



DANSK
STANDARDISERINGSRÅD

**Vandundersøgelse. Metal
Ekstraktion, almene principper og
retningslinier**

Extraction — General guidelines

Dansk Standard

DS/R 261

1. udg. Januar 1982

UDC 543.3

Side 1 (4)

Udarbejdet i samarbejde med Dansk Ingeniørforening

Efter 3 års forløb skal denne DS-Rekommandation tages op til fornyet behandling med henblik på muligheden for godkendelse som Dansk Standard. Erfaringer fra rekommandationens anvendelse i praksis bedes derfor venligst meddelt Dansk Standardiseringsråd.

Denne rekommandation er i sit tekniske indhold identisk med Finsk Standard SFS 3045, Norsk Standard NS 4771 og Svensk Standard SS 02 81 49.

Den angivne afsnitsnummerering modsvarer ikke nødvendigvis nummereringen i de nævnte standarder.

The content of this recommendation is technically equivalent to Finnish Standard SFS 3045, Norwegian Standard NS 4771 and Swedish Standard SS 02 81 49.

The numbering of the clauses is not necessarily in accordance with the numbering in the mentioned standards.

1 Orientering og anvendelsesområde

Denne standard omhandler ekstraktionsproceduren ved bestemmelse af metaller i lave koncentrationer og/eller i prøver med et højt indhold af opløste salte f.eks. havvand. Den efterfølgende måling udføres ved atomabsorptionsspektrofotometri.

Standarden anvendes i forbindelse med Dansk Standard DS 259, Metal ved atomabsorptionsspektrofotometri i flamme. Almene principper og retningslinier. Endvidere henvises til de specielle forskrifter, som findes i DS 263 vedrørende bestemmelse af cadmium, cobalt, kobber, jern, nikkel, bly og zink.

2 Princip

Princippet i metoden er at de pågældende metaller kompleksbindes i et organisk kompleks og derefter ekstraheres fra vandfasen med et organisk opløsningsmiddel.

Fordeligen af metalkomplekset imellem vandfase og organisk fase påvirkes af pH-værdien, volumenforholdene, det kompleksdannende stofs koncentration og komplekssets opløselighed i de to faser.

Ammonium-1-pyrolidindithiocarboxylat (APDC) er det her anvendte kompleksdannende stof. Visse metaller danner dog instabile komplekser med APDC, i så fald bør et andet kompleksdannende stof anvendes.

Methylisobutylketon (MIBK) er det almindeligste ekstraktionsmiddel og anvendes i denne forskrift (vedr. sikkerhedsforskrifter, se afsnit 7.1).

Ved kompleksbinding med APDC og efterfølgende ekstraktion med MIBK kan flere metaller ekstraheres samtidigt ved samme pH-værdi.

Tabel 1 (fra 8.2)

Metal	pH-interval ved kompleksdannelse med APDC og ekstraktion med MIBK	Kompleksets stabilitet, timer
Cd	1 – 5	instabilt *
Co	2 – 4	24
Cu	2 – 8,5	24
Fe	3	3
Ni	2 – 4	3
Pb	2 – 4	5
Zn	2 – 6	5

* Analyseres straks

3 Reagenser

Der skal benyttes kemikalier af analysekvalitet. Til fremstilling af opløsninger og til brug under analysen skal anvendes destilleret eller demineraliseret vand.

Foruden nedenstående reagenser skal de i DS 259 beskrevne reagenser anvendes.

3.1 MIBK

Methylisobutylketon (MIBK), 4-methylpentan-2-on, $C_6H_{12}O$ (vedr. sikkerhedsforskrifter, se afsnit 7.1).

3.2 Vandmættet MIBK

20 ml vand sættes til 1 liter MIBK (3.1), og der rystes kraftigt. Lad faserne separere, og anvend den klare organiske fase.

3.3 APDC-opløsning, 10 g/l

Opløs 1 g ammonium-1-pyrolidindithiocarboxylat (APDC), $C_5H_{12}N_2S_2$, i vand og fortynd til 100 ml.

Rens opløsningen ved at tilsætte 10 ml MIBK (3.1) og ryst kraftigt. Lad de to faser separere og hæld den organiske fase bort. Gentag fremgangsmåden.

APDC-opløsningen er begrænset holdbar, og skal være friskfremstillet.

3.4 Ammoniak-opløsning

Koncentreret ammoniakvand (densitet = 0,91 g/ml) fortyndes til en for pH-justering passende styrke (f.eks. 1 + 3). Hvis pH-justeringen foretages efter (7.2) skal koncentreret ammoniakvand anvendes.

4 Apparatur

Foruden nedenstående apparatur skal det i DS 259 beskrevne apparatur anvendes.