



### Herausforderung

Bestimmung zahlreicher Elemente unterschiedlicher, teils sehr niedriger Konzentrationsbereiche in Matrix- und Säure-reichen Königswasseraufschlüssen

### Lösung

Das PlasmaQuant MS ermöglicht eine robuste, sensitive und akkurate routinetaugliche Multielementbestimmung nach Ersatzbaustoffverordnung

### Zielpublikum

Umweltlabore, geologische Labore

## Multielementbestimmung nach Ersatzbaustoffverordnung mittels ICP-MS am Beispiel eines Boden-Referenzmaterials

### Einleitung

Bau- und Abbruchabfälle sowie Bodenmaterial zählen zu den Hauptfraktionen unter den jährlichen mineralischen Abfällen in Deutschland. Die Ersatzbaustoffverordnung (ErsatzbaustoffV)<sup>[1]</sup> vom 01.08.2023 ist Teil der sogenannten „Mantelverordnung“, welche 2021 ins Leben gerufen wurde. Sie dient dem Schutz von Boden und Grundwasser vor dem Eintrag von Schadstoffen über Sickerwässer. Zu Ersatzbaustoffen zählen Bodenmaterialien, Schlacken, Sande, Schotter, Aschen, Recycling-Baustoffe und Baggergut. Ziel ist eine bundeseinheitliche und rechtsverbindliche Festlegung der Anforderungen an die Herstellung und den Einbau mineralischer Ersatzbaustoffe in technischen Bauwerken (z.B. Straßen, Parkplätze, Schienenverkehrswege, Lager- und Stellflächen, Leitungsgraben und Baugruben, Lärm- und Sichtschutzwälle, Aufschüttungen zur Stabilisierung von Böschungen). Dies soll dazu dienen, die Verwendung von Sekundärrohstoffen zu fördern und somit natürliche Ressourcen zu schonen. Dabei sind Schadstoffgrenzwerte („Materialwerte“)

für die einzelnen Ersatzbaustoffe bzw. deren Klassen festgelegt, deren Einhaltung durch den Hersteller zu gewährleisten ist. Die Unterscheidung der Materialwerte erfolgt in „Eluatkonzentrationswerte“ (Eluate bspw. aus Säulenversuchen) und „Feststoffwerte“ (Königswasserauszug).

Als analytische Verfahren zur Bestimmung der Gesamtgehalte von Antimon, Arsen, Blei, Cadmium, Chrom, Kupfer, Molybdän, Nickel, Vanadium, Zinn und Thallium sind ICP-OES und ICP-MS zulässig. Quecksilber ist mittels ICP-MS oder AAS zu bestimmen. Dabei ist bedingt durch die hohen Säure- und/oder Matrix-Frachten und der niedrigen geforderten Grenzwerte (insbesondere Thallium und Quecksilber) ein sowohl robustes als auch nachweisstarkes Analysensystem erforderlich. Die ICP-MS-Technik erfüllt diese Anforderung, indem sie die Möglichkeit zur schnellen, robusten und sensitiven Multielementbestimmung aller geforderter Analyten einschließlich Quecksilber bietet.

Die Güteüberwachung der aufbereiteten Ersatzbaustoffe erfolgt durch akkreditierte Überwachungs- und Untersuchungsstellen. Zur internen Qualitätskontrolle kann hierbei die Analyse zertifizierter Referenzmaterialien dienen. Die vorliegende Arbeit demonstriert anhand

eines Boden-Referenzmaterials die robuste und sensitive Gesamtgehaltsbestimmung nach Ersatzbaustoffverordnung mithilfe des PlasmaQuant MS und dessen Eignung zur Routine-Analytik.

## Material und Methoden

### Probenvorbereitung

Gemäß Ersatzbaustoffverordnung hat die Bestimmung der Materialwerte für anorganische Schadstoffe, die als Feststoffwerte angegeben sind, aus dem Königswasser-Extrakt (DIN EN 13657<sup>[2]</sup>) zu erfolgen. Das Referenzmaterial *EnviroMAT Contaminated Soil (SS-2)*, Type C naturally contaminated soil (not spiked or fortified), < 200 mesh Partikelgröße, SCP SCIENCE, wurde parallel in zwei DAP-100-Gefäßen eingewogen (Einwaage A: 0,505 g, B: 0,4383 g), mit 6 ml konzentrierter Salzsäure (HCl, supra-pure) und 2 ml konzentrierter Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>, ultra-pure, destilliert) versetzt und mit dem nachfolgenden Programm mittels speedwave® XPERT (Analytik Jena) aufgeschlossen:

Tabelle 1: Mikrowellenaufschluss von EnviroMAT Contaminated Soil (SS-2)

Schritt	Temp. [°C]	Druck [bar]	Rampe [min]	Halten [min]	Leistung [%]
1	180	40	8	-	40
2	180	40	-	10	40
3	50	40	-	20	-

Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur und Überführen in 50 ml-Gefäße (Polypropylen) wurde mit Reinstwasser auf 50 ml aufgefüllt. Diese wurden dabei final mit 100 µg/l Au (TraceCert®, 1000 mg/l) versetzt, um Hg in Lösung zu stabilisieren. Die beiden Aufschlüsse wurden je 50-, 100- und 1000-fach verdünnt in 2 % HNO<sub>3</sub> mittels PlasmaQuant MS Elite S gemessen. Um einen Langzeit-Signal-Drift und Matrix-Effekte zu berücksichtigen, wurden 20 µg/l Y, Rh, Tb und Ir (Y: TraceCert®, 10000 mg/l; Rh, Tb, Ir: High-Purity Standards, 1000 mg/l) als interner Standard zur Probenlösung online zugeführt. Für den Probentransport aus der Probenschleife des Schaltventils durch die Carrier-Lösung via Peristaltik-Pumpe wurde ein schwarzer/schwarzer PVC-Schlauch (0,76 mm ID) und für den internen Standard ein orange/grüner PVC-Schlauch (0,38 mm ID) verwendet.

Für Kalibrierlösungen, Blindwert, Spülschritte, Carrier-Lösung und Proben-Verdünnung wurde zur Gewährleistung der Analyt-Stabilität 2 % HNO<sub>3</sub> verwendet. Alle Kalibrier- und Probenlösungen wurden mit 100 µg/l Au zur Stabilisierung von Hg versetzt. Die Probenpräparation und Messung fanden nicht unter Reinraumbedingungen statt.

Des Weiteren wurde der Königswasser-aufschluss einer unbekanntes Bodenprobe (0,5331 g Einwaage, 50 ml Auffüllvolumen) für ein Wiederfindungs-Experiment genutzt. Die Probe wurde dabei 10-fach in 2 % HNO<sub>3</sub> verdünnt und undotiert und mit bekannten Analyt-Konzentrationen dotiert gemessen.

### Kalibrierung

Die Kalibrierlösungen wurden in 2 % HNO<sub>3</sub> angesetzt. Die präparierten Kalibrier-Level betragen 0,1 – 1 – 10 – 100 µg/l. Fe wurde zusätzlich bis 2 mg/l kalibriert. Hg wurde mit 0,1 – 1 – 3 µg/l kalibriert. Für die Kalibrierung wurden folgende Standards verwendet:

- Multielementstandards:
  - Mo, Sb: ICP Calibr Std, 4 elements, Analytik Jena, 100 mg/l
  - TraceCERT® Periodic table mix 1 for ICP, 10 mg/l
- Einzelelementstandards:
  - Hg: Certipur®, Supelco, 1000 mg/l
  - Fe: Fluka®, 10 g/l
  - Au: TraceCert®, 1000 mg/l  
(zur Stabilisierung von Hg)

### Geräteparameter

Für die Analyse wurde das PlasmaQuant MS Elite S mit einem Autosampler (ASX-560, CETAC) mit Abdeckung und HEPA-Filter, peristaltischer Pumpe, SeaSpray™ Zerstäuber (0,4 ml/min), Scott double-pass Sprühkammer, Fassel-Plasmafackel mit 2,4 mm Injektor sowie mit Ni-Sampler- und Ni-Skimmer-Konus ausgestattet. Für einen hohen Probendurchsatz wurde ein ASXpress Plus Schaltventil (CETAC) mit 1,5 ml-Probenschleife verwendet.

Tabelle 2: Gerätekonfiguration

Parameter	Spezifikation
Zerstäuber	SeaSpray™ (0,4 ml/min)
Sprühkammer	Scott double-pass
Fackel	Fassel-Torch mit 2,4 mm Injektor
Konen	Nickel-Sampler und -Skimmer
iCRC-Gas, -Fluss	H <sub>2</sub> – 200 ml/min (H <sub>2</sub> -Boost) He – 110 ml/min
Probengeber	ASX-560 (CETAC) mit Abdeckung, HEPA-Filter und ASXpress Plus (CETAC) Schnelleintragssystem

### Methodenparameter

Tabelle 3: Methodenparameter

Parameter	Spezifikation
Plasmagasfluss	9,0 l/min
Hilfsgasfluss	1,50 l/min
Hüllgasfluss	0,00 l/min
Zerstäubergasfluss	1,00 l/min
RF-Leistung	1,33 kW
Fackelabstand	5,0 mm
Pumpgeschwindigkeit	20 rpm
Stabilisierungszeit*	32 s (H <sub>2</sub> )**, 17 s (oG), 18 s (He)
Skimmer Bias (Boost, H <sub>2</sub> -Modus)	10 V
Sprühkammertemperatur	3 °C

H<sub>2</sub> Wasserstoff, oG...ohne-Gas, He...Helium

\* Es können Schaltzeiten zwischen den Messmodi von < 5 s gewählt werden. Zugunsten der bestmöglichen Messpräzision wurden hier jedoch höhere Stabilisierungszeiten verwendet unter Erreichung einer RSD von durchschnittlich < 2 %.

\*\* Der erste Modus (H<sub>2</sub>) schließt den Proben transport aus der Probenschleife mittels Carrier-Lösung ein und weist deshalb eine längere Stabilisierungszeit auf.

## Evaluierungsparameter

Für die Datenaufnahme wurden fünf Scan-Replikate als Mittelwerte aus je zehn Massenscans mit 50 ms (As, Se, P, Tl) bzw. 20 ms (restliche Elemente) Verweilzeit pro Isotop aufgenommen. Der resultierende Messwert wurde als Mittelwert aus diesen fünf Scan-Replikaten errechnet. Für Pb wurde die Summe der Signalintensitäten der drei Hauptisotope ( $^{206}\text{Pb}$ ,  $^{207}\text{Pb}$ ,  $^{208}\text{Pb}$ ) gebildet, um mögliche Schwankungen der relativen Häufigkeiten der einzelnen Isotope in den Proben und Standards zu berücksichtigen. Für Hg wurde die Summe der Signalintensitäten von vier Isotopen ( $m/z$  199 – 202) verwendet. Für die Korrektur durch den internen Standard wurden die Isotope  $^{89}\text{Y}$ ,  $^{103}\text{Rh}$ ,  $^{159}\text{Tb}$  und  $^{193}\text{Ir}$  gewählt.

Für die Entfernung Matrix- und/oder Plasma-basierter polyatomarer Interferenzen wurde Wasserstoff als Reaktionsgas und Helium als Kollisionsgas via der patentierten integrierten Kollisions- und Reaktionszelle (iCRC) von Analytik Jena eingesetzt. Um höchste Empfindlichkeit und niedrigste Nachweisgrenzen für Elemente zu erreichen, die im Reaktionsgasmodus mit hohem Gasfluss gemessen werden (z.B.  $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl} \cong ^{75}\text{As}$ ), wurde die patentierte BOOST-Technologie genutzt. Im BOOST-Modus wird eine positive Spannung an der Skimmer-Konus-Rückwand angelegt. Dies ermöglicht es, den Verlust von Empfindlichkeit bei der Nutzung von hohen Reaktionsgasflüssen zu kompensieren. Isotope, die nicht polyatomaren Interferenzen unterliegen, wurden im ohne-Gas-Modus analysiert. Somit wurden drei Messmodi innerhalb einer Messung angewendet:  $\text{H}_2$ -Boost-, ohne-Gas und He-Modus. Die erwarteten Interferenzen und gewählten Messmodi für die jeweiligen Analyten sind in Tabelle 4 aufgeführt.

Es konnte eine Gesamtmesszeit von ca. 2,5 Minuten pro Probe erzielt werden, einschließlich Probenansaugung, Messung aller Modi und Spülen von Nadel und Probenschleife. Das Schaltventil reduziert die benötigte Zeit für Probenaufnahme und Spülen des Probeneintragsystems auf ein Minimum.

Tabelle 4: Ausgewählte Isotope, erwartete Interferenzen und zugehörige Messmodi

Isotop	Erwartete polyatomare Interferenzen	iCRC-Modus
$^{11}\text{B}$	-	oG
$^{27}\text{Al}$	-	oG
$^{31}\text{P}$	$^{15}\text{N}^{16}\text{O}^+$	He
$^{51}\text{V}$	$^{35}\text{Cl}^{16}\text{O}^+$ , $^{37}\text{Cl}^{14}\text{N}^+$ , $^{11}\text{B}^{40}\text{Ar}^+$	He
$^{52}\text{Cr}$	$^{36}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ , $^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$ , $^{35}\text{Cl}^{16}\text{O}^{1}\text{H}^+$	He
$^{55}\text{Mn}$	$^{39}\text{K}^{16}\text{O}^+$	He
$^{56}\text{Fe}$	$^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ , $^{40}\text{Ca}^{16}\text{O}^+$	$\text{H}_2$
$^{59}\text{Co}$	$^{43}\text{Ca}^{16}\text{O}^+$ , $^{24}\text{Mg}^{35}\text{Cl}^+$	He
$^{60}\text{Ni}$	$^{44}\text{Ca}^{16}\text{O}^+$ , $^{25}\text{Mg}^{35}\text{Cl}^+$ , $^{23}\text{Na}^{37}\text{Cl}^+$ , $^{27}\text{Al}^{33}\text{S}^+$	He
$^{65}\text{Cu}$	$^{23}\text{Na}^{42}\text{Ca}^+$ , $^{49}\text{Ti}^{16}\text{O}^+$ , $^{32}\text{S}^{33}\text{S}^+$ , $^{33}\text{S}^{16}\text{O}_2^+$ , $^{14}\text{N}^{16}\text{O}^{35}\text{Cl}^+$	He
$^{66}\text{Zn}$	$^{51}\text{V}^{16}\text{O}^+$ , $^{50}\text{Cr}^{16}\text{O}^+$ , $^{52}\text{Cr}^{14}\text{N}^+$ , $^{26}\text{Mg}^{40}\text{Ar}^+$ , $^{31}\text{P}^{35}\text{Cl}^+$ , $^{32}\text{S}^{34}\text{S}^+$	He
$^{75}\text{As}$	$^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$	$\text{H}_2$
$^{78}\text{Se}$	$^{38}\text{Ar}^{40}\text{Ar}^+$ , $^{38}\text{Ar}^{40}\text{Ca}^+$	$\text{H}_2$
$^{98}\text{Mo}$	-	oG
$^{114}\text{Cd}$	$^{74}\text{Ge}^{40}\text{Ar}^+$ , $^{98}\text{Mo}^{16}\text{O}^+$ , $^{100}\text{Mo}^{14}\text{N}^+$	He
$^{121}\text{Sb}$	-	oG
$^{199-202}\text{Hg}$	$^{183-186}\text{W}^{16}\text{O}^+$ , $^{185}\text{Re}^{16}\text{O}^+$	He
$^{205}\text{Tl}$	-	oG
$^{206-208}\text{Pb}$	-	oG

$\text{H}_2$ ...Wasserstoff, oG...ohne-Gas, He...Helium

## Ergebnisse und Diskussion

### Elementkonzentrationen

Tabelle 5 zeigt die gewählten Isotope, die gemessenen Konzentrationen der Zweifachbestimmung (A & B) und ermittelten Wiederfindungen hinsichtlich der zertifizierten Sollwerte des Referenzmaterials. Zusätzlich zu den von der Ersatzbaustoffverordnung vorgegebenen Analyten<sup>[1]</sup> wurden auch die Elemente B, Al, P, Mn, Fe und Se quantifiziert. Die exzellenten Wiederfindungen (Richtigkeit) und geringen Abweichungen der unabhängigen Zweifachbestimmung (Präzision) zeigen, dass das PlasmaQuant MS eine hohe Genauigkeit in der Multielementbestimmung nach ErsatzbaustoffV bietet.

Tabelle 5: Gemessene vs. zertifizierte Elementkonzentrationen im Referenzmaterial EnviroMAT Contaminated Soil (SS-2)

Isotop	Modus	Elementkonzentration [mg/kg]				Wiederfindung [%]
		A gemessen	B gemessen	MW	Referenzwert (Toleranzintervall)	
<sup>11</sup> B	oG	9,5	8,6	9,05	8,5 (5,9 – 11,1)	106
<sup>27</sup> Al	oG	10.350	10.035	10.192,5	9.548 (7.060 – 12.036)	107
<sup>31</sup> P	He	721	685	703	752 (614 – 891)	93
<sup>51</sup> V	He	31	30	30,5	30 (23,7 – 36,3)	102
<sup>52</sup> Cr	He	108	101	104,5	92,6 (54,2 – 131)	113
<sup>55</sup> Mn	He	288	282	285	252 (191 – 313)	113
<sup>56</sup> Fe	H <sub>2</sub>	22.112	23.523	22.817,5	23.083 (17.888 – 28.278)	99
<sup>59</sup> Co	He	6,9	7,2	7,05	6,9 (4,0 – 9,8)	102
<sup>60</sup> Ni	He	24,8	25,6	25,2	25,1 (19,6 – 30,6)	100
<sup>65</sup> Cu	He	122	119	120,5	120 (99 – 141)	100
<sup>66</sup> Zn	He	287	278	282,5	281 (220 – 342)	101
<sup>75</sup> As	H <sub>2</sub>	3,4	3,41	3,405	3,36 (1,77 – 4,94)	101
<sup>78</sup> Se	H <sub>2</sub>	0,55	0,49	0,52	0,49 (0 – 1,04)	106
<sup>98</sup> Mo	oG	1,01	1,04	1,025	1,03 (0,69 – 1,38)	100
<sup>114</sup> Cd	He	0,99	1,01	1,00	0,91 (0,65 – 1,17)	110
<sup>121</sup> Sb	oG	3,4	3,8	3,6	3,5 (0,5 – 6,4)	103

Fortsetzung Tabelle 5:

Isotop	Modus	Elementkonzentration [mg/kg]				Wiederfindung [%]
		A gemessen	B gemessen	MW	Referenzwert (Toleranzintervall)	
<sup>199-202</sup> Hg	He	0,062	0,058	0,060	0,059 (0,034 – 0,084)	102
<sup>205</sup> Tl	oG	0,095	0,097	0,096	0,084 (0,054 – 0,114)	114
<sup>206-208</sup> Pb	oG	253	252	252,5	244 (192 – 297)	103

H<sub>2</sub>...Wasserstoff, oG...ohne-Gas, He...Helium

### Wiederfindung

Eine unbekannte Bodenprobe wurde nach dem Königswasseraufschluss 10-fach verdünnt und sowohl undotiert als auch mit einer bekannten Konzentration aufgestockt hinsichtlich der von der ErsatzbaustoffV vorgegebenen Elemente analysiert (Tabelle 6). Für die Aufstockung wurden Konzentrationen gewählt, die in einer ähnlichen Größenordnung liegen wie die Elementgehalte in der undotierten Probe. Es wurden sehr gute Wiederfindungen (92 – 110 %) erzielt, was neben der Richtigkeit auch die Robustheit der Methode bei geringer Probenverdünnung demonstriert.

Tabelle 6: Wiederfindung dotierter Elementkonzentrationen in einer aufgeschlossenen Bodenprobe (10-fach verdünnt)

Isotop	Modus	Gemessene Konzentration, undotiert [µg/l]	Dotierte Konzentration [µg/l]	Gemessene Konzentration, dotiert [µg/l]	Differenz Konzentration dotiert-undotiert [µg/l]	Wiederfindung [%]
<sup>51</sup> V	He	47,2	4	51,2	4	100
<sup>52</sup> Cr	He	43,6	10	53,5	9,9	99
<sup>59</sup> Co	He	18,4	2	20,4	2,0	100
<sup>60</sup> Ni	He	45,4	10	54,6	9,2	92
<sup>65</sup> Cu	He	45,3	10	54,8	9,5	95
<sup>66</sup> Zn	He	122,3	50	169	46,7	93
<sup>75</sup> As	H <sub>2</sub>	16,1	2	18,3	2,2	110
<sup>78</sup> Se	H <sub>2</sub>	1,0	2	2,9	1,9	95
<sup>98</sup> Mo	oG	1,1	2	3,2	2,1	105
<sup>114</sup> Cd	He	0,5	2	2,4	1,9	95
<sup>121</sup> Sb	oG	2,9	2	4,7	1,8	90
<sup>199-202</sup> Hg	He	0,1	0,5	0,6	0,5	100
<sup>205</sup> Tl	oG	0,2	2	2,1	1,9	95
<sup>206-208</sup> Pb	oG	64,6	20	82,9	18,3	92

H<sub>2</sub>...Wasserstoff, oG...ohne-Gas, He...Helium

### Nachweisstärke

Die ermittelte Nachweisstärke für die jeweiligen Isotope und Messmodi ist in Tabelle 7 aufgelistet. Die instrumentellen Nachweis- (iNWG) und Bestimmungsgrenzen (iBG) der Kalibration unter normalen Laborbedingungen (kein Reinraum) wurden mittels Leerwertmethode nach DIN EN 32645<sup>[3]</sup> bestimmt. Zusätzlich zu den von der ErsatzbaustoffV vorgegebenen Analyten<sup>[1]</sup> wurden auch die Elemente B, Al, P, Mn, Fe, Se und Mo betrachtet. Die Bestimmungsgrenze des gewählten Analysenverfahrens muss gemäß ErsatzbaustoffV um mindestens einen Faktor von drei kleiner sein als der ermittelte Materialwert.<sup>[1]</sup> Hinsichtlich einer methodische Bestimmungsgrenze (mBG) für eine Einwaage von 0,5 g Feststoff, 50 ml Auffüllvolumen und einer gewählten 50-fachen Verdünnung des aufgeschlossenen Referenzmaterials vor der Analyse ist dieses Kriterium erfüllt.

Tabelle 7: Ermittelte vs. erforderliche Nachweisstärke hinsichtlich des gemessenen Referenzmaterials

Isotop	Modus	iNWG [µg/l]	iBG [µg/l]	mBG* [mg/kg]	Gemessener Materialwert/3** [mg/kg]	Kriterium mBG ≤ Materialwert/3
<sup>11</sup> B	oG	0,0329	0,1098	0,55	3,0	erfüllt
<sup>27</sup> Al	oG	0,0084	0,028	0,14	3.398	erfüllt
<sup>31</sup> P	He	1,1365	3,7882	18,94	234	erfüllt
<sup>51</sup> V	He	0,0024	0,0078	0,039	10	erfüllt
<sup>52</sup> Cr	He	0,0132	0,0441	0,22	34,8	erfüllt
<sup>55</sup> Mn	He	0,0041	0,0135	0,068	95	erfüllt
<sup>56</sup> Fe	H <sub>2</sub>	0,0219	0,0730	0,37	7.606	erfüllt
<sup>59</sup> Co	He	0,0015	0,005	0,025	2,4	erfüllt
<sup>60</sup> Ni	He	0,0117	0,0389	0,19	8,4	erfüllt
<sup>65</sup> Cu	He	0,0092	0,0307	0,15	40	erfüllt
<sup>66</sup> Zn	He	0,0253	0,0842	0,42	94	erfüllt
<sup>75</sup> As	H <sub>2</sub>	0,0004	0,0015	0,0075	1,14	erfüllt
<sup>78</sup> Se	H <sub>2</sub>	0,0091	0,0325	0,16	0,17	erfüllt
<sup>98</sup> Mo	oG	0,0007	0,0023	0,012	0,34	erfüllt
<sup>114</sup> Cd	He	0,001	0,0035	0,018	0,33	erfüllt
<sup>121</sup> Sb	oG	0,0003	0,001	0,005	1,2	erfüllt
<sup>199-202</sup> Hg	He	0,0009	0,003	0,015	0,020	erfüllt
<sup>205</sup> Tl	oG	0,00003	0,0001	0,0005	0,032	erfüllt
<sup>206-208</sup> Pb	oG	0,0003	0,0009	0,0045	84	erfüllt

H<sub>2</sub> Wasserstoff, oG...ohne-Gas, He...Helium

\* Bezogen auf 0,5 g Einwaage, 50 ml Auffüllvolumen und eine 50-fache Probenverdünnung. Für Spurenelemente kann auch eine geringere Verdünnung (z.B. 10- statt 50-fach) in Betracht gezogen werden, was eine entsprechend (z.B. um das 5-fache) niedrigere mBG mit sich bringt.

\*\* Siehe MW aus Zweifachbestimmung des Referenzmaterials, Tabelle 5



Die ermittelte Nachweisstärke erfüllt das oben genannte Kriterium selbst für die niedrigsten Schadstoffgrenzwerte des Bodenmaterials der Klasse 0 (Materialklasse „BM-0“) gemäß Anlage 1, Tabelle 3 der ErsatzbaustoffV<sup>[1]</sup>:

Tabelle 8: Ermittelte vs. erforderliche Nachweisstärke hinsichtlich der Materialklasse „BM-0“

Isotop	Modus	mBG* [mg/kg]	Materialwerte für „BM-0“ [mg/kg]	Materialwert für „BM-0“/3 [mg/kg]	Kriterium mBG ≤ Materialwert/3
<sup>52</sup> Cr	He	0,22	30	10,0	erfüllt
<sup>60</sup> Ni	He	0,19	15	5,0	erfüllt
<sup>65</sup> Cu	He	0,15	20	6,7	erfüllt
<sup>66</sup> Zn	He	0,42	60	20,0	erfüllt
<sup>75</sup> As	H <sub>2</sub>	0,0075	10	3,3	erfüllt
<sup>114</sup> Cd	He	0,018	0,4	0,133	erfüllt
<sup>199-202</sup> Hg	He	0,015	0,2	0,067	erfüllt
<sup>205</sup> Tl	oG	0,0005	0,5	0,167	erfüllt
<sup>206-208</sup> Pb	oG	0,0045	40	13,3	erfüllt

\* bezogen auf 0,5 g Einwaage, 50 ml Auffüllvolumen und eine 50-fache Probenverdünnung. Für Spurenelemente kann auch eine geringere Verdünnung (z.B. 10- statt 50-fach) in Betracht gezogen werden, was eine entsprechend (z.B. um das 5-fache) niedrigere mBG mit sich bringt.

## Zusammenfassung

Gemäß ErsatzbaustoffV wurde der Königswasserauszug eines Boden-Referenzmaterials mittels PlasmaQuant MS Elite S analysiert. Zusätzlich wurden die Elemente B, Al, P, Mn, Fe, Se und Mo innerhalb derselben Messmethode quantifiziert. Dank des leistungsstarken Plasma-Systems und der exzellenten Plasmastabilität sowie der hohen Sensitivität des Instruments wurden niedrige Nachweisgrenzen und sehr gute Wiederfindungen (Referenzmaterial, Aufstockung in Realprobe) erreicht. Die integrierte Kollisions- und Reaktionszelle (iCRC) ermöglicht eine richtige und schnelle Analyse durch effektive Beseitigung Plasma- und/oder Matrix-basierter polyatomarer Interferenzen. Zudem ist ein kosteneffizienter Betrieb durch den niedrigen Argon-Verbrauch (9 l/min Plasmagas) und hohen Probendurchsatz (ca. 2,5 min/Probe) gegeben.

Der weite linear-dynamische Bereich des Detektors erlaubt eine gleichzeitige Analyse von Spurenanalyten (z.B. Tl, Hg) und Hauptelementen (z.B. Cu, Zn, Fe, Al). Bei korrekter Stabilisierung kann Hg zusammen mit allen anderen Analyten von Interesse innerhalb derselben Messsequenz analysiert werden. Dies erspart zusätzliche Messungen an Hg-Analysatoren. Somit erfüllt das PlasmaQuant MS die Anforderungen der ErsatzbaustoffV und bietet die Möglichkeit einer sensitiven, robusten, genauen und schnellen Routine-Analytik für Umweltlabore.



Abb. 1: PlasmaQuant MS Q & Elite S



## Empfohlene Gerätekonfiguration

Tabelle 9: Übersicht benötigter Geräte, Zubehör und Verbrauchsmaterialien

Artikel	Artikelnummer	Beschreibung
PlasmaQuant MS Q oder PlasmaQuant MS Elite S	818-08011-2 818-08020-2	PlasmaQuant MS Q für empfindliche und robuste Hochdurchsatz-Analytik PlasmaQuant MS Elite S für hohe Empfindlichkeit und Flexibilität
Kit Standard Probeneintragssystem für wässrige Proben mit bis zu 10 % Gesamt-Säuregehalt an HNO <sub>3</sub> und/ oder HCl	810-88518-0	mikro-konzentrischer Zerstäuber mit 0,4 ml/min Selbstansaugrate, Peltier-gekühlte Scott-type Zweibege-Sprühkammer, Transfertube, Quarzglas Fackel mit 2,4mm ID Injektor, geeignete Pumpschläuche für Probe und Abfall
	810-88015-0	Teledyne-Cetac Autosampler ASX-560 für die vollautomatische Probenahme von bis zu 250 Positionen
ASX-560 Autosampler	810-88063-0	Abdeckhaube ENC-560 DC für den Autosampler Cetac ASX-560
	810-88064-0	HEPA-Filter für die Abdeckhaube ENC-560 DC
<b>Optional:</b>		
Schaltventil für Proben-Hochdurchsatz und effizientes Auswaschverhalten	810-88017-0	Cetac ASXPress Plus für Cetac ASX-560 Autosampler mit 7-port Schaltventil incl. Zufuhr des internen Standards für wässrige Anwendungen
Wasserstoffgenerator Precision hydrogen 200 ml/min	810-88026-0	Wasserstoffgenerator mit automatischer Trocknungstechnik zur sicheren und effektiven Erzeugung von hochreinem Wasserstoff. Dient der Eliminierung von Plasma- und Matrix-basierten Interferenzen innerhalb der iCRC-Technologie.

## Referenzen

- [1] Verordnung über Anforderungen an den Einbau von mineralischen Ersatzbaustoffen in technische Bauwerke (Ersatzbaustoffverordnung - ErsatzbaustoffV); Artikel 1 V. v. 09.07.2021 BGBl. I S. 2598 (Nr. 43); zuletzt geändert durch Artikel 1 V. v. 13.07.2023 BGBl. 2023 I Nr. 186; Geltung ab 01.08.2023; FNA: 2129-56-9 Umweltschutz.
- [2] DIN EN 13657, „Charakterisierung von Abfällen – Aufschluss zur anschließenden Bestimmung des in Königswasser löslichen Anteils an Elementen in Abfällen“, DIN Deutsches Institut für Normung e.V. (Hrsg.), Ausgabe 01/2003, Beuth Verlag, Berlin.
- [3] DIN 32645:2008-11, Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen – Begriffe, Verfahren, Auswertung.

Dieses Dokument ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung wahr und korrekt; die darin enthaltenen Informationen können sich ändern. Dieses Dokument kann durch andere Dokumente ersetzt werden, einschließlich technischer Änderungen und Korrekturen.

Markenrechtlicher Hinweis: Die in der Applikationsschrift genannten Markennamen von Drittprodukten sind in der Regel eingetragene Marken der jeweiligen Unternehmen.

### Unternehmenshauptsitz

Analytik Jena GmbH+Co. KG  
Konrad-Zuse-Straße 1  
07745 Jena · Deutschland

Tel. +49 3641 77 70  
Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com  
www.analytik-jena.com

Version 1.0 · Autor: FrLe  
de · 04/2024

© Analytik Jena GmbH+Co. KG | Bilder ©: Adobe Stock/Vadim