

DIN EN 13656



ICS 13.030.40; 13.080.05

Einsprüche bis 2019-11-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 13656:2003-01

Entwurf

**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 und Englische Fassung prEN 13656:2019**

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 and English version prEN 13656:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-09-06 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 83 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 13656:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die 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“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den auch für den englischen Text.

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

ISO 5725-1:1994	siehe DIN ISO 5725-1:1997-11
ISO 5725-1/C1:1998	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 5725-5:1994	siehe DIN ISO 5725-5:1996-09
ISO 5725-6:1994	siehe DIN ISO 5725-6:2002-08
ISO 11074	siehe DIN EN ISO 11074
ISO 13528:2015	siehe DIN ISO 13528:2018-12

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.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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 5725-5:1996-09, *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 EN ISO 11074, *Bodenbeschaffenheit — Wörterbuch*

DIN ISO 13528:2018-12, *Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche (ISO 13528:2015); Text Deutsch und Englisch*

— Leerseite —

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

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

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 (prEN 13656:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 13656:2002 ersetzen.

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.

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 extrem 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. Für viele Probenarten spiegelt die Konzentration der extrahierten Analyten den Gesamtgehalt in der Probe wider.

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 Trockenmasse
Trockenrückstand, Massenanteil in Prozent, nach der Trocknung bei 105 °C ± 5 °C bis zur Massenkonzanz

3.3

Laborprobe

Probe zur Untersuchung oder Prüfung im Labor

[QUELLE: EN ISO 11074:2015, 4.3.7]

3.4

Probe

Anteil eines aus einer größeren Materialmenge ausgewählten Materials

3.5

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 darf der Ausgangsprobe oder der Untersuchungsprobe direkt entnommen werden, falls keine Probenvorbehandlung (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: EN ISO 11074:2015, 4.3.15]

3.6

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 Erwärmungsverfahren 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 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 bestimmten in der Aufschlusslösung vorhandenen Ionen, z. B. schwerlösliche Chloride, Fluoride und Sulfate, verloren gehen.

5.2 Geschlossenes Gefäßsystem für Mikrowellenaufschluss

Den oberen Massengrenzen der Prüfmenge entsprechend den Herstellerangaben muss Rechnung getragen 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, 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 (HBF_4), $c(\text{HBF}_4) \approx 6 \text{ mol/l}$, Massenanteil (HBF_4) = 38 % bis 48 %.

6.3 Fluorwasserstoffsäure (HF), $c(\text{HF}) \approx 23 \text{ mol/l}$; Massenanteil (HF) = 40 % bis 45 %.

6.4 Borsäure ($\text{B}(\text{OH})_3$), fest.

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

40 g Borsäure (6.4) werden in Wasser gelöst und auf 1 l mit Wasser verdünnt (6.1).

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

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

7 Geräte

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

In Abhängigkeit von der 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 $(105 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ zu erwärmen.

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

Die Genauigkeit des Temperaturmesssystems sollte 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, sollte 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 sollte 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 Lecks oder bei Explosion der Gefäße die Sicherheit des Bearbeiters garantiert werden kann. Haushaltsmikrowellengeräte sind für die Anwendung im Labor nicht geeignet.

Das Mikrowellengerät sollte über ein Temperatur- und/oder Drucküberwachungssystem 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 oder 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 übersteigt, 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 derselben Verfahren und Mengen aller Reagenzien wie für die Bestimmung der Elemente von Interesse, jedoch ohne die Prüfmengen. Das Labor sollte 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 Grenزابweichung 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 HCl und HNO₃ 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.

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 Grenزابweichung 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 HCl und HNO₃ 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.

Den oberen Grenzwerten für die Masse der Prüfmenge laut Bedienungsanleitung des Herstellers muss Rechnung getragen werden.

Gegebenenfalls ist die Probe mit einer geringen Menge an Wasser (6.1.) anzuweichen. $(6,0 \pm 0,1)$ ml Salzsäure (6.6), gefolgt von $(2,0 \pm 0,1)$ ml Salpetersäure (6.7) und $(4,0 \pm 0,1)$ ml Tetrafluorborosäure (6.2) zugeben.

Falls eine heftige Reaktion abläuft, die Reaktion abklingen lassen, bevor das Gefäß verschlossen wird.

Das Aufschlussgefäß nach den Anleitungen des Herstellers verschließen. Alle Positionen im Mikrowellen-Karussell (üblicherweise 6, 12, 16 oder 40 Positionen) mit Probengefäßen belegen. Falls eine geringere Anzahl an Proben bereitsteht als Positionen im Karussell, die übrigen Positionen mit Gefäßen belegen, die mit derselben Menge an Säure gefüllt sind, jedoch keine Probe enthalten. Damit soll sichergestellt werden, dass bei jedem Aufschlussvorgang die gleiche Menge an Mikrowellenenergie aufgenommen wird. Dieses Verfahren ist ein operational festgelegtes Verfahren, mit dem erreicht werden soll, dass alle Proben einem einheitlichen Aufschluss bei festgelegten Reaktionsbedingungen unterliegen. Die Temperatur des Aufschlussgemisches in jedem Gefäß muss mit einer Aufheizrate von ungefähr 10 °C/min bis 15 °C/min auf $(175 \pm 5)\text{ °C}$ erhöht werden und bei $(175 \pm 5)\text{ °C}$ (10 ± 1) min lang konstant gehalten werden. Danach auf Raumtemperatur abkühlen lassen.

WARNUNG — Ein zu schneller Temperaturanstieg kann eine heftige exotherme Reaktion in der Aufschlusslösung verbunden mit starkem Druckanstieg und Ansprechen des Sicherheitsventils hervorrufen. Dabei können Verluste von Analyten auftreten.

Am Ende des Mikrowellenprogramms die Gefäße nach den Anleitungen des Herstellers abkühlen lassen, bevor sie aus der Mikrowelle entnommen werden. Das Abkühlen der Gefäße darf durch interne oder externe Kühlvorrichtungen beschleunigt werden.

Nach Erreichen der Raumtemperatur prüfen, ob die Mikrowellengefäße während des Aufschlusses dicht geblieben sind. Aufgrund der großen Vielfalt von Ausführungen der Gefäße ist die Angabe eines einzigen Verfahrens nicht sinnvoll.

Jedes Gefäß unter einem gut belüfteten Abzug nach den Anleitungen des Herstellers vorsichtig öffnen und entlüften. Den Inhalt jedes Gefäßes 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 mit noch vorhandenem festem Rückstand 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.

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

8.4.2 Verfahren B2: Aufschluss mit HF, HNO₃ und HCl unter Verwendung eines Mikrowellengerätes mit Leistungsregelung, geschlossene Gefäße

Zwischen 0,2 g und 0,5 g der getrockneten und vorbehandelten Prüfmenge mit einer Grenzabweichung 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 HCl und HNO₃ 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 HNO_3 (6.7) hinzugefügt werden, bevor der Aufschlussprozess gestartet wird.

Den oberen Grenzwerten für die Masse der Prüfmenge laut Bedienungsanleitung des Herstellers muss Rechnung getragen werden.

Gegebenenfalls die Prüfmenge mit einigen Tropfen Wasser (6.1) anfeuchten. $(6,0 \pm 0,1)$ ml Salzsäure (6.6), gefolgt von $(2,0 \pm 0,1)$ ml Salpetersäure (6.7) und $(2,0 \pm 0,1)$ ml Fluorwasserstoffsäure (6.3) zugeben.

Falls eine heftige Reaktion abläuft, die Reaktion abklingen lassen, bevor das Gefäß verschlossen wird.

Das Aufschlussgefäß nach den Anleitungen des Herstellers verschließen. Alle Positionen im Mikrowellen-Karussell (üblicherweise 6, 12, 16 oder 40 Positionen) mit Probengefäßen belegen und den Aufschluss starten. Das oben stehende Leistungsprogramm (siehe Tabelle 2) ist für Chargen von 6 Proben vorgesehen. Handelsübliche Mikrowellengeräte können mehr oder weniger Probenpositionen enthalten. Damit übereinstimmende Reaktionsbedingungen sichergestellt sind, ist in diesen Fällen das Leistungsprogramm entsprechend der Bedienungsanleitung anzupassen. Falls eine geringere Anzahl an Proben bereitsteht als Positionen im Karussell, die übrigen Positionen mit Gefäßen belegen, die mit derselben Menge an Säure gefüllt sind, jedoch keine Probe enthalten. Damit soll sichergestellt werden, dass bei jedem Aufschlussvorgang die gleiche Menge an Mikrowellenenergie aufgenommen wird.

Tabelle 2 — Leistungsprogramm

Zeit min	Leistung W
2	250
2	0
5	250
5	400
5	500

WARNUNG — Ein zu schneller Temperaturanstieg kann eine heftige exotherme Reaktion in der Aufschlusslösung verbunden mit starkem Druckanstieg und Ansprechen des Sicherheitsventils hervorrufen. Dabei können Verluste von Analyten auftreten.

Am Ende des Mikrowellenprogramms die Gefäße nach den Anleitungen des Herstellers abkühlen lassen, bevor sie aus der Mikrowelle entnommen werden. Das Abkühlen der Gefäße darf durch interne oder externe Kühlvorrichtungen beschleunigt werden.

Nach Erreichen der Raumtemperatur prüfen, ob die Mikrowellengefäße während des Aufschluss dicht geblieben sind. Aufgrund der großen Vielfalt von Ausführungen der Gefäße ist die Angabe eines einzigen Verfahrens nicht sinnvoll.

Jedes Gefäß unter einem gut belüfteten Abzug nach den Anleitungen des Herstellers vorsichtig öffnen und entlüften; anschließend eine 650 mg Borsäure enthaltende Lösung (z. B. 22 ml 4 % (m/m) (6.5)) zugeben. Die Gefäße werden wieder verschlossen, in die Mikrowellenkammer gestellt und folgendes Programm wird gestartet: 3 min (Zeit) bei 300 W (Leistung).

Am Ende des Mikrowellenprogramms die Gefäße nach den Anleitungen des Herstellers abkühlen lassen, bevor sie aus der Mikrowelle entnommen werden. Das Abkühlen der Gefäße darf durch interne oder externe Kühlvorrichtungen beschleunigt werden.

Jedes Gefäß unter einem Abzug nach den Anleitungen des Herstellers vorsichtig öffnen und entlüften. Den Inhalt jedes Gefäßes 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 die Anpassung des Volumens mit noch vorhandenem festem Rückstand 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.

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

9 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) das angewendete Aufschlussverfahren mit Verweisung auf dieses Dokument, d. h. EN 13656;
- b) die Identitätsbezeichnung der Probe;
- c) alle Abweichungen von diesem Verfahren und alle sonstigen Gegebenheiten, die die Ergebnisse beeinflussen haben können.

Anhang A (normativ)

Kalibrieren der Leistungseinstellung

Zum gegenseitigen Vergleich der Leistungseinstellung von verschiedenen Geräten muss die tatsächlich zugeführte Leistung (Nutzleistung) bestimmt werden. Das Verhältnis zwischen der zugeführten Leistung und der Einstellskala sollte auch nachgeprüft werden. Außerdem sollte die Nutzleistung regelmäßig überprüft werden.

Das Kalibrieren wird durch Erhitzen einer bekannten Menge an Wasser innerhalb einer festen Zeitdauer (z. B. 2 min) bei unterschiedlichen Leistungen des Mikrowellengerätes durchgeführt. Jeder Temperaturanstieg ist nach jedem Erhitzungszyklus mit einer Grenزابweichung von $\pm 0,1$ °C zu messen. Die aufgenommene Leistung wird aus dem Temperaturanstieg berechnet (Gleichung siehe Ende dieses Anhangs).

Z. B. wird 1 kg Wasser in einen Becher aus Kunststoff gegeben (oder in einen Becher aus einem anderen Werkstoff, der keine Mikrowellenenergie absorbiert oder reflektiert; Bechergläser sind zu vermeiden), gerührt und die Temperatur gemessen. Der Becher wird in das Mikrowellengerät gestellt. Es ist immer dieselbe Stelle zu wählen. Das Mikrowellengerät wird für die Dauer von 2 min auf volle Leistung eingestellt. Der Becher wird entnommen, es wird gerührt und die Endtemperatur gemessen. Dieses Verfahren wird auch bei geringeren Leistungen wiederholt.

Die aufgenommene Leistung wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$P = \frac{C_p \times m \times \Delta T}{t}$$

Dabei ist

P die vom Wasser aufgenommene Leistung in W (J/s);

C_p spezifische Wärme für Wasser J/kg °C (= 4 184 J/kg °C);

m Masse des zum Kalibrieren eingesetzten Wassers in kg;

ΔT Unterschied zwischen Anfangs- und Endtemperatur in °C;

t Zeitdauer in s.

Wenn bei dem beschriebenen Verfahren 2 min und 1 kg Wasser angewendet werden, kann die Gleichung vereinfacht werden auf:

$$P = \Delta T \times 34,87$$

Anhang B (informativ)

Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten – Verfahren A und B1

B.1 Ringversuch

Zwischen Oktober 2018 und Februar 2019 wurde ein Projekt zur Validierung von Verfahren A (Heizblock-Aufschluss mit HCl, HNO₃ und HBF₄) und Verfahren B1 (Mikrowellenaufschluss, temperaturgeregt, mit HCl, HNO₃ und HBF₄) organisiert und durchgeführt. Die Validierung umfasste einen Ringversuch zur Ermittlung der Verfahrenskennzahlen für die Verfahren (Vergleichpräzision, Wiederholpräzision und gegebenenfalls Genauigkeit).

B.2 Auswahl der Labore

Mehrere Mitglieder von CEN/TC 444 wurden gebeten, Informationen zu dem Ringversuch zu verteilen und eine Liste interessierter europäischer Labore zu erstellen. 9 (für Verfahren A) beziehungsweise 8 (für Verfahren B1) Labore erklärten sich zur Teilnahme am Ringversuch bereit. Alle Labore führten regelmäßig den Aufschluss mit einem Heizblock und/oder Mikrowellengeräten durch. Den Laboren wurde mitgeteilt, dass Aufschluss und Analysearbeiten gemäß dieser Norm durchgeführt werden müssen. In Einklang mit der Normenreihe ISO 5725 wurde keine Vorauswahl auf der Grundlage der angenommenen „Fähigkeit“ der Labore, ihren Zertifizierungen usw. getroffen. Deshalb kann man davon ausgehen, dass die beteiligten Labore eine ziemlich gute „Stichprobe“ der „normalen“ europäischen Labore darstellen.

B.3 Auswahl der Proben

Für die Validierung von EN 13656 wurden zwei Proben aus dem Ringversuch verwendet:

- Druckfarbenschlamm (organische Matrix) (CEN 8/99 „INK WASTE CW12 POWDER“);
- Schlamm aus der Elektronikindustrie („metallische Matrix“) (CEN 9/99 „SEWAGE SLUDGE SL11 POWDER“).

Zur Ermittlung der Genauigkeit wurden zwei zertifizierte Referenzmaterialien (ZRMs) mit einbezogen:

- ISE 859 (Sediment);
- BCR 176R (Bodenasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall mit identischer Matrix wie BCR 176, verwendet im Ringversuch zur Evaluierung von EN 13656).

Ferner wurden drei Materialien einbezogen, die bei Robustheitsvalidierungsprüfungen für CEN/TC 351 [14,15] verwendet wurden:

- CFA Flugasche aus der Verbrennung von Kohle;
- GSS Stahlschlacke;
- CUS Kupferschlacke.

Alle Proben, einschließlich der beiden zertifizierten Referenzmaterialien, wurden in anonymisierter Form an die Labore übermittelt.

B.4 Versuchsdurchführung

Die Herstellung und Homogenisierung der Proben, ihre Verpackung, Zustellung sowie die Sammlung und Auswertung der Ergebnisse wurden von VITO NV in Mol (Belgien) und Synlab Analytics & Services B.V. in Rotterdam (Niederlande) durchgeführt.

B.5 Ergebnisse

Alle Labore lieferten tatsächlich Ergebnisse für den Ringversuch. Die Mittelwerte und Standardabweichungen der Vergleichpräzision wurden nach ISO 13528:2015, C.1 ausgewertet, dabei wurden die folgenden Schritte durchlaufen:

- Ausschluss der Daten mit einem Wert unter der Nachweisgrenze („<“-Werte);
- die Daten wurden ausgewertet, wenn die mittlere gemessene Konzentration über 1 mg/kg dm (für Hg 0,1 mg/kg dm) lag;
- die Daten wurden nur dann ausgewertet, wenn mehr als sechs Ergebnisse übrig waren;
- für die verbliebenen Datensätze wurden Mittelwerte und Standardabweichungen als Huber-M-Schätzungen berechnet, wobei die Winsorisierung bei 1,5 Standardabweichungen lag;
- sofern ein „bestimmungsgemäß richtiger Wert“ vorhanden war, wurde die Genauigkeit (Wiederfindungsrate) berechnet.

Am Ringversuch beteiligten sich 9 Labore (Verfahren A) bzw. 8 Labore (Verfahren B1), die Analysen mit zwei Replikaten an sieben Proben durchführten, um eine große Anzahl von Elementen (bis zu 28) zu bestimmen. Dies ergab einen umfangreichen Datenbestand. Für einige Elemente lagen nur wenige Daten vor; doch selbst für diese Elemente wurden nützliche Informationen über die Leistungsfähigkeit ermittelt.

B.6 Schlussfolgerungen

Die Leistungsfähigkeiten der Verfahren sollten in den unten angeführten Tabellen Element für Element und Matrix für Matrix verglichen werden. Im Allgemeinen sind die Verfahren gut vergleichbar, insbesondere bei den meisten umweltrelevanten (toxischen) Elementen.

Bei einigen Elementen, z. B. Ba, Sn, Ti, könnte der Mikrowellenaufschluss zu einer höheren Wiederfindungsrate als der Heizblockaufschluss führen.

Für das Element Ti könnte eine höhere Wiederfindungsrate erhalten werden, wenn HF statt HBF₄ verwendet wird.

Tabelle B.1 — Probe CEN 8/99 „INK WASTE CW12 POWDER“

Verfahren A: Heizblock-Auflschluss mit HCl, HNO ₃ und HBF ₄									Verfahren B1: Mikrowellenaufschluss, temperaturgeregelt, mit HCl, HNO ₃ und HBF ₄							
	N	L	NR	XREF mg/kg dm	Mittel mg/kg dm	Wieder- findung %	Vergleich- präzision %	Wiederhol- präzision %				XREF mg/kg dm	Mittel mg/kg dm	Wieder- findung %	Vergleich- präzision %	Wiederhol- präzision %
Al	14	7	0	–	2 195	–	25,3	5,0	12	6	0	–	2 344	–	25,5	15,4
Sb	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
As	8	9	10	–	10,3	–	51,3	12,1	9	8	7	–	7,3	–	40,0	6,1
Ba	16	8	0	–	70	–	26,0	7,7	14	7	0	–	92	–	17,3	4,0
Cd	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Ca	14	7	0	–	114 971	–	10,3	6,6	14	7	0	–	112 376	–	8,4	5,1
Cr	18	9	0	–	3 865	–	5,5	3,5	16	8	0	–	3 814	–	9,9	5,0
Co	16	8	0	–	16,0	–	6,6	3,5	14	7	0	–	16,3	–	5,1	1,5
Cu	18	9	0	–	13 109	–	5,7	4,4	16	8	0	–	12 808	–	6,7	4,4
Fe	16	8	0	–	76 864	–	4,7	4,3	14	7	0	–	77 318	–	8,9	5,0
Pb	18	9	0	–	5 805	–	8,2	5,6	16	8	0	–	5 791	–	11,1	6,1
Mg	14	7	0	–	1 013	–	9,8	1,9	14	7	0	–	938	–	12,6	8,2
Mn	16	8	0	–	581	–	5,0	2,5	14	7	0	–	553	–	15,3	2,8
Hg	18	9	0	–	1,82	–	16,6	3,1	16	8	0	–	1,89	–	29,6	5,9
Mo	10	7	4	–	4,6	–	11,2	3,5	12	6	0	–	4,2	–	27,8	5,2
Ni	18	9	0	–	22	–	6,9	1,9	16	8	0	–	22	–	13,6	3,0
P	16	8	0	–	14 017	–	4,9	2,3	14	7	0	–	13 632	–	17,3	5,7
K	14	7	0	–	1 113	–	14,3	3,1	14	7	0	–	1 042	–	25,8	5,4
Ag	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–

Verfahren A: Heizblock-Auflschluss mit HCl, HNO ₃ und HBF ₄									Verfahren B1: Mikrowellenaufschluss, temperaturgeregelt, mit HCl, HNO ₃ und HBF ₄							
	N	L	NR	XREF	Mittel	Wieder- findung	Vergleich- präzision	Wiederhol- präzision	N	L	NR	XREF	Mittel	Wieder- findung	Vergleich- präzision	Wiederhol- präzision
				mg/kg dm	mg/kg dm	%	%	%				mg/kg dm	mg/kg dm	%	%	%
S	16	8	0	–	28 508	–	6,7	2,8	14	7	0	–	30 209	–	20,8	4,8
Se	8	8	8	–	3,8	–	40,3	14,1	8	7	6	–	3,8	–	10,3	14,5
Na	14	7	0	–	5 435	–	6,3	2,1	14	7	0	–	4 797	–	32,4	4,2
Sr	16	8	0	–	125	–	12,2	2,8	14	7	0	–	122	–	12,0	1,8
Sn	6	8	10	–	3	–	22,3	10,7	8	7	6	–	4	–	32,1	37,6
Tl	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Ti	16	8	0	–	175	–	4,1	2,2	14	7	0	–	188	–	15,1	5,0
V	16	8	0	–	18	–	8,6	4,3	14	7	0	–	15,9	–	14,6	6,8
Zn	18	9	0	–	1 269	–	7,5	2,3	16	8	0	–	1 260	–	13,8	3,3
N = Anzahl der Ergebnisse, L = Anzahl der Labore, NR = Anzahl der bei der statistischen Auswertung nicht berücksichtigten Ergebnisse, XREF = bestimmungsgemäß richtiger Wert (wenn anwendbar)																

Tabelle B.2 — CEN9/99 „SEWAGE SLUDGE SL11 POWDER“

Verfahren A: Heizblock-Auflschluss mit HCl, HNO ₃ und HBF ₄									Verfahren B1: Mikrowellenaufschluss, temperaturgeregelt, mit HCl, HNO ₃ und HBF ₄							
	N	L	NR	XREF mg/kg dm	Mittel mg/kg dm	Wieder- findung %	Vergleich- präzision %	Wiederhol- präzision %	N	L	NR	XREF mg/kg dm	Mittel mg/kg dm	Wieder- findung %	Vergleich- präzision %	Wiederhol- präzision %
Al	14	7	0	–	87 073	–	27,6	11,8	12	6	0	–	66 795	–	52,7	22,3
Sb	8	8	8	–	5	–	10,1	2,6	8	7	6	–	5	–	6,9	12,4
As	10	9	8	–	5,6	–	34,5	8,8	10	8	6	–	5,5	–	24,9	8,9
Ba	16	8	0	–	74	–	26,8	22,4	14	7	0	–	78	–	21,3	4,5
Cd	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Ca	12	6	0	–	63 779	–	11,7	4,8	12	6	0	–	55 399	–	23,1	10,1
Cr	18	9	0	–	92	–	5,3	3,2	16	8	0	–	91	–	8,9	3,1
Co	10	9	8	–	6,7	–	19,5	15,8	12	7	2	–	5,8	–	15,0	13,0
Cu	18	9	0	–	104 858	–	6,4	3,0	16	8	0	–	103 694	–	4,8	3,7
Fe	16	8	0	–	5 861	–	11,6	3,2	14	7	0	–	6 433	–	12,6	13,2
Pb	18	9	0	–	10 126	–	3,4	23,5	16	8	0	–	10 245	–	6,4	8,2
Mg	12	6	0	–	2 493	–	12,7	9,2	12	6	0	–	1 974	–	26,8	17,6
Mn	16	8	0	–	712	–	4,0	1,9	14	7	0	–	713	–	6,2	1,2
Hg	14	9	4	–	0,19	–	22,3	4,7	10	8	6	–	0,21	–	31,0	10,7
Mo	10	7	4	–	5,3	–	6,0	3,1	12	6	0	–	5,3	–	7,9	3,8
NI	18	9	0	–	1 967	–	5,4	1,8	16	8	0	–	1 993	–	6,6	6,4
P	14	7	0	–	604,9	–	15,2	5,9	12	6	0	–	5 823	–	11,3	3,6
K	14	7	0	–	4 216	–	29,0	12,4	14	7	0	–	4 046	–	37,6	10,5
Ag	14	8	2	–	11,3	–	14,3	25,6	14	7	0	–	10,6	–	15,2	11,7

Verfahren A: Heizblock-Auflösung mit HCl, HNO ₃ und HBF ₄									Verfahren B1: Mikrowellenaufschluss, temperaturgeregelt, mit HCl, HNO ₃ und HBF ₄							
	N	L	NR	XREF mg/kg dm	Mittel mg/kg dm	Wieder- findung %	Vergleich- präzision %	Wiederhol- präzision %	N	L	NR	XREF mg/kg dm	Mittel mg/kg dm	Wieder- findung %	Vergleich- präzision %	Wiederhol- präzision %
S	16	8	0	–	70 119	–	7,0	3,0	14	7	0	–	70 207	–	9,6	4,0
Se	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Na	14	7	0	–	14 101	–	16,4	2,8	14	7	0	–	12 862	–	19,2	7,2
Sr	16	8	0	–	196	–	20,7	4,6	14	7	0	–	199	–	18,2	3,1
Sn	16	8	0	–	13 413	–	10,2	3,7	14	7	0	–	19 459	–	14,5	5,5
Tl	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Ti	14	8	2	–	74	–	10,2	2,5	14	7	0	–	87	–	32,9	6,2
V	14	8	2	–	7	–	14,7	5,3	14	7	0	–	6,9	–	13,3	5,8
Zn	18	9	0	–	233	–	6,8	1,3	16	8	0	–	265	–	19,7	1,9
N = Anzahl der Ergebnisse, L = Anzahl der Labore, NR = Anzahl der bei der statistischen Auswertung nicht berücksichtigten Ergebnisse, XREF = bestimmungsgemäß richtiger Wert (wenn anwendbar)																