

SVENSK STANDARD

SS 28311:2017



Fastställt/Approved: 2017-03-23
Publicerad/Published: 2017-04-19
Utgåva/Edition: 2
Språk/Language: svenska/Swedish
ICS: 13.080.10

Markundersökningar – Bestämning av spårmetaller i jord genom extraktion med salpetersyra

Soil analysis – Determination of trace elements in soil by extraction with nitric acid

This preview is downloaded from www.sis.se. Buy the entire standard via <https://www.sis.se/std-8025632>

Standarder får världen att fungera

SIS (Swedish Standards Institute) är en fristående ideell förening med medlemmar från både privat och offentlig sektor. Vi är en del av det europeiska och globala nätverk som utarbetar internationella standarder. Standarder är dokumenterad kunskap utvecklad av framstående aktörer inom industri, näringsliv och samhälle och befrämjar handel över gränser, bidrar till att processer och produkter blir säkrare samt effektiviserar din verksamhet.

Delta och påverka

Som medlem i SIS har du möjlighet att påverka framtida standarder inom ditt område på nationell, europeisk och global nivå. Du får samtidigt tillgång till tidig information om utvecklingen inom din bransch.

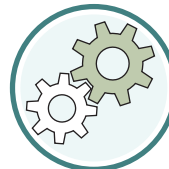
Ta del av det färdiga arbetet

Vi erbjuder våra kunder allt som rör standarder och deras tillämpning. Hos oss kan du köpa alla publikationer du behöver – allt från enskilda standarder, tekniska rapporter och standardpaket till handböcker och onlinetjänster. Genom vår webbtjänst e-nav får du tillgång till ett lättnavigerat bibliotek där alla standarder som är aktuella för ditt företag finns tillgängliga. Standarder och handböcker är källor till kunskap. Vi säljer dem.

Utveckla din kompetens och lyckas bättre i ditt arbete

Hos SIS kan du gå öppna eller företagsinterna utbildningar kring innehåll och tillämpning av standarder. Genom vår närhet till den internationella utvecklingen och ISO får du rätt kunskap i rätt tid, direkt från källan. Med vår kunskap om standarders möjligheter hjälper vi våra kunder att skapa verklig nytta och lönsamhet i sina verksamheter.

Vill du veta mer om SIS eller hur standarder kan effektivisera din verksamhet är du välkommen in på www.sis.se eller ta kontakt med oss på tel 08-555 523 00.



Standards make the world go round

SIS (Swedish Standards Institute) is an independent non-profit organisation with members from both the private and public sectors. We are part of the European and global network that draws up international standards. Standards consist of documented knowledge developed by prominent actors within the industry, business world and society. They promote cross-border trade, they help to make processes and products safer and they streamline your organisation.

Take part and have influence

As a member of SIS you will have the possibility to participate in standardization activities on national, European and global level. The membership in SIS will give you the opportunity to influence future standards and gain access to early stage information about developments within your field.

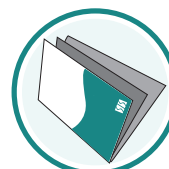
Get to know the finished work

We offer our customers everything in connection with standards and their application. You can purchase all the publications you need from us - everything from individual standards, technical reports and standard packages through to manuals and online services. Our web service e-nav gives you access to an easy-to-navigate library where all standards that are relevant to your company are available. Standards and manuals are sources of knowledge. We sell them.

Increase understanding and improve perception

With SIS you can undergo either shared or in-house training in the content and application of standards. Thanks to our proximity to international development and ISO you receive the right knowledge at the right time, direct from the source. With our knowledge about the potential of standards, we assist our customers in creating tangible benefit and profitability in their organisations.

If you want to know more about SIS, or how standards can streamline your organisation, please visit www.sis.se or contact us on phone +46 (0)8-555 523 00



Denna standard ersätter SS 28311, utgåva 1.

This standard supersedes the Swedish Standard SS 28311, edition 1.

© Copyright/Upphovsrätten till denna produkt tillhör SIS, Swedish Standards Institute, Stockholm, Sverige. Användningen av denna produkt regleras av slutanvändarlicensen som återfinns i denna produkt, se standardens sista sidor.

© Copyright SIS, Swedish Standards Institute, Stockholm, Sweden. All rights reserved. The use of this product is governed by the end-user licence for this product. You will find the licence in the end of this document.

Upplysningar om sakinnehållet i standarden lämnas av SIS, Swedish Standards Institute, telefon 08-555 520 00. Standarder kan beställas hos SIS Förlag AB som även lämnar allmänna upplysningar om svensk och utländsk standard.

Information about the content of the standard is available from the Swedish Standards Institute (SIS), telephone +46 8 555 520 00. Standards may be ordered from SIS Förlag AB, who can also provide general information about Swedish and foreign standards.

Standarden är framtagen av kommittén för Karaktärisering av avfall, mark och slam, SIS/TK 535

Har du synpunkter på innehållet i den här standarden, vill du delta i ett kommande revideringsarbete eller vara med och ta fram andra standarder inom området? Gå in på www.sis.se - där hittar du mer information.

SS 28311:2017 (Sv)

Innehåll	Sida
Orientering.....	3
1 Omfattning.....	4
2 Normativa hänvisningar.....	4
3 Princip.....	4
4 Kemikalier och lösningar.....	4
4.1 Allmänt.....	4
4.2 Koncentrerad salpetersyra.....	4
4.3 Salpetersyra (7 mol/l).....	4
5 Utrustning.....	5
5.1 Uppslutningsflaskor.....	5
5.2 Autoklav.....	5
5.3 Membranfilter.....	5
5.4 Mätkolvar.....	5
6 Provberedning.....	5
7 Uppslutning.....	5
8 Slutbestämning.....	6
Litteraturlista.....	7

Orientering

Extraktionsförfarandet som beskrivs i denna standard är gemensamt med den i Norden vanliga metoden (se NS 4770 och DS 259) för bestämning av metaller i slam. Som extraktionsmedel används 7 mol/l salpetersyra. Eftersom metallhalterna i jord ofta är lägre än de i slam är dock den invägda provmängden större och slutvolymen mindre.

Förändringar i den nya utgåvan av standarden utgörs av följande:

- För provberedning hänvisas nu till SS-EN 16179:2012 istället för ISO 11464.
- Ett tillägg av en ny uppslutningsmetod i mikrovågsugn i enlighet med SS EN 16173 har gjorts. Dock kvarstår 7 mol/l salpetersyra som extraktionsmedel vid uppslutningen, till skillnad från SS EN 16173 där koncentrerad salpetersyra används. Resultaten från de två metoderna kan därför skilja åt.
- Beskrivningen av hur slutbestämningen av metaller ska utföras har anpassats ytterligare till användningen av ICP-AES och ICP-MS.

SS 28311:2017 (Sv)

1 Omfattning

Denna standard specificerar krav för och beskriver uppslutning av jord med 7 mol/l salpetersyra för bestämning av låga halter av spårmetaller. Den beskriver uppslutning med autoklav alternativt med mikrovågsugn.

Denna standard ger vägledning för slutbestämning av elementen genom hänvisning till följande metoder:

- atomabsorptionsspektrofotometri i flamma,
- flamlös atomabsorptionsspektrofotometri,
- induktivt kopplat plasma atomemissionspektroskopi (ICP-AES) eller optisk emissionsspektrometri (ICP-OES)
- induktivt kopplat plasma masspektrometri (ICP-MS).

ANM: Valet av metod beror på aktuellt element och koncentration. För vidare information se avsnitt 8 och litteraturförteckning.

2 Normativa hänvisningar

Detta avsnitt hänvisar till följande dokument som är nödvändiga när detta dokument ska tillämpas. För daterade hänvisningar gäller endast den utgåva som anges. För odaterade hänvisningar gäller senaste utgåvan av dokumentet (inklusive alla tillägg).

SS-EN 16173, Slam, behandlat bioavfall, mark och avfall – Uppslutning av salpetersyralösliga fraktioner av grundämnen

SS-EN 16179:2012, Slam, behandlat bioavfall och mark – Vägledning för förbehandling av prover

SS-EN ISO 3696, Vatten för analysändamål – Krav på provningsmetoder

3 Princip

Förbehandla provet genom torkning enligt SS-EN 16179:2012. Extrahera det torkade provet med salpetersyra enligt 4.3 i autoklav vid 120° C i 30 min eller med mikrovågsugn enligt SS-EN 16173.

Filtrera extraktet och späd det till bestämd volym med avjoniserat vatten.

4 Kemikalier och lösningar

4.1 Allmänt

Vid arbete enligt denna standard ska endast kemikalier av hög renhet såsom analytiskt reagens (AR), pro analysi (p.a.) eller motsvarande användas, liksom endast avjoniserat vatten eller minst klass 2-vatten enligt SS-EN ISO 3696.

4.2 Koncentrerad salpetersyra

Använd salpetersyra, koncentrerad, HNO₃, 65 %, minst pro analysi-kvalitet. Anpassa salpetersyrans renhet till en som är tillräcklig för de koncentrationer som är aktuella att mäta.

4.3 Salpetersyra (7 mol/l)

Späd försiktigt och under omrörning en volymdel koncentrerad salpetersyra, se 4.2, till en volymdel vatten. Säkerställ genom blankprovsanalys att metaller i syran inte stör mätningen, till exempel i förhållande till önskad bestämningsgräns. För krav och utförande för varje instrument se litteraturförteckning.

5 Utrustning

5.1 Uppslutningsflaskor

Använd glasflaskor, ofärgade, av pyrexglas, autoklaverbar plast eller motsvarande kvalitet, med 50 ml till 100 ml volym, med lock eller annan förslutning. Flaskor och förslutning ska tåla 200 kPa.

Före användningen bör flaskorna förvaras i salpetersyra enligt 4.3 i minst 24 h och därefter sköljas med avjoniserat vatten minst tre gånger.

För analyser i lågt haltområde, till exempel mindre än 1 µg/l i mätlösning, bör diskmetod enligt SS-EN ISO 15586, avsnitt 6 användas.

5.2 Autoklav

Använd tryckkärl avsett för minst 200 kPa för uppslutning.

ANM. 200 kPa motsvarar en kokpunkt för vatten på 120 °C.

5.3 Membranfilter

Membranfilter med en porvidd av 0,45 µm bör användas för filtrering. Tvätta filter och filterhållare med salpetersyra enligt 4.3 före användning och skölj minst tre gånger med avjoniserat vatten.

5.4 Mätkolvar

Mätkolvar i pyrexglas eller plast, 50 ml, bör diskas och förvaras på samma sätt som uppslutningsflaskorna (5.1) innan användning.

6 Provberedning

Förbered jordprovet för analys enligt SS-EN 16179:2012, figur 1. Figur 1 visar ett flödesschema för förbehandling av fast slam, behandlat biologiskt avfall, och jord för bestämning av oorganiska och fysikalisk-kemiska parametrar. Analys ska ske på torkade prover, partikelfraktion mindre än 2 mm. Vid behov ska provet siktas. Aggregat större än 2 mm ska krossas och tas med för analys. Övrigt material behöver inte analyseras.

Om materialet i fråga är en förorenad jord, eller ett avfall, kan det vara önskvärt att krossa ned hela provet, inklusive bitar av slagg eller liknande, så att materialet kan passera genom en 2 mm sikt. Ett sådant förfarande bör ha dokumenterats och delgetts laboratoriet i en provtagningsplan som beskriver provhantering och provberedning av laboratorieprovet inklusive vilka partikelfraktioner som ska ingå i analysprovet efter provberedning.

ANM: Traditionellt har jordprover (även prover från förorenade områden) förbehandlats enligt ISO 11464 och siktats så att endast fraktionen mindre än 2 mm (och krossade aggregat) analyserats med avseende på metaller och halvmetaller. Den europeiska horisontella standarden för provberedning SS-EN 16179:2012 rekommenderar att partikelstorleken på analysprovet är mindre än 2 mm men ger ingen vägledning om provet ska siktas eller krossas. Vid uppslutning av små testportioner mindre än 2 g föreskriver SS-EN 16179:2012 att materialet ska malas. Bortsiktning av material, krossning och malning av provet kan påverka analysresultatet. Av SS-EN 16179:2012 framgår att analysrapporten ska ange vilken partikelfraktion som ingår i analysprovet samt hur stor andel av laboratorieprovet som avskilts och inte ingår i analysprovet.

7 Uppslutning

Uppslutning ska ske med mikrovågsugn enligt SS-EN 16173 eller med autoklav enligt nedan. I fall SS-EN 16173 tillämpas ska salpetersyra enligt 4.3 användas för mikrovågsuppslutning.

Överför en exakt invägd mängd av provet till en uppslutningsflaska, se 5.1. Högsta mängd ska vara 5 g torrt prov för minerogena jordar, respektive högst 2 g för organogena jordar. Tillsätt 20 ml salpetersyra enligt 4.3. Avvakta eventuell gasutveckling i minst 5 min. Tillslut uppslutningsflaskan, upphetta sedan och håll flaskan i 30 min under 200 kPa eller 120 °C. Följ autoklavens bruksanvisning för utförande. Kyl till rumstemperatur,

SS 28311:2017 (Sv)

(cirka 20 °C - till 25 °C), och låt provet stå tills att olösligt material har sedimenterat. Filtrera det uppslutna provet med membranfilter enligt 5.3 eller centrifugera. Om man väljer centrifugering bör den göras i minst 7 min och 3000g.

Skölj uppslutningsflaskan minst två gånger med avjoniserat vatten. Filtrera eller centrifugera skölvätskan. Överför den klara lösningen till en 50 ml mätkolv enligt 5.4, och späd till märket med avjoniserat vatten.

8 Slutbestämning

Valet av metod för slutbestämning beror på tillgång till instrumentering samt behov av bestämningsgräns där generellt flamlös atomabsorptionsspektrofotometri och ICP-MS uppvisar störst känslighet. Kvicksilver kan alternativt bestämmas med kallförångningstekniker. Valet beror allmänt på vilken metall som ska bestämmas, då alla metaller inte är lika lämpade för alla metoder. Se litteraturförteckning för mer information.

Bestämning av metallhalter i extraktet kan göras på ett av följande sätt:

- Atomabsorptionsspektrofotometri i flamma enligt SS 28150.
- Flamlös atomabsorptionsspektrofotometri enligt SS-EN ISO 15586.
- Induktivt kopplat plasma (ICP), enligt en av metoderna enligt hänvisningar 2,3 5, 6,10 eller 11 i litteraturförteckning.
- Kallförångning med spektrometrisk bestämning (Hg), enligt hänvisning 7 eller 8 i litteraturförteckningen.