrokarburoak), aldehidoak...
- ✓ Oxigenatuak: O<sub>3</sub>
- ✓ Nitrogenatuak: NH<sub>3</sub>, NO<sub>x</sub> (nagusiki, NO eta NO<sub>2</sub>), HNO<sub>3</sub>, peroxiazilo-nitratoak...
- ✓ Halogenatuak: F<sup>-</sup>, CFCak...
- ✓ Beruna eta haren eratorriak: Pb, berun tetraalkiloa...
- ✓ Burdina dutenak: FeO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- ✓ Karbonatoak eta silikatoak
- ✓ Partikulak esekiduran

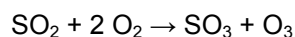
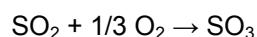
#### Kutsatzaile sulfuratua

##### Sufre-oxidoak

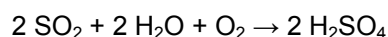
Atmosferaren kutsaduran, arruntenak SO<sub>2</sub>-a eta SO<sub>3</sub>-a dira. Ikatzaren edo olio mineralen errekontzan sortzen dira bereziki (erregai horien % 6 inguru S-a da). Errekontza-prozesuetan, hau da oinarritzko erreakzioa:



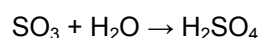
SO<sub>2</sub> lehen kutsatzaile moduan isurtzen da, batik bat. Atmosferara iritsitakoan, erreakzio fotokimikoen bitartez, SO<sub>3</sub> bihurtzen da, eta SO<sub>3</sub> hori bigarren mailako kutsatzailea da. Erreakzio horietan, izpi ultramoreek (UV) zuzenean parte hartzen dute, erreakzioak garatzeko beharrezkoa den energia ekarriz. Energia horri esker, honelako erreakzioak gertatzen dira airean:



Atmosferan hezetasun handia, intsolazio txikia eta partikula esekiak daudenean, katalisaren bitartez, aipaturiko erreakzioen produktu diren sufre-oxidoak H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bihurtzen dira, eta konposatu hori euri azidoaren oinarritzko osagaia da:

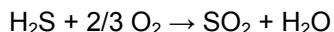


SO<sub>3</sub> gasa ere H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bihurtzen da bide fotokimikotik, atmosferako uraren laguntzaz:



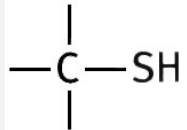
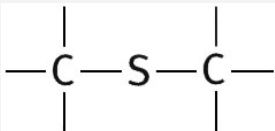
## Hidrogeno sulfuroa

Modu naturalean, atmosferan, aztarna-kontzentrazioan besterik ez da agertzen gas hau. Bakterioen jardueraren bidez materia organikoa deskonposatzean sortzen da, bereziki ingurune erreduktoretan eta egoera anaerobioetan. Bestalde, petrolio-findegietan masiboki askatzen da atmosferara, gas naturalaren osagaia baita. H<sub>2</sub>S-a gas pozoitsua da, eta oso nabaria, kiratsa dario eta. Atmosferara iristean, oxidatzeko joera izaten du, eta erreakzio honen bitartez SO<sub>2</sub> bihurtzen da:



## Beste konposatu sulfuratu batzuk

Materia organikoaren deskonposizio biologikoan hainbat konposatu kimiko sortzen da. Horien artean, H<sub>2</sub>S da nagusia; merkaptanoak ere sortzen dira (tiolak, -S funtzioa dutenak), eta kirats nabaria darien beste konposatu organiko sulfuratu batzuk ere bai. Gainera, gas horietariko batzuk toxikoak dira gizakia-erentzat (ikus 1. irudia).

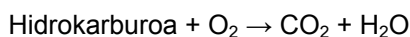
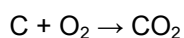
Talde funtzionala	Izena	Adibidea
	<b>Tiola, merkaptano</b> ere deitua	CH <sub>3</sub> SH: metanotiola (aza ustelaren usaina).
	<b>Tioeterra, sulfuro</b> ere deitua	(CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> S: dialil sulfuroa (baratxuri-usaina)

1. irudia. Konposatu organiko sulfuratu kutsatzaile batzuen adibideak.

## Kutsatzaile karbonodunak

### Karbono dioxidoa

Nahiz eta ez izan atmosferaren osagai nagusia, karbono dioxidoaren kontzentrazioa handia da, eta, batez ere, oso adierazgarria. Egun, bolumenaren % 0,035 gaintu du. Industria Iraultza baino lehen, ordea, bolumenaren % 0,028 zen. Karbono dioxidoak oso eragin nabaria du, funtsezkoa, lurrera iristen den erradiazio elektromagnetikoan, planetaren berotegi-efektuan, eta klima-aldaketan. Haren iturri nagusia errekontza-prozesuak dira: prozesu industrialak, energia sortzeko hainbat teknologia, etxeetako berogailuak, eta, oso neurri esanguratsuan, garraioak (ikus 2. irudia). Oxigenoa mugatzailea ez denean, ikatzaren edo hidrokarburoen errekontzak erreakzio hauetan oinarritzen dira:



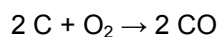
Hala ere, oxigenoa kontzentrazio estekiometrikoan baino kantitate txikiagoan agertzen denean, karbono monoxidoa sortzen da.



**2. irudia.** ikatza erretzen duen zentral termoelektrikoko; tximiniaren garaieraren bidez eta gasen zinetikaren bitartez emisioa nahaste-geruzaren gainera bidaltzen da, ahal den neurrian.

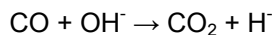
### Karbono monoxidoa

O<sub>2</sub>-aren kontzentrazioa murrizta bada, konposatu organikoen errektuntza-prozesuak beste bide batetik hartzen du:



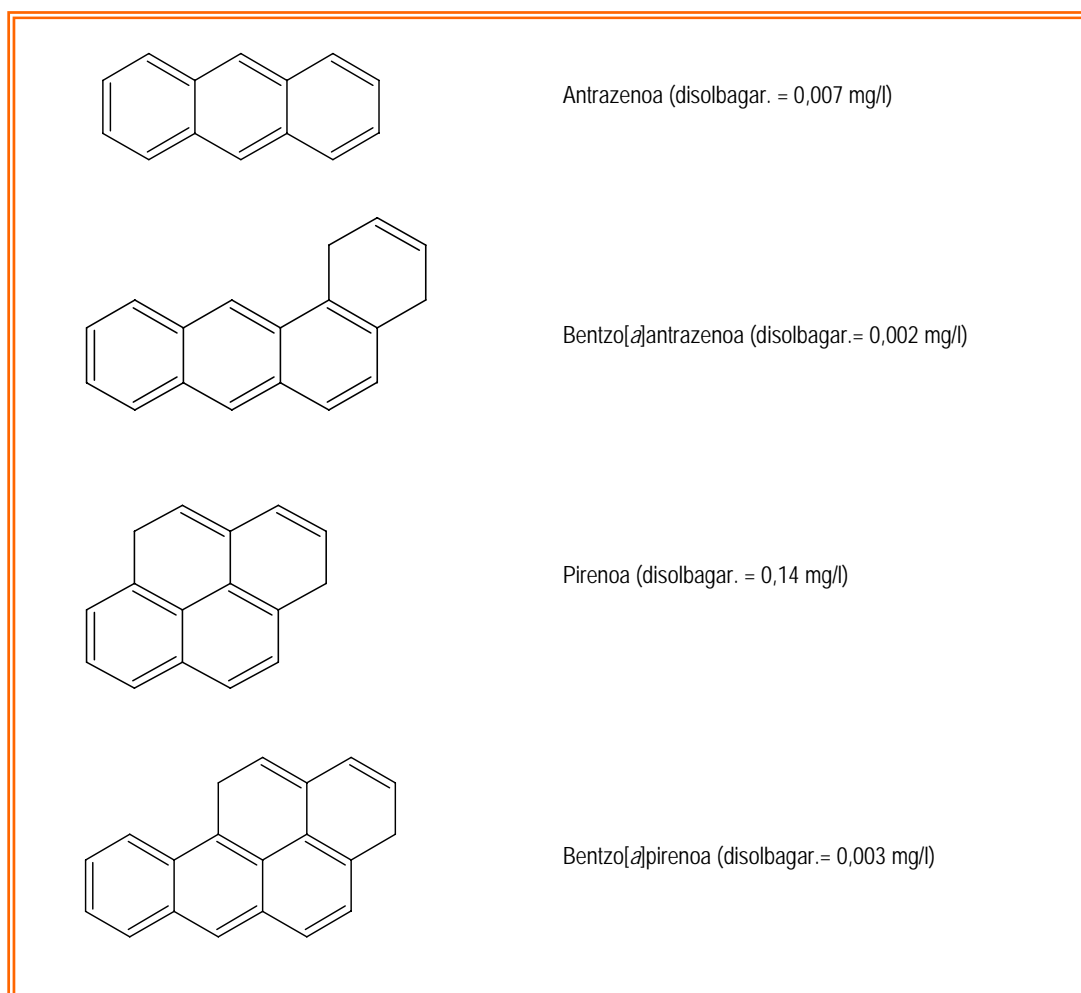
Gas toxiko hau kantitate handitan askatzen da ibilgailuen ihes-hodietatik, batez ere barne-errektuntzako motorren tenperatura dagokiena baino baxuagoa denean (ohikoa izaten da hori, esate baterako, udazkeneko eta neguko goiz hotzetan). Karbono monoxidoa toxikoa da, eta haren kontzentrazioa altua denean (toki itxietan, adibidez), hilgarria ere izan daiteke. Odoleko hemoglobina desaktibatzen du. Hala, odolak ezin du oxigenoa garraiatu CO-ak ordezkatzen duelako, eta, ondorioz, zelulak anoxiaz hiltzen dira.

Troposferan edo estratosferan —alegia, garaiera handietan—, karbono monoxidoa oxidatu egiten da, eta substantzia egonkorragoa bihurtzen da: karbono dioxidoa. Oxidazio-erreakzio hauetan, oxigeno atomikoak (iraupen laburrekoa da, eta erreakzionatzeko joera handia du) eta OH<sup>-</sup> erradikal askeek parte hartzen dute:



### Hidrokarburoak

Hidrokarburoak ez dira atmosferaren osagai topikoak (metanoa izan ezik, zein hartzidura-prozesu naturaletan askatzen den). Gasolioaren, gasolinaren eta antzeko konposatuen errekuntzan sortzen dira antropikoki. Petrolioaren eratorrien lurrunketaren ondorioz ere emititzen dira tanga handietatik. Atmosferaren kutsaduran, olefinak edo alkenoak garrantzi handikoak dira; zuzenean parte hartzen dute smog oxidatzailearen sorreran. Alkaterna-hautsetan, erregaien errekuntzaren azpiproduktuak izaten dira (bentzo[a]pirenoa bereganatzen dutenak eta, ondorioz, kartzinogenoak) (ikus 3. irudia).



**3. irudia.** Atmosfera industrialetan arruntak diren konposatu aromatiko kutsatzaile batzuen adibideak.

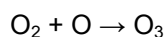
## Aldehidoak

Substantzia organiko hauek, batetik, ibilgailuen ihes-hodietatik aireratzen dira. Bestetik, atmosferako hidrokarburoen oxidazioz sortzen dira (adibidez, propenala,  $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CHO}$ ). Gas hauek begien narritadura eta arnasketa-arazoak eragiten dituzte.

### Kutsatzaile oxigenatuak

## Ozonoa

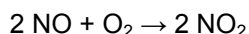
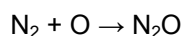
Estratosferaren osagai naturala da, eta CFCek (klorofluorokarburoek) etengabe suntsitzen dute ozonosfera azpigeruzako ozonoa. Troposferan, ordea, kutsatzailea da, eta smog fotokimikoa sortzen laguntzen du (smog oxidatzailea). Gainera, planetaren berotze globalean parte hartzen du, izpi infragorri asko xurgatzen baitu. Erreakzio fotokimikoz eratzen da, oxidoetatik:



Oso ahalmen oxidatzaile handia du, eta erraz erreakzionatzen du olefinekin,  $\text{NO}_x$ -ekin edo  $\text{SO}_x$ -ekin.

### Kutsatzaile nitrogenatuak

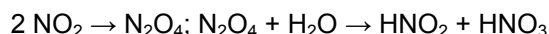
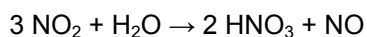
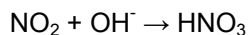
Orokorki  $\text{NO}_x$  deritze, atmosferaren kutsaduran nabarienenak NO (oxido nitrikoa) eta  $\text{NO}_2$  (oxido nitrosoa) dira. Naturan, sumendi-erupzioetan eta ekaitzetan sortzen dira biak:



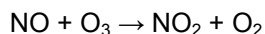
Modu antropikoan, zentral termoelektrikoetan eta barne-errekuntzako motorretan eratzen eta aire-ratzen dira.  $\text{NO}_2$ -ren fotodisoziazioz peroxiazilo-nitratoak (PANak,  $\text{R-CO-OO-NO}_2$ ) eratzen dira. Erreakzio horietan,  $\text{O}_3$ -a askatzen da troposferara, eta smog fotokimikoa sortzen da:



$\text{NO}_2$ -tik abiatuz, prozesu endotermikoen bitartez eta hainbat bideetatik,  $\text{HNO}_3$ -a eratzen da (euri azidoaren osagai nagusia),  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -arekin batera:



NO-ak ozono estratosferikoa suntsitzen du:





## Kutsatzaile halogenatuak

### Substantzia fluoratuak

Industria metalurgikoan eta siderometalurgikoan eta ongarriak ekoizteko prozesu industrialetan sortzen dira konposatu hauek. Fluorra oso ugaria da lurzoruetan; mineral askotan  $F^-$  moduan dute elementu hori. Mineral horiek eraldatzean askatzen da, eta atmosferara igarotzen da.

### Klorofluorokarbuoak

CFCak, freon deiturikoak, txit konposatu organiko egonkorak dira troposferan. Hozte-sistemetan edo aerolosetan asko erabili izan dira iraganean. Airea girotzeko sistemetan, aparren ekoizpenean, disolbatzaileetan eta material isolatzaileetan ere erabili dira. Hona hemen adibide nagusi batzuk (ikus 1. taula):

Formula kimikoa	Izena
$CFCl_3$	Triklorofluorometanoa, 11. freona
$CF_2Cl_2$	Diklorodifluorometanoa, 12. freona
$CF_3Cl$	Klorotrifluorometanoa, 13. freona
$CF_4$	Tetrafluorometanoa, 14. freona

1. taula. CFC arrunt batzuen formula kimikoa eta izena.

Hain substantzia sendo eta egonkorak izanik, 100 urte baino gehiago iraun dezakete atmosferan. Estratosfera geruzan, eta izpi ultramoreen bitartez, CFCetatik askaturiko Cl atomo bakoitzak 100.000  $O_3$  molekula desegin ditzake erraz asko. Azken urteotan, hidroklorofluorokarbuoek ordezkatu dituzte gas egonkor eta merke horiek. Gaur egun, batez ere hidrofkuorokarbuoak erabiltzen dira ordezeko gisa (HCFak).

### Bromometanoa

$CH_3Br$ -a asko erabili izan da pestizida gisa. Ozono estratosferikoa suntsitzeko ahalmen oso handia du ( $CO_2$ -arena baino 50 aldiz handiagoa).

## Beruna eta haren eratorriak

Gasolinen errekontza-produktuetan, beruna oxido moduan edo metal edo halogenoekin konbinatua agertzen da. Gizakiontzat oso toxikoa da. Gainera, biometakorra da. Berun tetrametiloa eta berun tetraetiloa gasolinen katalizatzaile gisa erabili izan dira iraganean (ikus 2. taula).

Formula kimikoa	Izena
$(CH_3)_4Pb$	Berun tetraetiloa
$(CH_3-CH_2)_4Pb$	Berun tetrametiloa

2. taula. Berunaren eratorri organiko kutsatzaile batzuk.

Egun, errekontza-motorretan, katalizatzaile mekaniko espezifikoak instalatzen dira, eta, berunaren ordezkari, beste antidetonatzaile-ordezko ez-kutsatzaile batzuk erabiltzen dira (MTBEaren modukoak).

### Burdin oxidoak

Siderometalurgian ekoizten dira bereziki, FeO eta Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> moduan gehienbat. Oxido-partikula hauek labe industrialen eta labe garaien inguruan jalkitzen dira sarritan. Haien gainazalak ingurune fisiko egokia dira erreakzio kimiko ugari aurrera eramateko.

### Karbonatoak eta silikatoak

Prozesu industrial askotan askatzen diren partikulen osagaiak izaten dira. Kutsatzaile hauek arruntak dira, esate baterako, harrobietan, porlan-fabriketan, eta beira ekoizteko fabriketan (ikus 4. irudia).



4. irudia. Mahuka-iragazkien kutxa, porlan-fabrika batean.

Burdin oxidoetan gertatzen den bezala, partikula hauen gainazaletan erreakzio kimiko asko gerta litezke, hala nola lehen mailako kutsatzaileetatik abiatuz bigarren mailako kutsatzaileak sortzea (partikula hauen gainazalak katalizatzaile fisiko gisa jarduten du).

### Beste mota batzuetako partikulak

Errekuntza guztietan errautsak sortzen dira. Materia organikoaren errekkuntza osoa izan baldin bada, errautsetan substantzia ez-organikoak soilik aurkitzen dira, baina erregaia ez bada zeharo kontsumitu, substantzia organikoak agertzen dira. Ohikoa da horiekin batera (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kristalak agertzea, aireko H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-ak NH<sub>3</sub>-arekin erreakzionatzen baitu.

Partikula zenbat eta txikiagoa izan, orduan eta kaltegarriagoa da osasunerako. Partikulen sailka-pena era honetan eman daiteke:

- ✓  $\varnothing > 10 \mu\text{m}$ : materia jalkikorra; erraz lurreratzen da.
- ✓  $10 \mu\text{m} \geq \varnothing \geq 0,1 \mu\text{m}$ .
- ✓  $\varnothing < 0,1 \mu\text{m}$  (Aitkenen nukleoak); elkar joz koagulatzen dira.

Diametroa 10 µm-koa baino txikiagoa duten partikulek PM-10 taldea osatzen dute. Zenbat eta txikiago izan partikula, orduan eta arriskutsuagoa da osasunerako, errazago iristen baita biriketara.

Partikula bakoitza kondentsaziogune bat da, eta ur-lurruna jasotzen du. Mikrotanta bakoitzak ingurune heze ezin hobea ematen du, erreakzio mota asko erraz gerta daitezten. Smog azidoan, erredukto-rean, zuzenean parte hartzen dute eta garrantzitsuak dira.

### ■ Usainak

Hartzidura izaten duten prozesu industrialek eragiten dituzte kirats asko, nahiz eta beste prozesu topiko batzuek ere askatzen dituzten substantzia kirasdunak, askotan gizakiarentzat jasanezinak, toxikoak edo kaltegarriak direnak (hondakin solidoen zabor-tegiak, araztegiak, paper-fabrikak...) (ikus 5. irudia).



5. irudia. Ur-lurruna eta konposatu organiko lurrunkorren emisioa alkohol-fabrika batean, alderantzizkatze termikoa gertatzen ari den unean berean.

Kutsatzaile kirasdun baten pertzepzio-atalasea aireko kontzentrazioaren zein haren izaeraren arabera da (ikus 3. taula).

<i>Substantzia</i>	<i>Usaina</i>
Hidrogeno sulfuroa	Arrautza ustela
Aminak	Arrain ustela
Amoniakoa	Usain mina
Diaminak	Haragi ustela
Merkaptanoak	Kirats fetidoa
Sulfuro organikoak	Aza ustela

3. taula, Hainbat prozesu industrialek aireratzen dituzten kutsatzaile kirasdun batzuk.

## 1.2 Kutsatzaile atmosferikoen laginketa

### ■ Kutsatzaileen laginketa-sarea

Kutsatzaile atmosferikoen laginketa egiteko, berariazko zentroen sare bat eratzen da ikertu nahi den eremuan. Esate baterako, ikerketa eta kutsaduraren segimendua egiteko, 2 km<sup>2</sup>-an behin airearen kalitatea ebaluatzeko etxetxo edo gune bat ezartzen da hirian; eremu zabalagoetan, ordea, zentroak gehiago sakabanatzen dira. Kutsaduraren iturria oso zehatza bada (kebideak, adibidez), zentroak emisio-iturriaren inguruan kokatzen dira, zirkulu zentrokideak osatuz, eta lekuko haize nagusien arabera. Dena den, kanpoko erreferentziaren bati eutsi behar zaio. Bestalde, bermatu egin behar da ez dela egongo inguruko beste foku garrantzitsuen interferentziarik. Eskuarki, bilketa-etxolak toki garaietan kokatzen dira. Azkenik, oztopo geografiko edo topografikoen eragina ekidin behar da, oztopoek desbidera ez ditzaten kutsatzaileak garraiatzen dituzten aire-fluxu naturalak.



6. irudia. aire-kalitatea ebaluatzeko gune bat, hiri batean.

### ■ Kutsatzaileen bilketa

Sarrera gisa, hona hemen oinarrizko definizio batzuk:

- ▶ Monitorizazioa: kutsatzaile atmosferikoen laginketa- eta analisi-prozesua.
- ▶ Emisio-neurketak kutsatzaileen emisio-puntuan egiten dira, hau da, kutsatzaileak atmosferara isurtzen diren tokian (kebidearen ahoan, ibilgailuen ihes-hodietan...).
- ▶ Immisio-neurketak edo aire-kalitatearen neurketak kutsatzaileen dispersioa gertatu eta gero egiten dira, hau da, iturritik urruti dauden puntuetan.

Kutsatzaileek emisioan eta immisioan duten kontzentrazioen arteko erlazioa 1.000 ere izan daiteke. Oro har, aire-bolumen jakin bateko substantzien kontzentrazioa hain txikia denean, aire-bolumen handiak hartu behar dira analisisia egin ahal izateko. Laginketak egiteko, oinarrizko tresna hauek behar dira:

- ▶ **Lagin-kolektorea:** kutsatzailea atzematen duen iragazki edo disoluzio xurgatzailea.

- ▶ **Gasometroa:** laginduriko aire-emariaren neurgailua.
- ▶ **Ponpa xurgatzailea:** kolektoreak aire-emari konstantea bideratzen duela bermatzen duen mekanismoa.

Laginduriko airearen bolumena ekuazio sinple honen bitartez kalkula daiteke:

$$V_{\text{airea}} = Q_{\text{batez bestekoa}} \cdot t_{\text{laginketa}}$$

$V_{\text{airea}}$  laginduriko airearen bolumena  
 $Q_{\text{batez bestekoa}}$  airearen batez besteko emaria  
 $t_{\text{laginketa}}$  laginketaren iraupena

Laginketaren iraupenak eragin handia izan dezake lorturiko kontzentrazioan. Horregatik, funtsezkoa da emaitza laginketa-denboraren arabera adieraztea. Kutsatzailea kolektore-hodian edo iragazkian atzeman ondoren, denbora aurrera joan ahala, substantzia horrek aldaketa kimikoak izan ditzake. Beraz, garrantzitsua da lehenbailehen analizatzea. Lagina ez da luze laga behar biltegian, nahi ez diren erreakzioak gerta ez daitezen. Kutsatzaileak biltzeko ekipoaren egiturari, ponpa beti xurgapenaren aldean jarri behar da, eta inola ere ez bultzadaren aldean. Horrela, bildu nahi ez den zenbait substantzia ez da kolektorera iritsiko (olioak eta hezetasuna, bereziki). Txostenetan analisisien emaitzak adierazteko, berariazko unitateak erabiltzen dira (ikus 4. taula).

Neurtzen den aldagaia	Ohiko unitateak
Partikula esekien kontzentrazioa	→ Miligramo zati lagindutako airearen metro kubiko estandar (mg/m <sup>3</sup> ) (*)
	→ Mikrogramo zati lagindutako airearen metro kubiko estandar (µg/m <sup>3</sup> ) (**)
Gas-kontzentrazioa	→ Miligramo zati lagindutako airearen metro kubiko estandar (mg/m <sup>3</sup> ) edo milioiko parte (bolumenean) (ppmv) (*)
	→ Mikrogramo zati lagindutako airearen metro kubiko estandar (µg/m <sup>3</sup> ) edo mila milioiko parte (bolumenean) (ppbv) (**)
Partikula jalkikorrak	→ Kilogramo zati kilometro karratu (bider) hilabete (30 egun) (kg/(km <sup>2</sup> ·hilabetea))
Tenperatura	→ Gradu zentigradu, kelvin (°C, K)
Presioa	→ Merkurio-milimetro, atmosfera (mmHg, atm)
Lagindutako emaria	→ Litro minutuko (L/min)

(\*): emisioko unitateak.  
 (\*\*): immisioko unitateak.

4. taula. Kutsatzaileen analisisetan ohikoak diren zenbait magnitude eta unitate.

Immisioa neurtzeko laginak hartzeko, teoriarik, kaptadorearen ahoa (onila) lurzorutik 1,5-1,8 m-ra kokatu behar da. Praktikan, ordea, laginketa hobe da bilketa-ahoa 3 m-ra jartzen baldin bada. Laginketak luze jotzen badu, hobe da tresna toki itxian kokatzea, bilketa-onila leihotik kanpora aterata. Horrelakoetan, ahoa behera begira jartzen da, eta, ahal bada, lurretik 3-4,5 m-ra (jendearen eskuetatik urruti egon dadin).

## ■ Atmosferako airearen laginketa egiteko tresnak (immisioa neurtzeko)

Laginketa egiteko tresna eskukoa edo automatikoa izan daiteke:

- ✓ Eskukoek kutsatzaileak xurgatzen dituzte, gero laborategian analizatu ahal izateko.
- ✓ Automatikoek kontzentrazio-balio puntualak zein jarraituak *in situ* kalkulatzeko dituzte.

Tresna automatikoetan, aire-emari konstante batek atzemate-ekipoa zeharkatzen du (emaria substantziaren araberakoa da), eta kutsatzailearen kontzentrazioa harturiko lagin-bolumen jakinean neurtzen da. Beraz, denbora ere lehentasunezko aldagaia da, aire-bolumena eta denbora ezagututa tresnak berak egiten duelako analitoaren ebaluazioa.

Eskuko tresnetan, ponpak bilketa-onilaren bitartez xurgatzen du airea; partikulak solidoen iragazkitik igarotzen dira, eta, gero, burbuilak eratuz berariazko soluzio biltzaile batetik pasaratzen da airea, soluzio hori kutsatzailearen araberakoa izanik. Eskuarki, laginak laborategira eraman eta metodo topikoak erabiliz analizatzen dira (bolumetriak, grabimetriak, kromatografia, espektrofotometria...). Eskuzko laginketarako tresna erabilgarrienak hauek dira:

- ▶ **Bolumen txikiko kaptadoreak (BTK):** 24 orduan 2-4 m<sup>3</sup> xurgatzen dute; gasak eta partikula esekiak hartzeko erabiltzen dira; ez, ordea, partikula jalkikorak biltzeko.
- ▶ **Bolumen ertaineko kaptadoreak (BEK):** eguneko 30 m<sup>3</sup> xurgatzeko ahalmena dute; gasen, partikula esekien eta metal astunen laginketan erabiltzen dira.
- ▶ **Bolumen handiko kaptadoreak (BHK):** eguneko 50-100 m<sup>3</sup> inguru hartzen dute. Mota guztietako partikulak eta gasak lagintzeko egokiak dira.
- ▶ **British Standard Gauge motako kaptadoreak (BSG):** partikula jalkikorak jasotzeko berariazko tresnak dira.

## ■ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK)

### BTKren osagaiak

BTK eskuzko tresna da, immisioko gasak eta partikula esekiak lagintzeko erabiltzen dena. Pisu arinekoa, tamaina txikikoa eta mugikorra denez, analistak erraz eraman dezake behar den lekura, laginak *in situ* hartzeko (ikus 7. irudia).



7. irudia. Bolumen txikiko kaptadore baten osagaiak.



Tresnaren osagaiak hauek dira:

- ▶ **Bilketako onila:** airea sistemara sartzeko, 3-5 cm-ko ahoa duen inbutua erabiltzen da, gehienetan plastikozkoa izaten dena; inbutu hori iragazkiari lotzen zaio, gehienez 6 m luze den plastikozko hodi malgu baten bitartez; hodiaren bihurguneek ezin dute 5 cm baino gutxiagoko erradioa izan (airearen fluxuak oztoporik izan ez dezan); onilaren kokapenak honako kondizio hauek bete behar ditu:

- ✓ Ahoa behera begira jarri behar da.
- ✓ Ezin du egon lurzorutik 1,5 m baino gutxiagora (3 m-tik gora jartzea aholkatzen dugu).
- ✓ Kaptadorearen osagai guztiak onilaren ahotik 0,5 m-ra egongo dira gutxienez.

Bilketa-inbutua toki airetsuan kokatu behar da, ingurune hurbil eta inolako oztoporik gabe, tresnak xurgapena ondo egin dezan.

- ▶ **Iragazkia:** askotariko materialez egindakoak izaten dira (hainbat motatako paperak, beira-zuntza, polimero sintetikoak, eta abar), eta bata edo bestea erabiltzen da harrapatu nahi den partikula motaren edo haren diametroaren arabera; iragazki-ontzian ezartzen da, eta tresnak hermetikoki itxita gelditu behar du, iragazkia xurgaturiko aireak bakarrik zeharka dezan.
- ▶ **Burbuila-garbigailua (*impinger*):** iragazkian partikula solidoak harrapatu ondoren, aire-laginari bor-bor eragiten zaio beirazko flaskoan dagoen berariazko disoluzio biltzaile batean; flaskoak Dreschel motako borosilikatozko aire-garbigailuak izaten dira, gardenak eta kolorgeak; laginketa-metodoaren araberako neurria izaten dute (oro har, 100 ml-tik 150 mL-ra bitartekoak dira); burbuila-garbigailuaren burua hainbat motatakoa izan daiteke (esate baterako, nitrogeno-oxidoak jasotzeko, beirazko kanula zulodunak, eta sulfuro-oxidoak jasotzeko, berriz, beira poroduna) (ikus 8. irudia).



8. irudia: Burbuila-garbigailuaren berariazko kanulak, sulfuro-oxidoak lagintzeko (ezker aldean) eta nitrogeno-oxidoak lagintzeko (eskuin aldean).

- ▶ **Gasometroa:** tresna zeharkatzen duen airearen bolumena eta analitoaren kontzentrazioa kalkulatzeko, nahitaezkoa da emaria jakitea (alegia, laginduriko aire-bolumenaren eta denboraren arteko erlazioa); 1,5-3 L/min-ko emaria neurtzeko gauza izan behar du, haren errore-marjina ezin da izan % 3 baino handiagoa, eta haren pantailak irakurtzeko erosoak izan behar du.
- ▶ **Mintzezko ponpa:** eguneko 2-4 m<sup>3</sup>-ko aire-lagina xurgatzeko ahalmena izan behar du; oso garrantzitsua da ponpak airea olio ez kutsatzea; hori dela eta, ponpa beti tresnaren bukaeran kokatzen da.
- ▶ **Barneko berotze-sistema:** bolumen txikiko kaptadoreak askotan kanpoaldean kokatzen direnez gero, kutxaren barnean berotze-sistemak instalatzen dira normalean. Joule efektua duen erresistentzia elektriko baten bidez, barruko tenperatura konstante mantentzen da, disoluzio biltzailea izoztu ez dadin edo haren tenperatura jatsi ez dadin kutsatzailearen disolbagarritasuna gehiegi gutxitzeraino.
- ▶ **Denbora-programagailua:** honen bitartez, sistema aktibatu edo itzali egiten da, agintzen zaionean.
- ▶ **Babes-kutxa:** aipaturiko osagai guztiak erresistentzia handiko metalezko kutxa baten barnean kokatzen dira.

#### BTKren erabilera: laginketa-prozesua

1. Erabiliko den material guztiak garbi-garbia egon behar du. Laginketa hasi baino lehenago, airea ponpatzen da emari-maila handienera, ur destilatutuan eta bor-bor eragiten zaio, burbuila-garbigailuaren barnean zipritinak botatzea ekidinez. Horrela, laginketa-hodian itsatsita egon litezkeen partikulak edo aerosolak kentzen dira. Kasuaren arabera, ur destilatuaren ordean berariazko beste disoluzio batzuk erabil daitezke flaskoan.
2. Kaptadoreak laginketa puntuan ongi kokatuta eta bertikalki egon behar du. Arreta jarri behar zaie inbutuaren kokapen eta orientazioari: lurretik gutxienez 1,5 m-ra jarri behar da beti (3 m-ra kokatzea hobesten da). Airearen xurgapenari dagokionez, pantaila egiten duen oztoporik ezin da egon inguruan. Tutuan ukondoak eratzea saihestu behar da.
3. Laginketa hasi baino lehen, ponparen indarra eta emaria erregulatu behar dira, egoeraren, laginketa motaren eta analisi-protokoloaren arabera.
4. Landa-laneko koadernoan, finkatutako emaria idatziko da, eta, horrekin batera, gasometroaren irakurketa eta laginketa hasteko ordua. Halaber, komeni da uneko datu meteorologikoak ere jasotzea (tenperatura, euria, hezetasun erlatiboa...).
5. Berariazko material iragazlea ezarri behar da iragazkian, ponpa itzalita dagoela eta protokolo analitikoaren arabera. Gero, disoluzio biltzailea isuri behar da flaskora.
6. Datu eta gertakari guztiak koadernoan idatzi ostean, ponpa konektatzen da.
7. Laginketa-ekipoa lanean ari denean, ponparen jarduera aztertu behar da, eta emaria egokia dela egiaztatzeko edo, beharrezkoa baldin bada, zuzentzeko. Lagina lortu bitartean, kutxaren estalkia itxita eduki behar da.
8. Laginketa-denbora amaitutakoan, bonba itzali behar da. Koadernoan berehala, idatzi behar dira gasometroaren irakurketa, ordua eta uneko datu meteorologikoak, eta, hala, landa-laneko laginketa-prozesua bukatu.



## Laginen tratamendua

Laginketa bukatu bezain laster, lagina kutxatik atera behar da laborategian analizatzeko. Eskuarki, lagina burbuila-garbigailuan (*impinger*rean) biltzen da. Horrelakoetan, flaskoa kutxatik askatu behar da, kontu handiz eta bertikalki (okertu gabe), eta kutxatik atera. Garraiorako, tefloiz edo tefloiairen antzeko material batez egindako tapoi batekin ixten da flaskoaren ahoa (ez erabili kautzuzko tapoirik). Disoluzioa beste ontzi batetara pastu nahi bada (plastikozko ontziak erabiltzen dira lagin alkalinoentzat, eta beirazkoak azidoentzat), *impinger* edo burbuila-garbigailua disoluzio biltzailearekin garbitu behar da bi aldiz, eta garbiketa-urak laginaren ontzira isuri behar dira, ondoren laborategira eramateko.

Lagina berehala identifikatu behar da, eta, ondoren, garraio-kutxa berezi eta egoki batean jarri; garraioa berme osoz egin behar da, hausturak saihestuz edo argiaren eragina ekidinez. Garraiatu bitartean, flaskoak edo ontziaak bertikal egon behar du, isurketak saihesteko. Laborategira, berme osoz eta ahalik eta lasterren igorri behar da.

Laborategian, analizatzeko zain dauden laginak hozkailuan eta ilunpean gordeko dira. Hala ere, substantzia mota bakoitzak bere zainketa-arauak ditu, eta horiei jarraitu behar zaie une oro (denborak, tenperaturak, disoluzio finkatzaile edo kontserbatzaileak gehitzea, etab.).

### Partikulen laginketa

Partikula kutsatzaile motak:

- ▶ **Partikula jalkikorrak:** lurlean, eraikinetan, landareetan, uretan eta beste hainbat materialetan kokatzeko joera dute, grabitatearen eraginez erori egiten baitira.
- ▶ **Partikula esekiak:** airean gelditzen dira normalean, grabitate-indarra ez delako nahikoa lurrera eror daitezen.

Atmosferako partikulen jalkierak Stokesen legeari jarraitzen dio, eta ekuazio honetan oinarritzen da:

$$V_p = \frac{d_p \cdot g \cdot (\rho_p - \rho_a)}{18 \cdot \eta_a}$$

$V_p$	partikularen jalkitze-abiadura (cm/s)
$d_p$	partikularen diametroa (cm)
$\eta_a$	airearen biskositatea (P)
$\rho_p$	partikularen dentsitatea (g/cm <sup>3</sup> )
$\rho_a$	airearen dentsitatea (g/cm <sup>3</sup> )
$g$	grabitatearen azelerazioa (980 cm/s <sup>2</sup> )

Oro har, partikularen diametroa 10 µm baino txikiagoa baldin bada, ez-jalkikorra dela onartzen da. Horrelako partikulek PM-10 taldea osatzen dute.

Partikulak atzemateko tresna ohikoenak hauek dira:

- ✓ British Standard Gauge (BSG) partikulen kaptadorea
- ✓ Bolumen handiko kaptadorea (BHK)
- ✓ Zunda isozinetikoa

■ Partikula jalkikorrek biltzeko Britis Standard Gauge kolektorea

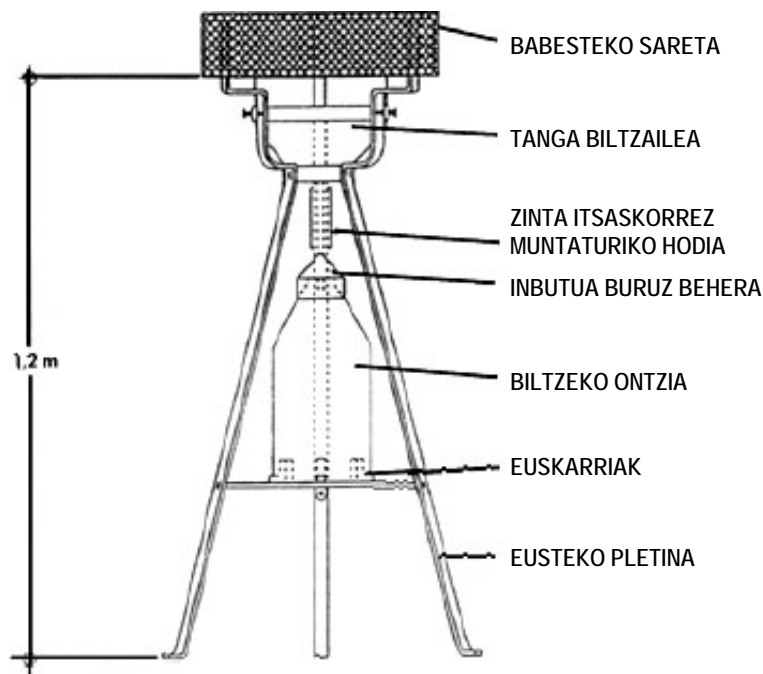
BSG tresna grabitatearen eraginez jalkitzen diren partikulen laginketa egiteko da, eta immisioan erabiltzen da. Tresnaren osagaiak hauek dira (ikus 9. irudia):

- ▶ **Euskarrria:** tripodea, flasko biltzaileari heltzeko egitura berezi batekin prestatua. Gainaldean, babes-sareta bat dauka gorputz arrotzik eror ez dadin; aire librean egon behar duenez, altzairu herdoilgaitzekoa izaten da.
- ▶ **Tanga biltzailea:** beira, altzairu edo plastiko berezizko flasko bat da. Haren ahoaren diametroarekin, F faktorea kalkulatzen da; eta faktore hori jasotako partikula guztien pisuaz biderkatuta, materia jalkikorren kontzentrazioa kalkulatzen da ( $\text{mg}/\text{m}^2$ ). F faktorea berariazkoa du ekipo mota edo diseinu bakoitzak, eta faktore hori kalkulatzeko, honako ekuazio hau erabiltzen da:

$$F = \frac{127,3 \cdot 10^4}{D^2}$$

non  $D$  tangaren barneko diametroa baita (m).

- ▶ **Bilketa-ontziak:** 10-20 L-ko edukiera duten beira edo plastiko neutrozko flaskoak dira.



9. irudia. BSG ekipoen osagaiak.

## ■ Bolumen handiko kaptadorea

Mota guztietako partikulak eta gasak atzemateko balio du, eta immisioan erabiltzen da. Partikula esekiak hartu nahi direnean, iragazte-laginketa egiten da. Kasu horretan grabitate-indarraren eragina nahikoa ez denez gero, ekipoak xurgatze-sistema bat dauka (ponpa). Partikula jalkikorak eta esekiak bereizteko, iragazki berezi bat ezartzen zaio. Hala, airea estalki baten azpitik iristen da ekipoaren iragazkiraino (estalkia bi isurkitakoa edo biribila izanik), eta emari handiko ponpa batek xurgatzen du (0,85-1,7 m<sup>3</sup>/min). Diametroa 10 µm baino txikiagoa duten partikulak jasotzen dira horrela, eta laginketak, eskuarki, 24 h irauten du.

## ■ Zunda isozinetikoa

Emisioan erabiltzen da, kutsatzailearen jatorrizko iturrian haren kontzentrazioa zuzenean neurtzeko. Laginketa zuzena eta egoeraren adierazgarria izan dadin, ezinbestekoa da kondizio isozinetikoetan egitea; hau da, zundaren xurgatze-abiadurak eta gasak kebide edo hodi barnean duen abiadurak berdinak izan behar dute.

Osagai hauexek ditu:

- ✓ Kebidearen horma gurutzatzen duen zunda, partikulak biltzeko
- ✓ Zundari lotutako Pitoten hodia, emisioaren abiaduraren arabera kebideko emaria kalkulatzeko
- ✓ Beirazko zuntzeko iragazkia
- ✓ Izotzetan murgildutako kondentsadorea, ur-lurruna kondentsatzeko
- ✓ Xurgatze-ponpa
- ✓ Lehorreko gasometroa eta zulo-neurgailua

Partikularen diametroa zenbat eta txikiagoa izan ( $\varnothing < 5 \mu\text{m}$ ), orduan eta zehaztasun gutxiago du kondizio isozinetikoak. Laginak hartzeko, aholku hauek egokiak dira:

- ✓ Laginketa-puntuak ahalik eta urrutien egon behar du kebideko edo hodiko oztopo guztietatik.
- ✓ Lagina bi norabide perpendikularretan hartu behar da, bi norabide horiek kebidearen ardatzarekiko perpendikularrak izanik. Bestalde, lagina hartu nahi den altueran, kebidearen sekzioa koroa zentrokidetan zatitzen da. Laginketa egiteko, zunda laginak hartu nahi diren puntuetaraino sartzen da, alegia, bi norabide perpendikularrek koroen arteko mugak ebakitzen dituzten puntuetaraino.



# PROTOKOLO ANALITIKOA 2

## 2.1 Partikula jalkikorren kontzentrazioa (I)

Kodea: **Analisia-1**

Jarduera analitikoak: **IMMISIOKO PARTIKULA JALKIKORREN KONTZENTRAZIOA ZEHAZTEA, GRABIMETRIAREN ETA BSG KOLEKTOREAREN BITARTEZ**

Metodo analitikoak: **BSG kolektorea eta analisi grabimetrikoa**

Analisi mota: **immisioa**

Kontsultarako erreferentziak: **ISO-DIS 10473**

### Saiakuntzaren funtsa eta helburuak

Diametroa 10 µm baino handiagoa duten partikulek inguruneke aireko *materia jalkikor osoa* (MJO) osatzen dute. Haizeak materia mota hori garraia dezake, distantzia luzean edo laburrean, pisuaren eta ezaugarri meteorologikoen arabera. Partikula jalkikorren pisua eta egoera kondizio meteorologikoen baitan daude (haizearen abiadura, airearen goranzko korronteen eragina, eurite edo elurteena...). Dena den, horrelako partikulak erraz eta nahiko azkar jalkitzen dira, grabitatearen eraginez. Haizearen abiadura txikia denean, edo euria egiten duenean, partikula horietako asko jatorritik hurbil jalkitzen dira. Hori gertatzen zaie, adibidez, galdarategietako oxido metalikoei, meategietako eta harrobietako hondar eta hautsei, buztingintza industrialetako hauts zeramikoei, eta abarri.

Erreferentziako metodoan, inguruneke airean zenbat materia jalkikor oso dagoen zehazteko, BSG (British Standar Gauge) kolektorea erabili izan da urte askoan; eta, ondoren, laginaren analisi grabimetrikoa ere bai. Laginketa-tresna partikulen jalkikortasunean oinarritzen da: Stokes-en legearen arabera, partikularen jalkitze-abiadura kalkula daiteke, haren diametroa ezagutzen baldin bada. Erabiltzen den bilketa-tresna zeharo pasiboa da. Funtsean, partikulak grabitatearen eraginez erortzen dira ekipo honen onilera, eta handik flasko biltzaileraino. Eskuarki, jasotako partikulak askotakotarikoa izaten dira: hondarrak, kedar eta errauts hegalaria, landareen polenak, oxido metalikoak, etab. Onila airean denbora luzean egoten denez, paper puskak, zuhaitz-hostoak eta beste ere eror litezke barnera. Hori dela eta, bahe moduko sare bat ezartzen zaio, laginketa tangetan horrelako material ezegokirik ager ez dadin.

BSG kolektorea toki irekian kokatu behar da. Garrantzitsua da kokapenaren inguruan oztoporik ez egotea, material jalkikorrek zailtasunik aurki ez dezan jalkitze-prozesu naturalean. Oro har, onila eta lagin-ontzia plastikozkoak, altzairu herdoilgaitzezkoak edo beirazkoak izaten dira (material inerteak erabiltzen dira, partikulen eta bilketa-tresnen arteko interakzio kimikoak ekiditeko). Ekipo osoaren dimen-

tsioak araututa daude. Adibidez, onil biltzailearen ahoak 30 cm baino gehiagoko diametroa izan behar du, eta 10 cm-ko garaiera. Sistema osoa tripode baten gainean jartzen da. Onilaren ahotik lurzorura gutxienez 120 cm-ko tartea behar da. Hala ere, tresna lurretik gehiago jaso daiteke, beharrezkoa baldin bada (5 m-ko garaiera gainditu gabe).

Laginketa-denbora ez da izaten 30 egun baino laburragoa. Leku beroetan edo udan, materia jasotzeko ontzien barnean disoluzio berezi bat ipintzen da, algak ugaltzea saihesteko: nahikoa da 1 mg/L kobre sulfato disolbatzea, 500-1.000 mL ur destilatutan. Laginketa neguan egiten bada, berriz, ur destilatuan isopropanol pixka bat isurtzen da, ura izoztea ekiditeko.

Behin laginketa eginda, denbora jakin batean bildutako materiaren neurketa grabimetrikoari ekiten zaio; hau da, ontzian jasotakoa iragazi egiten da, fase disolbagarriak eta uretan disolbatu ezin direnak bereizteko, eta iragazkian bildutakoa pisatzen da.

### Saiakuntzako materiala

#### Erreaktiboak eta beste substantzia batzuk

- ✓ Kobre sulfatoa 0,02 N ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -ren disoluzioa prestatu ur destilatuarekin; horretarako, 2,5 g sulfato pentahidrato disolbatu behar da 1 L uretan)
- ✓ Ur destilatua

#### Tresneria

- ✓ BSG kolektorea
- ✓ Bilketa-ontziak. Ontzien edukiera laginketa egin nahi den aroko ohiko plubiometriaren arabera izango da. Erreferentzia gisa, toki lehorretan 10 L-ko ontzi bat erabil daiteke, eta leku euritsuagoetan, berriz, 20 edo 40 L-koak. Eurite handiak izaten diren tokietan, azkenik, are handiagoak.
- ✓ 1 L-ko probeta
- ✓ Hutseko iragazte-sistema
- ✓ Beira-mikrozuntzezko iragazpaperak (Whatman, 1 zk.)
- ✓ Pisaketarako kapsulak, gutxienez 5, bakoitza 100 mL-ko edukiera duena
- ✓ Balantza analitikoa
- ✓ Lehortze-berogailua,  $105 \pm 2$  °C-an jarria

### Material jalkikorrek BSGaren bitartez lagintzeko teknika

1. Bilketa-ontziak garbitu eta lehortu; udan lan egiten bada, isuri ur destilatu pixka bat haietan (500-1.000 mL, flaskoaren edukieraren arabera). Jarri ontzian, edo ontziko ur destilatuan, lehen prestaturiko kobre sulfatoaren disoluzioaren 10 mL. Jakin behar da ezen, laginketa-ontzian gatz hori botata, 25 mg gehitzen dizkiogula, eta bukaerako kalkuluan kontuan izan behar dugu hori.
2. Kaptadorea leku zabal eta garbian kokatu, oztopo nabarietatik urruti. Idatzi koadernoan zer egunetan eta zer ordutan jarri dugun.

3. Ekipoa aurrez erabakitako denboran egongo da aire librean (oro har, 30 egunean).
4. Laginketa-planean ezarritako epea bukatu ostean, onil biltzailean itsatsita gelditu diren partikulak botila barnerantz arrastatu behar dira, ur destilatua erabiliz; tresnaren hormak kontuz garbitu behar dira, beharrezkoa bada ile fineko pintzela erabiliz.
5. Ur-lagina daukan kaptadorea askatu, eta bere tapoiarekin itxi; berehala eraman laborategira, laginaren analisia egiteko.

### Prozedura analitikoa

Iragazpaperak lehorgailuan gordetzen dira, erabili artean. Behar direnean, balantza analitikoan pisatu behar dira, eta emaitzak koadernoan idatzi.

Pisatzeko kapsulak garbitu eta berogailuan lehortzen dira. Lehorgailuan gordetzen dira, eta ur-neurri alikuotekin erabili behar diren unean bertan pisatzen dira; emaitzak idatzi.

Lagina iragaztea:

1. Babes-sareta jarri arren, ohikoa izaten da materia larria agertzea (intsektuak, hosto-puskak, zuhaitz-azal zatiak, ileak, hariak...). Lehenengo, flaskoa astintzen da, barruan daraman ur eta guzti, eta bahetu egiten da, materia larria kentzeko. Materia larri hori baztertu egingo dugu.
2. Lehen aipaturiko iragazpapera erabiliz, bilketa-ontziko ura iragazten da. Horretarako, ontzi barneko ura astintzen da lehendabizi, eta, gero, 1 L-ko probetara isurtzen da, zer ur-bolumen dagoen jakiteko (datu hori garrantzitsua da, eta koadernoan apuntatu behar da). Ur-neurri bakoitza berehala iragazi behar da hutseko ponpa erabiliz. Materia disolbaezinak paperean gelditzen dira; uretan disolbagarriak direnek, aitzitik, iragazkia zeharkatzen dute. Papera betetzen denean eta haren poroak ixten direnean, beste batez ordezkatzeko da, eta aurrekoa Petri kutxa batean gordetzen da.
3. Iragazitako urak, baita garbiketetakoak ere, kitasato baten barnean biltzen dira. Bilketa-ontziaren paretan eta hondoan materia-apurren bat geldituko denez gero, ur pixka bat erabili behar da garbitzeko eta iragazteko. Iragazi ondoren, bildutako ur guztiaren bolumena idatzi behar da, garbiketetako uren bolumena barne.

### Materia jalkikorren frakzioen determinazioa

#### a) Uretan disolbatu ezin den frakzioa (UDEDF)

1. Iragazpaperak lehortze-berogailuan jarri, 105 °C-an, gutxienez ordubetez. Ondoren, lehorgailuan sartu, tenperatura egokitu dadin. Azkenik, paper horiek tresna barnean gordetzen dira, pisatu arte.
2. Iragazpaper bakoitza balantzan pisatu behar da, eta emaitzak idatzi.
3. Laginketa-denboran metaturiko materia disolbaezinaren kantitatea jakiteko, iragazi paper bakoitzak iragazi aurretik zuen pisuaren eta iragazi ondoren duenaren arteko kendura kalkulatu behar da.

b) Uretan disolba daitekeen frakzioa (UDDF)

1. Iragazitako urarekin, 100 mL-ko 5 neurri alikuota prestatzen dira gutxienez. Ur neurriak 100 ml-ko pipetaz hartzen dira. Neurri alikuota horiek aurretik pisaturiko kapsuletan isurtzen dira.
2. Neurri alikuotak berogailuan lehortzen dira, 105 °C-an. Girotzeko, lehorgailura eramaten dira.
3. Giro-tenperaturan, lehorturiko kapsulak pisatzen dira.
4. Materia disolbagarriari dagokion frakzioa ezagutzeko, kapsulen hasierako pisuaren eta bukaerakoaren arteko kendura kalkulatu behar da; horrela, hondakin lehorraren pisua ezagutzen da.

 Emaidzen kalkulua eta adierazpena

UDEF: iragazpaper bakoitzarekin materia-balantzea egin behar da. Horretarako, bukaerako pisuen eta hasierakoaren arteko kenketak egin behar dira; alegia, lehorturiko hondakina duten iragazkien pisuaren eta hasierako paper lehortu eta hutsen pisuaren arteko kenketak. Ondoren, kendura horien guztien batura kalkulatu behar da. Horrela lortzen da BSG -kaptadore jakin batekin eta laginketa-denbora jakin batean bildu den eta uretan disolbaezina den hondakin lehorraren pisua.

UDDF: kapsula bakoitzarekin, aurreko materia-balantzearen antzekoa egin behar da. Kapsula bakoitzaren bukaerako pisua (hondakin eta guzti) eta hasierakoa izango ditugu kontuan. Laginketa-denboran BSGak bildu duen eta uretan disolbagarria den materiaren pisu osoa kalkulatzeko, kendura horien guztien batura kalkulatu behar da. Aldez aurretik, neurri alikuoten emaitza ur-bolumen guztira itzultzen da (BO).

$$UDDF = \frac{P_{ab} \cdot V_o}{100}$$

UDDF	laginketako disolbagarria den materia guztiaren pisua (mg)
$P_{ab}$	neurri alikuota guztien batez besteko pisua (mg)
$V_o$	iragazitako uraren bolumen osoa (mL)

Laginketako materia jalkikor osoaren pisua da frakzio disolbagarriaren eta disolbaezinaren batura, adierazpen honen arabera kalkulatu:

$$MJPO = UDEF + UDDF - 25,0$$

MJPO	materia jalkikorraren pisu osoa (mg)
UDEF	uretan disolbatu ezin den frakzioaren pisu osoa (mg)
UDDF	uretan disolba daitekeen frakzioaren pisu osoa (mg)
25,0	laginketaren hasieran flaskora gehituriko sulfato pentahidratoaren pisua (mg)

Hurrengo urratsean, partikula jalkikorren kontzentrazioa zehaztu behar da. Horretarako, ekuazio hau erabiliko dugu, zeinean kolektorearen aho-diametroa eta laginketa-denbora kontuan hartzen diren:

$$MJK = \frac{MJPO \cdot D^2}{1,273 \cdot 10^6 \cdot t}$$



MJK	materia jalkikorren kontzentrazioa (mg/(m <sup>2</sup> ·egun))
MJPO	materia jalkikorraren pisu osoa (mg)
D	kolektorearen ahoaren diametroa (mm)
t	laginketa-denbora (egun)
1,273·10 <sup>6</sup>	BSG normalizatu baten diametroa/sekzioa erlazioaren zuzenketa-faktorea

## 2.2 Partikula jalkikorren kontzentrazioa (II)

<p>Kodea: <b>Analisia-2</b></p> <p>Jarduera analitikoa: <b>IMMISIOKO PARTIKULA JALKIKORREN KONTZENTRAZIOA ZEHAZTEA, GRABIMETRIAREN ETA BOLUMEN HANDIKO KAPTADOREAREN BITARTEZ</b></p> <p>Metodo analitikoa: <b>Bolumen handiko kaptadorea eta analisi grabimetrikoa</b></p> <p>Analisi mota: <b>immisioa</b></p> <p>Kontsultarako erreferentziak: <b>ISO-DIS 10473</b> <b>EPA – 40 CFR, Pt. 50, App. B</b></p>
--

### Saiakuntzaren funtsa eta helburuak

Egungo arauak BSG kaptadorea bigarren mailara eramán dute, eta, hainbat urtetan eta egoeratan erabili ondoren, immisioko partikula jalkikorren laginketan erreferentziako ekipoa izateari utzi dio (hala ere, oraingoz, oso erabilia da toki askotan, batez ere, ez denean beharrezkoa analisiaren emaitza arauaren arabera ziurtatzea). Orain, 10 µm-ko diametroa edo handiagoa duten partikulak atzemateko, bolumen handiko kaptadoreak erabiltzen dira (BHK), iragazkian berariazko paper bat ezarriz. BSGan oinarrituriko metodoarekin alderatuz, abantaila nabarmenak ditu BHKk:

- ✓ Askoz denbora-tarte laburragoa behar da nahiko esanguratsua den lagin bat hartzeko (ordu gutxi batzuekin nahikoa izaten da).
- ✓ Materia desegoki gutxiago agertzen da.
- ✓ Analitoxa iragazpaperean gelditzen da bahituta; eta iragazpapera 10 edo 20 L-ko laginketa-flaskoa baino errazago maneiatzen da.
- ✓ Azkenik, grabimetria bada ere, laginketaren ondorengo analisia asko errazten da.

BHK toki zabal eta garbian kokatu behar da, hurbilean inolako oztoporik ez duela. Askotan, BHKk leku finkoetan ezartzen dira. Tresna hauetan, emari-ponparen bitartez, laginketa egiten den tokian iragazitako aire-kantitatea aukeratu daiteke. Oro har, 2-3 h-ko laginketa-denbora eta 30-60 m<sup>3</sup>/h-ko emaria nahikoa izaten dira grabimetriaren emaitza detektagarria izan dadin. Airean materia jalkikorraren kontzentrazioa txikia denean, laginketa-denbora 24 h-raino luza daiteke.

### ■ Saiakuntzako materiala

- ✓ BHK laginak hartzeko
- ✓ Beira-mikrozuntzeko iragazpaperak (Whatman, GF<sup>1</sup>)
- ✓ Pisaketarako kapsulak
- ✓ Balantza analitikoa
- ✓ Lehortze-berogailua,  $105 \pm 2$  °C-an jarria

### ■ Materia jalkikorra BHKren bitartez lagintzeko teknika

Materia jalkikorra BHKren bitartez lagintzeko teknika

1. Beira-mikrozuntzeko iragazpapera (Whatman GF motakoa) lehortze-berogailuan sartu behar da,  $105 \pm 2$  °C-an, gutxienez ordubetez, hezetasuna kentzeko. Gero, paper hori lehorgailura eraman behar da, girotu arte. Ondoren, kapsula eta papera elkarrekin pisatu behar dira balantza analitikoan; emaitza koadernoan idazten da ( $P_{kp}$ ). Hori guztia egin ondoren, papera eta kapsula lehorgailuaren barnean uzten dira, erabiltzeko unea iritsi arte.
2. BHK leku garbian kokatu, oztopo nabarietatik urruti. Idatzi eguna eta ordua. Gasometroaren laginketa-hasierako irakurketa ere idatzi behar da. Horiez guztiez gain, komeni da laginketak iraun duen bitarteko egoera meteorologikoaren ezaugarriak ere idaztea. Ekipoa martxan jartzeko unea iristen denean, ponpa erregulatu behar da. Horretarako, eta lan-metodo honen detekzio-mugak kontuan izanda, kontzentrazioak 1 eta  $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$  artean egon behar du. Ezin da ahaztu laginketa egiteko behar izan den denbora, funtsezkoa baita ondorengo kalkuluetarako. Laginketako kondizioak direla eta, askotan, aldez aurretik proba batzuk egitea komeni izaten da, dira ekipoa ongi menperatzeko. Hala eta guztiz ere, oinarritzko erreferentzia gisa,  $30\text{-}40 \text{ m}^3/\text{h}$ -ko emaria eta 4-6 h-ko laginketa-denbora nahikoa izaten da gehienetan.
3. BHKren iragazki-euskarrian papera ezarri, arretaz erdiratu, eta, ainerik ez galtzeko, eustorlojua ongi estutu. Laginketa-parametroak finkatu ostean, laginketa hasten da. Laginketa amaitu arte, kaptadorea mugitzea eta maneiatzea ekidin behar da.
4. Aurreikusitako denbora igarotakoan, ponpa geldiarazi behar da, eta matxardaren laguntzaz iragazpapera kanpora atera, berehala pisatze-kapsulan jasotzeko.
5. Grabimetria lehenbailehen egin behar da; izan ere, papera garraiatu eta maneiatu bitartean hezetzea saihestu behar da.

### ■ Prozedura analitikoa

1. Laborategian, iragazpapera daukan kapsula lehortze-berogailura eraman behar da, eta  $105$  °C-an mantendu behar da gutxienez ordubetez, ongi lehor dadin. Gero, lehorgailuan girotzen eta jasotzen da, pisatu arte.
2. Determinazio grabimetrikoa egitea oso erraza da. Balantza analitikoa erabiliz, berriro pisatzen dira kapsula eta papera, biak batera ( $P_{kpl}$ ).

<sup>1</sup> Whatmann GF iragazpapera beira-zuntzekoa da, eta askotan erabiltzen da aireko partikulen analisi grabimetrikoan.

## ■ Emaizten kalkulua eta adierazpena

Laginketa-denboran ponpatutako emaria eta laginketa-denbora jakinda, honela kalkulatzen da harturiko airearen emaria:

$$V = Q \cdot t$$

$V$	laginduriko airearen bolumena ( $m^3$ )
$Q$	ponparen emaria ( $m^3/h$ )
$t$	laginketa-denbora (h); normalean, 24 h

Egindako bi pisaketen arteko kendura da laginketa-denboran iragazkian atzemandako materia solido jalkikorraren pisua ematen du (pisuaren mg-tan edo  $\mu g$ -tan neurtzen da):

$$P_l = P_{kpl} - P_{kp}$$

$P_l$	laginaren pisua ( $\mu g$ )
$P_{kp}$	kapsula eta paperaren pisua, laginketa egin aurrekoa ( $\mu g$ )
$P_{kpl}$	kapsula eta paper lehortuaren pisua, laginketa egin ondorengoa ( $\mu g$ )

Laginketaren pisu hori laginketa-denboraren eta emariaren arabera egokitu behar da:

$$MJK = \frac{24 \cdot P_l}{V \cdot t}$$

MJK	materia jalkikorraren kontzentrazioa ( $\mu g/(m^2 \cdot egun)$ )
24	laginketa-denboraren bihurketa (orduak egun bihurtzeko)

## 2.3 PM-10 partikula esekien kontzentrazioa

Kodea: **Analisa-3**

Jarduera analitikoak: **IMMISIOKO PM10 PARTIKULA ESEKIEN KONTZENTRAZIOAREN DETERMINAZIOA, GRABIMETRIA ETA BOLUMEN TXIKIKO KAPTADOREA ERABILIZ**

Metodo analitikoak: **Bolumen txikiko kaptadorea eta analisi grabimetrikoa**

Analisi mota: **immisioa**

Kontsultarako erreferentziak: **UNE-EN 12341:199**  
**EPA – 40 CFR, Pt. 50, App. J**

## ■ Saiakuntzaren funtsa eta helburuak

PM<sub>10</sub> multzoko partikulen diametroa 10 µm baino txikiagoa da. Materia mota hau denbora-tarte luzean egon daiteke esekiduran, eta jatorrizko isurketa-puntuetatik oso urrun garraia daiteke. Euriteen eta elurteen eraginez, partikula horiek erraz iristen dira lurrera, ur-tantek eta kristaltxoek arrastatzen baitituzte. Lurraren aurka ez ezik, beste oztopo batzuen aurka ere egin dezakete talka, eta, orduan, talka-gainazaletan adsorbatzen dira (zuhaitzen hostoetan, eraikinen fatxadetan, mendi-malkarretan, eta abarretan). Aireko materia solidoaren frakzio horren konposizio kimikoa oso aldakorra da: metalen oxidoak, polena, oso ale fineko hauts ez-organikoa, ikatz-hautsa, errekontza-prozesuetan askaturiko kalibre txikiko kedarrak, etab.

Erazz arnasten dira partikula horiek, eta eragin handia dute pertsonen osasunean. Talde horretako partikula handienek goi-arnasbideetan itsasteko joera dute; txikiak, berriz, barneko organoetara ere irits daitezke, bai eta, molekulak izango balira bezala, zelulen barnera sartu ere (diametroa 0,1 µm-koa baino txikiagoa dutenak). Tamaina-tarte zabal horretan, hiru partikula mota bereizten dira:

- ▶ **Partikula torazikoak:** 10 µm baino txikiagoak, laringea gurutzatzeko ahalmena dute.
- ▶ **Partikula arnagarriak:** 2,5 µm baino txikiagoak, ziliarik gabeko arnasbideak zeharkatzeko gauza dira.
- ▶ **Aitkenen nukleoak:** 0,1 µm baino txikiagoak, odol-fluxura irits daitezke.

Generikoki, *partikula esekiak* edo *materia esekia* deritza talde osoari. Airearen kalitatea ebaluatzeko, ezinbestekoa da talde horrek ingurune atmosferikoan (immisioan) zer kontzentrazio duen jakitea. Gainera, oinarrizko parametro bat izaten da aire-kalitatea neurtzeko erabiltzen diren adierazle gehienetan, (adierazle hauek administrazioek kudeatzen dituzte, hirietan bereziki). Laginketa-ekipoak 0,1 µm-ko diametroa baino txikiagoa duen materia esekia xurgatzen du (bolumen txikiko kaptadoreak ere balio du determinazioa egiteko), eta iragazpaperean itsasten da. Lagina tratatzeko, hainbat analisi-prozedura garatu dira. Kasu honetan, grabimetriaren bitartez egiten da analisisa; oso teknika erraza eta hedatua da, eta horrexegatik jasotzen dute egungo arauak. Haren detekzio-muga 50 µm/m<sup>3</sup> inguru da.

## ■ Saiakuntzako materiala

- ✓ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK)
- ✓ Beira-mikrozuntzeko iragazpapera (Whatman, 12 zk.)
- ✓ Pisatzeko kapsulak
- ✓ Balantza analitikoa
- ✓ Lehortze-berogailua, 105 ± 2 °C-an jarria

## ■ Materia esekiaren laginketa-teknika BTKren bitartez

1. Pisatze-kapsula eta 12 zenbakiko Whatman iragazpapera lehortze-berogailura sartu, 105 °C-an, gutxienez ordubetez, hezetasuna kentzeko. Gero, lehorgailura eraman, girotu arte. Azkenik, biak batera pisatu balantza analitikoan, eta emaitza ( $P_{kp}$ ) koadernoan idatzi. Iragazpapera eta kapsula lehorgailuaren barnean gordetzen dira, erabili arte.

2. BTK toki zabal eta gertian kokatu behar da, oztopoetatik urruti. Kokatze-eguna eta ordu zehatza ere idatzi behar dira koadernoan, bai eta gasometroaren bilketa-hasierako irakurketa ere. Horiez gain, komeni da laginketak irauten duen bitarteko egoera meteorologikoaren ezaugarriak ere jasotzea. Ponpa 2-3 m<sup>3</sup>/egun-ko emaria xurgatzeko moduan jarri (1,5-3 L/min). Laginketa-denbora 24 ordu izango da, gutxienez. Hala ere, aldez aurretik saiakuntza bat eginez gero, parametro horien guztien balio egokiak zehaztu ditzakegu. Edonola ere, tokiko beharren arabera aldatzen dira parametro horiek; izan ere, laginketako kondizio teknikoek ahalik eta hoberenak izan behar dute, lagin adierazgarri bat eta detekzio-mugen artean dagoena lortzen dela bermatzeko.
3. BHKren iragazki-euskarrian papera ezarri, arretaz erdiratu, eta, ainerik ez galtzeko, heltze-torlojua ongi estutu. Laginketa-parametroak finkatu ostean hasten da laginketa. Une horretatik aurrera, eta laginketa amaitu arte, kaptadorea mugitzea eta maneiatzea ekidin behar da (ikus 10. irudia).
4. Aurreikusitako denbora igarotakoan, ponpa geldiarazi behar da, eta matxardaren laguntzaz iragazpapera kanpora atera, berehala pisatze-kapsulan jasotzeko.
5. Grabimetria lehenbailehen egin behar da; izan ere, papera garraiatu eta maneiatu bitartean hezetzea saihestu behar da (lehorgailuaren barnean jaso daiteke analisiak egiteko erabiltzen ari ez den bitartean).



10. irudia. BTKren iragazki-kutxa.

#### ■ Prozedura analitikoa

1. Laborategian, kapsula (bere barnean iragazpapera daramana) lehortze-berogailura eraman behar da, eta 105 °C-an mantendu behar da, gutxienez ordubetez, ongi lehor dadin. Gero, lehorgailuan girotzen eta jasotzen da, pisatu arte.
2. Determinazio grabimetrikoak ez du inolako zailtasunik. Grabimetria egiteko, kapsula eta materia itsatsia duen papera berriro pisatzen dira ( $P_{kpl}$ ), biak batera, balantza analitikoa erabiliz.

## ■ Emaizen kalkulua eta adierazpena

Ponpak laginketa-denboran ponpatu duen emaria eta laginketa-denbora jakinda, harturiko airearen emaria honela kalkulatzen da:

$$V = Q \cdot t$$

$V$	laginduriko airearen bolumena (m <sup>3</sup> )
$Q$	ponparen emaria (m <sup>3</sup> /h)
$t$	laginketa-denbora (h), eskuarki 24 h

Egindako bi pisaketen arteko kendurak ematen du laginketa-denboran iragazkian atzeman diren PM-10 motako partikula esekien pisua (pisuaren unitatea mg edo µg izan daiteke determinazioan):

$$P_l = P_{kpl} - P_{kp}$$

$P_l$	laginaren pisua (µg)
$P_{kp}$	kapsularen eta paperaren pisua (µg), laginketa egin aurrekoa
$P_{kpl}$	kapsularen eta paper lehortuaren pisua (µg), laginketa egin ondorengoa

Laginketaren pisu hori laginketa-denboraren eta emariaren arabera egokitu behar da:

$$PM - 10 = \frac{24 \cdot P}{V \cdot t}$$

$PM-10$	partikula esekien kontzentrazioa (µg/(m <sup>3</sup> ·egun))
24	laginketa-denboraren bihurketa (orduak egun bihurtzeko)

## 2.4 Ke beltzaren indizearen determinazioa

Kodea: **Analisa-4**

Jarduera analitikoak: **AIREKO KE BELTZAREN INDIZEAREN DETERMINAZIOA, TEKNIKA ERREFLEKTOMETRIKOA ETA BOLUMEN TXIKIKO KAPTADOREA ERABILIZ**

Metodo analitikoak: **Bolumen txikiko kaptadorea eta analisi erreflektometrikoa**

Analisi mota: **immisioa**

Kontsultarako erreferentziak: **UNE-EN 12341**

## ■ Saiakuntzaren funtsa eta helburuak

PM-10 deritzen tamaina txikiko partikula esekietan, hainbat jatorri eta ezaugarritako materia aurkitzen da: errekontza-prozesuetan sorturiko kedarrak, tamaina txikiko ikatza (nekez jalkitzen dena), hirietako ibilgailuen motorretako errekontza okerretan aireratutako partikulak, mikroerrautsak, etab. Partikula horiek guztiek argia xurgatzen dute, eta fenomeno hauek eragiten dituzte, besteak beste: suteen ondorioz atmosfera belztea, etxeetako fatxadetan eta teilatuetan kedarra metatzea, etab. Partikula horiek *ke normalizatu* (KN) deritzon azpitaldea osatzen dute, eta *ke normalizatu ke beltzaren indizearekin* neurtzen da.

Erreflektometria analisi-metodo optiko bat da. Islakortasunaren edo erreflektantziaren neurketan oinarritzen da. Laginketa egitean iragazpaperean itsatsita gelditu diren partikulen orbanak argia islatzen du, eta erreflektometroaren bitartez neurtzen da islakortasun edo erreflektantzia hori. Hala, iragazpaperearen belztura maila neurtzen da. Horretarako, paperera argi sorta bat helarazten da, eta islaturiko argia belztura mailaren arabera, gutxiago edo gehiago) detektagailura iristen da (tresna optiko horren osagai fotosentikorrera). Fotoien energia korrante elektrikoa bihurtzen da, eta azken horren intentsitatea amperometroaren bidez neurtzen da. Atzemandako partikulen kontzentrazioa zenbat eta handiagoa izan, orduan eta handiagoa da belztura, eta orduan eta argi gutxiago islatzen da.

Erreflektometroa erabili behar den guztietan kalibratu behar da. Tresna horrekin egindako neurketan oinarrituta ( $I$ ), papereko orbanaren *absorbantzia* (BA) ondoriozta daiteke, ekuazio honen bidez:

$$BA = 100 - I$$

non  $I$  erreflektometroarekin neurtutakoa baita (alegia, islakortasuna). Datu horretatik abiatuz, patroizuzenari hel dakioke, eta *gain-azaleko kontzentrazioa* ( $C_A$ ) vs *absorbantzia* ( $A$ ) taula berariazkoei ere bai; oro har, horrelako taulak (edo  $C_A$  vs  $I$ ) ekipa analitikoaren ekoizleek eskaintzen dituzte.

## ■ Saiakuntzako materiala

- ✓ Erreflektometroa
- ✓ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK)
- ✓ 1 zenbakiko beira-mikrozuntzeko Whatman iragazpapera, 2,54 cm-koa (beste diametro batzuetakoak ere erabil daitezke, baina, orduan, determinazioaren bukaerako emaitza moldatu egin behar da; gidoi honen amaieran azaltzen da nola egin behar den moldaketa hori)
- ✓ Petri kutxak

## ■ Materia esekia BTKren bitartez lagintzeko teknika

1. BTK toki zabal eta garbi batean kokatu, oztopoetatik ongi bereizirik. Idatzi koadernoan ekipoa zer egunetan eta ordutan kokatu dugun, bai eta gasometroaren bilketa-hasierako irakurketa ere. Horiez gain, komeni da laginketak irauten duen bitarteko ezaugarri meteorologikoak jasotzea ere. Jarri ponpa 2-3 m<sup>3</sup>/egun-ko emaria xurgatzeko moduan (1,5-3 L/min). Laginketa-denbora 24 ordu izango da, gutxienez. Hala ere, alde zurretik saiakuntza bat eginez gero, parametro horien guztien balio egokiak zehaztu ditzakegu. Edonola ere, tokiko beharren arabera aldatzen dira parametro horiek; izan ere, laginketako kondizio teknikoek ahalik eta hobereenak izan behar dute, lagin adierazgarri bat eta detekzio-mugen artean dagoena lortzen dela bermatzeko.

2. BHKren iragazki-euskarrian papera ezarri (Whatman, 1 zk.), arretaz erdiratu, eta, aieririk ez galtzeko, heltze-torlojua ongi estutu. Laginketa-parametroak finkatu ostean hasten da laginketa. Une horretatik aurrera, eta laginketa-prozesua amaitu arte, kaptadorea mugitzea eta maneiatzea ekidin behar da.
3. Aurreikusitako denbora igarotakoan, ponpa geldiarazi behar da, eta matxardaren laguntzaz iragazpapera kanpora atera, berehala Petri kutxa garbi batean jasotzeko. Kutxa horretan egongo da, analisi erreflektometrikoa egin arte.

### Prozedura analitikoa

#### Erreflektometroaren kalibrazioa

1. Piztu baino lehenago, 0-n jarri behar da erreflektometroa, doitze-potentiometroa erabiliz.
2. 0-n dagoela, tresna piztu eta orekatu arte itxaron (tresna bakoitzak bere denbora behar du horretarako; datu hori ekoizleak ematen du).
3. Irakurgailua erreflektometroaren lauzaren eremu zurian erdiratu behar da; orduan, irakurketa 100-era doitzen da.
4. Azkenik, kalibrazioaren kalitatea ikusteko, lauzaren eremu uherrera bideratzen da tresnaren burua; tresnak irakurtzen duena eta puntu horri dagokion balioa alderatu behar dira (ezin da egon  $\pm 0,5$  baino desbideratze handiagorik).

#### Absorbantzia kalkulatzeko

1. 1 zenbakiko Whatman iragazpaper garbia lauzaren eremu zuri gainean jarri. Gero, irakurgailua paperera zuzentzen da, 100era doitzeko.
2. Ondoren, paper garbia kendu behar da, eta laginketan erabilitako papera kokatu toki berean; irakurgailuaren burua ahalik eta erdiratuen jarri behar da orbanarekiko. Erreflektometroarekin neurtutakoa koadernoan idazten da (*I*).

### Eraitzen kalkulua eta adierazpena

Ponpak laginketa-denboran ponpatu duen emaria eta laginketa-denbora jakinda, harturiko airearen emaria honela kalkulatzen da:

$$V = Q \cdot t$$

<i>V</i>	laginduriko airearen bolumena (m <sup>3</sup> )
<i>Q</i>	ponparen emaria (m <sup>3</sup> /h)
<i>t</i>	laginketa-denbora (h), eskuarki 24 h

Lagindutako airea iragazi duen iragazpaperaren azalera (*A*) funtsezko datua da erreflektometrian. Oro har, 2,54 cm-ko diametroa duten paperak erabiltzen dira. Saiakuntza honen hasieran aurkezturiko formularen arabera kalkula daiteke absorbantzia (*A*). *I* eta *A* datuekin, erreflektometroaren fabrikatzaileak emandako taula erabiliz, iragazpaperaren gainean atzemandako partikulen kontzentrazioa zein den jakin daiteke (*C<sub>A</sub>*, µg/cm<sup>2</sup>-tan). Azkenik, kontzentrazio horretatik abiatuz, aireko ke normalizatuaren (*KN*) kontzentrazioa kalkula daiteke, ekuazio honekin:



$$C_{KN} = \frac{C_A \cdot A}{V}$$

$C_{KN}$	Ke normalizatu deritzon azpitaldeko partikulen kontzentrazioa airean ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )
$A$	iragazpaperaren azalera ( $\text{cm}^2$ )
$C_A$	iragazpaperaren gainean atzemandako partikulen kontzentrazioa ( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )

Beste diametro normalizaturen bateko iragazpaperak erabiltzen baldin badira, zuzenketa hau aplikatu behar zaio kalkulaturako  $C_{KN}$ -ri:

- ✓ 5,08 cm-ko diametroko iragazpapera →  $C_{KN}$  bider 0,92
- ✓ 10,16 cm-ko diametroko iragazpapera →  $C_{KN}$  bider 0,80

## 2.5 Sufre dioxidoaren kontzentrazioa

Kodea: **Analisia-5**

Jarduera analitikoa: **IMMISIOKO SUFRE DIOXIDOAREN KONTZENTRAZIOAREN DETERMINAZIOA**

Metodo analitikoa: **Bolumen txikiko kaptadorea eta torinaren metodoa**

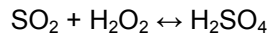
Analisi mota: **immisioa**

Kontsultarako erreferentziak: **UNE 77203/1993**  
**ISO 4221/1980**  
**ISO/FDIS 10489/2004**

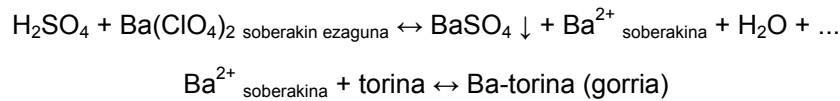
### Saiakuntzaren funtsa eta helburuak

Kutsatzaile atmosferiko garrantzitsuenetako bat da  $\text{SO}_2$ -a, hirietan zein industrialdeetan isurtzen delako, eta batzuetan, gainera, kantitate handi eta osasunerako arriskutsuan. Lehen mailako kutsatzailea da, hainbat errekuntza-prozesutan sortzen dena; erregai gehienek, gutxiago edo gehiago, sufrea izaten dute beren konposizioan. Sufre hori, behin airera iritsita, lurzorura erortzen da, edo, bestela, materia solido jalkikorreko eta aerosoletako partikulek adsorbatzen dute eta materialei itsasten zaie jalkitze lehorraren ondorioz. Bestalde, baliteke aireak distantzia luzez garraiatzea ere, eta garraio horretan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bilakatzea (dioxido kantitate txiki bat  $\text{H}_2\text{SO}_3$  bilaka liteke); ondoren, lurrera edo uretara itzultzen da, euri azido gisa. Euri kutsatu horrek ingurumenean kalte larria egiten du. Bereziki, zenbait ingurune azidotzen ditu: nekazaritza-lurrak, basoak, akuiferoak, lurrazaleko ingurune hidrikoak, lurzoruak, eraikuntza-materialak... Gainera, pertsonen eta beste izaki bizidunen osasunerako ere oso kaltegarria da. Europako azken direktibek gas honen isurketak murriztea bultzatzen dute.

$\text{SO}_2$ -a erraz lagintzen da BTK erabiliz (Europako Batasunaren erreferentzia-metodoak BHK hobesten du horretarako, denbora gutxiagoan lorturiko laginak kalitate hobekoak baitira). Gasa  $\text{H}_2\text{O}_2$ -aren disoluzio oso oxidatzaile eta azidotu batetik pasaratzen da, burbuilak eraraziz; horrela, pH-a alde aurretik finkatua egonik,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bihurtzen da, erreakzio honi jarraituz:



Gero, sorturiko azido sulfurikoari  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ -arekin erreakzionarazten zaio,  $\text{BaSO}_4$  gatza lortu arte; gatz hori disoluzioan hauspeatzen da. Disoluzio horretako  $\text{Ba}^{2+}$ -aren soberakinak torinarekin<sup>2</sup> erreakzionatzen du, eta konplexu gorrixka bat sortzen. Konplexu horren ondorioz, disoluzioa gorritu egiten da. Espektrofotometro baten bitartez, emaitzaren kolorearen intentsitatea neurtu daiteke, espektro elektromagnetikoaren tarte ikusgaiaren (520 nm):



Aireko  $\text{SO}_2$ -aren kontzentrazioa zehazteko, onura handiak ditu espektrofotometria ikusgaiaren bidez egiten den torinaren metodo kolorimetrikoak iraganean erabilitako beste metodo analitikoaren aldean, sufre dioxidoaren kontzentrazio baxuak neurtzeko aukera ematen baitu (0,01 ppm-ko ingurukoak). Kolorimetriaren bidez, argiaren absorbantzia neurtzen da uhin-luzera egokian. Absorbantzia disoluzioko kontzentrazioarekin erlazionatzen da eta aire-laginean dagoenarekin.

### Saiakuntzako materiala

#### Erreaktiboak eta beste substantzia batzuk:

- ✓ Ur desionizatua eta destilatua
- ✓ Hidrogeno peroxidoa, disoluzioan % 30eko masa-ehunekoa duena<sup>3</sup>
- ✓ Azido perklorikoa,  $\text{HClO}_4$ , disoluzioan % 72ko masa-ehunekoa duena
- ✓ Bario perkloratoa,  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$
- ✓ Sodio hidroxido komertziala,  $\text{NaOH}$
- ✓ Torina
- ✓ Dioxanoa<sup>4</sup>

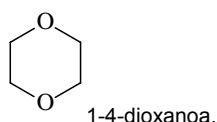
#### Tresneria:

- ✓ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK) (burbuila-garbigailuaren tutuak  $\text{SO}_2$ -a lagintzeko egokia izan behar du, barreiagailurik gabea)
- ✓ 1 zenbakiko Whatman iragazpapera
- ✓ Espektro ikusgairako espektrofotometroa, kubeta eta guzti

<sup>2</sup> Torina: 1-(0-arsenofenil-azo)-2-naftol-3-6-disulfonato sodikoa.

<sup>3</sup> Immisioko kutsadura-egoeren hainbat ebaluazio egiteko, ur oxigenatu komertziala, % 20tik %30era bitarteko kontzentrazioa izaten duena, nahiko egokia izaten da saiakuntzak egiteko (% 20koak bermatzen du  $\text{SO}_2$  guztia oxidatzea  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bilakatu arte).

<sup>4</sup> Dioxanoa: sei osagaiko dieter ziklikoa:



- ✓ 250 µL-ko mikropipeta
- ✓ 100 mL-ko 10 matraze aforatu
- ✓ 5 eta 10 mL-ko pipeta graduatuak

### ■ Disoluzioen prestaketa

Kontuz, erreaktibo hauek arretaz erabili behar dira eta:

- ✓ Azido perklorikoa (leherkorra da materia organikoarekin kontaktuan dagoenean)
- ✓ Bario perkloratoa
- ✓ Dioxanoa
- ✓ Torina

Disoluzioak prestatzeko Milli-Q motako ura erabiltzen bada, saiakuntzaren kalitatea hobetzen da. Behar diren disoluzioak prestatzeko, ondoko prozedurei jarraitu behar zaie:

#### ▶ Azido perklorikoaren disoluzioak

- D1. Azido perklorikoa, disoluzioan % 72ko masa-ehunekoa duena. Perklorikoa gas-kanpaiaren azpian disolbatzen da ur destilatuan, eta kontu handiz, leherketa saihesteko.
- D2. Azido perklorikotan 0,1 M den disoluzioa. D1 disoluzioaren 4,3 mL hartu 500 mL-ko matraze aforatu batean, eta ur destilatua erantsi, arrasean jarri arte.
- D3. Azido perklorikotan 0,01 M den disoluzioa. D2 disoluzioaren 25 mL pipetaz hartu matraze aforatu batera, eta ur destilatua erantsi, 250 mL-an arrasean jarri arte.

#### ▶ SO<sub>2</sub>-arentzako disoluzio biltzailea

- D4. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> % 30 (masa-ehunekoa) disoluzioa.
- D5. SO<sub>2</sub>-arentzako disoluzio biltzailea. D4 disoluzioaren 10 mL pipetaz hartu, eta 1.000 mL uretan disolbatu. Disoluzio horren pH-a doitu behar da, 4,0 eta 4,5 tartean egon dadin; horretarako, D2 disoluzioaren kantitate txikiak gehitzen zaizkio tantaka (HClO<sub>4</sub> 0,1 M). pH-a pH-metroarekin neurtu behar da (ez erabili tintaroi-paperik)<sup>5</sup>.

#### ▶ Perkloratoaren disoluzioak

- D6. Ba(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>-aren disoluzioa. Disolbatu 0,525 g bario perklorato D3 disoluzioaren bolumen txiki batean (mililitro batzuetan). Ondoren, 250 mL-ko matraze aforatura eramanean, eta erantsi azido hori bera (D3), arrasean jarri arte<sup>6</sup>.
- D7. Ba(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>-aren disoluzioa, dioxanotan. D6 disoluzioaren 10 mL hartu, eta 40 mL uretan disolbatzen dira. Gero, 1.000 mL-ko matraze aforatura eramanean da, eta dioxanoa erantsen zaio, arrasean jarri arte<sup>7</sup>.

<sup>5</sup> Disoluzio horren bizitza hilabete batekoa da, hozkailuan gordetzen bada.

<sup>6</sup> % 57,3ko HClO<sub>4</sub>-a erabiltzen bada, 5,4 mL azido hartuko dira, eta 500 mL-an jarriko dira arrasean.

► **Sulfato-disoluzio patroiak prestatzea**

- D8. NaOH 0,5 M disoluzio baloratua. Hartu NaOH komertziala, eta, haren kontzentrazioaren arabera, kalkuluak egin 500 mL disoluzio prestatzeko, disolbatzailea ura izanik; gero, kontzentrazio zehatza jakiteko, potasio ftalato azidoaren patroia batekin baloratzen da. Haren kontzentrazioa 0,5 M inguru izango da.
- D9. 0,500 M den sulfato-disoluzio patroia. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> % 98 (masa-ehunekoa) disoluzioaren 28 mL hartu, eta 1 L uretan disolbatu. D8 disoluzioarekin baloratzen da berehala, kontzentrazio zehatza ezagutzeko. Sulfato-disoluzio patroia honen 1 mL (kontzentrazioa 0,500 M dela jota) SO<sub>2</sub>-aren 32 mg-ren baliokidea da.
- D10. 0,125 M den sulfato-disoluzio patroia. D9 disoluzioaren 25 mL pipetaz hartu, eta uretan diluitu 1.000 mL-an arrasean jartzeraino; disoluzio berri horren 1 mL-k 800 µg SO<sub>2</sub> dauzka.
- D11. 0,00125 M den sulfato-disoluzio patroia. D10 disoluzioaren 10 mL pipetaz hartu, eta uretan diluitu 1.000 mL-an arrasean jartzeraino; disoluzio berri horren 1 mL-ek 80 µg SO<sub>2</sub> dauzka.

► **Disoluzio adierazlearen prestatzea**

- D12. Torinaren 2,5 g/L disoluzioa. Balantza analitikoarekin, pisatu 0,125 g torina, eta disolbatu 20 mL D11-tan. Ondoren, 50 mL-ko matrize aforatu batetara eraman, eta urara gehitu, arrasean jarri arte<sup>8</sup>.

 **Laginak hartzea**

Laginak hartzen hasi baino lehen, gasometroaren neurketa koadernoan idatzi behar da, eta, horrekin batera, laginketa zehatz zer egunetan eta ordutan hasi den ere bai.

Burbuila-garbigailua arretaz garbitu behar da, eta disoluzio biltzaile pixka batekin pasatu. BTKren burbuila-garbigailuan, 100,0 mL disoluzio biltzaile sartu; iragazki-kutxan, papera ezarri; eta laginketa-ekipoaren ponpa martxan jarri, emari handia aukeratuta. Tenperatura eta presio atmosferikoa neurtu, eta koadernoan idatzi.

Oro har, dioxidoren kontzentrazioa kalibrazio-zuzenaren barnean egon dadin, nahikoa izaten da 2 h-ko laginketa bat egitea (kalibrazio-zuzena marra bat da, sulfato-disoluzio patroien bidez prestatzen dena; aurre-rago azaltzen da). Prozesua bukatutzat ematen denean, gasometroaren irakurketa berria koadernoan idatzi. Horrela, burbuila-garbigailua zeharkatu duen airearen bolumena zehatz jakingo dugu. Burbuila-garbigailuaren barruan likidorik galdu baldin bada, D5 disoluzio biltzailea gehitu, 100,0 mL-an arrasean jartzeraino.

Lehenengo saiakuntzan kontzentrazioa kalibrazio-zuzenetik kanpora gelditzen dela ikusten bada, laginaren disoluzio egokia prestatzen da hurrengo saiakuntzak egiteko. Baina, aitzitik, SO<sub>2</sub>-aren kontzentrazioa txikiegia baldin bada, eta, beraz, ezin bada kalitatezko analisirik egin, beste laginketa bat egin behar da nahitaez, laginketa-denbora luzatuta. Koadernoan idatzi laginketako kondizioak, eta laginketa-bukaerako tenperatura eta presio atmosferikoa ere bai.

<sup>7</sup> Dena den, 250 mL soluzioarekin nahikoa baldin bada (laurdena), 2,50 mL Ba(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> hartuko dira, 10 mL uretan diluituko dira, eta 250 mL-an arrasean jarriko dira dioxanoarekin.

<sup>8</sup> Torina-disoluzioa egunero prestatu behar da beharrezkoa denean. Edonola ere, inoiz ez da erabiliko aste bat baino zaharragoa den disoluziorik.

■ Prozedura analitikoa

Kalibrazio-zuzena

- ▶ **Sulfato-disoluzio patroiak:** 0,00125 M den disoluzioa (D11) oinarri hartuta, sulfato-disoluzio patroien segida bat prestatu behar da, 100 mL-ko matrazeetan. Horretarako, bolumen hauek disolbatu behar dira ur destilatutan, matrazeetan arrasean jarrita: 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 7,0, 8,0, 9,0 eta 10,0 mL. Kalibrazio-zuzena egiteko, komeni da disoluzio horiek guztiak prestatzea, zuzena marrazteko garaian puntu bat baino gehiago ezabatu behar izaten baita gehienetan. Metodo hau oso sentikorra da (akats txikiek ondorio handiak dituzte), eta kontuan izan behar da erabiltzen den uraren kalitateak oso eragin handia duela analisi-prozesu osoan. Patroi multzo hori erabiltzen da, eta hauek dira patroien SO<sub>2</sub>-kontzentrazioak, hurrenez hurren: 0,8, 1,6, 2,4, 3,2, 4,0, 4,8, 5,6, 6,4, 7,2 eta 8,0 µg/mL.
- ▶ **Zuria:** zuriak ez dauka sulfatorik (beraz, SO<sub>2</sub>-rik gabea da). disoluzio hori 100 mL-ko matraxe aforatu batean prestatzen da. Horretarako, matraxean, 4,0 mL D5 disoluzio isurtzen dira; horri, 10,0 mL D7 disoluzio gehitzen zaizkio, eta 0,25 mL D12 disoluzio ere bai. 100 mL-ko matraxean, ura gehitzen zaio arrasean jarri arte. Kolorimetroan, zuri honek du absorbantzia-maila handiena. Torina-disoluzioa oso ahula da, eta, prestatu ostean, haren egonkortasuna ezin da bermatu 30 min baino gehiagoz. Horregatik, D12 disoluzioa azken unean nahasten da zuriaren beste osagaiekin; hau da, neurketa kolorimetrikoa egin behar den unean berean nahasten da, eta ez lehenago.

5. taulan, patroietako eta zuriko SO<sub>2</sub>-aren kontzentrazio baliokideak ikus daitezke.

<i>Soluzioa</i>	<i>D11 kantitatea (mL)</i>	<i>SO<sub>2</sub>-kontzentrazioa (µg/mL)</i>
Zuria	0,0	0,0
1. patroia	1,0	0,8
2. patroia	2,0	1,8
3. patroia	3,0	2,4
4. patroia	4,0	3,2
5. patroia	5,0	4,0
6. patroia	6,0	4,8
7. patroia	7,0	5,6
8. patroia	8,0	6,4
9. patroia	9,0	7,2
10. patroia	10,0	8,0

5. taula. Zuriko eta patroietako SO<sub>2</sub>-kontzentrazioak.

### Kolorearen garapena sulfato-disoluzio patroietan

Lehenago prestatu disoluzio patroia bakoitzetik 4,0 mL hartu behar dira, eta 100 mL-ko matrize aforatuetan jarri. Gero, matrize bakoitzean 10,0 mL D7 disoluzio isuri behar dira, eta, azken unean, 0,25 mL D12 disoluzio ere bai. Matrizean, gehitu ur destilatua, disoluzio horiek 100 mL-an arrasean jarri arte. Koloreak oso azkar garatzen direnez, osagai guztiak isuri ostean, 10 min baino lehenago neurtu behar dira absorbantziak, nahitaez<sup>9</sup>.

### Kolorearen garapena aire-laginetan

Burbuila-garbigailuaren barneko likidoa jaso behar da, eta 100 mL-ko matrize batean jarri, garbiketarekin batera; ur destilatua gehitu behar zaio berehala, 100 mL-an arrasean jarri arte (hori da, hain zuzen, burbuila-garbigailuan, hasieran, laginketa egiteko ezarritako bolumena). Matrizea itxi ondoren, nahasketa ongi homogeneizatu behar da. Gero, matrize horretatik 4,0 mL-ko neurri alikuota batzuk hartu behar dira (gutxienez, 5 edo 10), eta 100 mL-ko matrizeetan jarri. Neurri alikuota bakoitzari D7 disoluzioaren 10,0 mL eta D12 disoluzioaren 0,25 mL nahasten zaizkio. Azkenean, ur destilatua gehitzen zaio, 100 mL-an arrasean jartzeraino.

### Zuriaren, patroien eta aire-laginen absorbantziaren neurketa

Kolorimetroa 520 nm-ko uhin-luzerari doitu behar zaio. Zuriaren kubeta prestatu, eta tresnaren kubeta-euskarrian ezarri. Haren absorbantzia irakurri, eta ekipoa zehazki 0,800 iraukitze-unitatetara doitu behar da. Gero, sulfato-disoluzio patroien kubetak prestatu behar dira, eta dagozkien absorbantziak neurtu<sup>10</sup>. Denborarik galdu gabe, aire-laginen neurri alikuoten absorbantziak neurtzen dira.

### Aireko SO<sub>2</sub>-aren kontzentrazioaren kalkulua eta emaitzen adierazpena

Taula bat prestatu behar da, informazio zehatz honekin: zuriak eta patroietako kontzentrazioak, eta kolorimetroaren edo espektrofotometroaren bitartez neurtutako absorbantzia errealak. Datu horietatik abiatuz, absorbantzia vs kontzentrazioa kalibrazio-zuzena marraztu behar da. Absorbantzia handiena zuriak eman behar du (alegia, zuriak du kolore-intentsitate handiena); hori dela eta, kalibrazio-zuzenaren malda negatiboa da. Kontuan izan behar da ezen marra hau baliagarria dela SO<sub>2</sub>-kontzentrazioaren tarte jakin honetarako: 1 µg/mL-tik 8 µg/mL-ra.

Neurri alikuota bakoitzaren espektrofotometriak neurri alikuota horren absorbantzia ematen du; datu horrekin, kalibrazio-zuzena erabiliz, kontzentrazioa lortzen da. Kontzentrazioekin, berriz, neurri alikuota guztien batez besteko kontzentrazioak kalkulatu behar dira, eta azken hori burbuila-garbigailuaren batez besteko kontzentrazioa da, C<sub>bg</sub> (µg/mL)<sup>11</sup>.

<sup>9</sup> Hori dela eta, komeni da aire-laginen disoluzioak prestatzea D12 disoluzioa matrizeetara isuri baino lehen (ikus 2.5.5.3. puntua), eta azken unean eta denei batera (zuria, patroiak eta alikuotak) gehitzea torina, kolorimetroa eraman baino doi-doi lehenago.

<sup>10</sup> Erabili behar diren kubeta guztiek oso garbiak egon behar dute, eta bakoitza dagokion disoluzio jakinarekin pasatu behar da. Patroi sorta osoa ebaluatzeko, kontzentrazio txikienetatik hasten da (kolore-intentsitate txikiena duenetik), eta kontzentratuenarekin amaitzen (kolore-intentsitate handiena duenarekin).

<sup>11</sup> Kalibrazio-zuzenean, zehaztasun handiena Otik 6 µg/mL-ra bitartekoan lortzen da. Burbuila-garbigailuko laginaren kontzentrazioa hori baino handiagoa bada, egokiagoa da beste alikuota sorta bat prestatzea; alikuota berri horiek prestatzeko, diluzioak egiten dira, harik eta haien kontzentrazioak tarte horretan kokatu arte. Orduan, saiakuntzaren azken puntua (laginen absorbantziaren neurketa) berriro egiten da.

Emitza kondizio estandarretan adierazteko, honako eraldaketa-ekuazio hau erabiltzen da:

$$V_{ke} = \frac{P_{lk} \cdot V_{lk} \cdot T_{ke}}{P_{ke} \cdot T_{lk}}$$

- $V_{ke}$  aire-bolumena kondizio estandarretan (Nm<sup>3</sup>)
- $V_{lk}$  aire-bolumena laginketako kondizioetan (m<sup>3</sup>)
- $P_{ke}$  kondizio estandarretako presio atmosferikoa (1 atm)
- $P_{lk}$  presio atmosferikoa laginketako kondizioetan (atm)
- $T_{ke}$  kondizio estandarretako tenperatura(273 K)
- $T_{lk}$  tenperatura laginketako kondizioetan (K)

Datu horiekin, lagindutako aire-bolumen osoko SO<sub>2</sub>-aren kontzentrazioa kalkulatu da (µg/m<sup>3</sup>):

$$C_{SO_2} = \frac{C_{bg} \cdot V_{bg}}{V_{ke}}$$

- $C_{SO_2}$  aireko SO<sub>2</sub>-aren kontzentrazioa kondizio estandarretan (µg/Nm<sup>3</sup>)
- $C_{bg}$  SO<sub>2</sub>-aren kontzentrazioa burbuila-garbigailuan (µg/mL)
- $V_{bg}$  burbuila-garbigailuko disoluzio biltzailearen bolumena; ez bada beharrezkoa izan jatorrizko disoluzioa diluitu behar izan ez bada (emaitza kalibrazio-zuzenaren barnean kokatzeko), bolumen hau 100 mL da
- $V_{ke}$  laginduriko airearen bolumena, kondizio estandarretan adierazia (Nm<sup>3</sup>)

## 2.6 Airearen kutsadura azidoaren adierazlearen determinazioa

Kodea: **Analisa-6**

Jarduera analitikoa: **AIREKO KUTSADURA AZIDOAREN DETERMINAZIOA, BOLUMEN TXIKIKO KAPTADOREA ETA TORINA ERABILIZ**

Metodo analitikoa: **Bolumen txikiko kaptadorea eta metodo bolumetrikoa**

Analisi mota: **immisioa**

Kontsultarako erreferentziak: **UNE 77206/1993**

### Jalkitze azidoaren hastapenak

Aireko materia kutsatzaile azidoa euri azido deritzon prozesuaren bidez jalki daiteke. Jalkitze azidoa, ordea, hori baino gehiago da, eta hainbat prozesu biltzen ditu bere baitan; hain zuzen ere, atmosferako materia kutsatzaile azidoak atmosferatik beste ingurumen-esparru batzuetara (uretara, biotara, lurzorura) igarotzeko prozesuak. Jalkin atmosferiko azidoak, oro har, bi eratara jalkitzen dira:

- ▶ **Jalkitze lehorra:** fenomeno hau gertatzen da gas, aerosol eta partikula azidoak atmosferara iristen direnean. Askotariko substantzia horiek hainbat iturri eta prozesutan askatzen dira; esate baterako, errekuntzetan, horrelako materia kantitate handiak sortzen dira. Materia azidoak, behin atmosferara isurita, jatorrizko puntuetatik hurbil jalkitzeko joera du. Gas azido esanguratsuenak  $\text{SO}_2$ -a eta  $\text{NO}_x$ -ak dira. Gas horiez gain, oso garrantzitsuak dira partikulak ere; esate baterako, izaera azido nabarmeneko errauts hegalaria. Azken horiek, gainera, adsortziorako euskarri moduan jokatzeko dute, eta haien azalean itsatsitako gasak eta aerosolak erraz jalkitzen dira. Bestalde, jalkitze lehorreko partikulek katalizatzaile fisiko gisa ere jarduten dute lehen mailako kutsatzaileak bigarren mailako bihurtzeko prozesuetan, batzuk oso azidoak baitira. Energia lortzeko erregai fosilak erabiltzen dituzten sektoreetan, masiboki sortzen dira horrelako substantzia kutsatzaileak.
- ▶ **Jalkitze hezea (euri azidoa):** jalkitze lehorraren aitzindariak, atmosferara isuri ostean, azidoak ere era ditzakete. Azido horiek lurrera jalkitzen dira, euriarekin, elurrarekin edo kazkabarrarekin batera, askotan jatorritik oso urrutit. Azido garrantzitsuak dira, besteak beste,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{HNO}_2$ ,  $\text{HCl}$  eta  $\text{CH}_3\text{-COOH}$  (azido azetikoa).

Bi jalkitze motek kutsadura-arazo larriak sortzen dituzte, eta oso arriskutsuak izan daitezke pertsonen osasunerako. Horretaz gain, ingurunearen narriadura eragiten dute. Denbora luzean, Europako iparraldeko eta barnealdeko baso-eremu handiak asko kaltetu ditu euri azidoak. Osagai azido kutsatzaile horiek industria- eta errekuntza-prozesuetan masiboki askatu izan dira industria-iraultzaz geroztik. Eraikuntza-materialetan oso kalte handiak eragiten ditu arazo larri honek. Baina, inolako zalantzarik gabe, pertsonen osasunean dute eragin larriena eta kaltegarriena, hain zuzen, arnasten dugun airearen azidotu egiten dutelako.

Oro har, euri azidoaren arazoak nazioen eta lurraldeen arteko mugak gainditzen ditu. Behin aitzindari azidoak atmosferara iritsita, horien parte bat lurrera itzultzen da, jalkitze lehor moduan. Baina beste parte bat haizeak garraiatzen du, eta erreakzio kimikoak eta eraldaketak jasaten ditu, aipaturiko azido bilakatu arte. Hala, tokian tokiko haize nagusien arabera, aire-masa azidoek distantzia luzeak egin ditzakete (milaka kilometro), toki berrian elementu meteorologikoek jalkiarazten dituzten arte. Orduan, lurrera iristen dira euriarekin, elurrarekin eta kazkabarrarekin batera, besteak beste.

### ■ Saiakuntzaren funtsa eta helburuak

Hasieran, metodo azidimetrikoa —edo airearen azidotasun osoa— erabili zen immisioko  $\text{SO}_2$ -aren kontzentrazioaren determinazioan. Hau da metodo azidimetrikoaren oinarria: airean aurkitzen den  $\text{SO}_2$ -a atzematen da laginketa-ekipoa erabiliz; gero, atzemandako gasa  $\text{H}_2\text{O}_2$ -aren bitartez oxidatzen da; ur oxigenatuak  $\text{SO}_2$ -a  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bihurtzen du, eta  $\text{NO}_x$ -ak ere oxidatzen ditu; azken gas horietatik,  $\text{HNO}_3$ -a sortzen da. Horrexegatik, metodo azidimetrikoak zinez ebaluatzen du lagindutako airearen azido-karga. Metodoa zabala da, ez ditu azidoak bereizten. Laginketa-ingurunean beste azido batzuk ere baldin badaude —esate baterako, batez ere ingurune industrialetan, azido azetikoa edo beste azido karboxilikoren bat—, analisiaren bolumetrian islatzen da hori. Bestalde, hirietako airean  $\text{CO}_2$ -aren gainkarga dago, trafikoaren eta errekuntzen ondorioz, eta gainkarga horrek airearen pH-a balio normalen azpitik egotea eragiten du. Ur-lurrunaren eraginez,  $\text{CO}_2$ -ak azido ahul baten moduan jarduten du (kutsaduraren bidez azidotu ez den euri-uraren pH naturala 5,6 ingurukoa da, berez agertzen den  $\text{CO}_2$ -arengatik, hain zuzen ere).



Horregatik guztiagatik, immisioan, metodo azidimetrikoa ez da egokia aireko sulfuro dioxidoaren kontzentrazioa neurtzeko. Zenbait zuzenketa kontuan izanda, ordea, airearen azido-karga ebaluatzeko metodo egokia eta erabilia da. Azido-karga hori ezagututa, edozein jalkin azido mota garatzeko aukerak iragar daitezke. Aireko substantzia azidotzaile guztien kontzentrazioa erabiltzen da azidotasun osoaren adierazle moduan. Aldez aurretik onartzen da metodoa ez dela oso zehatza, baina egokia da laginketa-ingurunean jalkitze azidoa gertatzeko dauden aukerak ebaluatzeko. Immisioaren neurketa bat denez gero, toki batek jalkitze azidoa pairatzeko duen arriskua neurtzen du, lekuko meteorologiaren arabera.

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-ak oxidatu egiten ditu azido oxidatuen aitzindariak. Ondorioz, bolumen txikiko kaptadoreko burbuila-garbigailuaren barnean eraturiko azido-karga Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-arekin neutralizatzen da bolumetrikoki. Erreakzio horretan, metilo-laranja adierazlea erabiltzen da.

### Saiakuntzako materiala

#### Erreaktiboak eta beste substantzia batzuk

- ✓ Ur oxigenatu komertziala
- ✓ BDH adierazlea
- ✓ Metilo-laranja adierazlea
- ✓ Sodio karbonatoa, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- ✓ Azido klorhidrikoa, HCl
- ✓ Sodio hidroxidoa, NaOH

#### Tresneria

- ✓ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK)
- ✓ 1 edo 41 zenbakiko Whatman iragazpapera
- ✓ Analisi bolumetrikorako materiala
- ✓ Pipetak eta beirazko materiala

### Disoluzioen prestaketa

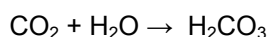
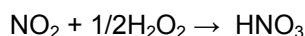
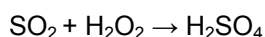
- D1. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-aren disoluzioa. 1.000 mL-ko matrize aforatu batean, ur oxigenatuaren disoluzio komertzial baten 10 mL diluitzen dira (% 27-30, masa-ehunekoa), eta ur destilatua gehitzen zaio, arrasean jarri arte; lorturiko **disoluzioaren** kontzentrazioa % 0,3 ingurukoa izaten da. Disoluzio horren pH-a 4,0 eta 4,5 artera doitu behar da; horretarako, D4 disoluzioaren (HCl 0,1 N) tanta batzuk isurtzen zaizkio. pH-metroa erabiliz jarraitzen zaio pH-aren eboluzioari. Horrela prestaturiko disoluzioa hozkailuan gorde daiteke hilabete batean. Baina disoluzio horren pH-a ez da oso zehatza. Egokiagoa da pH 4,5eko disoluzioaren 950 mL prestatzea, eta arrasean jartzea ur destilatua gehituz.
- D2. Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0,01 N disoluzioa. Hasteko, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> gatza 105 °C-an lehortzen da berogailuan, gutxienez 2 orduz. Gero, lehorgailura **eraman** behar da, girotu arte. Ondoren, 200 mL

gatz-disoluzio prestatzen dira. 0,01 N kontzentrazioa lortzeko behar den gatz kantitatea kalkulatu ondoren<sup>12</sup>, balantza analitikoan pisatzen dugu, ahalik eta zehazkien. Gero, benetako pisuarekin, kalkulua errepikatuko dugu, karbonatoaren kontzentrazio zehatza (normaltasuna, N) zein den jakiteko. Azken datu hori erabili beharko dugu neutralizazio-bolumetrian, eta bolumetriaren emaitzak airearen azidotasuna ezagutzeko balio du.

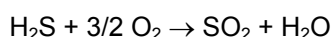
- D3. Disoluzio biltzailea. Ingurune absorbatzaile bat prestatzeko, 100 mL D1 disoluzio jartzen da matraze batean, eta BDH adierazlearen 2 edo 3 tanta isurtzen zaizkio<sup>13</sup>. pH-metroaren bidez, disoluzioaren pH-a doitu behar da; horretarako, HCl komertziala edo NaOH-a erabiltzen da, tantaka, kolore arrea lortu arte (ez erabili NH<sub>3</sub>-a). Kolore arrea hartzen duen unean, haren azidotasuna 4,5 izango da. Beti komeni izaten da disoluzio horretatik zertxobait gehiago prestatzea (adibidez, 200 mL), eta soberakinarekin burbuila-garbigailua irakuztea, hura garbitu eta gero.
- D4. HCl 0,1 N disoluzioa. Klorhidriko komertzialetik abiatuz, 0,1 N den disoluzioaren 100 mL prestatu, matraze batean eta ur destilatuekin.
- D5 NaOH 1 N disoluzioa. Disoluzio honen 100 mL nahikoa izaten da (ur destilatutan disolbatua).

### Laginak hartzea

Jarri 100,0 mL D3 disoluzio biltzaile burbuila-garbigailuan, jarri papera iragazki-kutxan, eta jarri laginketa-ekipoa martxan. Ponpak emari handia bultzatu behar du, baina, aldi berean, zipiztintzea saihestuz, barneko likidoa ez galtzeko. Burbuila-garbigailua zeharkatzen duen airearen bolumena ongi neurtu behar da (laginketaren hasieran eta bukaeran gasometroan jartzen duena jaso behar da). Oro har, 4 h nahiko denbora izaten da lagina biltzeko. Baina denbora hori luza daiteke baldin eta saiakuntza baten ondoren ez bada nahikoa materia bildu burbuila-garbigailuko disoluzioan. Aitzindari azidoak tarteko direla, hauexek dira burbuila-garbigailuko erreakzio esanguratsuenak:



Bestalde, espezie azido erreduzituak oxidazio-egoera egonkorragoetara igaroko dira landa-laneko kaptadorean:



Gainera, atmosferako beste espezie azido batzuk ere atzeman baldin badira, burbuila-garbigailuan disoluzioan jarraituko dute azido moduan eta eraldaketarik gabe (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub> ...).

<sup>12</sup> Kontuan izan behar da, gainera, metilo-laranja adierazlea erabiliko dela, eta, egoera zehatz horretan, karbonatoaren balentzia 1 dela.

<sup>13</sup> BDH adierazlea soluzio adierazle nahasi komertziala da. Haren osagaiak hauek dira: 0,06 g bromokresol eta 0,04 g metilo-gorri, 100 mL metanoletan disolbatuta. pH-a 4,5-ekoa denean, disoluzioaren kolorea arrea da; azidotu ondoren, pH-a baxuagoa denean, kolore laranja hartzen du. pH-a alkalinizazioaren bidez handitzen da, eta, orduan, kolore urdina hartzen du.

Laginketa amaitutakoan, burbuila-garbigailuan disoluzio pixka bat falta dela ikusten bada (adibidez, ekipo barneko tenperaturarengatik, zipriztinengatik, eta abar), disoluzio biltzailea gehitzen zaio, 100,0 mL-an arrasean jarri arte; eraturako azidoak likidoan gelditzen dira. Burbuila-garbigailua eta disoluzioa ekipoaren kutxatik atera behar dira eta jaso. Burbuila-garbigailua ongi itxi behar da, eta hozkailuan sartu, laginen analisia egin arte.

### Laginaren balorazio bolumetrikoa

Airearen azidotasuna substantzia azidotzaileen kontzentrazio moduan neurtzeko, disoluzio biltzailea karbonatoaren disoluzioarekin baloratu behar da (alegia, lehenago prestaturiko lehen mailako patroia-rekin). Horretarako, gutxienez 5 Erlenmeyer matraxe erabiltzen dira. Haietariko bakoitzean, 10,0 mL D2 disoluzio ezarri behar dira, eta 10 edo 20 mL ur destilatu gaineratu. Metilo-laranja adierazlearen zenbait tanta ere gehitu behar dira. Lagina buretan jarrita, balorazioa egiten da, amaiera-puntua neurri alikuota bakoitzaren horitik gorrikkarako kolore-aldaketa izanik.

### Emaitzen kalkulua eta adierazpena

Neurri alikuotak analizatzeko egin diren bolumetrien emaitzekin, balorazioetan erabilitako nahasketa azidoaren batez besteko bolumena kalkulatzeko da ( $V$ ). Gero, erlazio hau erabiliz, lagindutako soluzio azidoaren normaltasuna kalkulatzeko da:

$$N \cdot V = N' \cdot V'$$

$N$	burbuila-garbigailuko aire-laginaren normaltasuna (N)
$V$	buretan gastaturiko batez besteko bolumena (L)
$N'$	karbonatoaren benetako normaltasuna (N)
$V'$	karbonato-neurri alikuota bakoitzaren bolumena (kasu honetan, 0,010 L)

Oro har, airearen kalitatean edo immisioan, sufre oxidoen kontzentrazioa beste osagai azidotzaileena baino handiagoa izaten da. Horregatik, azido-karga guztia  $SO_2$ -tik baletor bezala egiten dira kalkulu guztiak. Hala, normaltasuna oinarri hartuta, eta buretako batez besteko bolumena erabiliz (alegia, aire-laginaren analisi bolumetrikokoaren ondorioz lortutako bolumena), sufre dioxidoaren pisua kalkulatzeko dugu:

$$P_{SO_2 \text{ alikuota}} = \frac{N \cdot V \cdot W_{SO_2}}{2}$$

$P_{SO_2 \text{ alikuota}}$	buretan gastaturiko $V$ litroetan jasotako $SO_2$ -aren pisua (g)
$N$	burbuila-garbigailuko aire-laginaren normaltasuna (N)
$V$	analisia egiteko buretan gastaturiko batez besteko bolumena (L)
$W$	$SO_2$ -aren pisu molekularra (32)
2	$SO_2$ -aren oxidazio-zenbakia

Orain, 100 mL disoluzio biltzailetan jasotako  $SO_2$ -aren pisua kalkulatzeko da. Lehenago esan dugun moduan, ohikoa da burbuila-garbigailuan ur pixka bat galtzea, batez ere eguna berotsua baldin bada; baina, atzemandako substantzia azidoak han gelditzen dira:

$$P_{SO_2 \text{ bg}} = \frac{P_{SO_2 \text{ alikuota}} \cdot 0,100}{V}$$

$P_{SO_2\ bg}$	burbuila-garbigailuko 0,1000 mL-tan dagoen SO <sub>2</sub> -aren pisua (g)
$P_{SO_2\ alikuota}$	buretan erabilitako V litroetan bildutako SO <sub>2</sub> -aren pisua (g)
V	analisia egiteko buretan gastaturiko batez besteko bolumena (L)

Pisu hori lagindutako aire-bolumen osoari dagokio, eta substantzia azidotzaile guztien pisua adierazteko erabiltzen da, substantzia horiek guztiak SO<sub>2</sub>-a balira bezala (azken baieztapen hori ez da guztiz zehatza, baina hurbilketa egokitzat hartzen da).

Emaitza kondizio estandarretan adierazteko, eraldaketa-ekuazio hau erabiltzen da:

$$V_{ke} = \frac{P_{lk} \cdot V_{lk} \cdot T_{ke}}{P_{ke} \cdot T_{lk}}$$

$V_{ke}$	aire-bolumena kondizio estandarretan (Nm <sup>3</sup> )
$V_{lk}$	aire-bolumena laginketako kondizioetan (m <sup>3</sup> )
$P_{ke}$	kondizio estandarretako presio atmosferikoa (1 atm)
$P_{lk}$	presioa laginketako kondizioetan (atm)
$T_{ke}$	kondizio estandarretako temperatura (273 K)
$T_{lk}$	temperatura laginketako kondizioetan (K)

Azken emaitza µg/Nm<sup>3</sup>-tan adierazten da (hau da, materia azidotzailearen µg-ak, airearen Nm<sup>3</sup>-ko):

$$C_{mat.\ az} = \frac{P_{SO_2\ bg} \cdot 10^6}{V_{ke}}$$

$C_{mat.\ az}$	aireko materia azidoaren kontzentrazioa (µg/Nm <sup>3</sup> )
$P_{SO_2\ bg}$	burbuila-garbigailuko 0,1000 mL-tan dagoen SO <sub>2</sub> -aren pisua (g)
$V_{ke}$	aire-bolumena kondizio estandarretan (Nm <sup>3</sup> )
10 <sup>6</sup>	pisuaren unitate-aldaketa

## 2.7 Aireko azido sulfurikoaren kontzentrazioaren determinazioa

Kodea: **Analisia-7**

Jarduera analitikoa: **AIREKO AZIDO SULFURIKOAREN KONTZENTRAZIOAREN DETERMINAZIOA, BOLUMEN TXIKIKO KAPTADOREA ETA METODO BOLUMETRIKOA ERABILIZ**

Metodo analitikoa: **Bolumen txikiko kaptadorea eta metodo bolumetrikoa**

Analisi mota: **immisioa; barneko airearen kalitatea**

Kontsultarako erreferentziak: **NIOSH Manual of analytical methods, bigarren edizioa, 1., 2. eta 3. liburukiak**

## ■ Saiakuntzaren funtsa eta helburua

Aireko azido sulfurikoa bilketaren eta ondorengo analisi bolumetrikoren bitartez neur daiteke, adierazle moduan torina erabiliz. Metodo hori egokia da azido horren 0,1000 mg/m<sup>3</sup>-tik 3.000,0 mg/m<sup>3</sup>-ra bitarteko kontzentrazioak atzemateko. Oro har, 180 edo 200 L inguruko aire-laginak behar izaten dira. Kutsatzailea itsasteko, berriz, zelulosazko mintz-iragazkiak dira eraginkorrenak. Hor kokatzen da metodo honen konfiantzazko muga gorena. Kontzentrazioak adierazitakoak baino handiagoak badira, aire-bolumen txikiagoa iragazten da<sup>14</sup>.

Saiakuntza egiteko, bolumen txikiko kaptadorea erabil daiteke. Airea zelulosazko mintz-iragazpaperetik igaroarazten da, eta azido sulfurikoa han itsatsita gelditzen da. Ondoren, iragazkia aho zabal eta hariduneko flasko batean jasotzen da. Gero, ur destilatuarekin eta alkohol isopropilikoarekin garbitzen da iragazkia. Horrela lortzen den sulfurikoaren disoluzioaren pH-a doitu egin behar da azido perkloriko diluitua erabiliz. Ondoren, azido sulfurikoaren disoluzio hori 0,005 M den bario perkloratoarekin baloratzen da, eta torina da adierazlea. Amaiera-puntuan, kolore-aldaketa ahul bat nabaritzen da: hasierako horitik laranja eta gorrixkaren arteko tonu batera igarotzen da. Aldaketa hori ez da oso nabaria. Beraz, bolumetria honetan, arreta bereziz erabili behar da bureta (tanta bakar batek izugarritzko garrantzia izan dezake), eta kontuz aritu behar da kolorearen aldaketari antzemateko. Metodo honetan, kontuan izan behar dira zenbait interferentzia eta oztopo:

- ✓ Metodo honek ez ditu bereizten azido sulfurikoan eta iragazpaporean itsatsita ager litezkeen sulfatoak. Airean, azido sulfurikoaz gain, sulfatoak (edozein motatakoak) egon daitekeela susmatzen denean, adierazi egin behar da bukaerako txostenean, lorturiko emaitzaren zati bat sulfatoei dagokiena izan daiteke eta.
- ✓ Airean ager litezkeen ioi metalikoen interferentziak kentzeko, burbuila-garbigailuko soluzioari katioiak trukatzeko erretsinetatik pasarazi behar da analisisa egin baino lehen.
- ✓ Fosfato ioien kontzentrazioak sulfato ioienak baino handiagoak baldin badira, emaitza nabarmen desbideratzen da. Fosfatoak kentzeko, magnesio karbonatoaren bitartez prezipitarazten dira.

Prozedura analitiko hau immisioan erabiltzen da, bai eta leku itxietako airearen kalitatearen azterketetan (lantokietako airearen azterketan, esate baterako). Bigarren erabilera horretan, ohikoa izaten da BTK edo lantokietako laginketa-ekipo pertsonalak erabiltzea.

## ■ Saiakuntzako materiala

### Erreaktiboak eta beste substantzia batzuk

- ✓ Ur birdestilatua edo, gutxienez, destilatu berria
- ✓ Isopropanola (isopropil alkohola)
- ✓ Azido perklorikoa, HClO<sub>4</sub> % 70-78 (erreaktiboa)
- ✓ Bario perklorato trihidratoa, Ba(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O 0,005 M
- ✓ Torina

<sup>14</sup> Kutsadura-karga handia denean, emaitza onak ematen ditu laginketa honek: denbora, 120 min, eta ponparen emaria, 1,5 L/ min.

## Tresneria

- ✓ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK), edo leku itxietarako berariazko laginketa-ekipo pertsonala.
- ✓ Iragazpapera. Kasu honetan, egokienak zelulosa esterrezkoak dira, hots, zelulosazko paperak; poroaren tamaina 0,8 mm-koa izango da, eta paperaren diametro egokia, berriz, iragazki-kutxaren araberakoa.
- ✓ Hermetikoki ixten diren eta lepo hariduna duten flaskoak. Lagina jaso ondoren, ordubete igaro baino lehen jarri behar da iragazpapera flaskoan. Ondoren, ongi itxi behar da, eta laborategira eraman, analizatzeko.
- ✓ 125 mL-ko Erlenmeyer matrazea
- ✓ 2 eta 3 mL-ko pipetak
- ✓ Bureta
- ✓ Iragazpapera maneiatzeko matxardak
- ✓ Egun-argi lanpara. Kolore-aldaketa ez bada ongi ikusten, lanpara fluoreszentea Erlenmeyer bolumetrikorearen atzean koka daiteke; horrela, amaiera-puntuaren agerraldia hobeto nabaritzen da.

## Disoluzioen prestaketa

- D1. 0,005 M den bario perkloratoa. 1 L-ko matraze aforatu batean, 2 g bario perklorato trihidrato destilatu behar dira ur destilatutan, matrazea arrasean jarri arte.
- D2. % 1,8 den azido perklorikoa. 1 L-ko matraze batean, 25 mL azido perkloriko disolbatu behar dira ur destilatutan, eta arrasean jarri.
- D3. Torina. % 0,1etik % 0,2ra bitarteko disoluzioa prestatu behar da ur destilatutan. Eskuarki, nahikoa izaten da 100 mL.

## Lagina hartzea eta maneiatzea

Kasu honetan, beste laginketetan ez bezala, emaitza askoz fidagarriagoa da laginketako airea ez bada higitzen bilketa-tutuan, iragazki-kutxara iritsi baino lehen. Horregatik, komeni da BTK zuzenean kanpoan jartzea, eta, gainera, tutua bilketa-ahotik kentzea eta lagina atmosferatik zuzenean hartzea.

Mintz-iragazkia bere kutxan jarri behar da, eta indarrez estutu, aireak ihes egitea ekiditeko. Airean azido sulfurikoa dagoela susmatzen bada (esate baterako, laborategi kimikoetan edo industrial askotako barneko airean), 180 L-tik 200 L-ra bitarteko laginak hartzen dira; horretarako, egokia da ponparen emaria 1,5-2,0 L/min izatea. Hala ere, kontzentrazioa txikiagoa izatea itxaro bada, laginketa 24 orduz edo gehiagoz luza daiteke, emariari eutsita. Fluxuaren abiadura zehatz jakin behar da (gutxienez  $\pm$ % 5eko zehaztasunez). Gasometroaren irakurketa koadernoan idatzi, uneko datu meteorologikoekin batera (bereziki, T eta P). Ponpa piztu, eta lagintzen hasi.

Egindako plangintzaren arabera laginketa-denbora amaitzen denean, ponpa itzali, eta gasometroaren irakurketa berria idatzi, datu meteorologikoekin batera. Laginketa bukatu eta ordubete igaro baino lehen, matxardarekin zelulosazko iragazpapera askatu, eta flaskoaren barnean jaso; berehala itxi behar da flaskoa, hariz lotuta. Lagina hozkailuan ezar daiteke, 5 °C-an, analisia egin arte (betiere, lehenbailehen).

## ■ Prozedura analitikoa

### Zuriaren prestaketa

Prozedura analitiko honetan, zuria zelulosazko iragazpaper bat besterik ez da, laginketarako erabili dena bezalako. Laginketako iragazpaperari egin zaizkion operazio berak aplikatuko zaizkio zuriari, aireari iragazpaporean zehar igarotzea eragozteko izan ezik. Zuriaren paper hau lepo hariduneko flasko batean jasotzen da (laginketako iragazpaperarekin egin den bezala), eta zuri moduan identifikatu behar da. Lagina hozkailuan sartu baldin bada, zuria ere hozkailuan jaso beharko da.

### Analisiaren prozedura

1. Iragazpaperak (laginarena eta zuria) dauzkaten bi flaskoak ireki. Pipetarekin, 2 mL ur destilatu gehitu flasko bakoitzari, eta, hori egindakoan, 5-10 minutuz flaskoak geldirik laga.
2. Irakuzketa-urak 125 mL-ko bi Erlenmeyer matrazetara eraman.
3. Flasko bakoitzari, 3 mL-ko pipetaren laguntzaz, gehitu 3 mL isopropil alkohola, eta geldirik utzi beste 5 edo 10 minutuan.
4. Irakuzketa-urak lehengo matrazeetara eraman berriro.
5. Isopropil alkoholarekin egindako lana beste 3 edo 4 aldiz errepikatu behar da.
6. Azkenez, matraze bakoitzean beste 10 mL alkohol isuri.
7. Bi disoluzioen pH-a doitu D2 disoluzioaren tanta batzuekin, 2,5tik eta 4ra bitarteko pH-a lortu arte; oro har, 1 edo 2 tanta nahikoa izaten da pH hori lortzeko.
8. Matraze bakoitzean, D3 disoluzio adierazlearen 2 edo 3 tanta gehitu.
9. Orduan, balorazioa egiten hasi daiteke. Lehenengo, lagina baloratzen da, D1 disoluzioa buretara gehituta, bukaerako puntua aurkitu arte. Puntuari ez zaio erraz antzematen; ahul agertzen da, eta ikusteko, arreta handiz behatu behar zaio. Kolorea horitik laranja eta gorrixkaren arteko tonu batera aldatzen da. Aldaketa hobeto nabaritzeko, lanpara fluoreszente bat jar daiteke matrazearen atzealdean.
10. Gero, bolumetria bera egiten da, urratsez urrats, zuriaren matrazearekin.

## ■ Emaitzen kalkulua eta adierazpena

Baliokidetzaren puntan, hau da erreazio bolumetrikoa:



Amaiera-puntuan, berriz, disoluzioaren kolore-aldaketa ikusten da barioaren soberakinak torinarekin erreazionatzen duenean:



Balorazio horretan, buretako perklorato pixka bat kontsumitzen da, eta datu hori idatzi egin behar da.

Lagina bezala landu den zuriaren balorazioan, buretako perkloratoaren bolumen zehatza erabiltzen da (aurreko balorazioarekin alderatuta, oso gutxi kontsumitzen da).

Kontsumitutako bario perkloratoaren eta laginduriko azido sulfurikoaren arteko erlazio molarra honela finkatzen da:

Azido sulfurikoaren mol kantitatea = Bario perkloratoaren mol kantitatea

Beraz:

$$P_{\text{az. sulf.}} = \frac{98 \cdot M_{\text{perk.}} \cdot (V_{\text{lagina}} - V_{\text{zuria}})}{1.000}$$

$P_{\text{az. sulf.}}$  iragazpaperean itsatsitako azido sulfurikoaren pisua, gero matrazera igaro dena (g)

$M_{\text{perk.}}$  bario perkloratoaren molartasuna (kasu honetan, 0,005 M)

$V_{\text{lagina}}$  laginaren analisisian gastaturiko bario perkloratoaren bolumena (mL)

$V_{\text{zuria}}$  zuriaren analisisian gastaturiko bario perkloratoaren bolumena (mL)

Prozedura honen bidez lorturiko azido sulfurikoaren pisua lagindutako airean dagoen azidoaren pisuari dagokio. Eskuarki, aireko sulfurikoaren kontzentrazioa  $\text{mg/m}^3$ -tan edo  $\mu\text{g/m}^3$ -tan ematen da. Beraz, lehenengo, sulfurikoaren pisua gramotatik miligramotara itzuli behar dugu. Gero, lagindutako airearen bolumena  $\text{m}^3$ -tara itzuli behar da, L-tan baldin badugu.

Kalkulua kondizio estandarretan adierazteko, aire-laginaren bolumena (gasometroan irakurritako datua) laginketako kondizioetara ekarri behar da:

$$V_{ke} = \frac{P_{lk} \cdot V_{lk} \cdot T_{ke}}{P_{ke} \cdot T_{lk}}$$

$V_{ke}$  aire-bolumena kondizio estandarretan ( $\text{Nm}^3$ )

$V_{lk}$  aire-bolumena laginketako kondizioetan ( $\text{m}^3$ )

$P_{ke}$  kondizio estandarretako presio atmosferikoa (1 atm)

$P_{lk}$  presioa laginketako kondizioetan (atm)

$T_{ke}$  kondizio estandarretako tenperatura (273 K)

$T_{lk}$  tenperatura laginketako kondizioetan (K)

Azkenez, sulfurikoaren pisua zati airearen bolumena kondizio estandarretan ( $\text{m}^3$ -tan adierazita) egiten badugu, emaitza erreferentziazko unitateetan lortuko dugu:

$$C_{\text{az. sulf.}} = \frac{P_{\text{az. sulf.}}}{V_{ke}}$$

$P_{\text{az. sulf.}}$  azido sulfurikoaren pisua (mg)

$V_{ke}$  lagindutako airearen bolumena, kondizio estandarretan neurtua ( $\text{Nm}^3$ )

$C_{\text{az. sulf.}}$  aireko azido sulfurikoaren kontzentrazioa ( $\text{mg/Nm}^3$ )

Kontzentrazioa  $\mu\text{g/m}^3$ -tan eman behar baldin bada, aurreko emaitza  $10^3$ z biderkatu behar da



## 2.8 Nitrogeno-oxidoen kontzentrazioaren determinazioa

Kodea: **Analisia-8**

Jarduera analitikoak: **AIREKO NITROGENO-OXIDOEN KONTZENTRAZIOAREN DETERMINAZIOA, BOLUMEN TXIKIKO KAPTADOREA ERABILIZ ETA GRIESS-SALTZMANEN METODOAREN BIDEZ**

Metodo analitikoak: **Bolumen txikiko kaptadorea eta Griess-Saltzmanen metodoa**

Analisi mota: **immisioa**

Kontsultarako erreferentziak: **UNE 77212:1993 ISO 6768/85**

### Saiakuntzaren funtsa eta helburua

Generikoki, nitrogeno-oxidoak NO<sub>x</sub> moduan adierazten dira. Gas-konposatu hauek kutsatzaile gisa jarduten dute atmosferara iristen direnean. Haien mugikortasuna unean uneko haizearen menpe dago, eta oso handia da. Bestalde, atmosferan, haien iraunkortasuna oxidazio-mailaren arabera da (beste ingurumen-faktore batzuen artean), oxidazio-mailak erreaktibotasun kimikoa sustatzen baitu. Nitrogeno-oxido garrantzitsuen oxidazio-maila da: NO (gas kolorgea, usaingabea eta uretan pixka bat disolbatzen da). Horregatik, Europako direktibek kutsatzaile hau hartzen dute erreferentzia gisa ingurumeneko airearen kalitatea ebaluatzeko. Hala ere, ohiko kutsatzaileen artean, nitrogeno dioxidoa da nitrogeno-oxido kaltegarriena eta eraginkorrena: NO<sub>2</sub> (kolore laranja-marroiko gasa, usain narritagarria duena, oso korrosiboa eta oxidatzaile indartsua). Hori dela eta, aztergai nagusia izaten da laginketetan eta analisisetan. Atmosferan, NO-a naturalki oxidatzen da, eta NO<sub>2</sub> bihurtzen.

Errekuntza-prozesu guztiek, oro har, nitrogeno-oxidoak sortzen dituzte, gutxiago edo gehiago. Erregai fosilak erretzen dituzten zentral erraldoietan, energiaren ekoizpen-prozesuetan, gas hauen kantitate izugarri handiak sortzen dira. Gas horiek, emisioen tratamendu-sistemen eraginkortasunaren arabera, atmosferara isurtzen dira. Aireko nitrogenoak oxigenoarekin erreakzionatzen duenean sortzen dira oxido horiek. Sortutako kantitatea, berriz, erreakzioen tenperaturarekin erlazionatua dago, zuzen-zuzenean; tenperatura zenbat eta altuago izan, orduan eta handiagoa da sorturiko NO<sub>x</sub> kantitatea. Instalazio moder-noetako gasen tratamendu-lerroetan berariazko oinarritzko operazioak egiten dituzte gas horien emisioak murrizteko. Ibilgailuen eztanda-motorrak ere badira substantzia horien iturri. Ihes-hodietan katalizatzaileak kokatzen dira, eta haien eraginez nitrogeno-oxidoak N<sub>2</sub> bihurtzen dira (N<sub>2</sub>-a atmosferaren osagai natural nagusia da). Horrela, forma oxidatuen emisioa murrizten da.

Atmosferara egindako NO<sub>x</sub>-en emisioak jalkitze lehorra sustatzen du. Euri azidoa eragiten du, SO<sub>2</sub>-arekin batera. Atmosferara iritsitakoan, eraldatu egiten dira, HNO<sub>3</sub> bihurtu arte (eta, aldi berean, HNO<sub>2</sub> kantitate txikiak ere sortzen dira). Nitrogeno-azidoak lurrera itzultzen dira euriarekin eta elurrarekin. Orduan, lurzoruak eta ingurune eta baliabide hidrikoak azidotu egiten dira. Pertsonen osasunari kalte egiten dioten egoerak sortzen dira, eta biota zein materialak ere kaltetzen dira.

Immisioan dagoen  $\text{NO}_2$ -aren analisisa egiteko, gas horrek  $\text{NO}_2^-$ -a osatu arte duen absortzioan eta eraldaketan oinarritzen da prozedura bat: Griess-Saltzmanen metodoa. Metodo horretan,  $\text{NO}_2^-$ -aren erreakzio espezifiko bat garatzen da diazoazio- eta akoplamendu-erreaktiboan bidez<sup>15</sup>. Ondorioz, azokonposatu bat eratzen da (arrosa kolore biziko azoanilina bat). Kolorimetroa edo espektrofotometro ikusgaia erabiliz, substantzia horren kolorea kuantifika daiteke. Burbuila-garbigailuaren tutuak fritatua izan behar du. Burbuila-garbigailuan, trietanolaminaz eta butanolez osatutako nahasketa ezartzen da. Gero, Saltzmanen erreakzioa gertatzen da:  $\text{NO}_2^-$  ioiek akoplamendu-erreakzio bat egiten dute naftil-etilendiamina (NEDA) substantziarekin. Kolorea garatutakoan, 550 nm-ko uhin-luzeraz analizatzen da.

Metodo hau egokia da, kontzentrazioa  $9.400 \mu\text{g}/\text{m}^3$  (5 ppm) baino txikiagoa baldin bada. Laginketa-denborak, gehienez, 2 h izan behar du, eta emariak, gutxi gorabehera, 0,6 L/min. Airean  $\text{SO}_2$ -a edo  $\text{O}_3$ -a agertzeak oztopoak eragin ditzake.  $\text{O}_3$ -ak interferentzia nabaria sor dezan,  $\text{O}_3$ -aren eta  $\text{NO}_2$ -aren kontzentrazioen arteko erlazioak 5:1 izan behar du;  $\text{SO}_2$ -aren kasuan, berriz, 30:1. Azoazio-erreaktiboari azetona pixka bat gehituta,  $\text{SO}_2$ -aren arazoa konpontzen da.  $\text{O}_3$ -arena konpontzeko, berriz, 41 zenbakiko Whatman iragazpatera erabiltzen da, sodio tiosulfatoz bustia. Gainera, aireko  $\text{NO}$ -ak ere interferentzia eragin dezake,  $\text{NO}_2$ -arekin batera atzematen baita, eta, gainera,  $\text{NO}_2$ -raino oxidatua (batez ere laginketa-denbora oso luzea denean). Aireko  $\text{NO}_2$ -aren kontzentrazioa soilik jakin nahi denean, laginketak eta analisi-denborak ordubete iraun behar dute, gehienez. Hemen azaldutako prozedura analitikoan, laginketa egiteko 2 h inguruko proposatzen da, eta ondoren analisisa egiteko, berriz, gutxienez ordubete. Beraz, bi espezieak biltzen dira,  $\text{NO}_2$  moduan finkatzen dira, eta emaitza global bakarra  $\text{NO}_x$  gisa ematen da.

#### Saiakuntzako materiala

##### Erreaktiboak eta beste substantzia batzuk

- ✓ Trietanolamina,  $(\text{CH}_2\text{OH}-\text{CH}_2)_3\text{N}$
- ✓ n-butanola (n-butil alkohola),  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_3\text{OH}$
- ✓ Azetona,  $\text{CH}_3-\text{CO}-\text{CH}_3$
- ✓ Diamonio fosfata,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
- ✓ Sodio nitrito,  $\text{NaNH}_2$
- ✓ Azido fosforikoa,  $\text{H}_3\text{PO}_4$
- ✓ Sodio tiosulfato,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- ✓ Azido sulfanilikoa,  $\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}$
- ✓ NEDA dikloruroa, n-(1-naftil)-etilendiamina diklorhidratoa
- ✓ Potasio permanganatoa,  $\text{KMnO}_4$
- ✓ Azido sulfurikoa,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 1:4 (bolumenean)

<sup>15</sup> Diazoazio-erreakzioan,  $\text{HNO}_2$ -aren bidez, amina primarioak diazonio-gatz bihurtzen dira. Akoplamendu-erreakzioan, berriz, fenol edo amina bat diazonio-konposatu batekin konbinatzen da; erreakzioaren produktua azokonposatu bat da.

## Tresneria

- ✓ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK)
- ✓ Kolorimetroa edo espektrofotometro ikusgaia, kubetekin (ikus 11. irudia)
- ✓ Whatman iragazpapera; normalean, 1 zenbakikoa, eta, O<sub>3</sub>-aren eragina kendu nahi bada, 41 zenbakikoa
- ✓ 50, 100, 500 eta 1.000 mL-ko matraze aforatuak
- ✓ 1, 2, 3, 4, 5, eta 10 mL-ko pipetak
- ✓ Bureta



11. irudia. Espektrofotometro ikusgai-ultramorea.

## Disoluzioen prestaketa

Kontuz, erreaktibo hauek toxikoak dira (gehiago ala gutxiago, substantziaren arabera), eta arretaz maneiatu behar dira, gas-kanpaiaren azpian: azetona, azido sulfanilikoa, NEDA.

- D1. Trietanolaminaren eta butanolaren disoluzio biltzailea. 1.000 mL-ko matraze aforatuan, 500 mL ur ezartzen dira; ur horretan, 15 g trietanolamina eta 3 mL n-butanol disolbatu behar dira; bukatzeko, ura gehitu, arrasean jarri arte.
- D2. Fosfatoen disoluzio indargetzailea. 1.000 mL-ko prezipitatu-ontzi batean, ordena honetan gehitu: 500 mL ur, 200 mL azido fosforiko kontzentratu (aurreko urari erantsi), eta, bukatzeko, 160 mg fosfato diamoniko. 1 L-an arrasean jarri ur destilatu gehiagorekin<sup>16</sup>
- D3. Diazoazio-disoluzioa. Ezarri 1.000 mL-ko prezipitatu-ontzia batean, irabiagailu mekaniko baten laguntzaz, eta ordena honetan: 500 mL ur destilatu, 90 mL azetona eta 9,1 g azido sulfaniliko. Azidoa disolbatutakoan, nahasketa hori 1 L-ko matraze aforatu batera eraman, eta ur destilatua gehitu, arrasean jarri arte.

<sup>16</sup> Argitasunetik babestu, eta hozkailuan jaso, 4-5 °C-an.

- D4. Akoplamendu-disoluzioa (NEDA). 1.000 mL-ko prezipitatu-ontzia batean jarri, ordena honetan: 500 mL ur destilatu, 200 mL D2 disoluzio, eta 160 g NEDA. Gero, 1 L-ko matraxe aforatu batera eraman, eta ur destilatua gehitu, arrasean jarri arte<sup>17</sup>.
- D5. NO<sub>2</sub> 0,1 M disoluzio patroia. 1.000 mL-ko prezipitatu-ontzi batean, 3,750 g NaNO<sub>2</sub> disolbatu behar dira (gatz hori, erabili baino lehen, berogailuan laga ordubetez 105 °C-an). Disolbatu ondoren, disoluzioa 1 L-ko matraxe aforatu batera eraman, eta ur destilatua gehitu, arrasean jarri arte. Horrela prestatutako disoluzioan, NO<sub>2</sub>-ren kontzentrazio baliokidea 2,50 g/L da. Disoluzio hori KMnO<sub>4</sub> 0,1N-arekin baloratu behar da, haren kontzentrazio zehatza ezagutzeko<sup>18</sup>.
- D6. Laneko disoluzio patroia. 500 mL-ko matraxe aforatu batean, pipetaren laguntzaz, 1 mL D5 disoluzio isurtzen da (NO<sub>2</sub><sup>-</sup>), eta arrasean jarri ur destilatua gehituta. Disoluzio horretan, NO<sub>2</sub>-ren kontzentrazio baliokidea 5,0 mg/L da<sup>19</sup>.
- D7. Erreaktibo kolorimetrikoa, 1:1 (bolumenean). Erabili behar den unean berean (ez lehenago), nahasi D3 eta D4 disoluzioak (azoazioko eta akoplamenduko disoluzioak, hurrenez hurren), kantitate berdinetan.

### Laginketa

Laginketarako, BTK erabil daiteke, iragazki-kutxan 1 zenbakiko Whatman papera ezarriz (paper horrek ahalmena du 1-5 µm-ko diametroa duten partikulen % 100 itsasteko). O<sub>3</sub>-aren kontzentrazioa handia baldin bada, paper horren orde 41 zenbakiko Whatman papera jartzen da, baina alde zurretik Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,2 M-tan bustita. Ponparen erregimena 30-35 mL/min-ko izango da (2 m<sup>3</sup>/h, gutxi gora-behera)<sup>20</sup>. Gasometroak neurtutakoa idatzi koadernoan, eta horrekin batera, datu meteorologikoak ere bai (batez ere, T eta P).

Prozedura zehatz honetan, borborkarikoburbuila-garbigailuko tutuak fritatua izan behar du. Bilketa-flaskoa ongi garbitu ondoren, disoluzio biltzaile pixka batekin irakuzten da. 50 mL D1 disoluzio flaskoara isuri, eta ponpa martxan jarri<sup>21</sup>. Bi ordu igaro ostean, ponpa itzaltzen da, eta gasometroaren irakurketa koadernoan idatzi, laginketako datu meteorologikoekin batera.

Disoluzio biltzailea 50 mL-ko matraxe aforatubatera pasatzen da, eta burbuila-garbigailua pare bat aldiz irakuzten da D1 disoluzio biltzaile pixka bat erabiliz. Garbiketa-urak matraxean jaso. Matraxea arrasean jarri ur destilatua gehituta, eta nahasketa homogeneizatu (garbiketetan erabiltzen diren ur-bolumenak ongi neurtu, arrasa ez gainditzeko).

<sup>17</sup> Aurrekoa bezala, erabili arte argitasunetik babestu behar da, eta hozkailuan jaso, 4-5 °C-an.

<sup>18</sup> Prestatu ondoren, disoluzio hori egonkorra da 3 hilabetez.

<sup>19</sup> Disoluzio hau erabili behar den egunean prestatu behar da, eta hobe da erabili behar den une berean prestatzea.

<sup>20</sup> Analiak emandako NO<sub>2</sub>-aren kontzentrazioak kalibrazio-zuzenaren barnean egon behar du. Oso egokia da haztamu-saiakera bat egitea, ahal baldin bada, behintzat. Kontzentrazioa handiegia suertatzen bada, laginaren disoluzioa erabil daiteke. Aireko kontzentrazioa oso txikia denean metodo honetarako, ponparen emaria handitu daiteke.

<sup>21</sup> Laginketa egin bitartean, baliteke disoluzio biltzailearen parte bat galtzea, tenperaturaren eraginez. Likidoaren murrizketa oso handia bada, saiakuntza errepikatu daiteke, 50 mL D1 erabiliz, 100 mL-ren orde. Bestalde, burbuilak indartsuegi sorrarazteagatik likidoa galtzea ekidin behar da.

## ■ Prozedura analitikoa

### D5 disoluzio patroia balorazioa

Laginketa egiten den bitartean, D5 ( $\text{NO}_2^-$ ) disoluzioa baloratu daiteke  $\text{KMnO}_4$  disoluzioarekin. Horretarako, azken horren kontzentrazio zehatza zein den jakin behar da. Prozedura honetan, 0,1 M den permanganato-disoluzioa erabiltzen da; hala, kontzentratuagoa den beste disoluzio batetik abiatzen bagara, diluzioz prestatu behar dugu. Balorazioa egiteko, Erlenmeyer matrize batean 25,0 mL  $\text{KMnO}_4$  disoluzio jarri, eta gehitu 40 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:4 bolumenean). Ur-bainu batean 40 °C-ra epeldu, eta diluitu 150 mL ur destilaturekin (gutxi gorabehera).

D5 disoluzioa buretan kokatzen da, eta biraketa-punturaino baloratzen da. puntu hori nabarmen ikusten da, permanganato-disoluzioaren margo ubela desagertu eta likidoa kolore gelditzen baita. Gastaturiko D5 disoluzioaren bolumena koadernoan idatzi.

### Kalibrazio-zuzena egiteko patroien prestaketa

$\text{NO}_2^-$ -aren patroia. Nitritoen laneko disoluziotik abiatuz (D6),  $\text{NO}_2^-$ -aren patroia multzoa prestatzen da. 100 mL-ko 5 matrize aforatutan, D6 disoluzioaren bolumen hauek isurtzen dira pipeten laguntzaz: 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 eta 5,0 mL. Gero, D1 disoluzioa gehitzen zaio bakoitzari, behar dena, matrize bakoitzean 10 mL-ko bolumena osatu arte.

$\text{NO}_2^-$ -aren zuria. Patroiekin batera, zuri bat ere prestatu behar da. Zuriak ez du edukiko  $\text{NO}_2^-$ -rik. Disoluzio hau prestatzeko, 10 mL D6 isurtzen dira 100 mL-ko matrize aforatu batera.

### Neurri alikuoten prestaketa

Laginaren 5 neurri alikuota prestatu behar dira. Horretarako, 100 mL-ko beste hainbeste matrize aforatutan, laginaren 10,0 mL isurtzen dira pipetaren laguntzaz.

### Kolorearen garapena patroietan, zurian eta laginetan

Une honetara iritsita, D7 disoluzioa prestatzen da, D3 eta D4 disoluzioen bolumen berdinak nahastuz. Ondoren, Erlenmeyer matrize guztiak 100 mL-an arrasean jartzen dira (patroiak, zuriak eta neurri alikuotak), une horretan bertan prestatutako D7 errektibo kolorimetrikoa gehituz. Nahasketak homogeneizatzen dira, eta gutxienez 1 h itxaron behar da, matrizeak noizbehinka irabiatuz, kolorearen garapena gertatu arte.

### Analisi kolorimetrikoa

Denbora hori pasatutakoan, prestaketa guztien absorbantziak neurtzen dira kolorimetro edo espektrofotometro baten bitartez, ordena honetan: zuria, patroiak eta neurri alikuotak. 550 nm-ko uhin-luzera erabiliko da.

## ■ $\text{NO}_x$ -en kontzentrazioaren kalkulua eta adierazpena

Lehenengo, kalibrazio-marra osatzen da, zuriaren eta patroien absorbantziatik abiatuz. Gero, neurri alikuoten kontzentrazioak kalkulatu dira, haien absorbantziak kalibrazio-zuzenean sartuta. Azkenik, neurri alikuoten kontzentrazioen batezbesteko aritmetikoa kalkulatu da ( $C_{bg}$ ).

Nitrito-disoluzio patroiaren (D5-aren) faktorea zein den jakitea beharrezkoa da. Horretarako, disoluzio horren molartasuna kalkulatu dugu lehenik eta behin:

$$M_{\text{NaNO}_2} \cdot V_{\text{NaNO}_2} = M_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4}$$

$M_{\text{NaNO}_2}$  nitrito-disoluzioaren benetako kontzentrazio molarra (M)

$V_{\text{NaNO}_2}$  buretan gastaturiko nitrito-disoluzio bolumena (mL)

$M_{\text{KMnO}_4}$  permanganatoaren kontzentrazio molarra (kasu honetan, 0,1 M)

$V_{\text{KMnO}_4}$  matrazeko permanganato bolumena (kasu honetan, 25,0 mL)

Gero, disoluzioaren faktorea kalkulatu dugu:

$$f_{\text{NaNO}_2} = \frac{M_{\text{NaNO}_2}}{0,1}$$

non 0,1 baita D5 disoluzioaren kontzentrazio molar teorikoa.

Faktore hori ezagututa, D6 laneko disoluzioko  $\text{NO}_2$ -aren kontzentrazioa kalkulatu dezakegu ( $N \cdot V = N' \cdot V'$ ), eta, ondorioz,  $\text{NO}_2$ -aren kontzentrazio baliokidea ere bai. Orain,  $\text{NO}_2$ -aren kontzentrazio baliokide zuzendu hau lehen kalkulaturiko neurri alikuoten batez besteko kontzentrazioari aplikatu behar zaio. Horrela, neurri alikuotetako  $\text{NO}_2$ -aren batez besteko benetako kontzentrazioa lortzen da ( $\mu\text{g/mL}$ ):

$$C_{bg-z} = C_{bg} \cdot f$$

$C_{bg-z}$  batez besteko kontzentrazioa, faktorearekin zuzendua ( $\mu\text{g/mL}$ )

$C_{bg}$  batez besteko kontzentrazioa, faktorearekin zuzendu baino lehen ( $\mu\text{g/mL}$ )

$f$  disoluzioaren faktorea

Disoluzioaren faktorea ( $C_{bg-z}$ ) aplikatu ondoren, berdindu egiten dira neurri alikuotetako  $\text{NO}_2$ -aren benetako kontzentrazioa eta burbuila-garbigailuaren barnean dagoena. Burbuila-garbigailuko  $\text{NO}_2$ -aren pisu baliokidea kalkulatzeko, biderkatu egin behar dira  $\text{NO}_2$ -aren benetako kontzentrazioa ( $\mu\text{g/mL}$ ) eta disoluzio biltzailearen bolumena ( $V_{dk}$ : normalki 50 mL edo 100 mL, gidoi honen hasieran azaldu denaren arabera).

Kalkulua kondizio estandarretan adierazteko, gasometroak emandako aire-laginaren bolumenaren balioa laginketako kondizioetara ekarri behar da:

$$V_{ke} = \frac{P_{lk} \cdot V_{lk} \cdot T_{ke}}{P_{ke} \cdot T_{lk}}$$

$V_{ke}$  aire-bolumena kondizio estandarretan ( $\text{Nm}^3$ )

$V_{lk}$  aire-bolumena laginketako kondizioetan ( $\text{m}^3$ )

$P_{ke}$  kondizio estandarretako presio atmosferikoa (1 atm)

$P_{lk}$  presioa laginketako kondizioetan (atm)

$T_{ke}$  kondizio estandarretako tenperatura (273 K)

$T_{lk}$  tenperatura laginketako kondizioetan (K)

Lehen azaldu dugun moduan, prozedura honek ez ditu desberdintzen NO-a eta NO<sub>2</sub>-a, atzemandako NO guztia oxidatzen delako. Beraz, saiakuntzaren emaitzak NO<sub>x</sub>-en kontzentrazioa ematen du, hau da, C<sub>NOx</sub> (µg/m<sup>3</sup>).

Azaldutako eraldaketetan eta datuetan oinarrituta, lagindutako aire-bolumen osoko nitrogeno-oxidoen kontzentrazioa kalkula dezakegu:

$$C_{NOx} = \frac{C_{bg-z} \cdot V_{dk}}{V_{ke}}$$

- C<sub>NOx</sub> lagineko NO<sub>x</sub>-kontzentrazioa (µg/Nm<sup>3</sup>)
- C<sub>bg-z</sub> benetako kontzentrazioa burbuila-garbigailuko likidoan (batezbestekoaz eta faktoreaz zuzenduriko kontzentrazioa (µg/mL))
- V<sub>ke</sub> aire-bolumena kondizio estandarretan (Nm<sup>3</sup>)
- V<sub>db</sub> burbuila-garbigailuko disoluzio biltzailearen bolumena; kalibratio-zuzenaren barnean sartzeko diluitu edo kontzentratu ez badugu, 50 mL da.

## 2.9 Amoniakoko-lurrunen kontzentrazioaren determinazioa

Kodea: **Analisia-9**

Jarduera analitikoa: **IMMISIOKO AMONIAKO-LURRUNEN KONTZENTRAZIOAREN DETERMINAZIOA, BOLUMEN TXIKIKO KAPTADOREA ETA KOLORIMETRIA ERABILIZ**

Metodo analitikoa: **Bolumen txikiko kaptadorea eta metodo kolorimetrikoa**

Analisi mota: **immisioa; barneko airearen kalitatea**

Kontsultarako erreferentziak: **BOE 266 (05-11-76); C.E.BOE 8 (10-01-77)**

### Saiakuntzaren funtsa eta helburua

Amoniakoko gasa ekoizpen-prozesu industrialetatik zein prozesu naturaletatik iristen da atmosferara (prozesu naturaletan, mikroorganismo batzuek garaturiko erreakzio anaerobioen ondorioz askatzen da). Airean dagoenean, euri azidoa bultzatzen du, beste gas batzuekin batera. Gainera, usain-arazoak sortzen ditu, oso kontzentrazio txikitik egon arren.

Gas kutsatzaile hau, kontzentrazioa determinatzeko, erraz atzematen da bolumen txikiko kaptadorearekin, azido sulfurikoaren disoluzio biltzaile batean. Horrela, amonio sulfato gatza osatzen da, eta Nessler erreaktiborekin erreakzionatzen du. Ondorioz, kolore horitik (amonio-kontzentrazio txikia) erre gorrixkara (kontzentrazio handia) bitartekoa hartzen du, hots, amonio-kontzentrazioaren arabera biziagoa edo ahulagoa da. Gero, laginaren kontzentrazioa ebaluatzen da, espektrofotometro ikusgaia edo kolorimetroaz, 410 nm-an eta patroiz multzo batekin erkatuta.

Jakin behar da, airean aldehidoak badaude interferentziak sor daitezkeela<sup>22</sup>.

### ■ Saiakuntzako materiala

#### Erreaktiboak eta beste substantzia batzuk:

- ✓ Amonio sulfato anhidroa,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
- ✓ Azido sulfurikoa,  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- ✓ Nesslerren erreaktibo

#### Tresneria

- ✓ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK); burbuila-garbigailuko tutuak fritatua edo difusiboa izan behar du
- ✓ 1 zenbakiko Whatman iragazpapera
- ✓ Espektriko ikusgaiko espektrofotometro edo kolorimetroa, 410 nm-an lan egiteko egokitua (ikus 12. irudia)
- ✓ 10 mL-ko matraxe aforatuak tutu aforatuak
- ✓ Pipetak eta beirazko ohiko beste materialen bat



12. irudia. mahai gaineko kolorimetroa.

### ■ Disoluzioen prestaketa

- D1. Disoluzio biltzailea: 1.000 mL-ko matraxe aforatu batean, ur destilatua ezarri eta 1,4 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  disolbatu (sulfuriko komertziala erabil daiteke,  $1,84 \text{ g/cm}^3$ -ko pisu espezikoa duena, esate baterako); gehitu ur destilatua, arrasean jarri arte.
- D2. Disoluzio patroi kontzentratua. 1.000 mL-ko matraxe aforatu batean, disolbatu 3,8793 g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  (anhidroa); honela prestatutako disoluzioak  $1 \text{ mg NH}_3/\text{mL}$  darama.

<sup>22</sup> Hori gertatzen bada, beste metodo bat, egokiagoa, erabili behar da: sodio fenolatoaren kolorimetria.



- D3. Laneko disoluzio patroia. 10,0 mL D2 disoluzio hartu (pipetaz) eta 1.000 mL-ko matrize aforatu batean jartzen da; ur destilatua gehitu, arrasean jarri arte; disoluzio horrek 10  $\mu\text{g}$   $\text{NH}_3/\text{mL}$  ditu.
- D4. Nesslerren errektiboa. Kalitate analitikoko errektibo honen prestaketa komertzial bat erabil daiteke. Hala ere, errektiboa laborategian presta dezakegu. Horretarako, 100 g  $\text{HgI}_2$  eta 70 g  $\text{KI}$  disolbatzen dira ur destilatu pixka batean. Bestalde, 160 g  $\text{NaOH}$  500 mL disolbatzen da ur destilatutan (kontuz disolbatze exotermikoarekin). Gero, hasieran egindako ioduroen nahasketa hidroxidoaren disoluzioari gehitzen zaio, astiro eta irabiatuz; 1.000 mL-ko matrize aforatura pasatu, eta arrasean jarri ur destilatua gehituta. Jasotzeko, borosilikatozko flasko batean jarri prestaketa, gomazko tapoi batekin itxita eta argitik babestuta. Disoluzio hori egonkorra da urtebetez.

### Laginketa

Immisionean, lagina BTKrekin jasotzen da. Barneko aire-kalitatea ebaluatzeko, berriz, berriazko laginketa-ekipo pertsonalak erabiltzen dira (esate baterako, amonio edo amoniakoarekin lan egiten duten lantegietan). BTKk erabiltzean, ponparen emaria ertaina bada, laginketak 24 h inguru irauten du<sup>23</sup>. Beira fritatuzko tutu bat erabili behar da burbuila-garbigailuan. Behin ongi garbituta, burbuila-garbigailua D1 disoluzio apur batekin pasatzen da. Gero, 100,0 mL D1 disoluzio jarri behar dira burbuila garbigailuan, eta ontzia bere lekuan kokatu, kaptadorearen barnean. Gasometroaren irakurketa koadernoan idatzi, eta, horrekin batera, datu meteorologiak ere bai (bereziki, tenperatura eta presioa). Ponpa martxan jarri, eta lagina biltzen da. Aurreikusitako denbora amaitutakoan, ponpa itzali, eta burbuila-garbigailua, lagina daukana, arretaz ateratzen da bere lekutik. Berriz jaso gasometroaren irakurketa eta meteorologia-datuak. Burbuila-garbigailuko likidorik galdu bada, 100 mL-an arrasean jarri D1 disoluzio gehituta.

Garraiatzeko, ongi itxi behar dira burbuila-garbigailua eta barnean daraman lagina. Beste modu batera lan egin nahi bada, lepo hariduneko flasko batera pasatu behar da, eta behar bezala itxi. Berehala eraman laborategira analisisa egiteko.

### Prozedura analitikoa

#### Patroien, zuriaren eta laginen prestaketa

Nesslerren errektiboak eragindako erreakzioak koloreak gararazten ditu, eta kolore horiek kolorimetroarekin edo ikusgai-tarteko espektrofotometroarekin neur daitezke. Komeni da errektibo hori aldi berean eta, gainera, azken unean gehitzea patroiei, zuriari eta laginei.

Patroiak prestatzeko, 10 mL-ko matrazetan D3 disoluzioaren bolumen hauek isurtzen dira: 1,0, 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 eta 10,0 mL (multzo hau, metodo honen linealtasun-tartearen barnean gelditzen da). Berehala, 1 mL Nesslerren errektibo gehitzen zaio bakoitzari (D4 disoluzioa). Ur destilatu berria gehitu, arrasean jarri arte. Matrizeak tapoiez itxi, eta pixka bat irabiatu. Minutu gutxiren buruan kolore desberdinak sortzen dira matrizeetan, hori ahuletik (kontzentrazio txikienean) arrera bitartekoak (kontzentrazio handienean).

<sup>23</sup> Beste hainbat kasutan bezala, hemen ere aldeztu aurretik egindako gutxi gorabeherako neurketak lagungarriak dira lekuko kontzentrazioaren maila ezagutzeko.

Zuria prestatzeko, ur destilatu berria erabiltzen da kasu honetan, urak ez dezan absorbatu laborategiko atmosferan egon litekeen amoniorik. Jarri matrazean 10 mL ur destilatu, eta isuri pipetaz 1 mL Nesslerren errektibo (D4 disoluzioa). Matrazea irabiatu minutu batzuetan.

Aire-laginarekin, saiakuntza egiteko 5 neurri alikuota prestatuko dira gutxienez. Horretarako, 10 mL-ko matraze aforatuetan laginaren 5 mL isuri behar dira, bakoitzari 1 mL Nesslerren errektibo (D4) gehitu, eta ur destilatu berria gehituta arrasean jarri. Estali, eta irabiatu minutu batzuetan.

### Patroien, zuriaren eta laginen analisisia

Espektrofotometro edo kolorimetroa erabiliz, zuriaren kolorearen intentsitatea neurtzen da lehenengo (absorbantzia hori izango da txikiena). Gero, patroien absorbantziak neurtzen dira (absorbantzia handitzen joango da patroien kontzentrazioa handitu ahala). Kalibrazio-zuzena egiteko, zuriaren eta patroien kontzentrazioak eta absorbantziak erabiltzen dira.

Berriro egiten da zuriaren fotometria, eta, berehala, neurri alikuoten absorbantziak neurtzen dira. Neurri alikuotek duten NH<sub>3</sub>-aren kontzentrazioa eta patroien kolorearen intentsitatea ez badatoz bat, beste neurri alikuota batzuk prestatzen dira, 5 mL baino gehiagokoak edo gutxiagokoak, kontzentrazioa tartearen gainetik edo azpitik gelditu den kontuan hartuta, hurrenez hurren. Urrats hori egiten bada, bolumen berria kontuan izan behar da ondorengo kalkuluetan.

### Amoniakoaren kontzentrazioaren kalkulua eta adierazpena

1. Patroien eta zuriaren kontzentrazio eta absorbantziekin taula prestatu behar da; eta taula horrekin, berriz, kalibrazio-zuzena eraikitzen da (absorbantzia vs kontzentrazioa). Gutxieneko absorbantzia zuriari dagokio. Kontuan izan behar da, ezen kalibrazio-zuzen hau baliagarria dela 10 µg/mL-tik 100 µg/mL-ra bitarteko NH<sub>3</sub>-aren kontzentrazioak ebaluatzeko.
2. Neurri alikuota bakoitzak bere absorbantzia du, eta, kalibrazio-zuzenaren bitartez, haien kontzentrazioa lortzen da. Kontzentrazio horiekin, neurri alikuota guztien batez besteko kontzentrazioa kalkulatu da. Hori da, hain zuen, burbuila-garbigailuko disoluzioaren batez besteko kontzentrazioa,  $C_{bg}$  (µg/mL).
3. Kalkulua kondizio estandarretan adierazteko, gasometroak neurtutako aire-laginaren bolumena laginketako kondizioetara ekarri behar da:

$$V_{ke} = \frac{P_{lk} \cdot V_{lk} \cdot T_{ke}}{P_{ke} \cdot T_{lk}}$$

$V_{ke}$	aire-bolumena kondizio estandarretan (Nm <sup>3</sup> )
$V_{lk}$	aire-bolumena laginketako kondizioetan (m <sup>3</sup> )
$P_{ke}$	kondizio estandarretako presio atmosferikoa (1 atm)
$P_{lk}$	presioa laginketako kondizioetan (atm)
$T_{ke}$	kondizio estandarretako temperatura (273 K)
$T_{lk}$	temperatura laginketako kondizioetan (K)

4. Datu horiekin, eta lagindutako airearen bolumena kontuan izanda, NH<sub>3</sub>-aren kontzentrazioa kalkulatu da, lagindutako airearen bolumen jakinean eta kondizio estandarretan (µg/Nm<sup>3</sup>):

$$C_{NH_3} = \frac{C_{gb} \cdot V_{gb}}{V_{ke}}$$

- $C_{NH_3}$  NH<sub>3</sub>-aren kontzentrazioa airean (µg/Nm<sup>3</sup>)
- $C_{bg}$  NH<sub>3</sub>-aren kontzentrazioa burbuila-garbigailuan (µg/mL)
- $V_{bg}$  burbuila-garbigailuko laginketa-likidoaren bolumena; kasu honetan, 100 mL
- $V_{ke}$  lagindutako airearen bolumena kondizio estandarretan (Nm<sup>3</sup>)

## 2.10 Berunaren kontzentrazioa aire atmosferikoan (I)

Kodea: **Analisa-10**

Jarduera analitikoa: **AIRE ATMOSFERIKOKO BERUN PARTIKULEN KONTZENTRAZIOAREN DETERMINAZIOA, BOLUMEN TXIKIKO KAPTADOREA ETA KOLORIMETRIA ERABILIZ (I)**

Metodo analitikoa: **Bolumen txikiko kaptadorea eta metodo kolorimetrikoa**

Analisi mota: **immisioa; barneko airearen kalitatea**

Kontsultarako erreferentziak: **NIOSH Manual of analytical methods, second edition, vol. 1, 2 and 3.**

### Saiakuntzaren funtsa eta helburua

Beruna metal gris-urdin eta harikorra da, 327,5 °C-an urtzen eta 1.740 °C-an lurruntzen dena. Kutsadura atmosferikoaren ikuspuntutik, atmosferara irits daitekeen metal toxiko bat da, eta han kutsatzailea da. Pertsonen osasunerako, oso kaltegarria da. Denbora luzean, beruna gehitu izan zaio gasolinari; batez ere, berun-tetraalkilo moduan (berun tetraetiloa eta berun tetrametiloa). Substantzia horiek likido koloreak dira, eta gasolinaren beste osagai hidrokarburodunek baino lurrunkortasun txikiagoa dute. Berez, gasolina lurruntzen denean, tangaren ondoan metatzen eta elkartzen dira, ikusgai bihurtzeraino. Automobilan erregaietan, detonazioaren kontra jokatzeko dute; izan ere, zilindroen barnean, txinparta elektrikoa sortu arte atzeratzen dute nahasketaren eztanda. Eragin hori gabe, gasolina zilindroen bero hutsez lehertuko litzateke, eta ezin izango litzateke leherketa erregulatu.

Oxigeno erregarriaren aurrean, beruna espezie oxidatu bilakatzen da; atmosferara askatzen da ibilgailuen ihes-hodietatik, eta, halaber, kontsumitu gabeko gehigarri gisa. Horrela, planeta osoan, hainbat hamarkadatan, sekulako berun pila isuri da atmosferara eztanda-motorretatik. Behin atmosferara iritsita, luze irauten du han, eta haizeak erraz garraiatzen du leku batetik bestera. Azkenean, euria dela medio, jalki egiten da. Orduan, kutsatu egiten dira lurzorua, ingurune hidrikoak, laboreak eta abar. Erraza da lurzoruan zein orbelean berun-konposatuen kantitate handiak atzematea (zuhaitz-hostoetan itsasteko joera izaten du). Egungo arauak airean gehienez 0,5 µg/Nm<sup>3</sup>-ko kontzentrazioa egotea onartzen dute.

Gaur egun, gasolinetan, beste konposatu batzuk erabiltzen dira berun-alkanoen ordean. Hori dela eta, berun kantitate gero eta txikiagoak isurtzen dira automobiletatik atmosferara. Orain erabiltzen den gehigarri ohikoena metil-*t*-butil eterra da (MTBE). Hala ere, arnasten dugun airean oso berun kantitate handia dago, eta berun horrek urte askoan iraungo du atmosferan. Berunaren toxikotasuna hainbat testuingurutan frogatu da, eta bereziki toxikoa da atmosferako beste konposatu organiko batzuekin kimikoki konbinatzen denean (kutsatzaile horietako asko antropogenikoak dira). Erreakzio horien ondorioz sortzen diren substantzia berriak jatorrizkoak baino toxikoagoak dira askotan, sinergiaren eraginez.

Zenbait jarduera industrialek (meategiek, burdingintzak, petrolio fintzeak...) beruna aireratzen dute, metal moduan edo halogenoekin konbinatuta. Osasunerako, autoen ihes-hodiek askatzen dutena bezain kaltegarria da, eta oso luze irauten du ingurumenean. Dena den, oso teknika eraginkorrak erabiltzen dira kutsatzaile gaseosoak eta partikula kutsatzaileak atzemateko, eta prozesuetako aire-lasterretatik beruna duten kutsatzaile kimikoak kentzeko.

Behin aireratuta, beruna esekiduran gelditzen da, partikula gisa. Partikula horien diametroa 3 µm baino txikiagoa izaten da askotan, eta atmosferako beste partikula eta aerosol batzuei itsasten zaizkie. Bestalde, beruna maiz agertzen da elikagaietan eta uretan ere. Izaki bizidunen ehunetan metatzen da. Organismo askotan, beruna gorputz barnera iritsitakoan, oso zaila eta motela izaten da hura iraitzea. Gizakiongan, arnasturiko berunaren % 30-50 arnasketa-aparatuan mugitzen da, eta gainerakoa, organo batzuen ehunetan metatzen da.

Partikuletan itsasteko duen joeraz baliatuz, laginketan, airea iragazpaper berezi batzuetatik pasarazten da. Material adsorbatzailean itsatsita gelditzen da metala (adsorbatoa). Ondoren, beruna azido nitrikotan disolbatzen da, eta ditizonarekin erreakzionarazten zaio. Horren ondorioz, kelato konplexu bat eratzen da, kolore bizikoa eta berariazko disolbatzaile organikoak erabiliz erraz erauzten dena (likido/likido erauzketa). Azkenik, haren kontzentrazioa neurtzen da, kolorimetriaren edo tarte ikusgaiko espektrofotometroaren bidez, 520 nm-an.

## Saiakuntzako materiala

### Erreaktiboak eta beste substantzia batzuk

- ✓ Azido nitrikoa, 0,1 M HNO<sub>3</sub>
- ✓ Berun (II) nitratoa, Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>
- ✓ Amoniakoa, % 25ekoa, NH<sub>3</sub>
- ✓ Potasio zianuroa, KCN
- ✓ Ditizona (difeniltiokarbazona)
- ✓ Diklorometanoa, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>
- ✓ Sodio sulfato anhidroa, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- ✓ Sodio sulfitoa, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>

## Tresneria

- ✓ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK)
- ✓ Espektrofotometro ikusgaia edo kolorimetroa, 520 nm-an lan egin dezakeena, beirazko kubetekin (ikus 13. irudia)
- ✓ Beira-zuntzeko iragazpapera
- ✓ Petri kutxa
- ✓ 100 ml-ko polietilenoazko flaskoak
- ✓ 100 ml eta 250 ml bitarteko dekantazio-onilak
- ✓ Saio-hodi haridunak
- ✓ Pipetak, probetak, prezipitatu-ontziak eta beirazko ohiko materiala
- ✓ Iragazpapera maneiatzeko matxarda txikiak



13. irudia. Absortzio atomikoko espektrofotometroa.

Saiakuntza honetan erabiliko den beirazko material guztia xaboiz garbitu behar da, uretan ondo pasatu (ur asko erabiliz), eta azido nitriko diluituaz irakuzi. Horrela, azidoak kendu egiten du garbitzean gehi litekeen beruna (esate baterako, ur-hornidurako hodi zaharretatik askatzen dena).

### Disoluzioen prestaketa

- D1.  $\text{HNO}_3$  0,1 M disoluzioa. Disoluzio honetatek bolumen handia behar da, prozedura honetan behin baino gehiagotan erabiliko baita beste disoluzio batzuk prestatzeko, beruna erauzteko, etab. Eskuarki, 1 l nahikoa izaten da. Azido nitriko kontzentratu komertzial batetik abiatuz, gutxi gorabehera 0,1 M den disoluzioa prestatzen da<sup>24</sup>; horretarako, etiketako datuak hartzen dira kontuan —azidoaren pisu espezifikoa eta kontzentrazioa (ehunekotan)—.

<sup>24</sup> Azido nitriko hau beste disoluzioak prestatzeko oinarria izango da eta, halaber, berunaren eragile itsasgarria; hau dela eta, ez da beharrezko haren kontzentrazioa zehaztasun osoz ezagutzea.

- D2. Pb (II)-aren disoluzio patroia kontzentratua, 1.000 mg/L. 1 L berun-disoluzio patroia kontzentratu prestatzeko, 1,598 g berun (II) nitrato (kalitate analitikokoa) prezipitatu-ontzi batean jarri behar dira, eta D1 disoluzioaren apur batekin disolbatu (0,1 M den azido nitrikoa). Gero, disoluzio hori 1.000 mL-ko matrize batera pasatu behar da, ontzia nitrikoaz garbitu, eta garbiketa-urak jaso. Azkenik, D1 disoluzioa gehitu behar zaio, arrasean jarri arte<sup>25</sup>.
- D3. Pb (II)-aren laneko disoluzio patroia, 5 mg/L. 5 mL D2 disoluzio pipetaz hartu, eta 1 L-ko matrize batean jarri; arrasean jarri D1 disoluzioa gehituta<sup>26</sup>.
- D4. Disoluzio alkalino konplexu-eratzaila. % 25 NH<sub>3</sub> duen 750 mL ur-disoluzio hartu, eta 1,0 g KCN eta 1,5 g Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> disolbatu; 1 L-ko matrize aforatu batean, arrasean jarri, ur destilatua gehituta.
- Arretaz jokatzeko neurriak: gas-kanpaiaren barnean lan egin behar da nahitaez. Zianuro-disoluzioak ezin du, inondik inora, disoluzio azidoekin kontakturik izan. Arbendol garratzaren usainak HCN-a sortzen ari dela adierazten du, eta oso substantzia toxiko eta arriskutsua da hori. Horrelako usainik edo inolako zorabiorik sumatuz gero, atera laborategitik eta jarri martxan egoera horri dagozkion segurtasun-neurriak.*
- D5. Ditizonaren disoluzioa, 25 mg/l. 0,025 g ditizona pisatu behar dira, eta 1 L diklorometanotan disolbatu<sup>27</sup>. Aurreko disoluzioaren kasuan bezala, ditizona gas-kanpaiaren barnean prestatu behar da.

### Berunaren laginketa

Laginketa BTKrekin egiten da. Ekipoko iragazki-kutxaren barnean, beira-zuntzezko iragazpapera kokatzen da. Gutxienez 2 m<sup>3</sup> lagindu behar dira, ponparen emari ertainean. Koadernoan idazten dira gasometroaren hasierako irakurketa, laginketa zehatz zer ordutan hasi den eta datu meteorologikoak. Kondizio horietan lorturiko emaitza kalibrazio-zuzenetik kanpo gelditzen bada, ponparen emaria doitu behar da, edo, bestela, laginketa-denbora aldatu. Berun partikulak paperean itsatsita gelditzen dira.

Laginketa amaitutakoan, iragazki-kutxa irekitzen da, eta, matxardaz, paper kutsatzaileduna Petri kutxaren barnean jaso. Berrir idatzi gasometroaren irakurketa, laginketa zer ordutan bukatu den eta meteorologia-datuak. Papera laborategira eraman.

### Prozedura analitikoak

#### Berunaren erauzketa

Laborategian, iragazpapera aho zabaleko flasko batean jarri behar da, eta ontzira 30 mL D1 disoluzio isuri (alegia, HNO<sub>3</sub> 0,1 M). Flaskoa ondo itxi, eta eskuz irabiatu behar da minutu batzuetan. Azidoak iragazpaper osoari eragin behar dio, beruna ingurune azidoan disolba dadin.

Flaskoko likidoa 100 mL-ko prezipitatu-ontzi batean jarri behar da. Flaskoa bi aldiz garbitzen da barrutik, erauzketa bakoitzean 5 mL D1 disoluzio erabiliz. Garbiketa-urak ere prezipitatu-ontzian jasotzen dira. Denera, 40 mL jasoko dugu; bolumen horretan, laginduriko berun atmosferiko disolbatua izango dugu, eta kalkuluak egiteko, datu garrantzitsua da bolumen hori.

<sup>25</sup> Normalki, 250 mL nahikoa izaten da.

<sup>26</sup> Aurreko kasuan bezala, 250 mL-rekin nahikoa izan liteke.

<sup>27</sup> Saiakuntzarako, 100 mL nahikoa izango da.

Beruna erauzteko, D5 disoluzioa erabili behar da (ditizona), eta, horrekin batera, jalkitze-onilak ere bai. Onilaren giltza itxita egonik, prezipitatu-ontziko berun-disoluzioa jalkitze-onil batera pasatzen da. Gero, pipeta graduatuaz, 5,0 mL D4 disoluzio gehitu behar zaio (disoluzio alkalino konplexu-eratzaila), eta pipeta aforatuaz, 5,0 mL D5. Onila hertsirik, nahasketa hori gutxienez 5 minutuz irabiatu behar da, eta, ondoren, onila atsedenean laga beste 15 minutuz. Denbora horretan, faseen bereizketa gertatzen da, oso nabaria izaten dena. Fase organikoa onilaren behealdean metatzen da. Orduan, giltza ireki, eta fase organiko hori aho zabaleko saio-hodi batean jasotzen da (hodiak lehor egon behar du) (ikus 14. irudia).



14. irudia. Faseen bereizketa berunaren analisisan.

Laborategiko espatulaz, hartu sodio sulfato anhidro pixka bat, eta ezarri saio-hodian. Hodia itxi, irabiatu segundo batzuetan, eta, poro meheko iragazpapera erabiliz, iragazi fase organikoa. Iragazitakoa (likidoa) lepo hariduneko saio-hodi lehor batean jasotzen da. Hertsu hodia berehala, disolbatzaile organikorik ez galtzeko.

### Zuria, patroia eta kalibrazio-zuzena prestatzea

Patroien prestaketa: beruna erauzi bitartean, kalibrazio-zuzena egiteko behar diren patroiak eta zuria presta daitezke. Horretarako, 6 jalkitze-onil behar dira (0tik 5era zenbakitu behar dira). Osagaiak ordena honetan nahastu behar dira:

1. Oniletan, D3 disoluzioaren bolumen zehatz hauek isuri: 0,0, 0,5, 1,0, 1,5, 2,0 eta 2,5 mL.
2. Onil bakoitzari 40 mL D1 disoluzio gehitu.
3. Pipeta graduatuaz, gehitu 5,0 mL D4 disoluzio onil bakoitzari.
4. Pipeta aforatuaz, gehitu nahasketa bakoitzari 5,0 mL D5 disoluzio.

6. taulan nahasketa bakoitzaren edukia ageri da.

<i>Jalkitze-onilaren zenbakia</i>	0 (zuria)	1	2	3	4	5
<i>D3, berun-disoluzio patroia (mL)</i>	0,0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5
<i>D1, azido nitrikoa (mL)</i>	40	39,5	39,0	38,5	38,0	37,5
<i>D4, disoluzio alkalino konplexu-eratzaila (mL)</i>	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
<i>D5, ditizona (mL)</i>	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
<i>Fase organikoko berun-kontzentrazioa (mg/l)</i>	0,0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5

6. taula. Patroiak prestatzeko behar diren bolumenak.

- Onil guztiak irabiatu behar dira, eskuz, gutxienez 5 minutuz; faseak bereizi arte, onilak geldirik uzten dira.
- Hemendik aurrera, berunaren erauzketan emandako urrats berak egiten dira. Hau da, onilen behealdeko fase organikoa saio-hodi garbi eta lehorretara eramaten da (saio-hodiak onilak bezala zenbakitzen dira). Hodi bakoitzari  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidro pittin bat gehitzen zaio, eta, ondoren, hodiak itxi eta irabiatu egiten dira. Likidoa poro meheko iragazpaperen bitartez iragazten da, iragazitako likidoa lepo hariduneko saio-hodietan jasotzen da, eta hodiak itxi egiten dira, disolbatzailerik ez galtzeko.

Kalibrazio-zuzena prestatzeko, bai kolorimetroa eta bai espektrofotometro ikusgaia erabil daitezke<sup>28</sup>. Tresna horietan, 520 nm-ko uhin-luzera aukeratu behar da. Hasteko, kubeta bat diklorometanoz betetzen da arrasean jarri arte, eta haren absorbantzia neurtzen da, gailuaren irakurketa Ora doitzeko. Gero, patroia bakoitzaren absorbantzia neurtzen da uhin-luzera horretanbanean, diluituenetik kontzentratuenera. Absorbantziakin eta kontzentrazioekin, kalibrazio-zuzena marrazten da (absorbantzia vs berunaren kontzentrazioa, zurian eta patroietan).

### Berunaren absorbantzia neurtzea

Laginaren absorbantzia neurtzeko, uhin-luzera berean lan egiten da, hau da, 520 nm-an. Kubetek garbi eta lehor egon behar dute. Lehen bezala, absorbantzia Ora doitzen da lehenengo, diklorometanoz beteriko kubeta analisi-tresnan sartuta. Gero, laginetik askaturiko fase organikoaren absorbantzia neurtzen da; hor dago lagindutako beruna. Fase organikoz kubeta bete, eta neurtu.

<sup>28</sup> Kalibrazio-zuzena prestatzeko eta laginaren absorbantzianeurtzeko, txikiegiak dira lortutako bolumenak. Ikusgaitik UVra bitarteko espektrofotometroaz lan egitea aholkatzen da, kolorimetroak baino bolumenak txikiagoak behar izaten direlako, normalki. Gainera, espektrofotometroa kolorimetroa baino zehatzagoa izaten da.



## ■ Emaizten kalkulua eta adierazpena

Kalibratio-zuzena osatzean, bat ez datozen puntuak ezabatzen dira. Txostenean, beti adierazi behar da funtzioa grafikoaren ondoan (kasu honetan,  $y = ax + b$  motakoa da), eta horrekin batera, dagokion  $R$  erregresio-koefizientea ere bai.

Berun-disoluzio patriiak aurretik prestatu eta fotometrozt neurtu baldin badira, laginaren absorbantzia lehenbailehen neurtu behar da. Kalibratio-zuzena osatutakoan, laginaren absorbantzia grafikoan interpolatzen da, eta berun-kontzentrazio espektrofotometrikoa lortzen da:  $C_{esp-Pb}$  (mg/L).

Kalkulua kondizio estandarretan adierazteko, gasometroak neurtutako aire-laginaren bolumena laginetako egoerara ekarri behar da:

$$V_{ke} = \frac{P_{lk} \cdot V_{lk} \cdot T_{ke}}{P_{ke} \cdot T_{lk}}$$

$V_{ke}$	aire-bolumena kondizio estandarretan (Nm <sup>3</sup> )	$P_{lk}$	presioa laginetako kondizioetan (atm)
$V_{lk}$	aire-bolumena laginetako kondizioetan (m <sup>3</sup> )	$T_{ke}$	kondizio estandarretako tenperatura (273 K)
$P_{ke}$	kondizio estandarretako presio atmosferikoa (1 atm)	$T_{lk}$	tenperatura laginetako kondizioetan (K)

Gogoan izan, ezen BTK-ko iragazpaperean atzemandako lagin partikulak 40 mL HNO<sub>3</sub>-tan jarri direla. Aurreko datuak eta laginketa-bolumen hori kontuan izanda, lagindutako aireko Pb-kontzentrazioa zein den jakin daiteke (mg/Nm<sup>3</sup>):

$$C_{Pb} = \frac{C_{esp-Pb} \cdot V_l}{V_{ke}}$$

$C_{Pb}$	berun-kontzentrazioa inguruneko airean (mg/Nm <sup>3</sup> )
$C_{esp-Pb}$	berunaren kontzentrazio espektrofotometrikoa (mg/mL)
$V_{ke}$	laginduriko airearen bolumena, kondizio estandarretan (Nm <sup>3</sup> )
$V_l$	laginketa-likidoaren bolumena, kasu honetan 40 mL

Emaizta hori µg/Nm<sup>3</sup>-tan adierazi nahi bada,  $C_{Pb}$ -aren balioa 10<sup>3</sup>z biderkatzen da.

## 2.11 Berunaren kontzentrazioa aire atmosferikoan (II)

Kodea: **Analisia-11**

Jarduera analitikoa: **AIRE ATMOSFERIKOKO BERUN PARTIKULATUAREN KONTZENTRAZIOAREN DETERMINAZIOA, BOLUMEN TXIKIKO KAPTADOREAZ ETA ABSORTZIO ATOMIKOAZ (II)**

Metodo analitikoa: **Bolumen txikiko kaptadorea eta absortzio atomikoaren espektrometria**

Analisi mota: **immisioa; barneko airearen kalitatea**

Kontsultarako erreferentziak: **UNE 77230:1998 ISO 9855:1993 MTA/MA-011/A87**

## ■ Saiakuntzaren funtsa eta helburua

Absortzio atomikoko espektrometria (gar-fotometria bidezko absortzio atomikoko espektroskopia) aireko hainbat metalen analisisa egiteko metodo bat da, eta, gainera, metalen analisi arautuen oinarria izaten da gehienetan. Oro har, teknika arina da, eta zenbait kasutan aldizkako teknika kolorimetrikoa baino zehaztasun gutxiagokoa den arren, saiakuntza azkarrago egiten laguntzen du.

BTKren iragazki-kutxan kokaturiko beira-zuntzezko paperak aerosoletan eta partikuletan dagoen beruna atzematen du. Barneko airearen kalitatea aztertzen denean, berriz, laginketa-ekipo pertsonaleko anpulu edo kartutxoan itsasten da aireko beruna. Gero, iragazkia azido nitrikoaz tratatzen da. Horrela, beruna erazten da, eta erraz disolbatzen da azidotan. Ondorioz, lagin likidoa lortzen da, eta gar-espektrofotometroaren bitartez analizatzen da, 283,3 nm-ko uhin-luzeraz. Laginarekin batera, berun-disoluzio patrioiak neurtzen dira fotometroarekin. Patrioi horietan, beruna azido nitrikotan disolbatua dago, proportzio egokietan. Patrioen neurketekin, kalibrazio-zuzena marrazten da (absorbantzia vs kontzentrazioa), eta zuzen hori erabiltzen da laginaren berun-kontzentrazioa ebaluatzeko, interpolazioaren bidez. Determinazio hau egiteko absortzio atomikoko espektrometria topikoa erabiltzen bada, bilketa-iragazkian 1 µg-tik gorako berun kantitateei antzematen zaie. Halere, espektrofotometroaren barnean grafitozko labea erabiltzen bada, kantitate txikiagoak baliozta daitezke.

Aireko hainbat metalen kontzentrazioak nerutzeko, orain azalduko dugun analisi metodo hau eta honen antzekoak erabiltzen dira. Kasu bakoitzean, lanpara espektrofotometriko egokia erabili behar da, eta, horrekin batera, aztertu nahi den metal jakinari dagokion uhin-luzera, ekipoaren eta lanpararen fabrikatzaileak eskainitako argibideei jarraituz.

## ■ Saiakuntzako materiala

### Erreaktiboak eta beste substantzia batzuk

- ✓ Azido nitriko kontzentratua, gutxienez % 65ekoa
- ✓ Berun (II) nitratoa,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
- ✓ Hidrogeno peroxidoa (ur oxigenatua),  $\text{H}_2\text{O}_2$ , % 30ekoa (komertziala)
- ✓ Ur birdestilatua edo destilatu berria

### Tresneria

- ✓ Bolumen txikiko kaptadorea (BTK)
- ✓ Absortzio atomikoko espektrofotometroa, aire-azetilenoko erregailuarekin eta beruna analizatzeko lanpara egokiarekin
- ✓ Beira-zuntzezko iragazpaperak
- ✓ Petri kutxa
- ✓ Hainbat edukieratako matrazeak eta Erlenmeyerrak
- ✓ Polietilenoazko flaskoak, 100 mL-koak
- ✓ Lepo hariduneko saio-hodiak, 10 mL-koak
- ✓ Pipetak, probetak, prezipitatu-ontziak eta beirazko material ohikoa
- ✓ Matxarda txikiak iragazpapera maneiatzeko

Saiakuntza honetan erabiliko den beirazko material guztia xaboiez garbitu behar da, uretan pasatu (ur askoz), eta azido nitriko diluituaz irakuzi. Horrela, azidoak kendu egiten du garbitzean gehi litekeen (esate baterako, ur-hornidurako hodi zaharretatik askatzen dena).

### ■ Disoluzioen prestaketa

- D1. Azido nitrikoaren disoluzioa, % 10-ekoa bolumenean. 1.000 mL-ko matrize aforatu batean, 100 mL azido nitriko kontzentratu 900 mL uretan disolbatzen dira; horretarako, beti ordena honi zorrotz jarraitu behar zaio: lehenago, matrizean, ur destilatuaren erdia ezarriko dugu; gero, azido nitrikoa isuri, eta, azkenik, ur destilatua gehituta arrasean jarri.
- D2. Berun-disoluzio patroia, 1.000 µg/mL. Berun (II) nitrato gatzak lehorgailuan eduki, 4 orduz, 120 °C-an; disoluzioa 250 mL-ko matrize aforatu batean prestatzen da; 399,5 g gatz disolbatu bolumenean % 10 den azido nitrikotan (D1); arrasean jarri azido nitriko berarekin.
- D3. Laneko berun-disoluzioa, 100 µg/mL-koa. 100 mL-ko matrize aforatu batean, 10 mL D2 disoluzio diluitu ur destilatuan, eta arrasean jarri.

### ■ Laginketa

Laginketa BTK erabiliz egin daiteke. Horretarako, gutxienez 2.000 L aire pasarazi behar da beira-zuntzeko iragazpaperetik (hain zuzen, aurretik iragazki-kutxan kokatu deneti iragazi-paperetik, hain zuzen. Ponparentzat emari ertaina aukeratzen da (tokiko egoeraren arabera, baliteke laginketa-bolumen handiagoak behar izatea; kasu batzuetan, esate baterako, 2 m<sup>3</sup> baino gehiagokoak). Gasometroaren irakurketa eta datu meteorologikoak koadernoan idazten dira, laginketa-hasieraren ordu zehatzarekin batera. Laginduriko aire-bolumenaren bitartez lorturiko emaitza kalibrazio-zuzenetik kanpora gelditzen bada, ponparen emaria edo laginketa-denbora doitu behar da. Berun atmosferikoaren partikulak eta aerosol adsorbatazaileak iragazpaperean itsatsita gelditzen dira.

Laginketa amaitutakoan, iragazki-kutxa askatu, eta, matxardekin, iragazpapera Petri kutxara eramaten da. Laginketa amaitu den uneko gasometroaren irakurketa, ordu zehatza eta meteorologia-datuak koadernoan idazten dira.

### ■ Prozedura analitikoa

#### Berunaren erauzketa

Laborategian, tratamendu bera eman behar zaie laginketan erabilitako iragazpaperari eta hura bezalako beste iragazpaper bati. Azken iragazki huts horretatik lortzen da zuria.

Gasak xurgatzeko mekanismoa duen beira-arasa batean egin behar da laginaren digestio azidoa. Bi iragazpaperak, laginarena eta zuriarena, 125 mL-ko Erlenmeyer matrize banatara eramaten dira (zuriaren eta laginaren Erlenmeyer matrizeak ongi identifikatu). Orduan, biei, 5 mL azido nitriko kontzentratu eta 1 mL hidrogeno peroxido komertzial isurtzen zaizkie, ordena horretan. Bi Erlenmeyerrak erloju-beiraz estaltzen dira, eta plaka bero-emaitzean berotzen, 140 °C-an. Materia organiko ugari atzematen bada (aireko partikulak gehitu direlako edo iragazkia kutsatua zegoelako), azido nitriko kontzentratu gehiago behar da, materia organikoa erabat kentzeko. Etapa horretan, digestio-tenperatura ez da erabakigarria; hala ere, laginaren digestio geldoa bermatu behar da.

Disoluzioaren tonu argiak adierazten du digestioa bukatu dela. Orduan, Erlenmeyer matrizeetatik erloju-beirak kendu behar dira, eta D1 disoluzioko azido nitrikoa erabiliz garbitu (2 edo 3 mL nahikoa izaten da horretarako); garbiketa-ur azido horiek Erlenmeyer matrizeetan beretan jasotzen dira. Horrela, lortutako bi disoluzioak (zuriarena eta laginarena) lehortzeraino lurruntzen dira plaka bero-emailean, 100 °C-an. Erlenmeyer matrizeak hoztean gelditzen diren hondakinak 1 mL azido nitriko kontzentratutan disolbatu behar dira, Erlenmeyer matrizeetan. Bi disoluzioak 100 mL-ko matrize aforatuetara pasatu, eta arrasean jarri D1 disoluzioko azido nitriko diluitua gehituta (ongi identifikatu).

### Berun-disoluzio patroien, zuriaren eta laginen analisisa

Berun-disoluzio patroiak prestatzeko, D3 (100 µg/mL) disoluzioaren bolumen hauek hartzen dira (pipetak erabiliz): 0,0, 5,0, 10,0, 15,0 eta 20,0 mL; 0,0 zuri espektrofotometrikoari dagokio. Bolumen bakoitza 100 mL-ko matrize batean jartzen da, eta D1 disoluzioa gehitzen zaio arrasean jarri arte (0,0 mL-ko patroiak azido nitrikoaren % 10eko disoluzioa soilik dauka). Horrela, laneko disoluzio hauek lortzen dira: 0,0, 5,0, 10,0, 15,0 eta 20,0 µg/mL. Disoluzio horiek aurrerago beste analisisetan erabili nahi baldin badira, matrizeetatik polietilenoazko flaskoetara pasatu behar dira (ongi identifikatuta, eta etiketan prestaketaren data jarrita).

Fabrikatzailearen argibideei jarraituz, absortzio atomikoko espektrofotometroa doitu behar da, lanean hasteko. Arreta berezia eskaini behar zaio berunezko katodo hutseko lanparari. Horrez gain, aire-azetilenoko erregailua optimizatu egin behar da (garaiera, bereziki), eta erregaiaren, oxidatzailearen eta langargailuaren emariak ere bai. Monokromadorearen arteka aukeratu behar da, eta behar diren beste osagaiak puntu egokian jarri behar dira. Berunaren kasuan, 283,3 nm-ko uhin-luzera aukeratzen da.

Hasteko, berun-disoluzio patroiak analizatzen dira, kontzentrazio txikienetik hasita; kontzentrazio txikienekoa, 0,0 µg/mL edo berunik gabeko teorikoa da eta, bereziki, oinarriko marra finkatzeko balio du. Patroien absorbantziak koadernoan idazten dira. Azken patroia fotometreatu ondoren, 0,0 µg/mL-ko neurri alikuota erabili berriro ekipoa.

Berehala egiten zaio fotometria laginari. Haren absorbantziaren irakurketa idatzi, 0,0 µg/mL neurri alikuota berriro analizatu (zuriaren neurri alikuota itxaron gabe analizatzen da), eta haren absorbantzia ere idatzi.

### Kalibrazio-zuzena prestatzea, eta laginaren eta zuriaren kontzentrazioak determinatzea

Kalibrazio-zuzena prestatzeko, patroien analisisetan lortutako absorbantziak erabiltzen dira. Abzisetan, kontzentrazioak kokatzen dira (µg/mL), eta ordenatuetan, berriz, absorbantziak. Kalibrazio-zuzena osatzean, bat ez datozen puntuak baztertu egiten dira. Interpolazioaren bitartez lortzen dira laginaren eta zuriaren kontzentrazioak.

### ■ Emaizen kalkulua eta adierazpena

Kalkulua kondizio estandarretan adierazteko, laginketako kondizioetara ekarri behar da gasometroak emandako aire-laginaren bolumena:

$$V_{ke} = \frac{P_{lk} \cdot V_{lk} \cdot T_{ke}}{P_{ke} \cdot T_{lk}}$$

$V_{ke}$  aire-bolumena kondizio estandarretan (Nm<sup>3</sup>)

$V_{lk}$  aire-bolumena laginketako kondizioetan (m<sup>3</sup>)

$P_{ke}$	kondizio estandarretako presio atmosferikoa (1 atm)
$P_{lk}$	presioa laginketako kondizioetan (atm)
$T_{ke}$	kondizio estandarretako tenperatura (273 K)
$T_{lk}$	tenperatura laginketako kondizioetan (K)

Lagindutako aireko berun-kontzentrazioa (kondizio estandarretan) adierazpen honen bidez lortzen da:

$$C_{Pb} = \frac{100 \cdot (C_l - C_z)}{V_{ke}}$$

$C_{Pb}$	berun-kontzentrazioa lagindutako airean, kondizio estandarretan ( $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$ )
$C_l$	fotometriako lagineko berun-kontzentrazioa ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )
$C_z$	iragazki hutseko berun-kontzentrazioa (zuria; $\mu\text{g}/\text{mL}$ )
$V_{ke}$	laginduriko aire-bolumena, kondizio estandarretan ( $\text{Nm}^3$ )
100	fotometriako laginaren bolumena (mL)

## 2.12 BTEX konposatuaren kontzentrazioa gasen kromatografiaren bidez

Kodea: **Analisia-12**

Jarduera analitikoa: **AIREKO BTEX KONPOSATUAREN KONTZENTRAZIOAREN DETERMINAZIOA, GASEN KROMATOGRAFIAREN BIDEZ**

Metodo analitikoa: **barneko airearen kalitatea neurtzeko laginketa-ekipo pertsonala eta metodo kromatografikoa**

Analisi mota: **immisioa; barneko airearen kalitatea**

Kontsultarako erreferentziak: **MTA/MA-030/A92  
EPA 8260B (Volatile organic compounds by gas chromatography)**

### Saiakuntzaren funtsa eta helburua

BTEX konposatuak hidrokarbuero aromatikoen talde berezi bat osatzen du. Talde honetako lau substantziak ingurumenean (airean, uretan, lurzoruetan...) agertzea kezagarria da, bereziki pertsonen osasunerako. BTEX akronimoa konposatu organiko hauek osatzen dute, hurrenez hurren: bentzenoa, toluenoa<sup>29</sup>, etilbentzenoa eta xilenoak<sup>30</sup>. Substantzia horiek guztiak konposatu organiko lurrunkorak (VOC) dira, eta petrolioaren deribatueen ohiko osagaiak izaten dira askotan (gasolinak, esaterako). Atmosferara iritsi ondoren (gehienetan, automobilen gasolinetatik ihes egiten dute erre gabe), oso mugikortasun

<sup>29</sup> Metilo erradikal bat daraman konposatu bentzenikoa.

<sup>30</sup> Eratzunean bi metilo erradikal daramatzaten konposatu bentzenikoak.

handia dute, eta erraz iristen dira lurzorura edo uretara. Hori dela eta, oso arazo handiak eragiten dituzte ingurumenean. Denak ala denak kaltegarriak dira osasunerako (haien ezaugarri toxikoengatik eta izaera kartzinogenoengatik). Baina bentzenoa da lauretan arriskutsuena (bentzenoaren esposizio-muga 5  $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$ -an finkatu da).

Hirietako airean BTEX konposatuaren kontzentrazioa kezkarria izateak ibilgaluen zirkulazioan du jatorria. Gainera, oso nabarmenki agertzen dira konposatu horiek petrolio-findegien inguruan eta gasolinak jasotzeko tangen inguruan.

Substantzia horiek erraz lagintzen dira laginketa-ekipo pertsonalak erabiliz. Aparatuaren barnean, aireko partikulak atzemateko iragazki txiki bat kokatzen da, eta, haren ondoren, ikatz aktibatuzko kartutxo bat (behin erabiltzeko kartutxoak izaten dira). Ikatx aktibatua ahalmena du metanoa baino pisu molekular handiagoko konposatu organikoak adsortzioraz erazteko. Ekipo pertsonaleko ponpa piztu, eta lagina hartzen da. Laginketa amaitutakoan, neurtu nahi diren konposatuak atzeman ondoren, ikatzetik askatzen dira pentanoaren disoluzio batekin. Gero, konposatu organikoak dauzkan pentano hori analizatzeko, gas-kromatografia (GC) erabiltzen da. Teknika hori asko erabiltzen da gas-fasean dauden substantziak bereizteko, batez ere konposatu organikoak analizatu nahi direnean. Zutabe kromatografikoan substantziak bereizi eta gero, garraren ionizazioaren detektagailuak (FID) identifikatu egiten ditu. Beste osagai batzuk ere erants dakizkioke kromatografoari, identifikazioa egiteko. BTEX konposatuaren osagaiak ebaluatzeko, polietilenglikol-zutabea erabil daiteke, EC-Wax motakoa (30 m x 0,53 mm x 1,20  $\mu\text{m}$ ), helio gasa garraiatzaile edo *carrier* gisa baliatuz (2,5 mL/min-ko emaria). Egokia izaten da, halaber, 40 °C-tik 100 °C-rako tenperatura-aldapa erabiltzea, 4 °C/min-ko abiaduraz eta FIDa 275 °C-an doituz (datu horiek gutxi gorabeherakoak dira; kasu bakoitzean erabilitako tresnaren arabera jokatu behar da, kromatografoaren eta zutabearen ekoizleen argibideei jarraituz).

## ■ Saiakuntzako materiala

### Erreaktiboak eta beste substantzia batzuk

- ✓ Bentzenoa
- ✓ Toluenoa
- ✓ Etilbentzenoa
- ✓ Xilenoa
- ✓ Pentanoa (karbono sulfuroa ere oso desadsorbatzaile ona izaten da, eta askotan erabiltzen da konposatu organikoak ikatz aktibatutik askatzeko; gainera, hori da, hain zuzen, MTA arauan proposaturiko eragilea)

### Tresneria

- ✓ Laginketa-ekipo pertsonala (laginketa-ponpa pertsonala)
- ✓ Ikatx aktibatuzko kartutxoa lagina hartzeko, dagokion iragazkiarekin
- ✓ Gas-kromatografoa, BTEX nahasketako konposatuak bereizteko zutabe egokiarekin, eta gar-detektagailuarekin; eta tresna analitikoak behar duen softwarea ere bai (ikus 15. irudia)

- ✓ 1,0  $\mu\text{L}$ -ko mikroxiringa, kromatografoko gomazko *septum* edo trenkadan zehar injektatzeko egokia
- ✓ 10 mL-ko flaskoak, tefloizko tapoi haridunekin
- ✓ 25 mL-ko matraze aforatuak, tefloizko tapoi hermetikoekin
- ✓ 0,5, 1, 2, 3, 4 eta 5 mL-ko pipetak (0,5 mL-koa mikropipeta izan daiteke)
- ✓ Balantza analitikoa



15. irudia. Gas-kromatografoa.

### Disoluzioen prestaketa

Substantzia horien guztien lurrunkortasuna oso handia da; horregatik, flaskoak irekiko dira soilik beharrezkoa den denboran, berehala itxi; gainera, gas-kanpailan lan egin behar da, eta toxikoak direnez, laborategia ondo aireztatu behar da, segurtasuna bermatzeko.

- D1. BTEX konposatuaren jatorrizko disoluzio patroia. 25 mL-ko matraze aforatuan (matrazeak garbia eta lehorra egon behar du), 20 mL pentano ezarri behar dira. Matraze hori berehala itxi bere tapoiarekin, eta balantza analitikora eraman, tara zehazteko. Balantzatik kanpo, pentanoa atera gabe, 500  $\mu\text{L}$  bentzeno isuri, eta berehala itxi. Berrito pisatu behar da balantzaz, eta erantsitako bentzenoaren pisu zehatza idatzi behar da koadernoan. Matrazea ustu gabe, berrito zehazten da haren tara, eta, oraingoan, 500  $\mu\text{L}$  tolueno gehitzen zaizkio. Itxi matrazea, eta pisatu. Horrela, gehitutako toluenoaren pisu zehatza jakin daiteke (koadernoan idatziko dugu). Matrazea itxi, haren tara berrito zehaztu, ireki, eta 500  $\mu\text{L}$  etilbentzeno gehitu. Itxi, eta balantzara eraman, etilbentzenoaren pisu zehatza kalkulatzeko (emaitza

koadernoan apuntatu). Azkenik, berriz itxi, tara zehaztu, ireki, 500 mL xileno erantsi, itxi, pisatu, eta xilenoaren pisua kalkulatu (koadernoan apuntatu). Azken urrats horretan, matrazea balantzatik kendutakoan, arrasean jarri behar dugu, 25 mL-raino pentanoa gehituta. Berehala itxi, nahasketa poliki irabiatu, eta leku freskoan jaso erabili arte.

- D2. BTEX nahasketaren laneko disoluzio patroia. 10 mL-ko flasko batean, 9 mL pentano isurtzen dira. Berehala, 1 mL D1 disoluzio gehitu, eta azkar itxi lurrunketa ekiditeko. Oso poliki irabiatu nahasketa homogenezatzeko, eta toki freskoan jaso.

## Laginketa

Laginketa-ekipo pertsonalaren argibideei jarraituz, ikatz aktibatuzko kartutxoak dagokion tokian ezartzen da, iragazki eta guzti. Laginketa egiteko, komeni da gailua lurzorutik 3,5 m ingurura kokatzea, eta, gainera, itzalean. Idatzi koadernoan uneko datu meteorologikoak, gasometroaren irakurketa eta laginketa hasteko ordu zehatza. Ponpa martxan jarri eta aire-bolumen zehatz bat pasarazten da kartutxoan zehar. Hasteko, 10 L-rekin egin daiteke proba. Dena den, inguruko kontzentrazioaren arabera, baliteke aire-bolumen handiagoa behar izatea metodo honen bitartez BTEXa atzemateko. Bestalde, 10 L-ko kontzentrazioa handiegia bada eta kalibrazio-zuzenetik kanpora gelditzen bada, diluzioa egokitu egin beharko genuke. Barneko aire-kalitatea ebaluatzeko, arauak 5 L aire lagintzeko agintzen du. Laginketa bukatzean, datuak berriz jaso, eta ekipoa laborategira eramaten da.

## Prozedura analitikoak

### Laginaren prestaketa

Kartutxoak ponpatik atera, eta kartutxoan zehar 100 mL pentano igaroarazi behar da. Horrela, ikatzean itsatsitako substantzia organikoak fase likidora pasatzen dira, eta han disolbatzen. Pentanoak ikatz-partikula txikienetariko batzuk garraia ditzake; hori dela eta, likidoa iragazi behar da 0,45 µm-ko nylonezko iragazki batekin (oso garrantzitsua da urrats hori egitea, solidoak zutabe kromatografikora iritsiz gero, zutabea berehala buxatuko bailitzateke). Iragazitakoa 100 mL-ko matraze aforatu batean jaso, eta arrasean jarri pentanoa gehituta. Tapoia itxi, eta matrazea leku freskoan jaso.

### Kalibrazio-zuzena eta erretentzio-denborak finkatzea

Kromatografoaren lan-baldintzak zutabearen ezaugarrien arabera dira; fabrikatzailearen argibideak oso kontuan izan behar dira<sup>31</sup>. Guztiz funtsezkoa da saiakuntza osoan lan-baldintza berberei eustea.

BTEX konposatuaren osagai guztien erretentzio-denborak zutabearen determinatzeko, hasieran 1,0 µL bentzeno injektatu behar dira zutabearen. Hori egindakoa, kromatografia-gailurrari begiratzen zaio, eta injekzioaren ondotik igarotako denborari ere bai. Bentzenoa zutabetik zeharo ezabatzeko, minutu batzuk itxaron behar dira. Ondoren, lan bera egin behar da toluenoarekin, hau da, 1,0 µL tolueno injektatu, eta gailurraren sorrerari begiratuhatu denbora neurtzeko. Minutu batzuetan itxaron ondoren, lana errepikatu egin behar da, baina etilbentzenoarekin. Pixka bat itxaron ostean, xilenoa injektatzen da haren denbora zehatza neurtzeko. Horrela, substantzia bakoitzaren erretentzio-denborak finkatzen dira erabilitako berariazko zutabe horretan. Datu horiekin, berariazko taula bat osatzen da (ikus 7. taula).

<sup>31</sup> Protokolo honen hasieran adierazitako lan-parametroak EC-Wax motako zutabe batenak dira. Kontuan izan fabrikatzaile bakoitzak balio egokienak ematen dituela bere produktuarentzat.



Konposatua	t: erretentzio-denbora (min)
Bentzenoa	
Toluenoa	
Etilbentzenoa	
Xilenoa	

7. taula. Erretentzio-denborak aurkezteko taula egokia.

Hori guztiaz gain, saiakuntza hau egiteko BTEX konposatuaren osagaien patroia multzo bat behar da. Horretarako, 10 mL-ko 6 flasko hartu, eta, hurrenez hurren, D2 disoluzioaren ondoko bolumen haek gehitu behar zaizkie (mikropipetaz edo pipeta arruntez): 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 eta 5,0 mL. Flaskoak arrasean jarri pentanoa gehituta, eta berehala itxi lurruntze-galerak saihesteko. Gero, flaskoak poliki irabiatzen dira segundo batzuetan nahasketak homogeneizatzeko, eta toki freskoan jasotzen dira.

Ondoren, 0,5 mL-ko patroia 1,0 µL-ko dosia injektatzen da kromatografoan. Hurrengo minutuetan, BTEX nahasketako osagai desberdinen gailurrak sortzen dira, bakoitza bere erretentzio-denboraren arabera (substantzia bakoitzaren injektzioekin lotutako denborekin eta gailurrekin erkatu behar dira). Minutu batzuk itxaron ondoren, 1,0 mL-ko patroia 1,0 µL injektatzen da zutabearen, substantzia guztien pikoaren bilakaera ikusteko. Minutu batzuk itxaron ondoren, urrats berak errepikatzen dira 2,0 mL-ko patroiarekin. Eta horrela jarraitzen da, patroia guztiekin prozedura amaitu arte. Ekipoaren programa informatikoa gailurren integrazioa egiten du, patroietan substantzia bakoitzaren zer kontzentrazio zehatz dagoen jakiteko. Lorturiko datuekin, berariazko taula bat osatuko dugu (ikus 8. taula).

Patroia	0,5 mL	1,0 mL	2,0 mL	3,0 mL	4,0 mL	5,0 mL
C <sub>bentzenoa</sub> (µg/L)						
C <sub>toluenoa</sub> (µg/L)						
C <sub>etilbentzenoa</sub> (µg/L)						
C <sub>xilenoa</sub> (µg/L)						

8. taula. Patroien kontzentrazioak, bolumenaren arabera.

Erretentzio-denborek laguntzen dute substantzia bakoitzaren agerpena finkatzen. Konposatu bakoitzarentzat berariazko kalibrazio-zuzen bat eraiki behar da (bentzenoarena, toluenoaren, etilbentzenoarena eta xilenoarena). Gailurren azalerak vs substantzien kontzentrazioak (µg/L) marraztu behar dira, kalibrazio-zuzenak egiteko.

### Laginak injektatzea zutabearen

Patroien ondotik, laginak injektatzen dira. Lan horretarako, ikatz partikulak ezabatzeko iragazi dugun fase likidoaren 1,0 µL bideratzen da zutabearen, betiere aurreko lan-baldintzei eutsita. Kromatograman agertzen hasiko dira laginketa-garaian ikatz aktiboan itsatsitako substantziak (pentanotan disolbagarriak direnak, hain zuzen), bai BTEX nahasketakoak, bai interesekoak ez diren beste arrotz batzuk (bestalde, zutabeak, nahasketakoak ez diren beste substantzia batzuk ere atxiki ditzake). Edonola ere, gure intereseko konposatu organikoak atzemango ditugu substantzia puruen erretentzio-denborekin erkatuz. Orain

ere, ekipoaren softwareak gailurren azalera integratuko ditu. Azalera baliagarriak dira laginetan eta lagindutako aire-bolumenean BTEX konposatuko substantzien zer kontzentrazio dagoen jakiteko. Horretarako, azalaren balioak grafikoan sartzen dira (ordenatua), eta interpolazioaren bidez lortzen da kontzentrazioa (abszisa). Kontzentrazio bakoitza doitu egin behar da lagindutako aire-bolumenaren arabera.

Emaitzen desbideratzeak ezabatzeko, komeni da zutabetik igaroaraztea laginaren 1,0 µL-ko dosi bat baino gehiago; batetik besterako denbora-tartea eman beharko da.

### Emaitzen adierazpena

Bentzenoaren kasuan, kontuan izango dugu substantzia kantitate zehatza zein den kalkulatu dugula ( $p_1$ , µg)  $10^{-3}$  mL lagin kromatografikoan (hau da, laginaren 1 µL-an). Laginaren 100 mL-tan dagoen bentzeno kantitatea erlazio honekin lortuko dugu ( $p_2$ , µg):

$$p_2 = \frac{100 \cdot p_1}{10^{-3}} = 10^5 \cdot p_1$$

Bentzeno kantitate hori ( $p_2$  edo analizatzeko laginaren 100 mL-tan dagoena) lagindutako airetik erauzitakoa da ( $V_{lk}$ , hau da, aire-bolumena, laginketako kondizioetan,  $m^3$ -tan neurtua). Aireko bentzeno-kontzentrazioa adierazteko, berriz, substantzia horren bolumena  $Nm^3$ -tan eman behar da. Eta, horretarako, aire-laginaren bolumena, gasometroan neurtutakoa, laginketako kondizioetara ekarri behar da:

$$V_{ke} = \frac{P_{lk} \cdot V_{lk} \cdot T_{ke}}{P_{ke} \cdot T_{lk}}$$

$V_{ke}$	aire-bolumena kondizio estandarretan ( $Nm^3$ )
$V_{lk}$	aire-bolumena laginketako kondizioetan ( $m^3$ )
$P_{ke}$	kondizio estandarretako presio atmosferikoa (1 atm)
$P_{lk}$	presioa laginketako kondizioetan (atm)
$T_{ke}$	kondizio estandarretako temperatura (273 K)
$T_{lk}$	temperatura laginketako kondizioetan (K)

Azkenik, datu horiekin, laginduriko aireko bentzeno-kontzentrazioa kalkula dezakegu:

$$C_{bentzenoa} = \frac{P_2}{V_{ke}}$$

Beste hainbeste egin behar da toluenoaren, etilbentzenoaren eta xilenoaren kasuetan, airean lau substantzia horien zer kontzentrazio dagoen jaki ezagutzeko. Emaitza bakoitza bereizirik ematen da.

# ERANSKINAK 3

## 1. ERANSKINA: muga-balioak immisioan, kutsatzaile topiko batzuentzat (laburpena)

### Arau erabilgarriak

Gaur egun, inguruneko airearen kalitatearen atalase-mailak, mugak eta perdoiak Europako Batasuneko hiru direktiba hauetan oinarritzen dira:

- ✓ 1999/30/CE Direktiba, SO<sub>2</sub>-ari, NO<sub>2</sub>-ari, NO<sub>x</sub>-ri, PM-10-ei eta Pb-ari buruzkoa.
- ✓ 2000/69/CE Direktiba, CO-ari eta C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>-ari (bentzenoari) buruzkoa.
- ✓ 2002/3/CE Direktiba, aire troposferikoko O<sub>3</sub>-ari buruzkoa.

Errege Dekretu hauek ere erabiltzen dira:

- ✓ 1073/2002 Errege Dekretua, SO<sub>2</sub>-ari, NO<sub>2</sub>-ari, NO<sub>x</sub>-ari, PM-10-ei, Pb-ari, CO-ari eta C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>-ari buruzkoa.
- ✓ 1796/2003 Errege Dekretua, aire troposferikoko O<sub>3</sub>-ari buruzkoa.

### Muga-balioak airearen kalitatean

(OHARRA: araudian, urte naturala erabiltzen da, hau da, 365 egun)

### Nitrogeno-oxidoak (NO<sub>x</sub>)

Muga mota	Batez besteko tartea	Muga-balioa
Orduko muga-balioa pertsonen osasuna babesteko	1 ordu	200 µg/m <sup>3</sup> (maila hau ezin da gainditu urtean 18 aldiz baino gehiagotan)
Urteko muga-balioa pertsonen osasuna babesteko	1 urte	40 µg/m <sup>3</sup>
Urteko muga-balioa landaretza babesteko	1 urte	30 µg/m <sup>3</sup>

PM-10 partikulak

<i>Muga mota</i>	<i>Batez besteko tartea</i>	<i>Muga-balioa</i>
Eguneko muga-balioa pertsonen osasuna babesteko	24 ordu	50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (maila hau ezin da gainditu urtean 7 aldiz baino gehiagotan)
Urteko muga-balioa pertsonen osasuna babesteko	1 urte	20 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Sufre dioxidoa ( $\text{SO}_2$ )

<i>Limite mota</i>	<i>Batez besteko tartea</i>	<i>Balio-muga</i>
Orduko muga-balioa pertsonen osasuna babesteko	1 ordu	350 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (maila hau ezin da gainditu urtean 24 aldiz baino gehiagotan)
Eguneko muga-balioa pertsonen osasuna babesteko	24 ordu	125 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (maila hau ezin da gainditu urtean 3 aldiz baino gehiagotan)
Muga-balioa ekosistemak babesteko	Urte bat eta negua (urriaren 1etik martxoaren 31ra)	20 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

Karbono monoxidoa ( $\text{CO}$ )

<i>Erreferentziako denbora-tartea</i>	<i>Kontzentrazioa</i>	<i>Balorazioa</i>
30 minutu	45 $\text{mg}/\text{m}^3$	Onargarria
8 ordu	15 $\text{mg}/\text{m}^3$	Onargarria
1 egun	34 $\text{mg}/\text{m}^3$	Lehen mailako larrialdia
1 egun	48 $\text{mg}/\text{m}^3$	Bigarren mailako larrialdia
1 egun	60 $\text{mg}/\text{m}^3$	Larrialdi osoa

Ozono troposferikoa (O<sub>3</sub>)

<i>Erreferentziako denbora-tartea</i>	<i>Kontzentrazioa</i>	<i>Balorazioa</i>
Orduko batez bestekoa	180 µg/m <sup>3</sup>	Biztanleriari jakinarazteko muga
Orduko batez bestekoa	240 µg/m <sup>3</sup>	Biztanleria ohartarazteko muga
8 orduko batez bestekoa	120 µg/m <sup>3</sup>	Osasunaren babesa
Orduko balioak maiatzetik uztailera	AOT40 = 6.000 µg/m <sup>3</sup> h	Landaretzaren babesa
Orduko balioak apiriletik irailera	AOT40 = 20.000 µg/m <sup>3</sup> h	Basoen babesa
Urte 1	40 µg/m <sup>3</sup>	Kalteak materialei

(OHARRA: AOT40 kalkulatzeko, egun guztietako orduko balioak hartzen dira, 08:00etatik 20:00etara, eta haien batez bestekoa kalkulatzen da).

Beruna (Pb)

<i>Muga mota</i>	<i>Batez besteko tartea</i>	<i>Muga-balioa</i>
Urteko muga-balioa pertsonen osasuna babesteko	1 urte	0,5 µg/m <sup>3</sup>

Bentzenoa (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>)

<i>Limite mota</i>	<i>Batez besteko tartea</i>	<i>Balio-muga</i>
Urteko mug-abalio pertsonen osasuna babesteko	1 urte	5 µg/m <sup>3</sup>

## 2. ERANSKINA: bibliografia

### Kutsatzaile atmosferikoak, laginketa eta analisisia

- ARAGÓN, P. [eta beste]: *Contaminación atmosférica. Manual de laboratorio*, Universidad Politécnica de Valencia, 2005.
- BURRIEL, F. [eta beste]: *Química analítica cualitativa*, Paraninfo, 1982.
- DOMÉNECH, X.: *Química atmosférica. Origen y efectos de la contaminación*, Miraguano, 2000.
- HARRIS, C.: *Análisis químico cuantitativo*, Reverté, 2001.
- IHOBE: *Guía técnica para la medición, estimación y cálculo de las emisiones al aire*, IHOBE, 2003.
- MORAGUES, J.: *Manual de tecnología de medición de concentración de gases y material particulado en chimeneas y atmósfera*.  
(sarean: <http://www.medioambiente.gov.ar/documentos/prodia/contaminacion/manual01.pdf>).
- OMS: *Selección de procedimientos para medir la contaminación del aire*, Organización Mundial de la Salud, 1976.

### Kutsatzaile atmosferikoak araudian

- 1999/30/CE Zuzentaraua.
- 2000/69/CE Zuzentaraua.
- 2002/3/CE Zuzentaraua.
- 1073/2002 Errege Dekretua.
- 1796/2003 Errege Dekretua.

### Kutsatzaile atmosferikoei buruzko EN, ISO eta UNE arau batzuk

Egiaztatze-analisi bat egin behar denean, arau homologatuak erabiltzen dira. Hala ere, aukera ugari dago kutsatzaile atmosferikoak lagintzeko eta analizatzeko, egiaztatze-analisetan zein analisi irekietan. Hona hemen analistek erabil ditzaketen oinarritzko protokolo batzuen erreferentziak, emaitzaren bermea egiaztatatu behar denean.

- ISO 4421:1983 – UNE 77-203-99, Air quality. Determination of mass concentration of sulphur dioxide in ambient air. Thorin spectrophotometric method.
- ISO 4225: 1994 – UNE 77204, Air quality. General aspects. Vocabulary.
- ISO 4226:1993 – UNE 77205, Air quality. General aspects. Units of measurement.

- ISO 4220:1983 – UNE 77-206-93, Ambient air. Determination of a gaseous acid air pollutant index. Titrimetric method with indicator or potentiometric end-point detection.
- ISO 7996:1985 – UNE 77-212-93, Ambient air. Determination of mass concentration of nitrogen oxides. Chemiluminescence method.
- ISO 13964:1998 – UNE 77221, Aire quality. Determination of ozone in ambient air. Ultraviolet photometric method.
- ISO 9855:1993 – UNE 77230, Ambient air. Determination of the particulate lead content of aerosols collected on filters. Atomic absorption spectrometric method.
- ISO 9853:1993 – UNE 77231, Ambient air. Determination of a black smoke index.
- ISO 8756:1994 – UNE 77233, Air quality. Handling of temperature, pressure and humidity data.
- ISO 12884:2000 – UNE 77250, Ambient air. Determination of total (gas and particle-phase) polycyclic aromatic hydrocarbons. Collection on sorbent-backed filters with gas chromatographic/mass spectrometric analyses.
- ISO 4224: 2000 – UNE 77252, Ambient air. Determination of carbon monoxide. Non-dispersive infrared spectrometry method.
- UNE 772234, Ambient air. Determination of the mass concentration of sulfur dioxide. Tetrachloromercurate (TCM)/pararosaniline method.
- EN 13725 – UNE-EN 13725, Air quality. Determination of odour concentration by dynamic olfactometry.
- EN 13725:2003/AC – UNE-EN 13725:2004/AC, Air quality. Determination of odour concentration by dynamic olfactometry.
- MTA/MA-011/A87, Determinación de plomo en aire. Método filtro de membrana y espectrofotometría de absorción atómica.
- MTA/MA-030/A92, Determinación de hidrocarburos aromáticos (benceno, tolueno, etilbenceno, p-xilenos, 1,2,4-trimetilbenceno) en aire. Método de adsorción en carbón activo y cromatografía de gases.

### 3. ERANSKINA: informazioa sarean

▶ **Eusko Jaurlaritzako Ingurumen Saila**

<http://www.ingurumena.ejgv.euskadi.net/r49-387/es/>

▶ **Nafarroako Gobernuoko Ingurumen Saila**

[http://www.navarra.es/home\\_es/Gobierno+de+Navarra/Organigrama/Los+departamentos/Desarrollo+Rural+y+Medio+Ambiente/](http://www.navarra.es/home_es/Gobierno+de+Navarra/Organigrama/Los+departamentos/Desarrollo+Rural+y+Medio+Ambiente/)

▶ **IHOBE**

<http://www.ihobe.net/>

▶ **Ingurumen Ministerioa**

<http://www.marm.es/>

▶ **Laneko Segurtasun eta Higieneko Institutu Nazionala**

<http://www.insht.es/portal/site/Insht/>

▶ **Europako Ingurumen Batzordea**

<http://ec.europa.eu/environment/>

▶ **United States Environmental Protection Agency (EPA, Estatu Batuetako Ingurumena Babesteko Agentzia)**

<http://www.epa.gov/>

▶ **Troposfera Proiektua**

<http://www.troposfera.org/>

▶ **Olores.org**

<http://www.olores.org>





LANBIDE EKIMENA

