

Handläggande organ

Allmänna Standardiseringsgruppen, STG

Fastställd

1996-05-03

Utgåva

1

Sida

1 (7)

SIS FASTSTÄLLER OCH UTGER SVENSK STANDARD SAMT SÄLJER NATIONELLA, EUROPEISKA OCH INTERNATIONELLA STANDARDPUBLIKATIONER ©

Soil quality – Extraction of trace elements soluble in *aqua regia*

This Swedish standard consists of the Swedish version of ISO 11 466: 1995, Soil quality – Extraction of trace elements soluble in *aqua regia*.

The standard specifies a method for the extraction, with *aqua regia*, of trace elements from soils and similar materials, prepared according to ISO 11 464, (Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analyses), and containing less than about 20 % organic carbon according to ISO 10694, (Soil quality – Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)).

Swedish Standards corresponding to documents referred to in this Standard are listed in "Catalogue of Swedish Standards", issued by SIS.

Markundersökningar – Extraktion av spårelement lösliga i kungsvatten

Denna standard utgörs av den svenska versionen av ISO 11 466:1995, Soil quality – Extraction of trace elements soluble in *aqua regia*.

Standarden beskriver en metod för extraktion, med kungsvatten, av spårelement ur jordar och liknande material som förbehandlats enligt ISO 11 464, (Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analyses) och som innehåller mindre organiskt kol än omkring 20 % enligt ISO 10 694 (Soil quality – Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)).

I SIS "Katalog över svensk standard", framgår vilka av de publikationer, som omnämns i denna standard, som har fastställts som svensk standard och som har översatts till svenska.

ICS 13.080

Standarder kan beställas hos SIS som även lämnar allmänna upplysningar om svensk och utländsk standard.
 Postadress: SIS, Box 6455, 113 82 STOCKHOLM
 Telefon: 08 - 610 30 00. Telefax: 08 - 30 77 57

Upplysningar om **sakinnehållet** i standarden lämnas av STG.
 Telefon: 08 - 13 62 50. Telefax: 08 - 618 61 28

Prisgrupp K

Tryckt i augusti 1996

Markundersökningar – Extraktion av spårelement lösliga i kungsvatten

Varning – Uppslutningar med saltsyra och salpetersyra är mycket farliga och ögonskydd måste användas.

Uppslutningen bör utföras i ett väl fungerande dragskåp där återloppskokningen sker med en termostaterad upphettingsanordning. Koksten (eller oslipade glaspärlor) skall sättas till blindprov och prov för att förhindra stötkokning och vätskeförlust. Återloppskokningen måste vara jämn eftersom temperaturvariationer kan leda till lokal överhettning i prov och blindprov.

1 Omfattning och tillämpning

Denna internationella standard beskriver en metod för extraktion med kungsvatten av spårelement ur jordar och liknande material som förbehandlats enligt ISO 11 464, och som innehåller mindre organiskt kol än omkring 20 % (av massan) enligt ISO 10 694. Material som innehåller mer organiskt kol än omkring 20 % (av massan) kräver förbehandling med ytterligare salpetersyra (se anmärkning 8). Den erhållna lösningen kan användas till bestämning av spårelement med lämplig atomspektrometrisk teknik. Höga salthalter i extrakten kan leda till spektrala interferenser och bakgrundsförhöjning.

ANMÄRKNING 1

De flesta jordar och liknande material upplöses ofullständigt av kungsvatten och graden av extraktion av ett visst grundämne varierar från grundämne till grundämne. Extraktionsgraden kan också variera för samma grundämne i olika matriser. De som använder denna Internationella standard bör genomföra analyser av referensmaterial för att försäkra sig om att den metod som beskrivs här är lämplig för deras syften. Halterna av grundämnena som löses i kungsvatten är alltså inte totalhalter; de motsvarar inte heller en växttillgänglig fraktion eftersom extraktionsförfarandet är alltför kraftigt för att kunna representera de biologiska processerna.

2 Bindande referenser

I standarden hänvisas till följande standarder som innehåller krav som även utgör krav i denna standard. Vid tiden för publicering gällde de utgåvor som anges. Standarder revideras ibland och parter som gör upp avtal baserade på denna standard uppmanas att undersöka möjligheten att tillämpa de senaste utgåvorna av nedan angivna standarder. Medlemmar i IEC och ISO tillhandahåller förteckning över gällande internationella standarder.

ISO 3696:1987, *Water for analytical use – Specifications and test methods*

ISO 10 694:1995, *Soil quality – Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)*

SS-ISO 11 464:1994, *Soil quality – Pretreatment of samples for physicochemical analyses (Markundersökningar – Förbehandling av prov för fysikalisk och kemisk analys)*

ISO 11 465:1993, *Soil quality – Determination of dry matter and water content on a mass basis – Gravimetric method (Markundersökningar – Bestämning av torrsubstans och vattenkvot – Gravimetrisk metod)*

3 Princip

Det torkade provet (se anmärkning 2) extraheras med en blandning av saltsyra och salpetersyra först stillastående vid rumstemperatur i 16 h, därefter med återloppskokning i 2 h. Extraktet filtreras och späds till bestämd volym med salpetersyra. Halterna av spårmetaller i extraktet kan bestämmas enligt [1] i bilaga A.

ANMÄRKNING 2

Jorden bör förbehandlas enligt ISO 11 464. Provet, som då är finare än 2 mm, brukar därefter malas ned till < 150 µm före kungsvattenbehandlingen. Denna malning syftar till att

- a) ge ett mer homogent prov för delprovtagning;
- b) göra syrabehandlingen mer effektiv genom att öka partiklarnas area.

Erfarenheten visar att det för vissa jordar blir liten skillnad i resultat med och utan sådan malning (se [2] i bilaga A). Emellertid är det svårt att med säkerhet förutsäga vilka jordar som uppträder på detta sätt. Detta är särskilt viktigt vid jämförelse av jordar med relativt låga halter av potentiellt giftiga grundämnen med material som har förhöjda ursprungshalter eller är starkt påverkade av mänsklig aktivitet. I dessa senare fall kan halterna av sådana grundämnen vara mycket höga. Problemet är värre i material med utbredd partikelstorleksfördelning, särskilt om det aktuella grundämnet är koncentrerat till en enda storleksfraktion, än i jordar med smal partikelstorleksfördelning. Användare bör vara medvetna om att relativt litet är känt om hur dessa grundämnen uppträder vid extraktion med kungsvatten i starkt vittrade jordar som oxisolter och ultisolter (se [3] i bilaga A).

För att få resultat som är bäst anpassade till undersökningens syfte bör användaren verifiera om det är malda eller omalda prover som bör användas.

I provningsrapporten skall det anges om malda eller omalda prover har använts.

4 Reagens

4.1 Allmänt

Reagensen skall uppfylla de renhetskrav som ställs av efterföljande analys. Renheten skall verifieras med blindprov.

4.2 Vatten

Vattnets kvalitet skall motsvara minst "klass 2" i ISO 3696.

ANMÄRKNING 3

Avjoniserat vatten kan användas om det uppfyller dessa krav. Det rekommenderas att använda samma sats vatten genom en hel serie bestämningar och att blindprov görs.

4.3 Saltsyra, $c(\text{HCl}) = 12,0 \text{ mol/l}$ ($\rho \approx 1,19 \text{ g/ml}$)

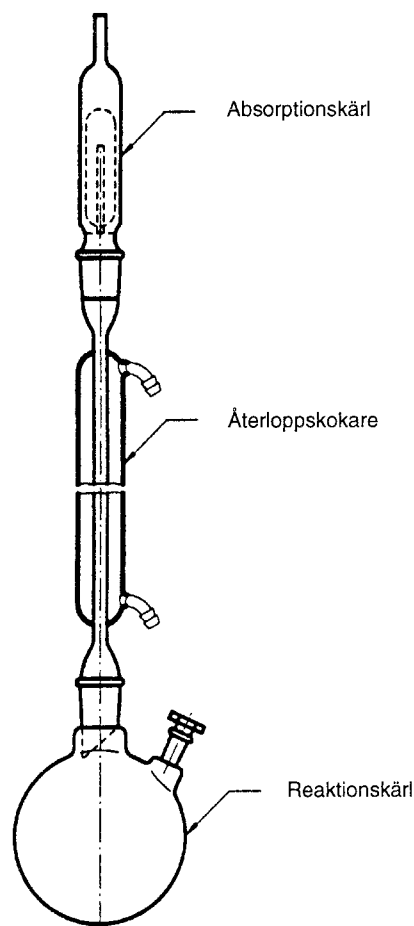
4.4 Salpetersyra, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol/l}$ ($\rho \approx 1,42 \text{ g/ml}$)

4.5 Salpetersyra, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$

Späd 32 ml salpetersyra (4.4) med vatten (4.2) till 1 l.

5 Utrustning

Rengör noga alla glasvaror genom att laka dem i varm salpetersyra (4.4) i minst 6 h och därefter skölja dem med vatten (4.2).



Figur 1 – Reaktionskärl, återloppskokare och absorptionskärl (monterat)

5.1 Kvarn

Kvarnen skall kunna mala torkade jordar, slam och sediment så att de blir finare än 150 μm utan att förorsaka kontamination med de grundämnen som skall bestämmas (se anmärkning 2)

ANMÄRKNING 4

Det är nödvändigt att använda en kvarn som förorsakar liten eller ingen kontamination och att rengöra kvarnen noga mellan proverna för att eliminera minneseffekter. Kvarnar av agat och zirkoniumdioxid har visat sig vara lämpliga.

5.2 Provsikt, hålstorlek 0,150 mm, t. ex. en provsikt av nätduk lämpligen av plastmaterial, t ex nylon.

5.3 Exsickator, nominell volym 2 liter.

5.4 Reaktionskärl, nominell volym 250 ml (se figur 1).

5.5 Återloppskokare, rak konstruktion med slipade koniska glasfattningar (se figur 1).

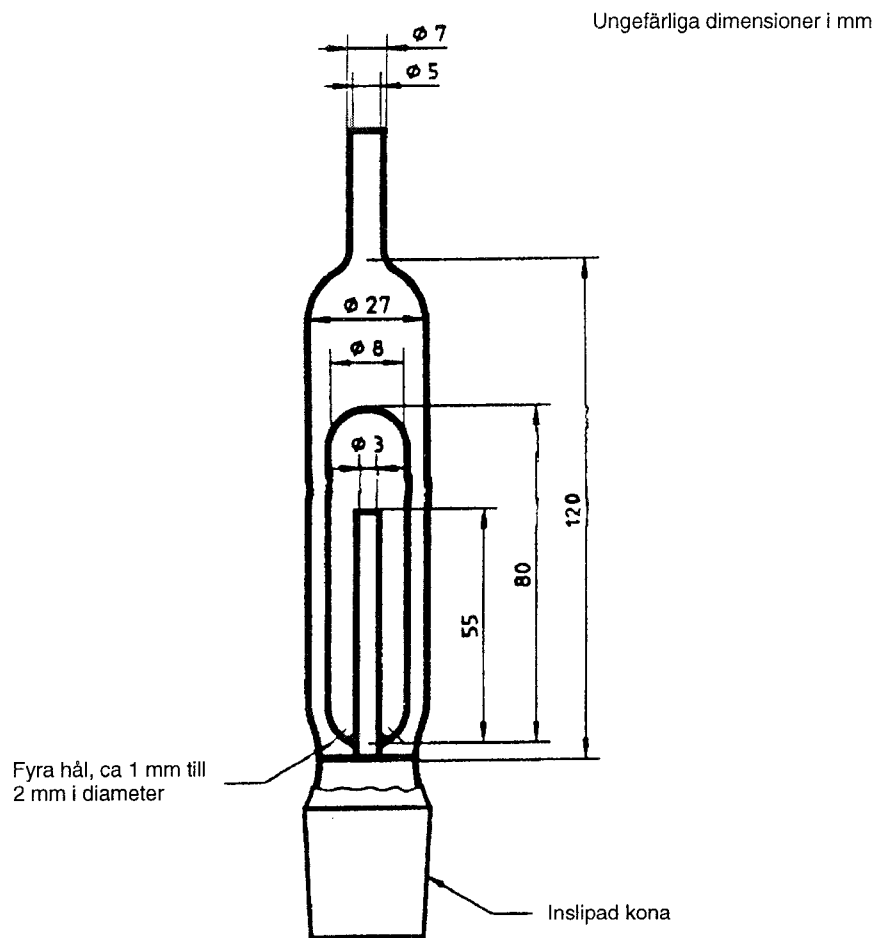
ANMÄRKNING 5

Vattenkylare med effektiv kylarlängd på minst 200 mm har visat sig vara användbara. Arbetslängden motsvarar den del av innerytan som är i kontakt med kylvatten. Den totala längden på en sådan kylare är i regel minst 365 mm.

5.6 Absorptionskärl, konstruktion t. ex. enligt figur 2

ANMÄRKNING 6

Absorptionskärlet erfordras endast vid bestämning av kvicksilver.



Figur 2 – Exempel på absorptionskärl

5.7 Oslipade glaspärlor, diameter 2 till 3 mm (eller koksten)

5.8 Temperaturkontrollerad uppvärmningsanordning, med kapacitet att värma innehållet i reaktionskärl till återloppskokning

5.9 Tratt, diameter ca 110 mm.

5.10 Mätkolv, volym 100 ml.

5.11 Filterpapper, cellulosebaserade, askfria med genomsnittlig porstorlek på ca 8 μm och diameter på 150 mm.

6 Förbehandling av laboratorieprov

Förbehandla en representativ del av det lufttorkade provet enligt ISO 11 464, eller mal och sikta genom sikten på 150 μm (5.2) om så föreskrivs, så att ett delprov på omkring 20 g erhålls. Använd en del av detta prov för att bestämma vattenhalten enligt ISO 11 465.

7 Utförande

Väg in 3 g, på 0,001 g när, av delprovet till reaktionskärlet på 250 ml (5.4). Fukta provet med omkring 0,5 till 1,0 ml vatten (4.2) och tillsätt, under blandning, 21 ml saltsyra (4.3) och därefter 7 ml salpetersyra (4.4), droppvis om så krävs för att förhindra skumning. Tillsätt 15 ml salpetersyra (4.5) till absorptionskärlet (5.6). Anslut absorptionskärlet och kylaren (5.5) till reaktionskärlet och låt stå i 16 h vid rumstemperatur så att jordens organiska material genomgår en långsam oxidation.

ANMÄRKNINGAR

7 Det är brukligt att tillsätta saltsyran direkt till provet i reaktionskärlet, följt av salpetersyran, och att anta att kungsvattnet bildas i reaktionskärlet. Karbonatrika material har dock visat sig ge problem eftersom en stor del av saltsyran förbrukas innan salpetersyran har tillförts. Det är tvivelaktigt om kungsvattnet under dessa omständigheter erhåller rätt sammansättning.

8 Mängden kungsvatten räcker för oxidation av endast omkring 0,5 g organiskt kol. Om det råder tvivel om mängden kol i provet bör en bestämning göras enligt ISO 10 694. Förfar enligt följande om det finns mer än 0,5 g organisk kol i delprovet på 3 g.

Låt den första reaktionen med kungsvatten avklinga. Tillsätt sedan ytterligare endast 1 ml salpetersyra (4.4) för varje 0,1 g organiskt kol utöver 0,5 g. Tillsätt inte mer än 10 ml salpetersyra vid något tillfälle och låt varje reaktion avklinga före nästa steg.

Höj temperaturen i reaktionsblandningen långsamt tills återloppskokningen kommer igång och håll temperaturen där i 2 h, under kontroll av att kondensationszonen inte går högre upp än till 1/3 av kylarlängden, och låt sedan svalna. Överför innehållet i absorptionskärlet till reaktionskärlet, via kylaren, och skölj både absorptionskärlet och kylaren med ytterligare 10 ml salpetersyra (4.5).

Låt reaktionskärlet stå så att det mesta av eventuell olöslig återstod faller ut ur suspensionen. Dekantera försiktigt den relativt sedimentfria lösningen till ett filterpapper (5.11) och samla filtratet i en 100 ml mätkolv. Låt hela mängden rinna genom filtret och tvätta sedan över den olösliga återstoden till filterpappret med minsta möjliga mängd salpetersyra (4.5). Samla filtratet i mätkolven.

ANMÄRKNING 9

Hur mycket salpetersyra som behövs beror på mängden återstod men mer än 10 ml är sällan nödvändigt.

Det sålunda framställda extraktet är färdigt för bestämning av spårelementen med lämplig metod t.ex. enligt [1] i bilaga A.

ANMÄRKNING 10

Ytterligare tillsatser kan behöva göras till extraktet beroende på vilka grundämnen som skall bestämmas och vilken spektroskopisk metod som skall användas. Mätkolven skall därför inte fyllas innan de efterföljande analysstegen fastställts.

8 Provningsrapport

Provningsrapporten kan göras separat eller tillsammans med provningsrapporten för efterföljande analys.

Provningsrapporten skall innehålla följande information:

- a) en hänvisning till denna internationella standard;
- b) en fullständig identifikation av provet;
- c) en redovisning av om man använt malda eller omalda prover;
- d) alla detaljer som inte är föreskrivna i denna internationella standard eller som betraktas som frivilliga, liksom alla förhållanden i övrigt som kan ha påverkat resultaten.