

- ertmannite and Fe oxides formed by biological low-pH Fe(II) oxidation versus abiotic neutralization: impact on trace metal sequestration. *Geochimica Cosmochimica Acta*, 76, 29-44. (DOI: 10.1016/j.gca.2011.10.015)
- Durn, G. Slovenec, D. and Čović, M. (2001): Distribution of Iron and Manganese in Terra Rossa from Istria and its Genetic Implications. *Geologia Croatica*, 54, 1, 27-36.
- Martinović, J., Jakšić, V. and Kapisazović, G. (1978): Pedološka karta SFRJ, mjerilo 1:50000, list Mljet 2 (*Basic Soil Map of SFRJ, scale 1:50000 – sheet Mljet 2*), Izdavač OOUR Zavod za agropedologiju Sarajevo i Projektni Savjet za izradu pedološke karte Hrvatske.
- Mehra, O.P. and Jackson, M. L. (1960): Iron oxide removal from soils and clays by a dithionite-citrate system buffered with sodium carbonate. *Seventh National Conference on Clays and Clay Minerals*, 7, 317-327. (DOI: 10.1346/CCMN.1958.0070122)
- Miko, S., Durn, G., Adamcová, R., Čović, M., Dubíková, M., Skalský, R., Kapelj, S. and Ottner, F. (2003): Heavy metal distribution in karst soils. *Environmental Geology*, 45/2, 262-272. (DOI: 10.1007/s00254-003-0878-y)
- Mileusnić, M., Mapani, B.S., Kamona, A.F., Ružičić, S., Masure, I. and Chimwamurombe, P.M. (2014): Assessment of agricultural soil contamination by potentially toxic metals dispersed from improperly disposed tailings, Kombat mine, Namibia. *Journal of geochemical exploration*, 144/C, 409-420. (DOI: 10.1016/j.gexplo.2014.01.009)
- Rauret, G., López – Sánchez, J. F., Lück, D., Yli – Halla, M., Muntau, H. and Quevauviller, P. H. (2001): The certification of the extractable contents (mass fractions) of Cd, Cr, Cu, Ni, Pb and Zn in freshwater sediment following sequential extraction procedure BCR-701. European Commission, Belgium. ISBN 92-894-0755-7.
- Schwertmann, U. (1964): Differenzierung der Eisenoxide des Bodens durch photochemische Extraktion mit saurer Ammoniumoxalat-lösung. *Zeitschrift für Pflanzenernährung und Bodenkunde*, 105, 194-202. (DOI:10.1002/jpln.3591050303)
- Schwertmann, U. and Cornell, R.M. (2000): *Iron Oxides in the Laboratory. Preparation and Characterization*. Second, Completely Revised and Extended Edition. Wiley - VCH Verlag GmbH, D-69469 Weinheim (Federal Republic of Germany), 188 p.
- Schwertmann, U., Murad, E. and Schulze, D.G. (1982): Is there Holocene reddening (hematite formation) in soils of oxic temperate areas?. *Geoderma*, 27, 209-223.
- Schwertmann, U. and Taylor, R.M. (1989): *Iron Oxides: Minerals in Soil Environments*. Second Edition. Soil Science Society of America, Co-Editors: J.B. Dixon & S.B. Weed, 379-438.
- Tessier, A., Campbell, P.G.C. and Bisson, M. (1979): Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metals. *Analytical Chemistry*, 51 (7), 844–85. (DOI: 10.1021/ac50043a017)

## SAŽETAK

### Usporedba različitih metoda ispiranja nakon selektivnoga otapanja željezovih (oksi)hidroksida u tlima/sedimentima

Željezovi (oksi)hidroksidi imaju važnu ulogu u različitim disciplinama, među ostalim u zaštiti okoliša, prospekciji rudnih ležišta, mineralogiji, geologiji i pedologiji. U postupcima selektivnoga otapanja, bilo da su namijenjeni uklanjanju (oksi)hidroksida prije analize minerala gline ili za određivanje metala u reducirajućoj frakciji tla/sedimenta, vrlo je važno sačuvati cijeli neotopljeni ostatak. Stoga su ciljevi ovoga rada bili: (1) odrediti najučinkovitiju metodu ispiranja reagensa nakon otapanja (oksi)hidroksida i (2) provjeriti može li se sadržaj željezova (oksi)hidroksida odrediti gravimetrijski. Testirane su sljedeće metode ispiranja: (1) centrifugiranje, (2) filtriranje, (3) dijaliza. Analiza je provedena na uzorku crvenice koji sadržava 5,12 % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Vrijeme potrebno za ispiranje povećava se ovim redosljedom: centrifugiranje < filtriranje < dijaliza. Udio gravimetrijski određene otopljene frakcije znatno se razlikuje ovisno o odabranoj metodi ispiranja te je neusporedivo veći od udjela Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> određenoga mjerenjem željeza u ekstraktu nakon otapanja. Najučinkovitija metoda ispiranja ditionit-citrat-bikarbonata nakon otapanja (oksi)hidroksida jest dijaliza. Prednost je ove metode u tome što nema gubitka uzorka, a nedostatak je vrijeme potrebno za njezino provođenje. Centrifugiranje je relativno brza metoda, no može dovesti do gubitka sitnih čestica. U ovome istraživanju gubitak je bio neprihvatljivo velik. Filtriranje pomoću filterskoga papira oduzima više vremena od centrifugiranja te je pokazalo najlošije rezultate. Na temelju rezultata možemo zaključiti: (1) sadržaj željezova (oksi)hidroksida ne može se odrediti gravimetrijski nakon selektivnoga otapanja; (2) način ispiranja reagensa nakon uklanjanja željezova (oksi)hidroksida pri pripremi uzoraka za analizu minerala glina treba biti pažljivo odabran i izveden; (3) centrifugiranje, uobičajena metoda ispiranja u svim postupcima sekvencijske ekstrakcijske analize, može dovesti do krivih rezultata.

#### Ključne riječi

željezovi (oksi)hidroksidi, ispiranje, centrifugiranje, filtriranje, dijaliza