

DIN EN 13656

ICS 13.030.40; 13.080.05

Ersatz für
DIN EN 13656:2003-01

**Boden, behandelter Bioabfall, Schlamm und Abfall –
Aufschluss mit einem Gemisch aus Salzsäure (HCl), Salpetersäure
(HNO₃) und Tetrafluorborsäure (HBF₄) oder
Fluorwasserstoffsäure (HF) für die anschließende Bestimmung der
Elemente;
Deutsche Fassung EN 13656:2020**

Soil, treated biowaste, sludge and waste –
Digestion with a hydrochloric (HCl), nitric (HNO₃) and tetrafluoroboric
(HBF₄) or hydrofluoric (HF) acid mixture for subsequent determination of elements;
German version EN 13656:2020

Sols, bio-déchets traités, boues et déchets –
Digestion par un mélange d'acides chlorhydrique (HCl), nitrique (HNO₃) et
tétrafluoroborique (HBF₄) ou fluorhydrique (HF) pour la détermination ultérieure des
éléments;
Version allemande EN 13656:2020

Gesamtumfang 48 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 13656:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-02-02-04 AK „Elementanalytik“ des Unterausschusses NA 119-01-02-02 UA „Chemische und physikalische Verfahren“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-1:1994	siehe	DIN ISO 5725-1:1997-11
ISO 5725-1/Cor. 1:1998	siehe	DIN ISO 5725-1 Berichtigung 1:1998-09
ISO 5725-2:1994	siehe	DIN ISO 5725-2:2002-12
ISO 5725-3:1994	siehe	DIN ISO 5725-3:2003-02
ISO 5725-5:1998	siehe	DIN ISO 5725-5:2002-11
ISO 5725-6:1994	siehe	DIN ISO 5725-6:2002-08
ISO 11074	siehe	DIN EN ISO 11074
ISO 13528:2015	siehe	DIN ISO 13528:2020-09

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 13656:2003-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) HBF_4 als Säure hinzugefügt. Aus Sicherheitsgründen wird die Verwendung von HBF_4 gegenüber HF bevorzugt;
- b) Aufschlussverfahren mittels Heizblock hinzugefügt;
- c) temperaturgeregeltes Aufschlussverfahren mittels Mikrowelle hinzugefügt;
- d) Mikrowellenaufschluss mit halboffenem Gefäßsystem gestrichen.

Frühere Ausgaben

DIN EN 13656: 2003-01

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 11074, *Bodenbeschaffenheit — Wörterbuch*

DIN ISO 5725-1:1997-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*

DIN ISO 5725-1 Berichtigung 1:1998-09, *Berichtigungen zu DIN ISO 5725-1:1997-11 (ISO 5725-1:1994/Cor. 1:1998)*

DIN ISO 5725-2:2002-12, *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 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

DIN ISO 5725-3:2003-02, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen (ISO 5725-3:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2001)*

DIN ISO 5725-5:2002-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-5:1998*)*

DIN ISO 5725-6:2002-08, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 6: Anwendung von Genauigkeitswerten in der Praxis (ISO 5725-6:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2001)*

DIN ISO 13528:2020-09, *Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche (ISO 13528:2015, korrigierte Fassung 2016-10-15); Text Deutsch und Englisch*

* Zu dieser Internationalen Norm wurde das Technische Korrigendum ISO 5725-5:1998/Cor. 1:2005 herausgegeben und als DIN ISO 5725-5 Berichtigung 1:2006-04 national übernommen.

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Boden, behandelter Bioabfall, Schlamm und Abfall —
Aufschluss mit einem Gemisch aus Salzsäure (HCl),
Salpetersäure (HNO₃) und Tetrafluorborsäure (HBF₄) oder
Fluorwasserstoffsäure (HF) für die anschließende
Bestimmung der Elemente**

Soil, treated biowaste, sludge and waste —
Digestion with a hydrochloric (HCl), nitric (HNO₃) and
tetrafluoroboric (HBF₄) or hydrofluoric (HF) acid
mixture for subsequent determination of elements

Sols, bio-déchets traités, boues et déchets —
Digestion par un mélange d'acides chlorhydrique (HCl),
nitrique (HNO₃) et tétrafluoroborique (HBF₄) ou
fluorhydrique (HF) pour la détermination ultérieure
des éléments

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. September 2020 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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 Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Störungen und Fehlerquellen	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Geschlossenes Gefäßsystem für Mikrowellenaufschluss.....	8
6 Chemikalien.....	8
7 Geräte.....	9
8 Durchführung.....	10
8.1 Allgemeines	10
8.2 Blindprobe	11
8.3 Verfahren A: Heizblock-Aufschluss mit HCl, HNO ₃ und HBF ₄	11
8.4 Verfahren B: Mikrowellenaufschluss	11
9 Prüfbericht.....	14
Anhang A (normativ) Kalibrieren der Leistungseinstellung.....	15
Anhang B (informativ) Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten – Verfahren A und B1	16
Anhang C (informativ) Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten – Verfahren B2	31
Literaturhinweise.....	43

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 13656:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2021, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2021 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 13656:2002.

Im Vergleich zu EN 13656:2002 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- HBF_4 als Säure hinzugefügt. Aus Sicherheitsgründen wird die Verwendung von HBF_4 gegenüber HF bevorzugt;
- Aufschlussverfahren mittels Heizblock hinzugefügt;
- temperaturgeregeltes Aufschlussverfahren mittels Mikrowelle hinzugefügt;
- Mikrowellenaufschluss mit halboffenem Gefäßsystem gestrichen.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Die in diesem Dokument festgelegten Verfahren umfassen ein Multi-Element-Aufschlussverfahren für Boden, behandelten Bioabfall, Schlamm und Abfall vor der Analyse. Die nach diesem Verfahren extrahierbaren Elemente können in vielen Fällen als Gesamtgehalte beschrieben werden, wobei dies jedoch probenabhängig ist. Andererseits können sie nicht als eluierbar angesehen werden, da das Extraktionsverfahren zu stark ist, um natürliche Prozesse zu repräsentieren.

Dieses Dokument wurde für verschiedene Arten von Matrices, wie in Tabelle 1 dargestellt, validiert.

Tabelle 1 — Matrices, für die EN 13656 validiert wurde

Für die Validierung verwendete Materialien	Validiert für Aufschluss mit HCl:HNO ₃ :HBF ₄ (siehe Anhang B)	Validiert für Aufschluss mit HCl:HNO ₃ :HF (siehe Anhang C)
Bodenasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall (BCR176/BCR176R)	X	X
Druckfarbenschlamm (organische Matrix)	X	X
Schlamm aus der Elektronikindustrie („metallische“ Matrix)	X	X
Sediment	X	
Flugasche aus der Verbrennung von Kohle	X	
Stahlschlacke	X	
Kupferschlacke	X	
Flugasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall („oxidierte“ Matrix)		X
Bodenasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall („silikatische Matrix“)		X
Klärschlamm (BCR 146R)		X

WARNUNG — Personen, die dieses Dokument anwenden, sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Die meisten der in dieser Norm aufgeführten Chemikalien haben eine erhöhte korrodierende Wirkung und sind sehr toxisch. Nicht nur wegen der stark korrodierenden Wirkung der Chemikalien, sondern auch aufgrund der hohen Temperatur und der hohen Drücke sind Sicherheitsvorkehrungen absolut unerlässlich.

Die Verwendung von Mikrowellengeräten für Laborzwecke mit eingekapselten und korrosionsbeständigen Sicherheitsarmaturen ist wesentlich. Haushalt-Mikrowellengeräte (für die Verwendung in der Küche) sollten nicht verwendet werden, da durch von Säuredämpfen hervorgerufene Korrosion die Funktion der Sicherheitsarmaturen beeinträchtigt werden kann, wodurch möglicherweise das Magnetron des Mikrowellengerätes beim Öffnen der Tür nicht ausgeschaltet wird. Dies könnte dazu führen, dass Bediener des Gerätes gefährlicher Mikrowellenstrahlung ausgesetzt werden.

Sämtliche Arbeiten zu diesem Verfahren sollten in einem Abzug oder in einer geschlossenen zwangsbelüfteten Einrichtung vorgenommen werden. Bei der Verwendung von stark oxidierenden Chemikalien ist die Bildung von explosiven organischen Zwischenprodukten möglich, besonders, wenn Proben mit hohem Anteil an organischen Stoffen behandelt werden. Unter Druck stehende Gefäße dürfen erst geöffnet werden, nachdem sie abgekühlt sind. Berührung mit Chemikalien und den gasförmigen Reaktionsprodukten ist zu vermeiden.

WICHTIG — Es ist äußerst wichtig, dass die nach diesem Dokument durchgeführten Untersuchungen durch Personen erfolgen, die über eine geeignete Ausbildung verfügen. Personen, die die Prüfung durchführen, sollten über die besonderen Risiken informiert sein, die mit der Verwendung von HBF_4 und HF einhergehen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt drei Verfahren für den Aufschluss von Boden, behandeltem Bioabfall, Schlamm und Abfall unter Verwendung eines Gemisches aus Salzsäure (HCl), Salpetersäure (HNO₃) und Tetrafluorbor-säure (HBF₄) oder eines Gemisches aus Salzsäure (HCl), Salpetersäure (HNO₃) und Fluorwasserstoff-säure (HF) als Aufschlusslösung fest.

Der Aufschluss mit diesen Säuren wird im Grunde als vollständige Zersetzung der Probe angesehen. Elemente, die durch dieses Verfahren extrahierbar sind, können in vielen Fällen als „vollständig“ beschrieben werden, obwohl dies von der Probe abhängig ist.

Dieses Dokument gilt für die nachstehend aufgeführten Elemente:

Aluminium (Al), Antimon (Sb), Arsen (As), Barium (Ba), Beryllium (Be), Cadmium (Cd), Calcium (Ca), Chrom (Cr), Kobalt (Co), Kupfer (Cu), Eisen (Fe), Blei (Pb), Magnesium (Mg), Mangan (Mn), Quecksilber (Hg), Molybdän (Mo), Nickel (Ni), Phosphor (P), Kalium (K), Selen (Se), Silber (Ag), Natrium (Na), Strontium (Sr), Schwefel (S), Tellur (Te), Thallium (Tl), Zinn (Sn), Titan (Ti), Vanadium (V) und Zink (Zn).

Dieses Dokument kann auch für den Aufschluss anderer Elemente angewandt werden, sofern die Eignung durch den Anwender nachgewiesen wurde.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 15002, *Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe*

EN 15934, *Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall — Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts*

EN 16179, *Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden — Anleitung zur Probenvorbehandlung*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

3.1 Aufschluss

Mineralisierung der organischen Stoffe einer Probe und mehr oder weniger vollständiges Auflösen ihrer mineralischen Anteile bei Reaktion mit einem Reagenzgemisch

3.2 Trockenrückstand

Massenanteil einer Probe, der zurückbleibt, wenn die Probe unter festgelegten Bedingungen einem Trocknungsvorgang bei 105 °C unterzogen wird.

[QUELLE: EN 15934:2012, 3.1]

3.3

Trockenmassenanteil

Massenanteil der Probe, der nicht aus Wasser besteht, ausgedrückt als Massenanteil, berechnet aus der Bestimmung des Trockenrückstandes oder des Wassergehaltes

[QUELLE: EN 15934:2012, 3.3]

3.4

Laborprobe

Probe zur Untersuchung oder Prüfung im Labor

[QUELLE: EN ISO 11074:2015, 4.3.7]

3.5

Probe

Anteil eines aus einer größeren Materialmenge ausgewählten Materials

3.6

Prüfmenge

Menge eines Materials von geeignetem Umfang für die Messung der Konzentration oder anderer interessierender Eigenschaften, die der Untersuchungsprobe entnommen wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Prüfmenge kann der Ausgangsprobe oder der Untersuchungsprobe direkt entnommen werden, falls keine Probenvorbehandlung (z. B. bei Flüssigkeiten) erforderlich ist; üblicherweise erfolgt die Entnahme jedoch aus der vorbehandelten Untersuchungsprobe.

Anmerkung 2 zum Begriff: Eine Einheit oder Einzelprobe ausreichender Homogenität, geeigneten Umfangs und Feingehalts kann ohne weitere Vorbehandlung als Prüfmenge verwendet werden.

[QUELLE: EN ISO 11074:2015, 4.3.15]

3.7

Untersuchungsprobe

Analysenprobe

Anteil eines Materials, der aus der Laborprobe durch geeignete Verfahren der Probenvorbehandlung gewonnen wird und die Menge (Volumen/Masse) umfasst, die für die gewünschte Untersuchung oder Analyse erforderlich ist

[QUELLE: EN ISO 11074:2015, 4.3.16]

4 Kurzbeschreibung

Eine Prüfmenge wird mit einem der folgenden Heizvorgänge aufgeschlossen:

— Verfahren A: Heizblock-Aufschluss

- A: Aufschluss mit HCl, HNO₃ und HBF₄ unter Verwendung eines Heizblocks bei (105 ± 5) °C über 2 h, gefolgt von Filtration/Zentrifugierung.

— Verfahren B: Mikrowellenaufschluss

- B1: Aufschluss mit HCl, HNO₃ und HBF₄ unter Verwendung eines Mikrowellengerätes mit temperaturgeregeltem Verfahren bis zu einer Endtemperatur von (175 ± 5) °C in einem geschlossenen Gefäß, gefolgt von Filtration/Zentrifugierung.
- B2: Aufschluss mit HCl, HNO₃ und HF unter Verwendung eines Mikrowellengerätes mit leistungsgeregeltem Verfahren in einem geschlossenen Gefäß, gefolgt von Filtration/Zentrifugierung.

ANMERKUNG Alternativ kann der Mikrowellenaufschluss mittels temperaturgeregeltem Verfahren in einem geschlossenen Gefäß verwendet werden, sofern der Anwender sich der Anwendbarkeit versichert hat.

Aufgrund von Sicherheitserwägungen wird dringend empfohlen, den Aufschluss mit HCl, HNO₃ und HBF₄ statt des viel gefährlicheren Aufschlusses mit HCl, HNO₃ und HF durchzuführen.

5 Störungen und Fehlerquellen

5.1 Allgemeines

Eine Fehlerquelle kann der Behälter sein, in dem die Probe angeliefert und aufbewahrt wird. Dessen Werkstoff muss nach den zu bestimmenden Elementen ausgewählt werden (z. B. kann elementares Quecksilber Polyethylenwandungen sehr schnell in beiden Richtungen durchdringen. Glas kann Proben mit den im Glas enthaltenen Elementen, z. B. Na, K, Al, verunreinigen).

Mahlen und Zerkleinern von Proben schließt das Kontaminationsrisiko der Proben durch die Umgebung ein (Luft, Staub, Abrieb von Zerkleinerungsgeräten). Wegen erhöhter Temperatur sind Verluste an flüchtigen Elementen/Verbindungen möglich.

Bei der Bestimmung von Elementen, die flüchtige Elemente/Verbindungen bilden (z. B. Hg, As, Pb), ist bei der Probenvorbehandlung besondere Sorgfalt erforderlich.

Bei Filtration der aufgeschlossenen Lösung ist es erforderlich, darauf zu achten, dass durch die Filtration keine Verunreinigungen eingebracht werden.

Es ist sicherzustellen, dass die gesamte Prüfmenge mit dem im Aufschlussgefäß befindlichen Säuregemisch in Berührung kommt.

Einige der Elemente von Interesse können durch Fällung mit in der Aufschlusslösung vorhandenen Ionen, z. B. schwerlösliche Chloride, Fluoride und Sulfate, verloren gehen.

5.2 Geschlossenes Gefäßsystem für Mikrowellenaufschluss

Die oberen Massengrenzen der Prüfmenge entsprechend den Herstellerangaben müssen berücksichtigt werden.

Sehr reaktionsfähige oder flüchtige Materialien, die beim Erhitzen hohe Drücke hervorrufen, können eine Druckentlüftung des Gefäßes mit potentielltem Verlust an Probe und Analyten bewirken. Die vollständige Zersetzung von Carbonaten oder kohlenstoffhaltigen Proben kann Drücke hervorrufen, die ausreichen, um eine Druckentlüftung des Gefäßes zu bewirken.

Nach dem Aufschluss muss das Gefäß vor dem Öffnen auf Raumtemperatur abgekühlt werden.

6 Chemikalien

Es sind nur Säuren und Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit zu verwenden oder der Inhalt der zu analysierenden Elemente ist zu überprüfen, um hohe Blindwerte bei nachfolgenden Analysen zu vermeiden. Während des gesamten Verfahrens ist eine Analysen-Blindlösung zu verwenden, mit der alle Schritte mit der gleichen Säuremenge, jedoch ohne Proben durchgeführt werden.

6.1 Wasser, z. B. deionisiert.

6.2 Tetrafluorborsäure (HBF₄), c(HBF₄) ungefähr 6 mol/l, w (HBF₄) = 38 % (m/m) bis 48 % (m/m).

6.3 Fluorwasserstoffsäure (HF), c(HF) ungefähr 23 mol/l, w (HF) = 40 % (m/m) bis 45 % (m/m).

6.4 Borsäure (B(OH)₃), fest.

6.5 Borsäure ($\text{B}(\text{OH})_3$)-Lösung, z. B. 4 % (m/m) Lösung.

40 g Borsäure (6.4) in Wasser lösen und auf 1 l mit Wasser (6.1) verdünnen.

6.6 Salzsäure, $c(\text{HCl})$ ungefähr 12 mol/l; $w(\text{HCl}) = 35\%$ (m/m) bis 37 % (m/m).

6.7 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3)$ ungefähr 15 mol/l, $w(\text{HNO}_3) = 65\%$ (m/m) bis 70 % (m/m).

7 Geräte

Übliche Laborausrüstung. Alle Glas- und Kunststoffgeräte müssen adäquat gereinigt und aufbewahrt werden, um jegliche Kontamination zu vermeiden.

Je nach Konzentration des Elements von Interesse ist bei der Reinigung der Gefäße besondere Vorsicht geboten.

7.1 Verfahren A: Heizblock-Aufschluss

7.1.1 Aufschluss-Prüfröhrchen, 50-ml-Polypropylen-Röhrchen mit einem Schraubverschluss aus Polyethylen.

Der Werkstoff des Röhrchens und des Schraubverschlusses muss geprüft werden, um sicherzustellen, dass die Elemente von Interesse nicht freigesetzt werden. Andere Werkstoffe und Gefäße mit anderen Volumina als vorstehend angegeben dürfen verwendet werden, wenn ihre Eignung nachgewiesen wurde.

7.1.2 Temperaturregelter Heizblock, der imstande ist, das/die Röhrchen auf eine Temperatur von $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ zu erhitzen.

7.2 Verfahren B: Mikrowellenaufschluss, temperatur- und/oder leistungsgeregelt, geschlossene Gefäße

7.2.1 Aufschlussgefäß, für den Mikrowellenaufschluss unter Druck, üblicherweise mit einem Volumen von 100 ml, reagenzien-, temperatur- und druckbeständig sowie für die Aufnahme der Mischung aus Probe und Aufschlusslösung ausreichend. Das Gefäß muss für die sichere Verwendung in den zur Anwendung kommenden Temperatur- und Druckbereichen geeignet sein und Drücken von mindestens 3 000 kPa standhalten können.

Es müssen Aufschlussgefäße aus modifiziertem Polytetrafluorethylen (PTFE) mit einem Sicherheitssystem zur Druckentlastung verwendet werden, um das Explodieren des Gefäßes zu vermeiden. Die Innenwand des Gefäßes muss inert sein und darf keine Verunreinigungen in die Aufschlusslösung freisetzen.

ANMERKUNG Es kann notwendig sein, die Aufschlussgefäße periodisch mit einem geeigneten Detergens zu reinigen, um hartnäckige Anhaftungen zu entfernen.

7.2.2 Mikrowellenaufschlusssystem, temperaturregelt, korrosionsbeständig und gut belüftet. Für die Betriebssicherheit muss die gesamte Elektronik gegen Korrosion geschützt sein.

Es ist ein Mikrowellengerät für Laborzwecke mit temperaturbasierter Regelung zu verwenden.

Das Mikrowellenaufschlusssystem muss in der Lage sein, die Temperatur mit einer Fehlergrenze von höchstens $\pm 5^\circ\text{C}$ zu regeln und die Leistung des erzeugten Mikrowellenfeldes innerhalb von 2 s nach Erfassung der Messwerte automatisch anzupassen. Der Temperatursensor muss eine Fehlergrenze von $\pm 2^\circ\text{C}$ aufweisen, dies gilt einschließlich der finalen Reaktionstemperatur von $(175 \pm 5)^\circ\text{C}$. Die temperaturbasierte Regelung ist der für das Verfahren wichtigste Leistungsmechanismus. Aufgrund der Variabilität der Probenmatrixtypen und der für den Mikrowellenaufschluss verwendeten technischen Ausrüstung (z. B. unterschiedliche Gefäßtypen und unterschiedliche Ausführungen der Mikrowellengeräte) ist die Regelung der Temperatur während des Aufschlusses wichtig, um eine reproduzierbare Mikrowellenerwärmung und vergleichbare Daten zu erzielen.

Die Genauigkeit des Temperaturmesssystems muss periodisch bei erhöhter Temperatur entsprechend den Herstellervorgaben geprüft werden. Falls die Temperatur um mehr als 2 °C von der mit einem externen kalibrierten Temperaturmesssystem gemessenen Temperatur abweicht, muss das Temperaturmesssystem des Mikrowellengerätes neu kalibriert werden.

7.2.3 Mikrowellenaufschlusssystem, leistungsgeregelt, korrosionsbeständig und gut belüftet. Für die Betriebssicherheit muss die gesamte Elektronik gegen Korrosion geschützt sein.

Das Mikrowellengerät muss imstande sein, eine programmierbare Leistung bereitzustellen, welche auf ± 10 W der benötigten Leistung programmiert werden kann. Typische Mikrowellengeräte haben eine Nennleistung von 600 W bis 1 200 W. Das Mikrowellengerät muss, falls erforderlich (siehe Bedienungsanleitung des Herstellers), kalibriert werden (siehe Anhang A).

Das Mikrowellengerät muss so konstruiert sein, dass sichergestellt ist, dass die Proben homogen erhitzt werden.

Die Mikrowellenkammer des Mikrowellengerätes muss so gebaut sein, dass sogar im Falle von Leckagen oder bei Explosion der Gefäße die Sicherheit des Bearbeiters garantiert werden kann. Haushaltsmikrowellengeräte sind für die Anwendung im Labor nicht geeignet.

Das Mikrowellengerät muss über eine Temperatur- und/oder Drucküberwachung verfügen.

7.3 Probenbehälter, sowohl Kunststoff- als auch Glasbehälter sind geeignet.

7.4 Filter, üblicherweise mit einer Porengröße von 0,45 µm und beständig gegen das verwendete Säuregemisch.

7.5 Messkolben, üblicherweise mit einem Nennvolumen von 50 ml oder 100 ml

7.6 Laborwaage mit einer Fehlergrenze von 1 mg oder besser.

8 Durchführung

8.1 Allgemeines

Sofern keine anderslautenden Festlegungen bestehen, sind Proben von Boden, Schlamm und Bioabfall nach EN 16179 und Proben von Abfall nach EN 15002 vorzubehandeln.

Abhängig von der Matrix der Probe ist der Trockensubstanzgehalt nach EN 15934 zu bestimmen.

In die Vorbehandlung sollten Prozesse wie Trocknen und Korngrößenreduktion unterhalb einer Teilchengröße von 250 µm oder bei flüssigen Proben Homogenisieren mit einem Hochgeschwindigkeitsrührwerk oder durch Behandlung mit Ultraschall eingeschlossen sein.

Die Masse der Prüfmenge für einen einzigen Aufschluss muss so ausgewählt werden, dass sie

- für die Laborprobe repräsentativ ist;
- den Angaben des Herstellers der Aufschlusseinheit entspricht.

Falls die erforderliche repräsentative Prüfmenge die Herstellerangaben überschreitet, sollte sie in kleinere Mengen unterteilt und einzeln aufgeschlossen werden. Vor der Analyse sollten die Einzelaufschlüsse vereinigt werden.

8.2 Blindprobe

Parallel zu der Bestimmung der Elemente ist der Aufschluss einer Reagenzien-Blindprobe durchzuführen, unter Verwendung desselben Verfahrens und der gleichen Mengen aller Reagenzien wie für die Bestimmung der Elemente, jedoch ohne die Prüfmengen. Das Labor muss akzeptable Grenzen festlegen.

ANMERKUNG Die Prüfung einer Blindprobe wird durchgeführt, um den Einfluss der verwendeten Extraktionslösung, des Aufschluss-Prüfröhrchens und des Filters auf den Messwert zu bestimmen.

8.3 Verfahren A: Heizblock-Aufschluss mit HCl, HNO₃ und HBF₄

Ungefähr 0,2 g bis 0,5 g der getrockneten und vorbehandelten Prüfmenge mit einer Messunsicherheit von 0,001 g einwiegen und in das Aufschluss-Prüfröhrchen (7.1.1) überführen.

Die Menge der Untersuchungsprobe hängt von der Menge an organischer Substanz ab. Wenn 8 ml einer HCl/HNO₃-Mischung verwendet werden, darf die Menge an organischem Kohlenstoff das Maximum von 0,15 g nicht übersteigen. Je zusätzlichem 0,1 g organischem Kohlenstoff (über die 0,15 g hinaus) muss 1 ml konzentrierter HNO₃ (6.7) hinzugefügt werden, bevor der Aufschlussprozess gestartet wird.

Gegebenenfalls die Prüfmenge mit einigen Tropfen Wasser (6.1) anfeuchten. (6,0 ± 0,1) ml Salzsäure (6.6), gefolgt von (2,0 ± 0,1) ml Salpetersäure (6.7) und (4,0 ± 0,1) ml Tetrafluorborsäure (6.2) zugeben. Bei Raumtemperatur stehen lassen, bis eventuelles Sprudeln fast aufgehört hat, um eine langsame Oxidation der organischen Substanz in der Probe zu ermöglichen.

Den Schraubverschluss behutsam drehen (nicht sehr fest) und das Aufschluss-Prüfröhrchen auf den Heizblock (7.1.2) stellen und die Temperatur langsam auf (105 ± 5) °C erhöhen. Diese Temperatur 120 min konstant halten.

Das Röhrchen auf Raumtemperatur abkühlen lassen und das Volumen mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Falls ein Aufschluss-Prüfröhrchen ohne Graduierung verwendet wird, die darin enthaltene Lösung quantitativ in einen Messkolben geeigneter Größe überführen und das Volumen durch Zugabe von Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen. Alternativ kann ein anderes Verfahren verwendet werden, indem das Einstellen des Volumens sofort nach dem Aufschluss durchgeführt wird.

Falls die Probemesslösung suspendierte Partikel enthält, die den Zerstäuber des Analysegerätes verstopfen oder bei der Injektion der Probe in das Analysegerät stören können, darf die Lösung zentrifugiert oder filtriert (7.4) werden.

Wenn die Probemesslösung suspendierte Partikel enthält, ist der Aufschluss nicht vollständig. Dies sollte im Bericht angegeben werden.

Die Probemesslösung ist jetzt bereit für die Bestimmung der Elemente von Interesse durch Anwendung der geeigneten Elementaranalysetechniken.

8.4 Verfahren B: Mikrowellenaufschluss

8.4.1 Verfahren B1: Aufschluss mit HBF₄, HNO₃ und HCl unter Verwendung eines Mikrowellengerätes mit Temperaturregelung, geschlossene Gefäße

Zwischen 0,2 g und 0,5 g der getrockneten und vorbehandelten Prüfmenge mit einer Messunsicherheit von 0,001 g einwiegen und in das Aufschlussgefäß (7.2.1) überführen.

Die Menge der Untersuchungsprobe hängt von der Menge an organischer Substanz ab. Wenn 8 ml einer HCl/HNO₃-Mischung verwendet werden, darf die Menge an organischem Kohlenstoff das Maximum von 0,15 g nicht übersteigen. Je zusätzlichem 0,1 g organischem Kohlenstoff (über die 0,15 g hinaus) muss 1 ml konzentrierter HNO₃ (6.7) hinzugefügt werden, bevor der Aufschlussprozess gestartet wird.