

Vandundersøgelse. Sølv i vand og spildevand Oplukning

1 Emne og anvendelsesområde

Standarden angiver retningslinier for oplukning af prøver med henblik på bestemmelse af det syreopløselige sølv i spildevand og vand med indhold af suspenderet stof.

2 Referencer

DS 2210: Vandundersøgelse. Metaller i vand, slam og sediment. Bestemmelse ved flammeløs atomabsorptionsspektrometri. Elektrotermisk atomisering i grafitovn. Generelle principper og retningslinier.

DS 259: Vandundersøgelse. Metal ved atomabsorptionsspektrofotometri i flamme. Almene principper og retningslinier.

3 Princip

Prøven oplukkes med salpetersyre i en lukket beholder ved 120 °C. Umiddelbart efter afkøling af prøveblandingen tilsættes ammoniak for stabilisering af sølvionen.

4 Reagenser

4.1 Generelt

Reagenserne skal have en renhedsgrad, som er nødvendig for den efterfølgende analyse. Renhedsgrad skal verificeres ved at udførelse af analyser af oplukkede blindprøver.

4.2 Vand

Deioniseret vand af højest mulig renhedsgrad skal benyttes til fremstilling af alle opløsninger.

4.3 Salpetersyre, koncentreret, p.a.

Salpetersyre, koncentreret HNO₃ (densitet 1,40 g/ml). Hvis den koncentrerede salpetersyre indeholder spor af metaller, som kan forstyrre ved analysen, skal den destilleres under kogepunktet i et kvartsapparat eller lignende ("subboiling"). Destillationen skal foregå i stinkskab. Kommercielt tilgængeligt

salpetersyre af tilsvarende kvalitet kan også benyttes.

4.4 Ammoniak opløsning 25 %, p.a.

4.5 Fortyndingsvand

Tilsæt under omrøring en volumendel ammoniak opløsning 25% (4.4) til en volumendel vand.

5 Apparat og brugsapparat

5.1 Prøveflasker

Ubrugte flasker af polypropylen eller polyethylen. Flaskerne genanvendes ikke. Alternativt udtages prøven direkte i tarerede oplukningsflasker (5.2).

5.2 Oplukningsflasker

Farveløse flasker af pyrexglas eller tilsvarende glaskvalitet, volumen ca. 100 ml. Flasker og låg skal kunne tåle opvarmning under tryk (200 kPa (120 °C)).

5.3 Autoklave

Autoklave beregnet til 200 kPa (120 °C).

6 Fremgangsmåde

Oplukningsudstyr i kontakt med den oplukkede prøve og volumetrisk udstyr skal syrevaskes og skylles med vand efter en procedure, der sikrer, at kontaminering af prøven undgås.

6.1 Prøveudtagning

Prøveudtagningsudstyret skal være konstrueret således, at prøven ikke kommer i kontakt med metaldele. Oplukning af prøven foretages på prøvetagningsdagen.

6.2 Forbehandling af prøver

Ca. 40 ml prøve ophældes direkte i afmærket, tareret oplukningsbeholder (5.2) så hurtigt som muligt efter prøvetagningen. Nøjagtig prøvemængde bestemmes ved differensvejning. Ophældning samt oplukning skal foregå på prøvetagningsdagen.

6.2.1 Oplukning

Tilsæt 10 ml koncentreret salpetersyre (4.3) til den udvejede prøve i oplukningsflasken (5.2). Luk oplukningsflasken og varm den derefter ved 200 kPa (120 °C) i 30 minutter i henhold til de retningslinier, som gælder for autoklaver. Afkøl til rumtemperatur. Straks efter afkøling tilsættes 50 ml ammoniakopløsning 25 % (4.4). Prøveopløsningen bør opbevares i oplukningsbeholderen.

6.2.2 Blindprøve

Afvej 40,00 g deioniseret vand (4.2) i oplukningsflaske. Opluk prøven med salpetersyre som anført i 6.2.1.

6.2.3 Fortynding forud for analyse

Hvis prøverne skal fortyndes forud for analysen skal fortyndingsvandet (4.5) anvendes til fortyndingen.

6.2.4 Analyse og beregning

For analyse af oplukkede prøver henvises til egnede standardmetoder for bestemmelse af sølv, idet der under kalibreringen skal tages hensyn til interferensen i prøverne fra syre og ammoniak, henholdsvis interfererende stoffer i prøven.

Resultatet angives i mg/kg. Med et kendskab til prøvens massefylde kan der sideløbende foretages en omregning til mg/L. Det skal bemærkes, at prøver med højt indhold af sølv kan kontaminere brugsudstyr, der kommer i direkte berøring med prøven. Sølv fjernes ikke ved almindelig laboratorieopvask.

7 Litteratur

Nyt fra REFLAB 1998/1. Sølv i spildevand.

ISO Standard no. 10348. Photography – Processing wastes - Determination of silver content (1993).

Owerbach, D. The use of cyanogen iodide (CNI) as a stabilizing agent for silver in photographic processing effluent samples. J. Appl. Photog. Eng. 4, 22-24 (1978).

Tilslutning af industrispildevand til kommunale spildevandsanlæg. Vejledning fra Miljøstyrelsen Nr. 6 (1994).

ASTM Standard no. D 3866-92. Standard test methods for silver in water (1992).