

DIN EN ISO 54321

ICS 13.030.20; 13.080.10

Ersatz für
die 2014-06 zurückgezogene
Norm
DIN ISO 11466:1997-06

**Boden, behandelter Bioabfall, Schlamm und Abfall –
Aufschluss von mit Königswasser löslichen Anteilen von Elementen
(ISO 54321:2020);
Deutsche Fassung EN ISO 54321:2021**

Soil, treated biowaste, sludge and waste –
Digestion of aqua regia soluble fractions of elements (ISO 54321:2020);
German version EN ISO 54321:2021

Sols, biodéchets traités, boues et déchets –
Digestion des éléments solubles dans l'eau régale (ISO 54321:2020);
Version allemande EN ISO 54321:2021

Gesamtumfang 49 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 54321:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit 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) verantwortlich.

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 5725-1:1994/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 5725-4:1994	siehe	DIN ISO 5725-4:2003-01
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 11464	siehe	DIN ISO 11464
ISO 11466:1995	siehe	DIN ISO 11466:1997-06
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 der bereits 2014-06 zurückgezogenen Norm DIN ISO 11466:1997-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Wartezeit nach der Zugabe der Säure zur Probe, bevor der Aufschluss beginnt, wurde verkürzt;
- b) neben dem Rückfluss- und Mikrowellenaufschluss wurde das Heizblockverfahren eingeführt. Das Verfahren wurde aus der niederländischen Norm NEN 6961 übernommen, die eine Siedezeit von 2 h bis 4 h vorschreibt. Dieses Dokument legt eine Siedezeit von 2 h fest;
- c) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN ISO 11466: 1997-06

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 5725-4:2003-01, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 4: Grundlegende Methoden für die Ermittlung der Richtigkeit eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-4:1994)*

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 11464, *Bodenbeschaffenheit — Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen*

DIN ISO 11466:1997-06, *Bodenbeschaffenheit — Extraktion in Königswasser löslicher Spurenelemente (ISO 11466:1995)*

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

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Boden, behandelter Bioabfall, Schlamm und Abfall —
Aufschluss von mit Königswasser löslichen Anteilen von
Elementen (ISO 54321:2020)**

Soil, treated biowaste, sludge and waste —
Digestion of aqua regia soluble fractions of elements
(ISO 54321:2020)

Sols, biodéchets traités, boues et déchets —
Digestion des éléments solubles dans l'eau régale
(ISO 54321:2020)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. Juli 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
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Grundlage des Verfahrens	8
5 Störungen und Fehlerquellen	9
6 Reagenzien	9
7 Geräte	9
7.1 Allgemeines	9
7.2 Verfahren A: Einrichtung zum thermischen Erhitzen unter atmosphärischen Bedingungen	10
7.2.1 Verfahren A1 – Thermisches Erhitzen unter Rückfluss	10
7.2.2 Verfahren A2: Thermisches Erhitzen mit einem Heizblock mit Behälter	10
7.3 Verfahren B: Mikrowellenaufschluss, temperaturgeregelt, geschlossene Gefäße	10
8 Durchführung	11
8.1 Allgemeines	11
8.2 Blindwertprüfung	12
8.3 Verfahren A, thermischer Aufschluss unter atmosphärischen Bedingungen	12
8.3.1 Verfahren A1: Thermischer Aufschluss unter Rückflussbedingungen	12
8.3.2 Verfahren A2: Thermischer Aufschluss mit Heizblock mit Behältern	13
8.4 Verfahren B, Mikrowellenaufschluss mit Temperaturregelung, geschlossene Gefäße	13
9 Prüfbericht	14
Anhang A (informativ) Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten für Boden-, Bioabfall- und Schlammproben	15
Anhang B (informativ) Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten für Abfallproben	16
Literaturhinweise	44

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 54321:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem 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 Juli 2021, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 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.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 54321:2020 wurde von CEN als EN ISO 54321:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190, *Soil quality*, Unterkomitee SC 3, *Chemical and physical characterization* in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 444, *Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Hinsichtlich der Vergleichbarkeit des in diesem Dokument beschriebenen Verfahrens mit den Verfahren der anderen vorstehend angegebenen Normen können folgende Anmerkungen gemacht werden:

- Dieses Dokument beschreibt den Aufschluss von Feststoffproben mit Königswasser.
- Es gibt lediglich geringe Unterschiede zwischen den Verfahren der unterschiedlichen Normen. Ein wichtiger Unterschied zwischen den Rückflussverfahren, wie in ISO 11466 und EN 13657 und EN 16174 beschrieben, betrifft die Wartezeit nach Zugabe der Säure zu der Probe, bevor der Aufschluss beginnt. ISO 11466 legt eine Wartezeit von 16 h fest, die beiden Europäischen Normen geben an, dass der Aufschluss beginnen kann, wenn die ersten starken Reaktionen beendet sind. Bei Validierungsarbeiten wurde nachgewiesen, dass der Unterschied zwischen den Ergebnissen nach zweistündiger und nach sechzehnständiger Wartezeit vernachlässigbar war, so dass dieses Dokument dem Ansatz von EN 13657 und EN 16174 folgt.
- Das Aufschlussverfahren mittels Heizblock wurde zu den Aufschlussverfahren mittels Rückfluss und mittels Mikrowelle hinzugefügt. Das Verfahren wurde aus der Niederländischen Norm NEN 6961 übernommen, die eine Siededauer von 2 h bis 4 h festlegt. In diesem Dokument wird eine Siededauer von 2 h festgelegt.

Die in diesem Dokument festgelegten Verfahren umfassen Multi-Element-Aufschlusstechniken mit Königswasser für Boden, behandelten Bioabfall, Schlamm und Abfall vor der Analyse. Es ist bekannt, dass die Wiederfindungsraten der Elemente beim Aufschluss mit Königswasser nicht unbedingt vollständig sind und dass der Extrakt einer Untersuchungsprobe möglicherweise nicht die tatsächlichen Gesamtkonzentrationen der Zielanalyten abbildet. Dennoch werden die Ergebnisse, die auf der Grundlage von in diesem Dokument festgelegten Aufschlussverfahren erhalten wurden, für die meisten umweltbezogenen Anwendungen als für den vorgesehen Zweck geeignet angesehen.

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

Tabelle 1 — Matrices, für die das Dokument validiert ist

Matrix	Für die Validierung verwendete Materialien
Schlamm	kommunaler Klärschlamm industrieller Schlamm Schlamm aus der Elektronikindustrie Druckfarbenschlamm Klärschlamm
Bioabfall (Verfahren A)	Kompost kompostierter Schlamm
Boden	landwirtschaftlich genutzter Boden mit Schlamm beaufschlagter Boden

Matrix	Für die Validierung verwendete Materialien
Abfall	Flugasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall („oxidierte“ Matrix) Bodenasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall („silikatische“ Matrix) Druckfarbenschlamm (organische Matrix) Schlamm aus der Elektronikindustrie („metallische“ Matrix) BCR 146R (Klärschlamm) BCR 176 (Asche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall)

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Einige der in dieser Norm aufgeführten Chemikalien sind hochkorrosiv und sehr toxisch. Wegen der stark korrodierenden Wirkung der Reagenzien, der hohen Temperatur und des hohen Drucks sind Sicherheitsvorkehrungen absolut unerlässlich.

Die Verwendung eines Labor-Mikrowellengeräts mit isolierten und korrosionsbeständigen Sicherheitseinrichtungen ist erforderlich. Haushalts-Mikrowellengeräte (Küchen-Mikrowellen) dürfen nicht eingesetzt werden, da bei ihnen die Funktion der Sicherheitseinrichtungen wegen der durch Säuredämpfe möglichen Korrosion beeinträchtigt sein kann, so dass sich die Mikrowellenröhre bei geöffneter Tür nicht abschaltet und damit für den Bearbeiter das Risiko besteht, Mikrowellenstrahlung in einer gefährlichen Dosierung ausgesetzt zu werden.

Sämtliche im Rahmen dieses Verfahrens notwendigen Arbeiten 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. Hautkontakt mit den Chemikalien und gasförmigen Reaktionsprodukten ist zu vermeiden.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Dokument Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt zwei Verfahren zum Aufschluss von Boden, behandeltem Bioabfall, Schlamm und Abfall mit einem Königswasser-Aufschluss fest.

Der Aufschluss mit Königswasser führt nicht zwangsläufig zur vollständigen Zersetzung der Probe. Die Konzentrationen der extrahierten Analyte spiegeln nicht unbedingt den Gesamtgehalt in der Probe wider, aber stellen die in Königswasser unter den Bedingungen dieses Prüfverfahrens löslichen Metalle dar. Es herrscht allgemein Einigkeit darüber, dass für umweltbezogene Analysen die Ergebnisse für den vorgesehenen Zweck des Umweltschutzes geeignet sind.

Dieses Dokument ist anzuwenden für die nachstehend aufgeführten Elemente:

Aluminium (Al), Antimon (Sb), Arsen (As), Barium (Ba), Beryllium (Be), Boron (B), Cadmium (Cd), Calcium (Ca), Chrom (Cr), Cobalt (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 auf den Aufschluss anderer Elemente angewandt werden, sofern der Anwender die Anwendbarkeit überprüft hat.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

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:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Königswasser

Aufschlusslösung (3.2) aus einem Gemisch von 1 Volumenanteil Salpetersäure (Massenanteil von 65 % bis 70 %) und 3 Volumenanteilen Salzsäure (Massenanteil von 35 % bis 37 %)

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Massenanteile in Prozent stimmen mit den Konzentrationen aus 6.2 und 6.3 überein.

3.2

Aufschluss

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

3.3

Trockenrückstand

Trockenmasse, angegeben als Massenanteil in Prozent, nach der Trocknung bei $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ bis zur Massekonstanz

3.4

Laborprobe

Probe (3.5) zur Untersuchung oder Prüfung im Labor

[QUELLE: ISO 11074:2015, 4.3.7]

3.5

Probe

Anteil, der aus einer größeren Menge des Materials ausgewählt wurde

[QUELLE: ISO 11074:2015, 4.1.17]

3.6

Prüfmenge

Analysenmenge

Menge eines Materials von geeignetem Umfang für die Messung der Konzentration oder anderer interessierender Eigenschaften, die der Untersuchungsprobe (3.7) entnommen wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Prüfmenge darf der Laborprobe direkt entnommen werden, falls keine Proben-
vorbehandlung (z. B. bei Flüssigkeiten) erforderlich ist; üblicherweise erfolgt die Entnahme aus der vorbehandelten
Untersuchungsprobe.

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

[QUELLE: ISO 11074:2015, 4.3.15]

3.7

Untersuchungsprobe

Analysenprobe

Anteil eines Materials, der aus der Laborprobe (3.4) durch geeignete Verfahren der Probenvorbehandlung
gewonnen wird und die Menge (Volumen/Masse) umfasst, die für die gewünschte Untersuchung oder
Analyse erforderlich ist

[QUELLE: ISO 11074:2015, 4.1.3]

4 Grundlage des Verfahrens

Eine Prüfmenge wird nach einem der folgenden Erhitzungsverfahren mit Königswasser extrahiert:

- Verfahren A: Verfahren unter atmosphärischen Bedingungen
 - A1: Rückfluss für (120 ± 10) min, gefolgt von Filtration/Zentrifugation;
 - A2: Heizblock bei (105 ± 5) °C über (120 ± 10) min, gefolgt von Filtration/Zentrifugierung.
- Verfahren B: Mikrowellenaufschluss
 - B1: Temperaturregeltes Verfahren: bei (175 ± 5) °C für (10 ± 1) min in einem geschlossenen Gefäß, gefolgt von Filtration/Zentrifugierung.

5 Störungen und Fehlerquellen

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 seinen Hauptelementen verunreinigen, z. B. B, Na, K, Si und Al).

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 Verbindungen möglich.

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

Alle Geräte aus Glas und Kunststoff müssen angemessen gereinigt und gelagert werden, um jede Verunreinigung zu vermeiden.

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 gesuchten Elemente können durch Fällung mit in der endgültigen Aufschlusslösung vorhandenen Ionen verloren gehen; das ist z. B. bei Chloriden, Fluoriden und Sulfaten mit geringer Löslichkeit der Fall.

6 Reagenzien

Es werden nur Säuren und Reagenzien in anerkannter Analysenreinheit verwendet, um hohe Blindwerte bei nachfolgenden Messungen zu vermeiden. Während des gesamten Verfahrens wird eine Prüf-Blindwertlösung verwendet, mit der alle Schritte mit der gleichen Menge an Säuren, jedoch ohne Probe durchgeführt werden.

6.1 Wasser, z. B. deionisiert.

6.2 Salzsäure, $c(\text{HCl}) \approx 12 \text{ mol/l}$.

6.3 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) \approx 15 \text{ mol/l}$.

6.4 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) \approx 0,5 \text{ mol/l}$.

35 ml Salpetersäure (6.3) mit Wasser (6.1) auf 1 l verdünnen.

6.5 Antischaummittel, z. B. *n*-Dodecan ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$) oder *n*-Octanol ($\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$) sind geeignet.

7 Geräte

7.1 Allgemeines

Übliche Laborausrüstung. Alle Geräte aus Glas und Kunststoff müssen angemessen gereinigt und gelagert werden, um jede Verunreinigung zu vermeiden.

Abhängig von der Konzentration des gesuchten Elements sollte besondere Sorgfalt bei der gründlichen Reinigung der Gefäße geboten werden.

7.2 Verfahren A: Einrichtung zum thermischen Erhitzen unter atmosphärischen Bedingungen

7.2.1 Verfahren A1 – Thermisches Erhitzen unter Rückfluss

7.2.1.1 Aufschlussgefäß, temperatur- und druckbeständig und geeignet zur Aufnahme des Gemisches aus Probe und Aufschlusslösung, z. B. ein Gefäß aus Quarz. Das Aufschlussgefäß muss ein Volumen von mindestens dem Fünffachen des Volumens an verwendetem Königswasser haben. Die Gefäßinnenwand muss inert sein und darf nicht mehr Stoffe in die Aufschlusslösung abgeben als nach den Reinheitsanforderungen des anschließenden Analysenverfahrens zulässig ist.

ANMERKUNG 1 Anstelle von Quarzgefäßen können Gefäße aus Silicatglas oder Borsilikatglas verwendet werden.

ANMERKUNG 2 Eine regelmäßige Reinigung der Aufschlussgefäße mit einem zur Entfernung hartnäckiger Ablagerungen geeigneten oberflächenaktiven Mittel kann notwendig sein.

7.2.1.2 Rückflusskühler passend zum Aufschlussgefäß (7.2.1.1).

7.2.1.3 Absorptionsgefäß zur Aufnahme flüchtiger Spezies, das in einem offenen Aufschlussystem zum Absorbieren einer oder mehrerer der zu messenden flüchtigen Spezies geeignet ist, passend zum Rückflusskühler (7.2.1.2).

7.2.1.4 Heizgerät, z. B. ein Heizmantel, thermostatisch geregelt, oder ein Aluminium-Blockthermostat.

7.2.2 Verfahren A2: Thermisches Erhitzen mit einem Heizblock mit Behälter

7.2.2.1 Aufschluss-Prüfröhrchen, 50-ml-Propylen-Röhrchen mit einem Schraubverschluss aus Polypropylen.

Der Teil des Röhrchens, der nicht beheizt wird, und der Schraubverschluss dienen als Kondensator, stellen jedoch kein wirkliches Rückflusssystem dar. Der Werkstoff des Röhrchens und des Schraubverschlusses muss geprüft werden, um sicherzustellen, dass die interessierenden Elemente nicht freigesetzt werden. Die Verwendung anderer Werkstoffe und Gefäße mit anderen Volumina als vorstehend angegeben ist zulässig, wenn ihre Eignung nachgewiesen wurde.

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

7.3 Verfahren B: Mikrowellenaufschluss, temperaturgeregelt, geschlossene Gefäße

7.3.1 Aufschlussgefäß, für den Mikrowellenaufschluss unter Druck, üblicherweise mit einem Volumen von 100 ml, chemikalien-, temperatur- und druckbeständig und geeignet zur Aufnahme des Gemisches aus Probe und Aufschlusslösung. 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 Perfluoralkoxylalkan (PFA), modifiziertem Polytetrafluorethylen (PTFE) oder Quarz verwendet werden, die zur Verhinderung von Explosionen des Gefäßes mit einem Sicherheitssystem zur Druckentlastung ausgestattet sind. Die Gefäßinnenwand muss inert sein und darf keine Verunreinigungen in die Aufschlusslösung abgeben.

Eine regelmäßige Reinigung der Aufschlussgefäße mit einem zur Entfernung hartnäckiger Ablagerungen geeigneten oberflächenaktiven Mittel kann notwendig sein.

7.3.2 Mikrowellen-Aufschlusssystem, korrosionsbeständig und gut belüftet. Für die Betriebssicherheit muss die gesamte Elektronik ausreichend gegen Korrosion geschützt sein.

Es ist ein Mikrowellengerät für Laborzwecke mit Temperaturregelung mit Rückkopplung zu verwenden.

Das Mikrowellen-Aufschlusssystem sollte in der Lage sein, die Temperatur mit einer Fehlergrenze von $\pm 5^\circ\text{C}$ zu regeln und die Leistung des erzeugten Mikrowellenfeldes innerhalb von 2 s nach Erfassung der Messwerte automatisch anzupassen. Die Temperatursensoren müssen auf $\pm 2^\circ\text{C}$ arbeiten, auch bei der endgültigen Reaktionstemperatur ($175 \pm 5^\circ\text{C}$). Die Temperaturregelung mit Rückkopplung stellt den primären Leistungsmechanismus dieses Verfahrens dar. Aufgrund der Variabilitäten von Probematrizes und Mikrowellenaufschlussgeräten (d.h. verschiedene Gefäße und Mikrowellenbauarten) ist die Temperaturregelung während des Aufschlusses für reproduzierbares Erhitzen in der Mikrowelle und vergleichbare Daten wichtig. Die Herstellervorgaben des Mikrowellen-Aufschlusssystems müssen diesen Angaben entsprechen. Die Genauigkeit des Temperaturmesssystems sollte periodisch an Blindproben bei erhöhter Temperatur entsprechend den Herstellervorgaben geprüft werden. Falls sich Abweichungen gegenüber der mit einem externen, kalibrierten Temperaturmesssystem gemessenen Temperatur von mehr als 2°C ergeben, sollte das Temperaturmesssystem des Mikrowellengeräts rekali­briert werden.

7.4 Probenbehälter, wobei Behälter aus Glas und aus Kunststoff geeignet sind.

7.5 Filterpapier, üblicherweise mit einer Porengröße von $0,45\ \mu\text{m}$ und beständig gegen die endgültige Aufschlusslösung aus verdünntem Königswasser.

7.6 Messkolben, üblicherweise mit einem Nennvolumen von 50 ml oder 100 ml.

7.7 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 1 mg oder besser.

7.8 Siedehilfen, Siedesteine oder Glasperlen, Durchmesser 2 mm bis 3 mm, säuregespült.

8 Durchführung

8.1 Allgemeines

Die Proben von Boden, Schlamm und Bioabfall sind z. B. nach EN 16179 oder ISO 11464 und Proben von Abfall z. B. nach EN 15002 vorzubehandeln.

Abhängig von der Matrix der Probe ist der Trockenmassegehalt, z. B. nach EN 15934, zu bestimmen.

Für Abfallproben gelten die folgenden Anmerkungen:

- In die Vorbehandlung sollten Prozesse wie Trocknen oder Korngrößenreduktion unterhalb einer Partikelgröße von $250\ \mu\text{m}$ für Feststoffabfallproben oder Homogenisieren mit einem Hochgeschwindigkeitsrührwerk oder durch Behandlung mit Ultraschall bei Flüssigabfallproben 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.

Die Angaben der Hersteller müssen bei den oberen Grenzwerten für die Masse der Prüfmenge berücksichtigt werden.

- Aus Gründen der Repräsentativität ist eine Masse von mehr als 200 mg für die Prüfmenge vorzuziehen. Die Herstelleranweisungen hinsichtlich der Höchstmenge an organischem Kohlenstoff in der Probe müssen aus Sicherheitsgründen eingehalten werden.