

Extraktion von Recyclingdüngern mit Königswasser im Mikrowellenofen

Version 1.1 (2020)

Code der Referenzmethode	RD-KW-Ex		Mögliche Einsatzbereiche
Einsatzbereich	Düngeberatung	Ackerkulturen und Grasland	
		Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus)	
		Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen	
	Standortcharakterisierung		
	Schadstoffbeurteilung		
	Recyclingdünger	Kompost	x
		Gärgut fest	x
		Gärgut flüssig	
		Klärschlamm	x
	Hofdünger	Mist	
		Gülle	
	Mineraldünger		
	Pflanzenkohle		
	Forschungsmethoden		
Rechtliche Grundlagen / Vollzugshilfen	Messung der Recyclingdünger laut ChemRRV		
Zulassungskriterien für Labors	Die Kriterien des Ringversuches MARSEP (WEPAL) müssen eingehalten werden. Jährlich publiziert Agroscope eine Liste der zugelassenen Labors.		
Analysenprogramm	Probennahme	RD-PN, RD-KP-PN	
	Probenaufbereitung	RD-AO-PA	
	Aufschluss	RD-KW-Ex	
	Messung	RD-KW-ICP	

Konzentrations- / Messbereich	
Angabe der Ergebnisse	
Äquivalente Methoden	Die Methode entspricht dem in der SN EN 13'346 beschriebenen Verfahren C.
Sicherheit / Umwelt	Arbeiten mit Königswasser. Arbeiten mit Druckgefässen für Mikrowelle.



Extraktion von Recyclingdüngern mit Königswasser im Mikrowellenofen

1. Prinzip

Die Düngerprobe wird mit Königswasser in geschlossenen Gefässen während 20 Minuten bei 175 °C im Mikrowellenofen extrahiert. Das Extrakt wird im Messkolben auf Volumen aufgefüllt und zur Bestimmung von Nährelementen und Schwermetallen verwendet.

2. Durchführung

Apparaturen und Geräte:

- (A) Analysenwaage mit einer Messgenauigkeit von 1 mg
- (B) Druckaufschlussgefässe für den Mikrowellenofen, geeignet für die angegebenen Aufschlussbedingungen
- (C) Rotor zur Aufnahme der Druckgefässe im Mikrowellenofen
- (D) Mikrowellenofen mit Programmsteuerung für analytische Laboratorien
- (E) Messkolben 50 ml
- (F) Faltenfilter Schleicher & Schüll 790 ½
- (G) Plastikflaschen 100 ml (LD-PE)
- (H) Schutzbrille

Reagenzien

- (1) Reinstwasser (H₂O, Leitfähigkeit 55 nS/cm)
- (2) Salpetersäure, 65 %, p. a.
- (3) Salzsäure, 37 %, p. a.

Arbeitsvorschrift

0.5 g der Recyclingdüngerprobe (vgl. Methode AD-AO-PA) werden mittels der Analysenwaage (A) in das Druckaufschlussgefäss (B) eingewogen und in etwa 2 ml Reinstwasser (1) zur Benetzung aufgeschlämmt. Dann werden vorsichtig 2 ml Salpetersäure (2) zugegeben und abgewartet, bis Reaktion und Schaumbildung vorbei sind. Anschliessend werden vorsichtig 6 ml Salzsäure (3) zugegeben und abgewartet, bis Reaktion und Schaumbildung vorbei sind. Nach mindestens einer Stunde Wartezeit werden die Druckaufschlussgefässe (B) geschlossen, in den Rotor (C) eingespannt, im Mikrowellenofen während 10 Minuten auf 175 °C aufgeheizt und während 20 Minuten bei dieser Temperatur extrahiert. Nach der vollständigen Abkühlung werden die Extraktionslösungen mit Reinstwasser (1) vollständig in den 50 ml Messkolben (E) überführt, zur Marke aufgefüllt und in die Plastikflasche (G) filtriert (F).

- *Diese Arbeiten (ausser der Einwaage) müssen in einer Kapelle durchgeführt werden. Dazu ist eine Schutzbrille (H) zu tragen.*
- *Sämtliche Sicherheitsvorschriften des Herstellers zur Bedienung des Mikrowellenofens sind strikt einzuhalten.*
- *Temperatursensoren in Aufschlussgefässen müssen resistent gegen Königswasser (z. B. keramikummantelt) und während der gesamten Aufschlusszeit in die Flüssigkeit eingetaucht sein; andernfalls besteht die Gefahr eines unkontrollierten Druckanstiegs. Für Mikrowellenöfen mit Sensoren für die Aussentemperatur der Gefässe ist ein langsames Heizprogramm zu wählen, um einen unkontrollierten Druckanstieg zu vermeiden.*
- *Die Stunde Wartezeit vor dem Schliessen der Druckaufschlussgefässe (B) und die Aufheizdauer im Mikrowellenofen dienen der Sicherheit und sollten nicht unterschritten werden.*

3. Bemerkungen

Probenahme und -aufbereitung erfolgen gemäss den dem Einsatzbereich entsprechenden Referenzmethoden.

Die so erhaltene Lösung wird zur Bestimmung von Nährelementen und Schwermetallen verwendet.

Für weniger empfindliche Messmethoden können auch mehrere Extraktionslösungen in einen 50 ml Messkolben (E) überführt und zur Marke aufgefüllt werden.

Für die Entwicklung dieser Referenzmethode wurden folgende gerätespezifische Heizprogramme verwendet:

Mikrowellenofen MLS Ethos , mit interner Temperatursonde im Referenzgefäss und Gasdetektor direktes temperaturgesteuertes Heizprogramm wie oben beschrieben				
Step	Zeit (Min.)	max. Leistung (W)	Temperatur innen (°C)	Schrittart
1	10	800	175	Aufheisschritt
2	20	800	175	Temperatur halten

Mikrowellenofen MLS Ethos , mit interner Temperatursonde im Referenzgefäss, externer IR-Temperaturdetektor und Gasdetektor Stufenweises temperaturgesteuertes Heizprogramm				
Step	Zeit (Min.)	max. Leistung (W)	Temperatur innen (°C)	Temperatur aussen (°C)
1	2	250	180	110
2	1	0	180	110
3	5	300	180	110
4	1	0	180	110
5	5	400	180	110
6	5	0	180	110
7	5	500	180	110
8	15	370	180	120

Mikrowellenofen CEM MDS 2100 , mit Drucksensor auf Referenzgefäss* Stufenweises druckgesteuertes Heizprogramm				
Step	Zeit (Min.)	Druckhaltezeit (Min.)	max. Leistung (W)	Druck (psi)
1	5	2	240	20
2	5	2	288	50
3	15	5	432	120
4	15	5	624	180
5	60	60	0	180

* Im Referenzgefäss die Probe mit dem höchsten C-Gehalt und der grössten Einwaage

4. Validierung

Im Ringversuch MARSEP wurden aufgrund der bisherigen Arbeiten, welche auf breiterer Basis weitergeführt werden, folgende mittlere relative Vergleichsstandardabweichungen erreicht (4 Laboratorien, 6 Proben):

Element	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	K	Mg	Mo	Ni	P	Pb	Zn
RSD (%)	6.8	9.7	8.6	8.3	6.6	12.4	8.2	4.6	11.3	7.7	4.9	8.8	7.8

Zur Überprüfung der Methode wurde das zertifizierte Referenzmaterial BCR CRM 114 R aufgeschlossen und analysiert. Die mittlere relative Abweichung vom Referenzwert* betrug (3 Laboratorien):

Element	Ca*	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	K*	Mg*	Mo	Ni	P*	Pb	Zn
rA (%)	-4.4	-9.8	6.8	7.1	2.3	-	6.4	-2.1	-	1.1	1.2	3.4	1.5

*Die im Zertifikationsbericht angegebenen Werte für Ca, K, Mg und P haben informativen Charakter. Für Mo und Hg sind keine Werte vorhanden.

5. Historie

Version	Art der Änderung	neu	bisher
Version 1.0 (2003)	Erstellung Methode	Ersetzt Methode D-AS-Ex für Recyclingdünger	
Version 1.1 (2020)	Änderung Titel	Extraktion von Recyclingdüngern mit Königswasser im Mikrowellenofen	Extraktion von Abfalldüngern mit Königswasser in geschlossenen Gefässen im Mikrowellenofen
	Änderung Code	RD-KW-Ex	AD-KW-Ex
	Elektronische Veröffentlichung mit geändertem Layout		
Version 1.2 (2024)	Überarbeitung	In Bearbeitung	

Impressum

Herausgeber	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Auskünfte	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020