# DIN EN ISO 54321

DIN

ICS 13.080.10

***Entwurf***

Einsprüche bis 2019-12-25
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 13657:2003-01,
DIN EN 16174:2012-11 und
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/DIS 54321:2019); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 54321:2019

Soil, treated biowaste, sludge and waste –
Digestion of aqua regia soluble fractions of elements (ISO/DIS 54321:2019);
German and English version prEN ISO 54321:2019

### Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-10-25 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 94 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

# Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 54321:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die 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“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) verantwortlich.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen 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 5725-5:1998 | 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 11466:1995 | siehe | DIN ISO 11466:1997-06 |
| ISO 13528:2015 | siehe | DIN ISO 13528:2018-01 |

**Änderungen**

Gegenüber DIN EN 13657:2003-01, DIN EN 16174:2012-11 und der bereits 2014-06 zurückgezogenen Norm DIN ISO 11466:1997-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) die Unterschiede in den Verfahren der verschiedenen Normen sind gering. Ein wichtiger Unterschied zwischen den in ISO 11466 und EN 13657 und EN 16174 beschriebenen Rückflussverfahren besteht in der Wartezeit nach Zugabe der Säure zur Probe, bevor der Aufschluss beginnt. ISO 11466 schreibt eine Wartezeit von 16 h vor, beide europäischen Normen besagen, dass der Aufschluss beginnen kann, nachdem die ersten starken Reaktionen abgeklungen sind. In der Validierung wurde nachgewiesen, dass der Unterschied zwischen 2 h und 16 h Wartezeit vernachlässigbar gering ist, daher folgt dieses Dokument dem Ansatz der EN 13657 und EN 16174;

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.



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

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

DIN ISO 13528:2018-01, *Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche (ISO 13528:2015); Text Deutsch und Englisch*

Documents
Document Sharing Hub



Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

— Leerseite —



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

*– Entwurf –*

**CEN/TC 444**

Datum: 2019-10

**prEN ISO 54321:2019**

CEN/TC 444

Sekretariat: NEN

# Boden, behandelter Bioabfall, Schlamm und Abfall — Aufschluss von mit Königswasser löslichen Anteilen von Elementen (ISO/DIS 54321:2019)

*Soil, treated biowaste, sludge and waste — Digestion of aqua regia soluble fractions of elements (ISO/DIS 54321:2019)*

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9p

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

# Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 4
Vorwort ... 5
Einleitung ... 7
1 Anwendungsbereich ... 9
2 Normative Verweisungen ... 9
3 Begriffe ... 9
4 Grundlage des Verfahrens ... 10
5 Störungen und Fehlerquellen ... 11
6 Reagenzien ... 11
7 Geräte ... 12
7.1 Allgemeines ... 12
7.2 Verfahren A: Einrichtung zum Sieden unter atmosphärischen Bedingungen ... 12
7.2.1 Verfahren A1, Rückfluss ... 12
7.2.2 Verfahren A2: Heizblock ... 12
7.3 Verfahren B: Mikrowellenaufschluss, temperaturgeregelt, geschlossene Gefäße ... 12
8 Durchführung ... 13
8.1 Allgemeines ... 13
8.2 Blindwertprüfung ... 14
8.3 Verfahren A, thermischer Aufschluss unter atmosphärischen Bedingungen ... 14
8.3.1 Verfahren A1: Thermischer Aufschluss unter Rückflussbedingungen ... 14
8.3.2 Verfahren A2: Thermischer Aufschluss mit Heizblock mit Behältern ... 15
8.4 Verfahren B, Mikrowellenaufschluss mit Temperaturregelung bei (175 ± 5) °C, geschlossene Gefäße ... 16
9 Prüfbericht ... 17
Anhang A (informativ) Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten für Boden-, Bioabfall- und Schlammproben ... 18
A.1 Materialien für den Ringversuch ... 18
Anhang B (informativ) Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten für Abfallproben ... 19
B.1 Ringversuch (Verfahren A1 und B) ... 19
B.1.1 Auswahl der Laboratorien ... 19
B.1.2 Auswahl der Proben ... 19
B.1.3 Versuchsdurchführung ... 20
B.1.4 Prüfergebnisse ... 20
B.1.5 Schlussfolgerungen ... 20
B.2 Ringversuch (Verfahren A2) ... 21
B.2.1 Auswahl der Laboratorien ... 21
B.2.2 Auswahl der Proben ... 21
B.2.3 Versuchsdurchführung ... 22
B.2.4 Prüfergebnisse ... 22
B.2.5 Schlussfolgerungen ... 22
B.3 Robustheitsstudie ... 42
B.3.1 Allgemeines ... 42



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

B.3.2 Analyseverfahren ..... 42
B.3.3 Prüfergebnisse ..... 43
B.3.4 Schlussfolgerung ..... 45

Literaturhinweise ..... 46

Documents
Document Sharing Hub



Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

# Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 54321:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 13657:2002, EN 16174:2012, ISO 11466:1995 und ISO 12914:2012 ersetzen.

**Anerkennungsnotiz**

Der Text von ISO/DIS 54321:2019 wurde von CEN als prEN ISO 54321:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

# Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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* erarbeitet.

Dieses Dokument kombiniert Textelemente aus EN 13657:2002, EN 16174:2012, ISO 11466:1995 und ISO 12914:2012 und ersetzt diese Normen.

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, ebenso wie die anderen vier Normen, 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 sechzehnstündiger 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

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

übernommen, die eine Siededauer von 2 h bis 4 h festlegt. In diesem Dokument wird eine Siededauer von 2 h festgelegt.

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.



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

# Einleitung

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 EN 54321 validiert ist**

| Matrix | Für die Validierung verwendete Materialien |
|---|---|
| Schlamm | kommunaler Klärschlamm<br>industrieller Schlamm<br>Schlamm aus der Elektronikindustrie<br>Druckfarbenschlamm<br>Klärschlamm |
| Bioabfall (Verfahren A) | Kompost<br>kompostierter Schlamm |
| Boden | landwirtschaftlich genutzter Boden<br>mit Schlamm beaufschlagter Boden |
| Abfall | Flugasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall („oxidierte“ Matrix)<br>Bodenasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall („silikatische“ Matrix)<br>Druckfarbenschlamm (organische Matrix)<br>Schlamm aus der Elektronikindustrie („metallische“ Matrix)<br>BCR 146R (Klärschlamm)<br>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 müssen 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**

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

**stehende Gefäße dürfen erst geöffnet werden, nachdem sie abgekühlt sind. Hautkontakt mit den Chemikalien und gasförmigen Reaktionsprodukten ist zu vermeiden.**

**WICHTIG — Es ist unbedingt erforderlich, dass die nach diesem Dokument durchgeführten Untersuchungen durch Personen erfolgen, die über eine geeignete Ausbildung verfügen.**



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

# 1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt zwei Verfahren zum Aufschluss von Boden, behandeltem Bioabfall, Schlamm und Abfall mit Königswasser als Aufschlusslösung 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 gilt für die nachstehend aufgeführten Elemente:

Aluminium (Al), Antimon (Sb), Arsen (As), Barium (Ba), Beryllium (Be), Boron (B), Cadmium (Cd), Calzium (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 auf den Aufschluss anderer Elemente angewandt werden, sofern der Anwender sich der Anwendbarkeit des Dokuments dafür versichert hat.

# 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:

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

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

**3.1**
**Königswasser**
Aufschlusslösung aus einem Gemisch von 1 Volumenanteil Salpetersäure (65 % $m/m$ bis 70 % $m/m$) und 3 Volumenanteilen Salzsäure (35 % $m/m$ bis 37 % $m/m$)

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

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

**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**
**Trockenmasse**
Trockenrückstand, angegeben als Massenanteil in Prozent, nach der Trocknung bei 105 °C ± 5 °C bis zur Massekonstanz

**3.4**
**Laborprobe**
Probe zur Untersuchung oder Prüfung im Labor

[QUELLE: ISO 11074:2015]

**3.5**
**Probe**
Anteil, der aus einer größeren Menge des Materials ausgewählt wurde

[QUELLE: ISO 11074:2015]

**3.6**
**Prüfmenge**
**Analysenmenge**
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 Laborprobe 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: ISO 11074:2015]

**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: ISO 11074:2015]

## 4 Grundlage des Verfahrens

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

— Verfahren A: Verfahren unter atmosphärischen Bedingungen

  — A1: Rückfluss für 2 h, gefolgt von Filtration/Zentrifugierung;

  — A2: Heizblock bei (105 ± 5) °C über 2 h, gefolgt von Filtration/Zentrifugierung.



AVA Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

— Verfahren B: Mikrowellenaufschluss

  — B1: Temperaturgeregeltes 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 bei 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

Sofern nicht anders festgelegt, 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,** $c(HCl) \approx 12$ mol/l.

**6.3 Salpetersäure,** $c(HNO_3) \approx 15$ mol/l.

**6.4 Salpetersäure,** $c(HNO_3) \approx 0{,}5$ mol/l.

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

**6.5 Antischaummittel**, z. B. *n*-Dodecan ($C_{12}H_{26}$) oder *n*-Octanol ($C_8H_{18}O$) sind geeignet.



Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

# 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 müssen die Gefäße besonders gründlich gereinigt werden.

## 7.2 Verfahren A: Einrichtung zum Sieden unter atmosphärischen Bedingungen

### 7.2.1 Verfahren A1, 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 Aufschlusssystem 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. thermostatisch geregelter Heizmantel oder Thermostat (Aluminiumblock).

### 7.2.2 Verfahren A2: Heizblock

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

ANMERKUNG 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 gesuchten 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 Temperaturgeregelter Heizblock,** der imstande ist, das/die Röhrchen auf eine Temperatur von (105 ± 5) °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.



Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

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.

ANMERKUNG 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 ±5 °C zu regeln und die Leistung des erzeugten Mikrowellenfeldes innerhalb von 2 s nach Erfassung der Messwerte automatisch anzupassen. Die Temperatursensoren müssen auf ±2 °C arbeiten, auch bei der endgültigen Reaktionstemperatur (175 ± 5) °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 Genauigkeit des Temperaturmesssystems sollte periodisch 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 µm 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

Sofern keine anderslautenden Festlegungen bestehen, sind Proben von Boden, Schlamm und Bioabfall nach EN 16179 oder ISO 11464 und Proben von Abfall nach EN 15002 vorzubehandeln.

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

Für Abfallproben gelten die folgenden Anmerkungen:

— In die Vorbehandlung sollten Prozesse wie Trocknen oder Korngrößenreduktion unterhalb einer Teilchengröße von 250 µm 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:

AVA Documents
Document Sharing Hub



Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

— für die Laborprobe repräsentativ ist;

— den Angaben des Herstellers der Aufschlusseinheit entspricht.

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

— Aus Gründen der Darstellbarkeit ist eine Masse von mehr als 200 mg für die Prüfmenge vorzuziehen. Die Herstelleranweisungen hinsichtlich der Höchstmenge an organischem Kohlenstoff in der Probe sind aus Sicherheitsgründen einzuhalten.

## 8.2 Blindwertprüfung

Parallel zur Probenanalyse durchläuft eine Blindwertprobe das Aufschlussverfahren, unter Verwendung desselben Verfahrens und der gleichen Reagenzmengen wie bei der Bestimmung, jedoch ohne die Prüfmenge. Das Laboratorium muss akzeptable Grenzen festlegen.

ANMERKUNG Die Blindwertmessung wird durchgeführt, um den Einfluss der verwendeten Extraktionslösung, Glaswaren, des Aufschluss-Prüfröhrchens und des Filterpapiers auf den Messwert zu bestimmen.

## 8.3 Verfahren A, thermischer Aufschluss unter atmosphärischen Bedingungen

### 8.3.1 Verfahren A1: Thermischer Aufschluss unter Rückflussbedingungen

Ungefähr 3 g der Untersuchungsprobe (Abfallproben 1 g bis 10 g) mit einer Messunsicherheit von 0,001 g (oder mindestens auf drei wertanzeigende Stellen) einwägen und in das Aufschlussgefäß (7.2.1.1) überführen.

Bei trockenen Proben die Probe zunächst mit etwa 0,5 ml bis 1,0 ml Wasser (6.1) anfeuchten, unter Rühren (21,0 ± 0,1) ml Salzsäure (6.2) und danach (7,0 ± 0,1) ml Salpetersäure (6.3) zugeben, gegebenenfalls tropfenweise, damit ein Aufschäumen verhindert wird. Den Rückflusskühler (7.2.1.2) mit dem Aufschlussgefäß (7.2.1.1) verbinden. Das Absorptionsgefäß (7.2.1.3) mit etwa 15 ml Salpetersäure (6.4) füllen. Das Absorptionsgefäß mit dem Rückflusskühler verbinden und bei Raumtemperatur stehen lassen, bis eventuelles Sprudeln fast aufgehört hat, um die langsame Oxidation der organischen Stoffe in der Probe zu ermöglichen.

Die Dauer des Stehenlassens bei Raumtemperatur kann einen Einfluss auf die Geschwindigkeit des Aufschlusses mit Königswasser haben. Aus Gründen der Konstanz wird empfohlen, mit dem Erhitzen so rasch wie möglich nach dem Abklingen der ersten heftigen Reaktion zu beginnen.

30 ml Königswasser reichen nur für die Oxidation von etwa 0,5 g organischem Kohlenstoff aus. Ist die Menge des vorhandenen Kohlenstoffs nicht sicher bekannt, wird der Kohlenstoffgehalt in der Probe abgeschätzt oder eine Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (total organic carbon, TOC) durchgeführt. Sind in der Prüfmenge mehr als 0,5 g organischer Kohlenstoff enthalten, wird wie folgt verfahren.

Zunächst die erste Reaktion mit Königswasser abklingen lassen. Dann für jeweils 0,1 g an organischem Kohlenstoff, der über die Menge von 0,5 g hinaus vorhanden ist, 1 ml Salpetersäure (6.3) zugeben. Mit einem Mal nicht mehr als 10 ml Salpetersäure zugeben und vor dem Fortfahren das Abklingen der Reaktion abwarten.

Das Aufschlussgefäß (7.2.1.1) mit dem Heizgerät (7.2.1.4) verbinden und die Temperatur des Reaktionsgemisches langsam soweit erhöhen, dass der Rückfluss einsetzt, und für die Dauer von 2 h aufrechterhalten. Dabei sicherstellen, dass sich die Kondensationszone im unteren Drittel der Höhe des Rückflusskühlers befindet. Dann abkühlen lassen. Den Inhalt des Absorptionsgefäßes über den Rückflusskühler in das Reaktionsgefäß überführen, dabei Absorptionsgefäß und Rückflusskühler mit weiteren 10 ml verdünnter Salpetersäure (6.4) spülen.



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

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 auch ein anderes Verfahren verwendet werden, bei dem die Einstellung des Volumens mit dem noch vorhandenen festen Rückstand sofort nach dem Aufschluss vorgenommen werden muss.

Falls die Messlösung aufgrund von Ausfällung Teilchen enthält, die den Zerstäuber verstopfen oder bei der Injektion der Probe in das Analysegerät stören können, darf die Lösung zentrifugiert, absetzen gelassen oder filtriert werden (7.5).

Die Messlösung ist damit für die folgenden Analysen auf die zu bestimmenden Elemente mit geeigneten Elementanalyseverfahren vorbereitet.

### 8.3.2 Verfahren A2: Thermischer Aufschluss mit Heizblock mit Behältern

Nicht mehr als 2 g der Prüfmenge (üblicherweise zwischen 0,5 g und 1 g trockene Probe), die nicht mehr als 0,15 g organischen Kohlenstoff enthält, auf 0,001 g (oder mindestens auf drei wertanzeigende Stellen) wägen und in das Aufschlussgefäß (7.2.2.1) überführen.

Die Menge der Untersuchungsprobe hängt von der Menge an organischer Substanz ab. Wenn 8 ml Königswasser verwendet werden, darf die Menge an organischem Kohlenstoff den Höchstwert von 0,15 g nicht übersteigen. Je zusätzlichem 0,1 g organischem Kohlenstoff (über die 0,15 g hinaus) muss 1 ml konzentrierte $HNO_3$ (6.3) zusätzlich hinzugefügt werden, bevor der Aufschlussprozess gestartet wird.

Hinweis: Bei einigen Elementen, z. B. Barium und Chrom, ist das zusätzliche $HNO_3$-Volumen erforderlich, um eine ausreichende Wiederfindungsrate beim Aufschluss zu erhalten.

Bei trockenen Proben die Prüfmenge mit einigen Tropfen Wasser (6.1) anfeuchten. $(6{,}0 \pm 0{,}1)$ ml Salzsäure (6.2), gefolgt von $(2{,}0 \pm 0{,}1)$ ml Salpetersäure (6.3) zugeben. Bei Raumtemperatur stehen lassen, bis eventuelles Sprudeln fast aufgehört hat, um eine langsame Oxidation der organischen Substanz in der Probe zu ermöglichen.

Die Dauer des Stehenlassens bei Raumtemperatur kann einen Einfluss auf die Geschwindigkeit des Aufschlusses mit Königswasser haben. Aus Gründen der Konstanz wird empfohlen, mit dem Erhitzen so rasch wie möglich nach dem Abklingen der ersten heftigen Reaktion zu beginnen.

Den Schraubverschluss locker anschrauben (nicht sehr fest), das Aufschlussgefäß auf den Heizblock (7.2.2.3) stellen und die Temperatur langsam bis zum Siedepunkt erhöhen. Die Temperatur 120 min lang auf dem Siedepunkt halten.

Das Gefäß 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 auch ein anderes Verfahren verwendet werden, bei dem die Einstellung des Volumens mit dem noch vorhandenen festen Rückstand sofort nach dem Aufschluss vorgenommen werden muss.

Falls die Messlösung aufgrund von Ausfällung Teilchen enthält, die den Zerstäuber verstopfen oder bei der Injektion der Probe in das Analysegerät stören können, darf die Lösung zentrifugiert oder filtriert werden (7.5).

Die Messlösung ist damit für die folgenden Analysen auf die zu bestimmenden Elemente mit geeigneten Elementanalyseverfahren vorbereitet.

AVA Documents
Document Sharing Hub



Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

### 8.4 Verfahren B, Mikrowellenaufschluss mit Temperaturregelung bei (175 ± 5) °C, geschlossene Gefäße

Nicht mehr als 2 g der Prüfmenge (üblicherweise zwischen 0,5 g und 1 g trockene Probe), die nicht mehr als 0,15 g organischen Kohlenstoff enthält, auf 0,001 g (oder mindestens auf drei wertanzeigende Stellen) wägen und in das Aufschlussgefäß (7.3.1.1) überführen.

Je 0,1 g organischem Kohlenstoff über die 0,15 g hinaus muss 1 ml konzentrierte $HNO_3$ (6.3) hinzugefügt werden, bevor der Aufschlussprozess gestartet wird.

Die Obergrenzen für die Masse der Prüfmenge müssen nach den Angaben des Herstellers berücksichtigt werden.

Bei trockenen Proben die Prüfmenge mit einigen Tropfen Wasser (6.1) anfeuchten. Nacheinander (6 ± 0,1) ml Salzsäure (6.2) und (2 ± 0,1) ml Salpetersäure (6.3) zugeben und gut mischen.

Falls eine heftige Reaktion abläuft, die Reaktion abklingen lassen, bevor das Gefäß verschlossen wird. Bei starker Schaumbildung einen Tropfen Antischaummittel (6.5) hinzufügen.

Die Aufschlussgefäße nach den Anleitungen des Herstellers verschließen. Die Gefäße vor dem Aufschluss wiegen. 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 vorhanden sind, die übrigen Positionen mit Gefäßen belegen, die mit derselben Menge an Königswasser gefüllt sind, jedoch keine Probe enthalten. Damit soll sichergestellt werden, dass bei jeder Aufschlussdurchführung 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 Aufheizgeschwindigkeit von etwa 10 °C/min bis 15 °C/min auf (175 ± 5) °C gesteigert und (10 ± 1) min bei (175 ± 5) °C gehalten werden, bevor das Gefäß auf Raumtemperatur abgekühlt wird.

**WARNUNG — Eine zu schnelle Temperatursteigerung kann zu starken exothermen Reaktionen in der Aufschlusslösung mit hoher Druckzunahme und damit zum Sprengen des Sicherheitsventils führen. Analytverlust möglich.**

Am Ende des Mikrowellenprogramms die Gefäße entsprechend den Angaben des Herstellers abkühlen lassen, bevor sie aus dem Mikrowellengerät entnommen werden. Die Abkühlung der Aufschlussgefäße darf durch interne oder externe Kühleinrichtungen beschleunigt werden.

Wenn sich die Aufschlussgefäße auf Raumtemperatur abgekühlt haben, überprüfen, ob die Abdichtung der Gefäße während des Aufschlusses beibehalten wurde. Wegen der vielen verschiedenen Gefäßausführungen ist die Vorgabe eines einzigen Verfahrens nicht angemessen. Jedes Aufschlussgefäß nach dem vom Hersteller empfohlenen Verfahren vorsichtig unter einer gut belüfteten Abzugshaube 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 auch ein anderes Verfahren verwendet werden, bei dem die Einstellung des Volumens mit dem noch vorhandenen festen Rückstand sofort nach dem Aufschluss vorgenommen werden muss. Falls die Messlösung aufgrund von Ausfällung Teilchen enthält, die den Zerstäuber verstopfen oder bei der Injektion der Probe in das Analysegerät stören können, darf die Lösung zentrifugiert, absetzen gelassen oder filtriert werden.

Die Messlösung ist damit für die folgenden Analysen auf die zu bestimmenden Elemente mit geeigneten Elementanalyseverfahren vorbereitet.



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

## 9 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

a) das angewendete Aufschlussverfahren mit Verweisung auf dieses Dokument, d. h. EN 54321;

b) die Identität der Probe;

c) alle Abweichungen von diesem Verfahren und alle sonstigen Gegebenheiten, die die Ergebnisse beeinflusst haben können.

Documents
Document Sharing Hub



Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

# Anhang A
(informativ)

# Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten für Boden-, Bioabfall- und Schlammproben

## A.1 Materialien für den Ringversuch

Der Ringversuch zum Aufschluss des in Königswasser löslichen Anteils an Spurenelementen in Schlamm, behandeltem Bioabfall und Boden wurde unter Beteiligung von 20 bis 23 Laboratorien aus europäischen Ländern an fünf Materialien durchgeführt. Ausführliche Informationen können [27] entnommen werden.

Tabelle A.1 enthält die geprüften Materialtypen.

**Tabelle A.1 — Untersuchte Materialien und Parameter beim Ringversuch für den Aufschluss zur anschließenden Extraktion des in Königswasser löslichen Anteils an Spurenelementen in Boden, behandeltem Bioabfall und Schlamm**

| Korngröße | Probe | Material | Parameter |
|---|---|---|---|
| Schlamm (< 0,5 mm) | Schlamm 1 | Mischung 1 aus kommunalem Klärschlamm aus Nordrhein-Westfalen, Deutschland | As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, P, Pb, Zn |
| | Schlamm 2 | Mischung 2 aus kommunalem Klärschlamm aus Nordrhein-Westfalen, Deutschland | As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, P, Pb, Zn |
| Feinkörnig (< 2,0 mm) | Kompost 2 | Kompost aus Deutschland | As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, P, Pb, Zn |
| | Boden 1 | mit Schlamm beaufschlagter Boden aus Pavia, Italien | As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, P, Pb, Zn |
| | Boden 2 | mit Schlamm beaufschlagter Boden aus Düsseldorf, Deutschland | As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, P, Pb, Zn |



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

# Anhang B
(informativ)

# Wiederholpräzisions- und Vergleichpräzisionsdaten für Abfallproben

## B.1 Ringversuch (Verfahren A1 und B)

In den Jahren 1998 bis 1999 wurde ein Projekt zur Validierung von EN 13657 organisiert und durchgeführt. Die Validierung umfasste einen Ringversuch zur Ermittlung der Verfahrenskenndaten für die in der Norm enthaltenen Verfahren (Vergleichpräzision, Wiederholpräzision und gegebenenfalls Genauigkeit) sowie eine Robustheitsstudie (d. h. Ermittlung der Einflüsse einiger definierter Verfahrensparameter auf die Verfahren).

Die Validierung umfasste Verfahren A1 (thermischer Aufschluss, mit Königswasser unter Rückfluss-bedingungen) und Verfahren B (Aufschlussverfahren mittels Mikrowellengerät, mit Königswasser in geschlossenen Gefäßen).

### B.1.1 Auswahl der Laboratorien

An alle Mitglieder von CEN/TC 292 ‚Charakterisierung von Abfällen' wurde ein Fragebogen versandt, um eine Liste interessierter europäischer Laboratorien zu erstellen. Rund siebzig Laboratorien erklärten sich zur Teilnahme am Ringversuch bereit. Alle davon wurden ersucht zu bestätigen, dass sie die Mindest-anforderungen für die Durchführung von Aufschluss- und Analysearbeiten nach dieser Norm erfüllen. In Einklang mit der Normenreihe ISO 5725 wurde keine Vorauswahl auf der Grundlage der angenommenen „Fähigkeit" der Laboratorien, ihren Zertifizierungen usw. getroffen. Deshalb kann man davon ausgehen, dass die beteiligten Laboratorien eine recht gute „Stichprobe" der „normalen" europäischen Laboratorien darstellen.

### B.1.2 Auswahl der Proben

Die beim Ringversuch verwendeten Materialien mussten die folgenden Anforderungen erfüllen:

— möglichst hohe Repräsentativität für ein breites Spektrum von Matrices;

— Verfügbarkeit in homogener Form oder andernfalls nicht zu schwierig zu mahlen, zu sieben und zu homogenisieren;

— Verfügbarkeit in ausreichender Menge.

Nach einer Erhebung wurden folgende Materialien ermittelt:

— Flugasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall („oxidierte" Matrix) (CEN6/99 „FLY ASH CW6 POWDER");

— Bodenasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall („silikatische" Matrix) (CEN7/99 „ASH CW4 POWDER");

— Druckfarbenschlamm (organische Matrix) (CEN8/99 „INK WASTE CW12 POWDER");

— Schlamm aus der Elektronikindustrie („metallische" Matrix) (CEN9/99 „SEWAGE SLUDGE SL11 POWDER").

AVA Documents
Document Sharing Hub



Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

Um die Leistungsfähigkeit der Aufschlussverfahren unabhängig von den danach an den aufgeschlossenen Proben durchgeführten Analysen zu ermitteln, wurden alle Laboratorien gebeten, einige vorgefertigte wässrige Lösungen mit unterschiedlichem Schwierigkeitsgrad zu analysieren (reine synthetische Lösungen, mit Säure aufgeschlossene Lösungen der vier oben angeführten Materialien). Dies diente dazu, Werte von Laboratorien, die ihre analytischen Fähigkeiten für einige Matrices/Elemente nicht nachweisen konnten, aus der Auswertung der Daten herauszunehmen.

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

— BCR 146 R (Klärschlamm);

— BCR 176 (Bodenasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall).

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

### B.1.3 Versuchsdurchführung

Die Herstellung und Homogenisierung der Proben, ihre Verpackung und Zustellung sowie die Sammlung und Auswertung der Ergebnisse wurden vom Referat für Umweltüberwachung der Gemeinsamen Forschungsstelle der Europäischen Kommission in Ispra (Italien) durchgeführt.

### B.1.4 Prüfergebnisse

Rund fünfzig Laboratorien lieferten tatsächlich Ergebnisse für den Ringversuch. Zur Auswertung der Ergebnisse wurden folgende Schritte ausgeführt:

— Ausschluss von „offensichtlich falschen Daten“ — sowohl bei den Mittelwerten als auch den einzelnen Daten nach ISO 5725-2, 7.2.6;

— Ergebnisse aus Laboratorien, die einige Elemente in der Lösung mit „reinen Metallen“ nicht korrekt gemessen hatten, wurden aus dem gesamten Datenbestand ausgeschlossen (nur für die falsch gemessenen Elemente);

— Ergebnisse aus Laboratorien, die einige Elemente in den aufgeschlossenen wässrigen Lösungen nicht korrekt gemessen hatten, wurden aus dem gesamten Datenbestand herausgenommen (nur für die falsch gemessenen Elemente);

— die restlichen Daten wurden nach der Normenreihe ISO 5725 ausgewertet, wobei die Wiederholpräzision, die Vergleichpräzision und bei Vorliegen eines „bestimmungsgemäß richtigen Werts“ auch die Genauigkeit (Wiederfindungsrate) berechnet wurden; die Ergebnisse der Auswertung werden in den nachstehenden Tabellen angeführt.

Am Ringversuch beteiligten sich zahlreiche Laboratorien, die Analysen mit vierfacher Wiederholung an mehreren Proben (fünf wässrigen und sechs pulverförmigen) durchführten, um eine große Anzahl von Elementen (bis zu 31) anhand von drei Aufschlussverfahren zu bestimmen. Dies ergab einen sehr umfangreichen Datenbestand. Bei einigen Aufschlussverfahren und der Bestimmung einiger Elemente lagen nur wenige Daten vor (für gewöhnlich werden mindestens 24 Ergebnisse ohne Ausreißer benötigt); doch selbst für diese Verfahren und Elemente wurden nützliche Informationen über die Leistungsfähigkeit der Verfahren ermittelt.

### B.1.5 Schlussfolgerungen

Die Leistungsfähigkeiten der drei Verfahren sollten in den unten angeführten Tabellen Element für Element und Matrix für Matrix verglichen werden. Im Allgemeinen werden die Leistungsfähigkeiten als in



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

vertretbarer Weise konsistent angesehen, insbesondere bei den meisten umweltrelevanten (toxischen) Elementen.

Die Wiederfindungsraten für die zertifizierten Referenzmaterialien „Klärschlamm“ (BCR 146 R, nicht schwierig aufzuschließende Matrix) sind im Allgemeinen hoch und für das zertifizierte Referenzmaterial „Asche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall“ (BCR 176, beständige Matrix) in vielen Fällen niedrig. Der Aufschluss mit Königswasser setzt Elemente aus vielen geologischen Matrizen nicht unbedingt vollständig frei.

## B.2 Ringversuch (Verfahren A2)

Zwischen Oktober 2018 und Februar 2019 wurde ein Projekt zur Validierung von Verfahren A2 (thermischer Aufschluss mit Königswasser, mit einem Heizblock mit Behältern) organisiert und durchgeführt. Die Validierung umfasste einen Ringversuch zur Ermittlung der Leistungskenngrößen des Verfahrens (Vergleichpräzision, Wiederholpräzision und gegebenenfalls Genauigkeit).

### B.2.1 Auswahl der Laboratorien

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

### B.2.2 Auswahl der Proben

Für die Validierung von EN 13657 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 (ZRM) sowie zwei Materialien, die bei Robustheitsvalidierungsprüfungen für CEN/TC 351 [28], [29] verwendet wurden, 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 13657);

— CFA Flugasche aus der Verbrennung von Kohle

— GSS Stahlschlacke

Ein „Bodenasche“-Probenmaterial wurde für den Ringversuch hinzugefügt.

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



Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

### B.2.3 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.2.4 Prüfergebnisse

Alle zwölf Laboratorien lieferten tatsächlich Ergebnisse für den Ringversuch. Die Mittelwerte und Standardabweichungen der Vergleichpräzision wurden nach ISO 13528, 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 (Wiederfindung) berechnet.

Am Ringversuch beteiligten sich zwölf Laboratorien, 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.2.5 Schlussfolgerungen

Die Leistungsfähigkeiten der Verfahren sollten in den unten angeführten Tabellen Element für Element und Matrix für Matrix verglichen werden. Im Allgemeinen wird die Leistung von Verfahren A2 als ausreichend konsistent mit Verfahren A1 und B angesehen, insbesondere bei den meisten umweltrelevanten (toxischen) Elementen.

Die Wiederfindungsraten für das zertifizierte Referenzmaterial „Sediment“ (ISE 859) und für die in früheren Robustheitsvalidierungsprüfungen verwendeten Proben CFA „Flugasche aus der Verbrennung von Kohle“ und GSS „Stahlschlacke“ sind im Allgemeinen hoch. Für das zertifizierte Referenzmaterial „Bodenasche aus der Verbrennung von Siedlungsabfall“ (BCR 176R, beständige Matrix) ist die Wiederfindungsrate in vielen Fällen niedrig, was sich mit den Schlussfolgerungen aus B.1.5 deckt. Der Aufschluss mit Königswasser setzt Elemente aus vielen geologischen Matrizen nicht unbedingt vollständig frei.



Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

| PROBE CEN 6/99 „FLY ASH CW6 POWDER“ | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Verfahren A1: Thermischer Aufschluss, mit Königswasser unter Rückflussbedingungen | | | | | | | | Verfahren B: mittels Mikrowellengerät, mit Königswasser in geschlossenen Gefäßen | | | | | | | |
| | N | L | NA | XREF mg/kg | Mittel mg/kg | Wieder-findung % | Vergleich-präzision % | Wiederhol präzision % | N | L | NA | XREF mg/kg | Mittel mg/kg | Wieder-findung % | Vergleich-präzision % | Wiederhol-präzision % |
| Al | 38 | 9 | 0 | | 41 811 | | 20,2 | 2,8 | 71 | 18 | 0 | | 40 382 | | 25,4 | 4,6 |
| Sb | 18 | 4 | 0 | | 800,1 | | 21,2 | 2 | 52 | 12 | 0 | | 980,8 | | 24,4 | 4,6 |
| As | 36 | 8 | 0 | | 35,22 | | 26,5 | 7,7 | 57 | 14 | 0 | | 41,67 | | 30,6 | 8,5 |
| B | 19 | 4 | 0 | | 269,6 | | 25,1 | 6,8 | 37 | 9 | 1 | | 210,2 | | 16,2 | 3,7 |
| Ba | 19 | 4 | 5 | | 196,6 | | 29,5 | 14,7 | 58 | 14 | 1 | | 844,3 | | 36,8 | 11,3 |
| Be | 9 | 2 | 0 | | 0,91 | | 9,6 | 2,6 | 26 | 6 | 5 | | 0,92 | | 11,7 | 5,9 |
| Cd | 45 | 10 | 5 | | 441,4 | | 7,5 | 3,1 | 105 | 26 | 0 | | 419,7 | | 14,1 | 3,6 |
| Ca | 27 | 6 | 6 | | 154 346 | | 10 | 5,1 | 50 | 12 | 5 | | 144 174 | | 14,2 | 4,6 |
| Cr | 54 | 12 | 0 | | 386,2 | | 20,6 | 3,4 | 103 | 25 | 0 | | 422,5 | | 12,1 | 4,8 |
| Co | 46 | 10 | 0 | | 20,25 | | 29,3 | 4,2 | 81 | 20 | 0 | | 24,77 | | 27,9 | 6,3 |
| Cu | 49 | 11 | 5 | | 1 983,8 | | 15,4 | 6,1 | 104 | 25 | 0 | | 1 868,5 | | 20,3 | 4,4 |
| Fe | 44 | 10 | 5 | | 9 416,9 | | 14 | 5,5 | 83 | 21 | 0 | | 9 574,8 | | 12,6 | 3,7 |
| Pb | 51 | 12 | 1 | | 10 448 | | 12,8 | 4,1 | 96 | 24 | 0 | | 10 035 | | 11,5 | 4,4 |
| Mg | 33 | 7 | 0 | | 10 198 | | 16,9 | 5,6 | 51 | 12 | 5 | | 9 936,5 | | 8,8 | 2,7 |
| Mn | 50 | 11 | 0 | | 471,1 | | 15,4 | 5 | 91 | 23 | 0 | | 489,8 | | 12,7 | 3,8 |
| Hg | 31 | 7 | 0 | | 5,01 | | 29,9 | 11,5 | 42 | 11 | 0 | | 5,56 | | 37,4 | 5,3 |
| Mo | 15 | 3 | 4 | | 26,43 | | 1,6 | 7 | 38 | 9 | 8 | | 24,77 | | 9,6 | 8,3 |
| Ni | 49 | 11 | 0 | | 52,44 | | 22,2 | 6,6 | 93 | 23 | 5 | | 58,2 | | 13 | 6,3 |

AVA Documents
Document Sharing Hub



Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

| PROBE CEN 6/99 „FLY ASH CW6 POWDER“ | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Verfahren A1: Thermischer Aufschluss, mit Königswasser unter Rückflussbedingungen | | | | | | | | Verfahren B: mittels Mikrowellengerät, mit Königswasser in geschlossenen Gefäßen | | | | | | | |
| | N | L | NA | XREF mg/kg | Mittel mg/kg | Wieder-findung % | Vergleich-präzision % | Wiederhol präzision % | N | L | NA | XREF mg/kg | Mittel mg/kg | Wieder-findung % | Vergleich-präzision % | Wiederhol-präzision % |
| P | 14 | 3 | 0 | | 5 195,9 | | 4,9 | 4,8 | 32 | 7 | 0 | | 5 706,7 | | 5,8 | 2,9 |
| K | 26 | 6 | 0 | | 56 012 | | 15,2 | 9,8 | 57 | 14 | 1 | | 64 277 | | 9,5 | 3,9 |
| Se | 14 | 3 | 0 | | 31,53 | | 24,2 | 6,5 | 22 | 5 | 4 | | 37,33 | | 8,9 | 12,4 |
| Ag | 29 | 6 | 0 | | 343,1 | | 17,8 | 6,8 | 33 | 8 | 5 | | 354,1 | | 17,3 | 6 |
| S | 10 | 2 | 0 | | 35 858 | | 11 | 6,3 | 24 | 5 | 0 | | 37 148 | | 10,3 | 1,5 |
| Na | 37 | 8 | 1 | | 58 956 | | 24,6 | 5,2 | 58 | 14 | 0 | | 60 057 | | 12,5 | 3,4 |
| Sr | 14 | 3 | 5 | | 271,4 | | 2,8 | 8,5 | 50 | 12 | 1 | | 266,0 | | 11,5 | 3,8 |
| Sn | 13 | 3 | 1 | | 1 351,6 | | 3,4 | 3,6 | 39 | 9 | 1 | | 1 252,9 | | 7,9 | 4,3 |
| Te | 0 | 0 | 0 | | | | | | 0 | 0 | 0 | | | | | |
| Tl | 9 | 3 | 0 | | 2,45 | | 67,6 | 60,3 | 6 | 2 | 0 | | 22,98 | | 82,8 | 9,2 |
| Ti | 14 | 3 | 0 | | 3 350,9 | | 2,5 | 8 | 26 | 6 | 4 | | 5 129,7 | | 14,2 | 8,4 |
| V | 22 | 5 | 5 | | 19,31 | | 46 | 3 | 46 | 11 | 4 | | 22,12 | | 14,9 | 4,8 |
| Zn | 53 | 12 | 1 | | 25 886 | | 20,9 | 5,9 | 102 | 24 | 2 | | 27 244 | | 9,9 | 3,6 |

N = Anzahl der Ergebnisse, L = Anzahl der Laboratorien, NA = Anzahl der Ausreißer, NR = Anzahl der bei der statistischen Auswertung nicht berücksichtigten Ergebnisse, XREF = bestimmungsgemäß richtiger Wert (wenn anwendbar)



Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12

| PROBE CEN 7/99 „ASH CW4 POWDER“ | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Verfahren A1: Thermischer Aufschluss, mit Königswasser unter Rückflussbedingungen | | | | | | | | Verfahren B: mittels Mikrowellengerät, mit Königswasser in geschlossenen Gefäßen | | | | | | | |
| | N | L | NA | XREF mg/kg | Mittel mg/kg | Wieder-findung % | Vergleich-präzision % | Wiederhol-präzision % | N | L | NA | XREF mg/kg | Mittel mg/kg | Wieder-findung % | Vergleich-präzision % | Wiederhol-präzision % |
| Al | 38 | 9 | 0 | | 53 085 | | 22,3 | 7,3 | 77 | 19 | 2 | | 55 564 | | 17,7 | 7,5 |
| Sb | 22 | 5 | 0 | | 226,5 | | 13,8 | 10,1 | 55 | 13 | 0 | | 255,9 | | 20 | 9,6 |
| As | 28 | 6 | 4 | | 78,88 | | 6,6 | 5,2 | 68 | 17 | 0 | | 83,77 | | 27,6 | 8 |
| B | 19 | 4 | 0 | | 164,1 | | 6,1 | 2,9 | 38 | 9 | 5 | | 176,4 | | 9,4 | 3,4 |
| Ba | 14 | 3 | 4 | | 163,2 | | 17,2 | 47,1 | 65 | 16 | 0 | | 1 320,5 | | 108,8 | 15,4 |
| Be | 13 | 3 | 0 | | 1,87 | | 9,4 | 3,9 | 36 | 9 | 0 | | 1,78 | | 17,4 | 4,5 |
| Cd | 45 | 10 | 0 | | 514,9 | | 15,2 | 4,6 | 111 | 27 | 1 | | 513,2 | | 12,7 | 4,9 |
| Ca | 24 | 5 | 5 | | 83 584 | | 4,7 | 1,7 | 56 | 13 | 4 | | 79 614 | | 12,9 | 6,7 |
| Cr | 49 | 11 | 5 | | 186,9 | | 13,3 | 5,2 | 107 | 26 | 0 | | 206,9 | | 17,6 | 9 |
| Co | 45 | 10 | 4 | | 23,25 | | 27 | 7,1 | 76 | 19 | 4 | | 26,73 | | 22,6 | 5,8 |
| Cu | 45 | 10 | 5 | | 1 149,5 | | 18,4 | 4,3 | 115 | 28 | 1 | | 1 135,8 | | 13 | 4,5 |
| Fe | 44 | 10 | 5 | | 17 644 | | 14,5 | 3,5 | 91 | 23 | 1 | | 18 024 | | 11 | 5,4 |
| Pb | 52 | 12 | 0 | | 11 816 | | 16,5 | 4,5 | 103 | 26 | 1 | | 11 044 | | 10,8 | 4,6 |
| Mg | 34 | 7 | 0 | | 13 072 | | 17,4 | 4,3 | 64 | 15 | 0 | | 11 916 | | 12,6 | 6,9 |
| Mn | 52 | 12 | 0 | | 1 249,7 | | 17,4 | 3,9 | 98 | 25 | 1 | | 1 173,6 | | 12 | 4,8 |
| Hg | 30 | 7 | 0 | | 31,31 | | 20,2 | 10,9 | 52 | 13 | 0 | | 29,82 | | 17,2 | 6,9 |
| Mo | 14 | 3 | 1 | | 46,37 | | 13,1 | 2,9 | 41 | 10 | 1 | | 42,84 | | 9,8 | 4,9 |
| Ni | 45 | 10 | 5 | | 84,76 | | 11 | 3,8 | 110 | 28 | 0 | | 86,63 | | 19,2 | 6,4 |
| P | 19 | 4 | 0 | | 5 839,1 | | 5,8 | 2,4 | 27 | 6 | 5 | | 6 074,1 | | 2,3 | 2,2 |
| K | 31 | 7 | 5 | | 26 720 | | 32,4 | 3,8 | 61 | 15 | 1 | | 33 445 | | 12,2 | 2,9 |

Documents
Document Sharing Hub



Full document details: E DIN EN ISO 54321:2019-12