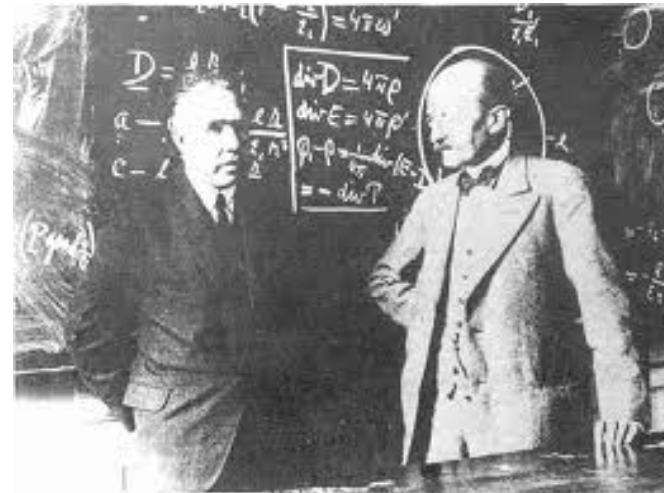


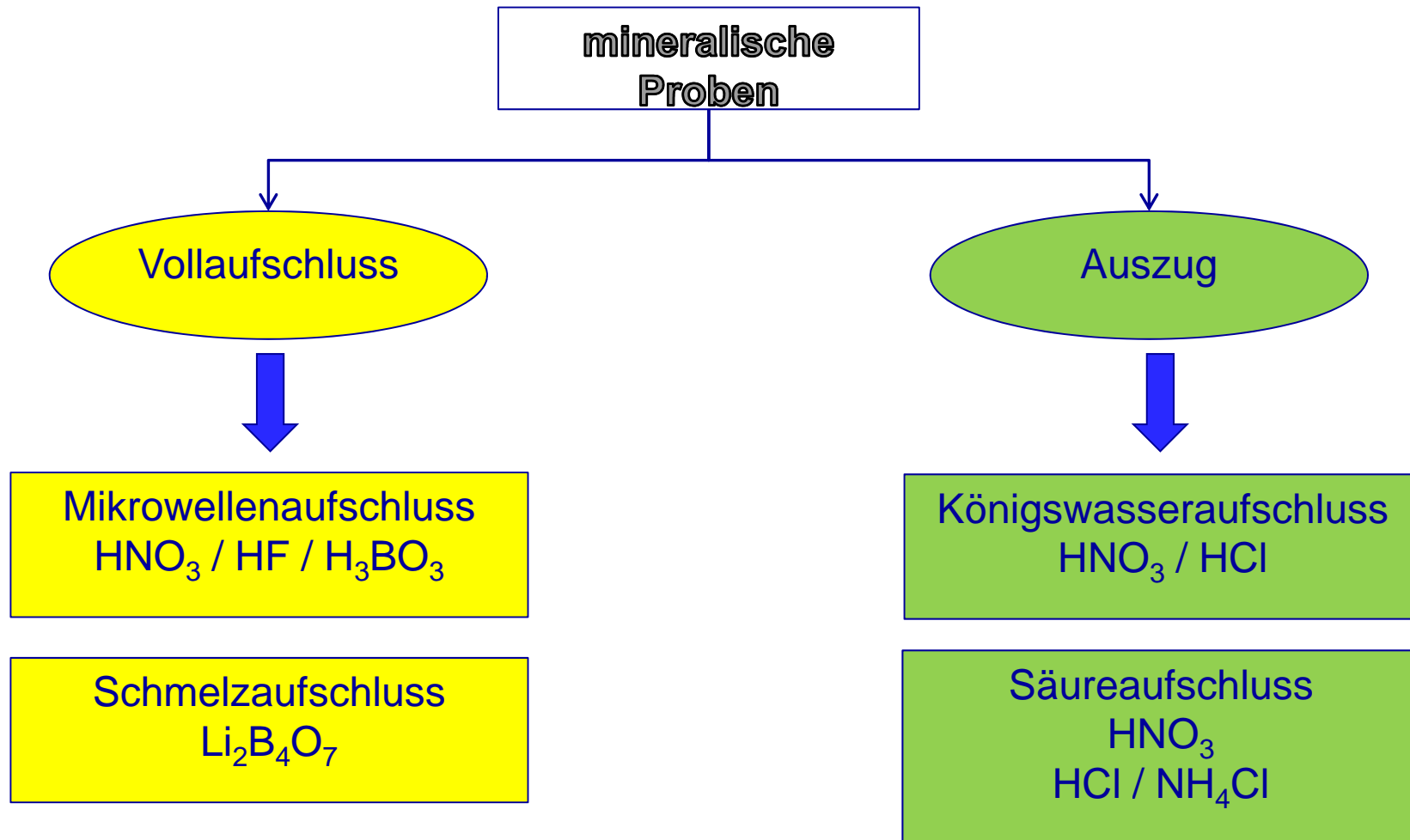
# königliches Wasser

-Königswasser-  
Aufschluss oder  
Extraktion?

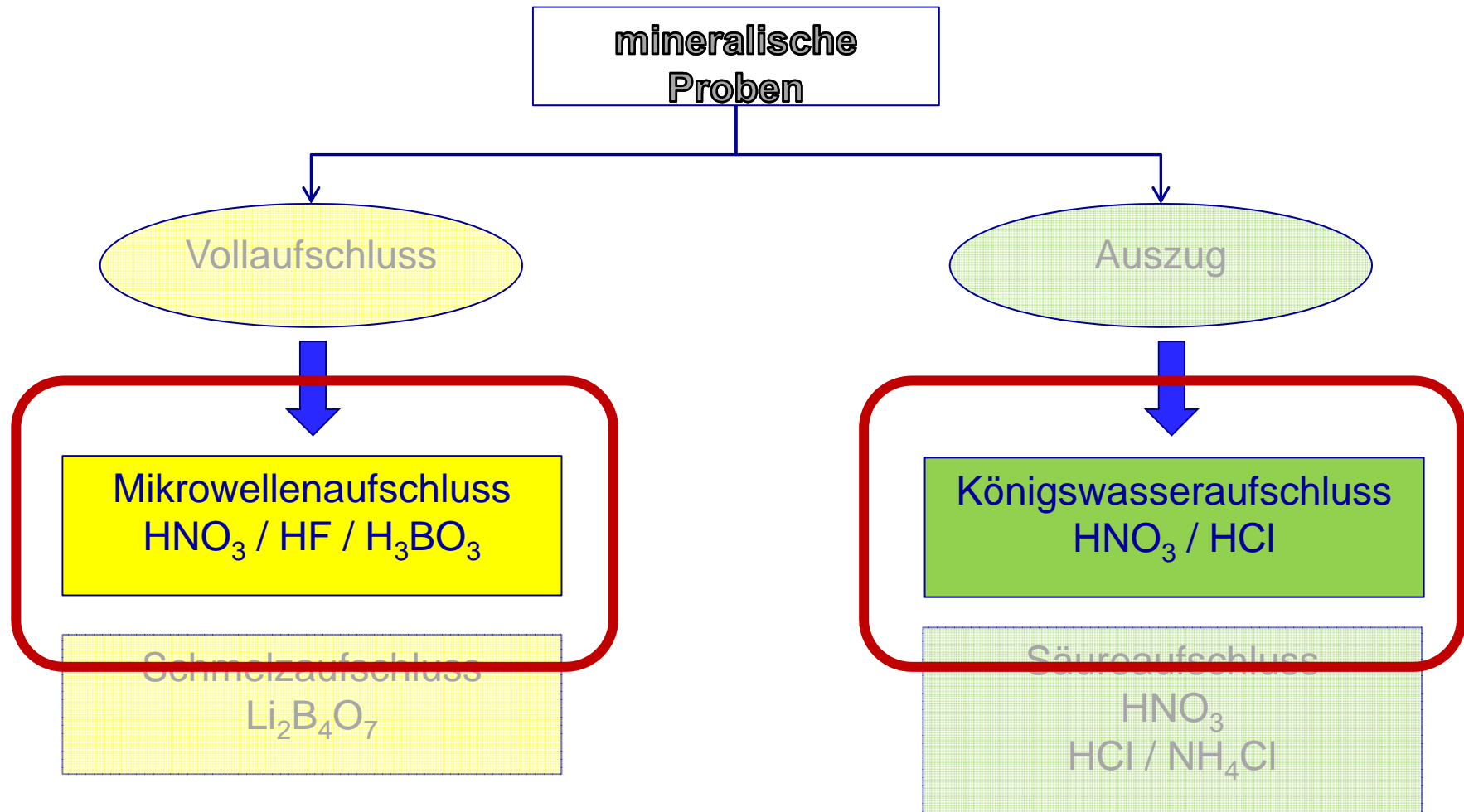


**Dr. rer. nat. D. Lohmann**  
Leiter chemische Laboratorien

# angewendete Aufschlussverfahren



# angewendete Aufschlussverfahren



## Mikrowellenvollaufschluss

- Mischung aus  $\text{HNO}_3$  und HF im Verhältnis 7:0,5
- löst Oxide, Silikate und Sulfide



- in offenen Systemen entweicht Silicium als  $\text{SiF}_4$  (g)
- überschüssige Flusssäure wird mit Borsäure als Tetrafluoroborat maskiert

## Königswasserauflösung

- Mischung aus  $\text{HNO}_3$  und  $\text{HCl}$  im Verhältnis 1:3
- löst Edelmetalle, Oxide und Sulfide



- naszierendes Chlor und Nitrosylchlorid ( $\text{NOCl}$ )<sub>n</sub> sind extrem reaktiv und können Edelmetalle wie Gold oder Platin oxidieren. Das Lösen erfolgt durch die Bildung von Chlorido-Komplexen:



- nicht oder nur eingeschränkt löslich in Königswasser: Ag, Zr, Hf, Nb, Ta, Ti, Ru, W, silikatisch oder spinellgebundene Elemente

- DIN ISO 11466:1997-06, Bodenbeschaffenheit - Extraktion in Königswasser löslicher Spurenelemente (ISO 11466:1995)
- DIN EN 13657:2003-01, Aufschluss mit Königswasser zur Bestimmung von Spurenelementen in Abfällen
- DIN EN 13346:2001-04, S7a Bestimmung von Spurenelementen und Phosphor (Ersatz für „S7-Norm“)
- Entwurf für eine europäisch harmonisierte Norm für KöWa-Aufschluss aus dem CEN/TC 351
- u.a.

In allen Regelwerken werden verschiedene Verfahren zur Durchführung des Köwa-Aufschlusses angegeben (hier beispielhaft aus der DIN EN 13346:2001-04)

Verfahren A : Extraktion unter Rückfluss in einer geschlossenen, aber druckoffenen Apparatur

Verfahren B : Extraktion in einer offenen Apparatur (Verlust flüchtiger Bestandteile)

Verfahren C : Extraktion im geschlossenen Gefäß im Mikrowellenofen

Verfahren D : Extraktion im offenen Gefäß im Mikrowellenofen

In allen Regelwerken werden verschiedene Verfahren zur Durchführung des Köwa-Aufschlusses angegeben (hier beispielhaft aus der DIN EN 13346:2001-04)

Verfahren A : Extraktion unter Rückfluss in einer geschlossenen, aber druckoffenen Apparatur

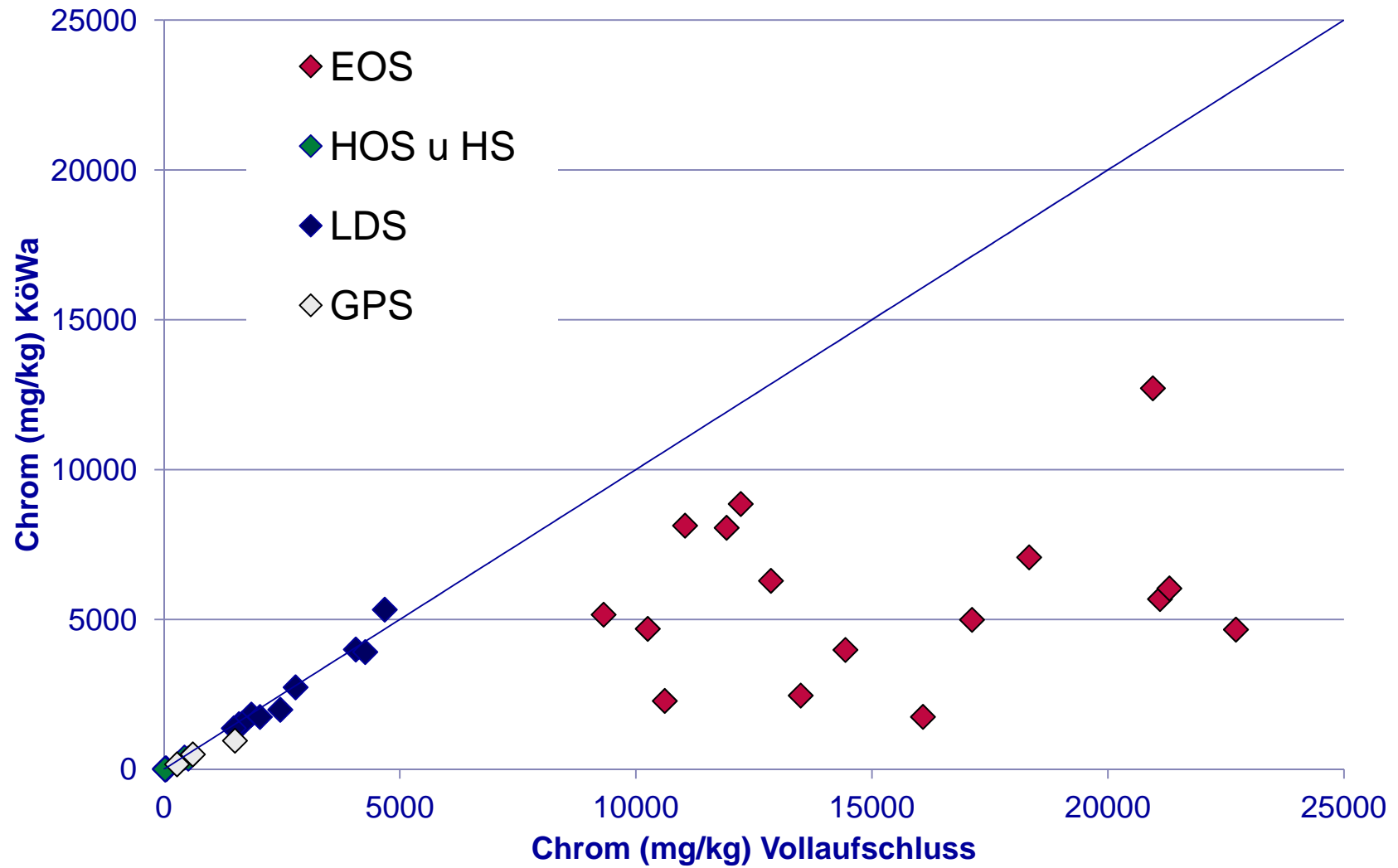
Verfahren B : Extraktion in einer offenen Apparatur (Verlust flüchtiger Bestandteile)

Verfahren C : Extraktion im geschlossenen Gefäß im Mikrowellenofen

Verfahren D : Extraktion im offenen Gefäß im Mikrowellenofen



# Königswasseraufschluss vs. Vollaufschluss Schlacken



## Königswasseraufschluss vs. Vollaufschluss Boden

Ausgewählte Parameter im Vergleich der beiden Aufschlussmethoden an dem kanadischen Bodenstandard OGS 1878 P-6 \*)

		Zertifizierter Gehalt	Köwa	Vollauf- schluss
Al	mg/kg	6350	2600 ± 140	6000 ± 350
Cr	mg/kg	8,0	2,6	3,9
Cu	mg/kg	195	207	190
Fe	mg/kg	8700	8550	8450
Mn	mg/kg	206	209 ± 7	231 ± 4
Pb	mg/kg	79 ± 4	93 ± 3	82 ± 3
Zn	mg/kg	43	44	46

\*) C. Yafa, J. G. Farmer: *A comparative study of acid-extractable and total digestion methods for the determination of inorganic elements in peat material by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry*, Analytica Chimica Acta 557 (2006)

## Königswasseraufschluss vs. Vollaufschluss Boden

Ausgewählte Parameter im Vergleich der beiden Aufschlussmethoden an dem kanadischen Bodenstandard OGS 1878 P-6 \*)

		Zertifizierter Gehalt	Köwa	Vollauf- schluss
Al	mg/kg	6350	2600 ± 140	6000 ± 350
Cr	mg/kg	8,0	2,6	3,9
Cu	mg/kg	195	207	190
Fe	mg/kg	8700	8550	8450
Mn	mg/kg	206	209 ± 7	231 ± 4
Pb	mg/kg	79 ± 4	93 ± 3	82 ± 3
Zn	mg/kg	43	44	46

\*) C. Yafa, J. G. Farmer: *A comparative study of acid-extractable and total digestion methods for the determination of inorganic elements in peat material by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry*, Analytica Chimica Acta 557 (2006)

## Köwa Rückfluss vs. Köwa Mikrowelle

Ausgewählte Parameter im Vergleich der drei Aufschlussmethoden an einer Bodenprobe

		<b>Vollauf- schluss</b>	<b>Köwa offen Rückfluss</b>	<b>Köwa Mikrowelle</b>
Al	mg/kg	37930	13050	15750
Cr	mg/kg	148	89	99
Fe	mg/kg	20060	17940	18480
Pb	mg/kg	36	22	28

## Vergleich der Köwa-Verfahren

- DIN EN 13657:2003-01, Aufschluss mit Königswasser zur Bestimmung von Spurenelementen in Abfällen  
*„...weist auch hier ... keine Gleichwertigkeit auf“*
- Entwurf für eine europäisch harmonisierte Norm für KöWa-Aufschluss aus dem CEN/TC 351  
*„...no significant difference between the reflux and a microwave method was found.“*
- Messungen an verschiedenen Bodenproben im FEhS  
*...reproduzierbare Differenzen zwischen den einzelnen Verfahren*