

Charakterisierung von Schlämmen
Bestimmung von Spurenelementen und Phosphor
 Extraktionsverfahren mit Königswasser
 Deutsche Fassung EN 13346:2000

DIN
EN 13346

ICS 13.030.20

 Ersatz für
 DIN 38414-7:1983-01

Characterization of sludges – Determination of trace elements
 and phosphorus – Aqua regia extraction methods;
 German version EN 13346:2000

Caractérisation des boues – Détermination des éléments traces
 et du phosphore – Méthodes d'extraction à l'eau régale;
 Version allemande EN 13346:2000

Die Europäische Norm EN 13346:2000 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist die deutschsprachige Fassung der vom Technischen Komitee CEN/TC 308 „Charakterisierung von Schlämmen“ (Sekretariat: Frankreich) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) ausgearbeiteten Norm EN 13346, die als Europäische Norm EN 13346 in Deutsch, Englisch und Französisch herausgegeben wurde.

Die vorbereitenden Arbeiten wurden von der Arbeitsgruppe 1 „Charakterisierungsverfahren für Schlämme durch physikalische, chemische und mikrobiologische Parameter“ des CEN/TC 308 durchgeführt, deren Federführung in Deutschland (DIN) lag; für Deutschland war der Ausschuss NAW I 2 „Boden- und Abfalluntersuchung“ an der Bearbeitung beteiligt.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Anzahl der Laboratorien, die an den Ringversuchen teilnahmen, nicht in allen Fällen den Festlegungen nach DIN 38402-42 (siehe Nationaler Anhang NA) entspricht.

Bei der Auswertung der Ergebnisse für die Verfahrenskenndaten der Extraktionsverfahren A bis D nach ISO 5725 fanden die Laboratorien keine Berücksichtigung, die bei der Bestimmung der Elemente in einer Referenzlösung stark abweichende Labormittelwerte berichteten und vom Grubbs-Test bei einem Signifikanzniveau von 1 % als Ausreißer ausgewiesen wurden.

Für die Anwendung in Deutschland gilt das Verfahren A.

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Abwasser- und Schlammuntersuchung – Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

und beschreibt das Verfahren

Bestimmung von Spurenelementen und Phosphor-Extraktionsverfahren mit Königswasser (S 7).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Fortsetzung Seite 2
 und 18 Seiten EN

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Die als DIN-Normen veröffentlichten Einheitsverfahren sind beim Beuth Verlag einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Einheitsverfahren in der Loseblatt-Sammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam vom Beuth Verlag GmbH und von dem Wiley-VCH Verlag publiziert. Die für das Wasserhaushaltsgesetz (WHG) und für das Abwasserabgabengesetz (AbwAG) relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit dem WHG und allen bisher erschienenen Abwasserverwaltungsvorschriften als DIN-Taschenbuch (DIN-TAB 230) herausgegeben worden.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel

„Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)	(DIN 38402)
Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)	(DIN 38404)
Anionen (Gruppe D)	(DIN 38405)
Kationen (Gruppe E)	(DIN 38406)
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)	(DIN 38407)
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)	(DIN 38408)
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)	(DIN 38409)
Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)	(DIN 38410)
Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)	(DIN 38411)
Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)	(DIN 38412)
Einzelkomponenten (Gruppe P)	(DIN 38413)
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)	(DIN 38414)
Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)	(DIN 38415)

Außer den in der Reihe DIN 38402 bis DIN 38415 genormten Untersuchungsverfahren liegen eine Reihe Europäischer und Internationaler Normen als DIN-EN-, DIN-EN-ISO- und DIN-ISO-Normen vor, die ebenfalls Bestandteil der „Deutschen Einheitsverfahren“ sind.

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Telefon (0 30) 26 01 – 24 23, oder der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Postanschrift 10772 Berlin, Auskunft.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-2 siehe E DIN ISO 5725-2

Änderungen

Gegenüber DIN 38414-7:1983-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Der Titel wurde geändert.
- Änderungen hinsichtlich Aufbau, Durchführung und Auswertung des Analysenverfahrens.

Frühere Ausgaben

DIN 38414-7: 1983-01

Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise

DIN 38402-42, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Allgemeine Angaben (Gruppe A) – Ringversuche, Auswertung (A 42)*.

E DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen – Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994)*.

Deutsche Fassung

Charakterisierung von Schlämmen

Bestimmung von Spurenelementen und Phosphor

Extraktionsverfahren mit Königswasser

Characterization of sludges — Determination of trace
elements and phosphorus — Aqua regia extraction
methods

Caractérisation des boues — Détermination des
éléments traces et du phosphore — Méthodes
d'extraction à l'eau régale

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 5. August 2000 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
Einleitung	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	3
4 Prinzip	3
5 Reagenzien	4
6 Geräte	4
7 Vorbereiten der Laboratoriumsprobe	5
8 Durchführung	5
9 Blindwertprobe	7
10 Messungen	7
11 Auswertung	7
12 Prüfbericht	7
13 Präzisionsdaten	7
Anhang A (informativ) Vorbehandlung der Probe	13
Anhang B (informativ) Kalibrierung der Mikrowellenöfen	14
Anhang C (informativ) Anleitungen zu Messverfahren	15
Anhang D (informativ) Präzisionsdaten für die Verfahren C und D mit Referenzmaterialien	17
Literaturhinweise	18

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 308 „Charakterisierung von Schläm-
men“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffent-
lichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2001, und etwaige entgegenste-
hende nationale Normen müssen bis Februar 2001 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgen-
den Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finn-
land, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich,
Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Die Anhänge A bis D sind informativ.

Einleitung

Mit Königswasser extrahierbare Elemente können nicht als „Gesamtgehalte“ beschrieben werden; ande-
rerseits können sie auch nicht als „bioverfügbare“ Fraktion betrachtet werden, weil das Extraktions-
verfahren zu kräftig ist, um sämtliche biologischen Prozesse zu beschreiben.

Vorgeschlagen wird ein Extraktionsverfahren mit Königswasser. Beschrieben werden vier Erwärmungs-
verfahren; bei denen die gleichen Reagenzien verwendet werden und demzufolge das gleiche chemische
Reaktionsprinzip angewendet wird.

Verfahren A ist ein kräftiges Aufschlussverfahren für eine mengenmäßig große Probe.

Verfahren B ist ein Schnellverfahren, das in einem Einzelgefäß mit einer geringen Prüfmenge durchgeführt
wird.

Verfahren C und D sind Heizverfahren mit einem Mikrowellenofen in geschlossenem und offenem System.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren für die Extraktion von Spurenelementen und Phosphor mit Königswasser aus Schlämmen und Schlammprodukten fest. Die entstehende Lösung ist zur Bestimmung von As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn und P mit spektrometrischen Verfahren geeignet.

ANMERKUNG 1 Bei hohen Konzentrationen an gelösten Stoffen in den Extraktionslösungen sollten spektrale Störungen und Untergrunderhöhungen erwartet werden.

ANMERKUNG 2 Das Verfahren kann auch zur Bestimmung anderer Elemente benutzt werden mit Ausnahme solcher, die in silicatischen Strukturen gebunden sind.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

EN 1233, *Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von Chrom – Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie*.

EN 1483, *Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von Quecksilber*.

prEN 12880:2000, *Charakterisierung von Schlämmen – Bestimmung des Trockenrückstandes und Wassergehalts*.

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke – Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*.

EN ISO 5961, *Bestimmung von Cadmium durch Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 5961:1994)*.

EN ISO 11885, *Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissions-spektrometrie (ISO 11885:1996)*.

EN ISO 11969, *Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von Arsen – Atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (Hydridverfahren) (ISO 11969:1996)*.

ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*.

ISO 8288, *Water quality – Determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead – Flame atomic absorption spectrometric methods*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Königswasser

Aufschlusslösung, die durch Mischen von einem Volumen Salpetersäure und drei Volumina Salzsäure erhalten wird

3.2

Trockenmasse

die nach dem festgelegten Trocknungsverfahren erhaltene Masse an fester Substanz. Sie wird in Gramm oder Kilogramm angegeben [prEN 12880:2000]

4 Prinzip

Um eine repräsentative Prüfmenge zu erhalten, wird die Laboratoriumsprobe mit einer Salzsäure/Salpetersäure-Mischung (Königswasser) (3 Volumenanteile/1 Volumenanteil) aufbereitet, wobei sie nach einem der folgenden Verfahren in der Wärme extrahiert wird:

- für die Dauer von etwa 2 h in einem mit einem Rückflusskühler versehenen 250-ml-Kolben kochen, anschließend filtrieren und in einem Messkolben das Volumen bis zur Marke auffüllen (Verfahren A);

- für die Dauer von etwa 15 min in einem kalibrierten 50-ml-Borosilicatglasröhrchen kochen, dann das Volumen in demselben Glasröhrchen bis zur Marke auffüllen, anschließend absetzen lassen und die überstehende Lösung zur Analyse dekantieren (Verfahren B);
- für die Dauer von etwa 20 min Aufschluss im Mikrowellenofen in geschlossenen Gefäßen, anschließend filtrieren und in einem Messkolben das Volumen bis zur Marke auffüllen (Verfahren C);
- für die Dauer von etwa 30 min Aufschluss im Mikrowellenofen in offenen Gefäßen, anschließend filtrieren und in einem Messkolben das Volumen bis zur Marke auffüllen (Verfahren D).

ANMERKUNG Es dürfen auch andere Heizverfahren angewandt werden, sofern sie zu vergleichbaren Ergebnissen führen.

5 Reagenzien

5.1 Allgemeines

Die verwendeten Reagenzien müssen ausreichende Reinheit haben, damit sie bei den anschließenden Analysen keine signifikanten Fehler eintragen. Während des gesamten Verfahrens muss für jede Analysenreihe eine Blindwertlösung geprüft werden, die die gleiche Säuremenge enthält.

5.2 Wasser

Das verwendete Wasser muss deionisiertes, destilliertes Wasser der Reinheit 2 nach EN ISO 3696 sein.

5.3 Salzsäure, Lösung, $c(\text{HCl}) = 12,0 \text{ mol/l}$.

Etwa 37%ige (m/m) Lösung, $\rho \approx 1,18 \text{ g/ml}$.

5.4 Salpetersäure, Lösung, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol/l}$.

Etwa 65%ige (m/m) Lösung, $\rho \approx 1,40 \text{ g/ml}$.

5.5 Salpetersäurelösung, zum Reinigen, etwa 1%ige (V/V)

Es werden 10 ml Salpetersäure (5.4) genommen und in einem Kolben mit Wasser auf 1 Liter verdünnt. Diese verdünnte Salpetersäure muss zum Reinigen der Glasgeräte verwendet werden.

5.6 n-Dodecan oder andere geeignete Antischaummittel (zusätzlich für Verfahren B).

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Damit jegliche Verunreinigung vermieden wird, müssen sämtliche Glas- und Kunststoffgeräte gründlich gereinigt und entsprechend aufbewahrt werden.

ANMERKUNG Es kann erforderlich sein, das Reaktionsgefäß in regelmäßigen Abständen mit einem geeigneten oberflächenaktiven Stoff zu reinigen, um hartnäckige Ablagerungen zu entfernen.

6.2 Reaktionsgefäß

- a) Kolben, 250 ml Nennvolumen (für Verfahren A);
- b) Ein kalibriertes 50-ml-Borosilicatglasröhrchen mit einem Glas- oder Polypropenstopfen (für Verfahren B);
- c) Kunststoffgefäß (Volumen mindestens 100 ml) aus Perfluoralkoxy(PFA)- oder Tetrafluormethoxy (TFM)-Material, ausgestattet mit einem Überdruckregelsystem, mit dem es möglich ist, eine Explosion des Gefäßes zu verhindern (für Verfahren C);
- d) Aufschlussgefäße aus Borosilicatglas mit einem Volumen von mindestens 50 ml (für Verfahren D).

ANMERKUNG Quarzgefäße können anstelle von Glasgefäßen verwandt werden.

6.3 Rückflusskühler, geeignet für Reaktionsgefäße der Verfahren A oder D.