

REF 91850

04.23

NANOCOLOR® Klärschlamm

de

Methode:

Lösen von Schwermetallen aus Klärschlamm mit Königswasser

Inhalt Reagenziensatz (2 Boxen):**Box A:** 10 × 7 mL Klärschlamm R1

10 × 2,3 mL Klärschlamm R2

Box B: 3 × 100 mL Klärschlamm R3

50 mL Klärschlamm R4

30 mL Klärschlamm R5

*Hinweis: Spuren von Säuredämpfen verfärben die Box gelblich. Dadurch gibt es keine Messprobleme.***Gefahrenhinweise:**

Reagenz R1 enthält Salzsäure 25–37 %, Reagenz R2 enthält Salpetersäure 65–70 %, Reagenz R3 enthält Salpetersäure 1–3 %, Reagenz R4 enthält Natronlauge 20–55 %.

H314, H330, EUH071 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. Lebensgefahr bei Einatmen. Wirkt ätzend auf die Atemwege.

P260, P271, P280, P301+330+331, P303+361+353, P304+340, P305+351+338, P310, P403+233, P405, P501 Dampf nicht einatmen. Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden. Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen. BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen. BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. BEI BERÜHRUNG MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt/... anrufen. Behälter dicht verschlossen an einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Unter Verschluss aufbewahren. Inhalt/Behälter der fachgerechten Entsorgung zuführen.

Für weitere Informationen können Sie ein Sicherheitsdatenblatt anfordern.

Ausführung:

Benötigtes Zubehör: NANOCOLOR® Thermoblock, Zusammenstellung aller Geräte und Reagenzien für den Klärschlamm-aufschluss (REF 91610)

Arbeitsvorschrift für den Klärschlamm-aufschluss:

Die getrocknete Schlammprobe (z. B. von der Bestimmung des Trockenrückstands) in einer Porzellanreibschale staubfein mahlen. Davon 1,00 g in das Aufschlussgefäß einwiegen. Die Probe vorsichtig mit dem Inhalt eines Röhrchens **Klärschlamm R1** (7,0 mL HCl) unter Umschwenken portionsweise versetzen. *Vorsicht, schäumt!* Das Aufschlussgefäß leicht erwärmen (heiBes Wasser), um die Schaumentwicklung zu beschleunigen. *Überschäumen unbedingt vermeiden.* Nach dem Schäumen und Gasentwicklung nachlassen (15–20 min), den Inhalt eines Röhrchens **Klärschlamm R2** (2,3 mL HNO₃) zugeben und durch Umschwenken vermischen. *Die Gasentwicklung kann sich verstärken und sollte durch Erwärmen kontrolliert werden.* Erst wenn bei mäßigem Erwärmen die Reaktion etwas abgeklungen ist, Kühler und Absorptionsgefäß aufsetzen und in den Thermoblock einsetzen. Absorptionsgefäß mit 10 mL **Klärschlamm R3** füllen. Thermoblock einschalten, auf 100 °C und 2 h 00 min stellen. Starttaste drücken. *Die Reaktion während der ersten Minuten beobachten.* Falls der Schaum im Kühler hochsteigt, Gefäß mit Kühler aus dem Thermoblock entnehmen und leicht schütteln.

Nach 2 Stunden das Absorptionsgefäß abnehmen und den Inhalt von oben portionsweise durch den Kühler gießen, um Rückstände an der Kühlerwand in das Reaktionsgefäß zu spülen. Kühler abnehmen, Aufschlussgefäß entnehmen und abkühlen lassen. Die abgekühlte Aufschlusslösung durch den Trichter 60 mm Ø mit einem dest. Wasser feuchten Rundfilter MN 1670, 11 cm Ø, in einen 100 mL Messkolben filtrieren (Sollte bei der Filtration das erste Filtrat nicht klar sein, muss es nochmals in den Trichter zurückgegossen werden.) und mit viermal 5 mL **Klärschlamm R3** nachspülen. Den Messkolben mit dest. Wasser bis zur Markierung auffüllen und mischen. Diese Lösung wird als **Aufschlusslösung I** bezeichnet.

Mit einer 50 Vollpipette 50 mL der Aufschlusslösung I in einen 200 mL Erlenmeyerkolben überführen. Unter Kontrolle des pH-Wertes (pH-Meter oder Indikatorstreifen pH-Fix 0–14) und unter Rühren (Magnetrührer) 5 mL **Klärschlamm R4** zugeben. *Der pH-Wert soll dabei pH 1,5 nicht übersteigen.* Anschließend langsam solange **Klärschlamm R5** zugeben, bis die Lösung pH 4 erreicht. In vielen Fällen tritt eine gelblich-weiße Trübung auf. Diese Lösung durch einen Trichter 80 mm Ø mit Rundfilter MN 640 d, 15 cm Ø in den zweiten 100 mL Messkolben filtrieren. Mit 2 Portionen à 20 mL dest. Wasser nachspülen, bis zur Markierung mit dest. Wasser auffüllen und mischen. Diese Lösung wird als **Aufschlusslösung II** bezeichnet. Aus den Aufschlusslösungen I und II werden die Metalle bestimmt.

Bestimmung von	als Probelösung einsetzen	Messbereich mg/kgTS (50 mm Küvette)	Faktor	Wellenlänge
REF 91810 Blei	1 mL Aufschlusslösung I +50 mL dest. Wasser	25–2500	1365.	520 nm
REF 91813 Cadmium	20 mL Aufschlusslösung II +30 mL dest. Wasser	1–100	0063.	520 nm
REF 918253 Chrom	1 mL Aufschlusslösung II	20–1800	1276.	540 nm
REF 91853 Kupfer	2 mL Aufschlusslösung II +18 mL dest. Wasser	20–4000	1980.	585 nm
REF 91862 Nickel (Blindwert wie Probelösung ohne R4 ansetzen)	20 mL Aufschlusslösung II	2–400	0232.	436 nm
REF 91895 Zink	1 mL Aufschlusslösung II +19 mL dest. Wasser	80–6000	3560.	620 nm

Messung:

Bei NANOCOLOR® Photometern siehe Handbuch.

Fremdphotometer:

Die Faktoren für jeden Gerätetyp durch Messung von Standardlösungen überprüfen.

Entsorgung:

Der Inhalt der Küvetten und Messkolben kann mit viel Wasser in die Kanalisation weggespült werden.

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Valencienner Str. 11 · 52355 Düren · Deutschland

Tel.: +49 24 21 969-0 · info@mn-net.com · www.mn-net.com

Schweiz: MACHEREY-NAGEL AG · Hirsackerstr. 7 · 4702 Oensingen · Schweiz

Tel.: 062 388 55 00 · sales-ch@mn-net.com

REF 91850

04.23

NANOCOLOR® Sludge

en

Method:

Dissolution and decomplexation of sludge with aqua regia (hydrochloric acid and nitric acid)

Contents of reagent set (2 boxes):**Box A:** 10 × 7 mL Sludge R1

10 × 2,3 mL Sludge R2

Box B: 3 × 100 mL Sludge R3

50 mL Sludge R4

30 mL Sludge R5

Notice:*Traces of acid vapors produce a yellow coloration of the box. This is no problem for the measurement.***Hazard warning:**

Reagent R1 contains hydrochloric acid 25–37 %, reagent R2 contains nitric acid 65–70 %, reagent R3 contains nitric acid 1–3 %, reagent R4 contains sodium hydroxide solution 20–55 %. H314, H330, EUH071 Causes severe skin burns and eye damage. Fatal if inhaled. Corrosive to the respiratory tract.

P260, P271, P280, P301+330+331, P303+361+353, P304+340, P305+351+338, P310, P403+233, P405, P501 Do not breathe vapours. Use only outdoors or in a well-ventilated area. Wear protective gloves/eye protection. IF SWALLOWED: Rinse mouth. Do NOT induce vomiting. IF ON SKIN (or hair): Take off immediately all contaminated clothing. Rinse skin with water/shower. IF INHALED: Remove person to fresh air and keep comfortable for breathing. IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing. Immediately call a POISON CENTER/doctor/... Store in a well-ventilated place. Keep container tightly closed. Store locked up. Dispose of contents/container to regulated waste treatment.

For further information please ask for a safety data sheet.

Procedure:

Requisite accessories: **NANOCOLOR®** heating block, the arrangement of all the instruments, reagents for sludge decomposition (REF 91610)

Working instructions for sludge decomposition:

Thoroughly pulverize a dried sludge sample (e.g. from the determination of dry residue) in an porcelain mortar. Weigh 1.00 g of this sample into the decomposition tube. Carefully add the contents of tube **Sludge R1** (7.0 mL HCl) to the sample in small portions, shaking gently. *Caution, foam will develop! Warm the reaction tube slightly in hot water to control the reaction.* After foaming and formation of gas have ceased (15–20 min), add the contents of tube **Sludge R2** (2.3 mL HNO₃) and mix, shaking gently. *The formation of gas can increase and should be controlled by careful warming.* Only when the reaction has subsided with gentle warming, attach the condenser and absorption attachment to the reaction tube and place it into the heating block. Fill the absorption attachment with 10 mL **Sludge R3**. Switch on the heating block, set to 100 °C and 2 h 00 min, and press the start key. *Watch the reaction during the initial minutes.* If the foam ascends in the condenser, remove the reaction tube from the heating block and shake gently

After two hours, remove the absorption attachment and pour its contents through the top of the condenser in small portions thus the rising the residues from the wall of the tube and condenser. Remove the condenser, take the tube from the heating block and let it cool down. After cooling, filter the solution through a funnel of 60 mm diameter fitted with a moistened (distilled water) filter circle MN 1670 of 11 cm diameter. Collect the filtrate in a 100 mL volumetric flask, and rinse the residue with four 5 mL portions of **Sludge R3**. Top up the volumetric flask with distilled water and mix. This solution is called **Sludge solution I**.

With a 50 mL volumetric pipette, transfer 50 mL of Sludge solution I into a 200 mL Erlenmeyer flask. Controlling the pH (pH meter or pH-Fix 0–14) and stirring (magnetic stirrer), add 5 mL of **Sludge R4**. *The pH must not exceed a value of 1.5.* Subsequently, slowly add **Sludge R5** until the pH of the solution is 4 In many cases a yellow-white turbidity will appear. Filter this solution through a funnel of 80 mm diameter with a filter circle MN 640 d of 15 cm diameter into the second 100 mL volumetric flask. If the filtrate from the first filtration is not clear, it has to be poured back into the filter. Rinse with two 20 mL portions of distilled water, fill up to the mark and mix. This solution is called **Sludge solution II**. From Sludge solutions I and II the metals are determined.

Determination with	take for sample	range mg/kg S (50 mm cuvette)	factor	wavelength
REF 91813 Cadmium	20 mL sludge solution II +30 mL distilled water	1–100	0063.	520 nm
REF 918253 Chromium	1 mL sludge solution II	20–1800	1276.	540 nm
REF 91853 Copper	2 mL sludge solution II +18 mL distilled water	20–4000	1980.	585 nm
REF 91810 Lead	1 mL sludge solution +50 mL distilled water	25–2500	1365.	520 nm
REF 91862 Nickel (use blank value = sample value without R4)	20 mL sludge solution II	2–400	0232.	436 nm
REF 91895 Zinc	1 mL sludge solution II +19 mL distilled water	80–6000	3560.	620 nm

Measurement:For **NANOCOLOR®** photometers see manual.**Photometers of other manufacturers:**

Verify all factors for each type of instrument by measuring standard solutions.

Disposal:

The contents of cuvettes and flasks can be washed into drain with plenty of water.

REF 91850

04.23

fr

NANOCOLOR® Boues d'épuration**Méthode :**

Dissolution de métaux lourds contenus dans les boues d'épuration à l'aide de l'eau régale

Contenu du jeu de réactifs (2 boîtes) :**Box A :** 10 × 7 mL Boues d'épuration R1

10 × 2,3 mL Boues d'épuration R2

Box B : 3 × 100 mL Boues d'épuration R3

50 mL Boues d'épuration R4

30 mL Boues d'épuration R5

*Indication : Les traces de vapeur d'acide donnent au box une coloration jaunâtre de sorte qu'il n'y ait pas de problème de mesure.***Indications de danger !**

Le réactif R1 contient de l'acide chlorhydrique 25–37 %, le réactif R2 contient de l'acide nitrique 65–70 %, le réactif R3 contient de l'acide nitrique 1–3 %, le réactif R4 contient une solution de soude caustique 20–55 %. H314, H330, EUH071 Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves. Mortel par inhalation. Corrosif pour les voies respiratoires.

P260, P271, P280, P301+330+331, P303+361+353, P304+340, P305+351+338, P310, P403+233, P405, P501 Ne pas respirer les vapeurs. Utiliser seulement en plein air ou dans un endroit bien ventilé. Porter des gants de protection/un équipement de protection des yeux. EN CAS D'INGESTION : rincer la bouche. NE PAS faire vomir. EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU (ou les cheveux) : Enlever immédiatement tous les vêtements contaminés. Rincer la peau à l'eau/Se doucher. EN CAS D'INHALATION : transporter la personne à l'extérieur et la maintenir dans une position où elle peut confortablement respirer. EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer. Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON/un médecin/... Stocker dans un endroit bien ventilé. Maintenir le récipient fermé de manière étanche. Garder sous clef. Éliminer le contenu/récipient conformément à la réglementation en vigueur. Pour avoir des informations supplémentaires, commandez s.v.p. une fiche de données de sécurité.

Exécution :

Accessoires nécessaires : NANOCOLOR® bloc chauffant, assemblage de tous les appareils et réactifs nécessaires pour la minéralisation des boues d'épuration (REF 91610)

Mode d'emploi (minéralisation des boues d'épuration)

Broyer l'échantillon de boue sèche (p.ex. celui obtenu par détermination du résidu sec) dans un mortier en porcelaine jusqu'à l'obtention d'une poudre fine. Peser 1,00 g dans le récipient de minéralisation. ajouter prudemment et par petites portions le contenu d'une éprouvette **Boue d'épuration R1** (7,0 mL HCl) à l'échantillon et secouer légèrement. *Attention ! formation de mousse !* Chauffer légèrement le récipient de minéralisation (bain-marie chaud) pour accélérer la formation de mousse. *Eviter absolument un débordement de mousse.* Après diminution de la formation de mousse et de gaz (15–20 minutes), ajouter le contenu d'une éprouvette **Boue d'épuration R2** (2,3 mL HNO₃) et homogénéiser. *La formation de gaz peut s'accroître et devra être contrôlée par échauffement.* Seulement si, lors d'un échauffement moyen, la réaction s'est atténuée, surmonter le récipient de minéralisation d'un réfrigérant et d'un récipient d'absorption et le placer dans le bloc chauffant R-2T Remplir le récipient d'absorption avec 10 mL de **Boue d'épuration R3**. Brancher le bloc chauffant et régler sur 100 °C et 2 h 00 min, enclencher le chauffage. *Observer la réaction pendant les premières minutes.* Si la mousse monte dans le réfrigérant, sortir le récipient avec réfrigérant du bloc chauffant et secouer légèrement.

Après 2 heures, enlever le récipient d'absorption et verser son contenu par portions dans l'ouverture supérieure du réfrigérant pour emporter les résidus sur la paroi intérieure du réfrigérant dans le récipient de minéralisation. Enlever le réfrigérant, sortir le récipient de minéralisation du bloc chauffant et laisser refroidir. Filtrer la solution froide résultante sur un filtre rond MN 1670, 11 cm Ø, mouillé par de l'eau distillée (entonnoir de 60 mm) dans une fiole jaugée 100 mL et rincer quatre fois avec 5 mL de **Boue d'épuration R3**. Si lors de la filtration le premier filtrat n'est pas clair, il doit être versé à nouveau dans l'entonnoir. Ajuster le volume à 100 mL avec de l'eau distillée et homogénéiser. Cette solution sera dénommée **solution de minéralisation I**.

Transvaser à l'aide d'une pipette jaugée 50 mL de la solution de minéralisation I dans un erlenmeyer 200 mL. Ajouter en agitant (agitateur magnétique) 5 mL de **Boue d'épuration R4**. *Le pH ne peut pas dépasser la valeur de 1,5* (contrôle à l'aide d'un pH-mètre ou languettes indicatrices pH-Fix 0–14).

Ensuite, ajouter lentement autant de **Boue d'épuration R5** jusqu'à ce que le pH atteigne la valeur de 4. Dans de nombreux cas apparaît une turbidité jaune - blanche. Filtrer cette solution sur un filtre rond MN 640 d, 15,0 cm Ø (entonnoir de 80 mm Ø) dans une seconde fiole jaugée 100 mL. Rincer avec 2 portions de 20 mL d'eau distillée, ajuster le volume à 100 mL avec de l'eau distillée et homogénéiser. Cette solution sera dénommée **solution de minéralisation II**. Les solutions de minéralisation I et II seront utilisées pour déterminer les teneurs en métaux lourds.

Détermination de	utiliser comme échantillon	Domaine de mesure mg/kg MS* (cuves de 50 mm)	Facteur	Longueur d'onde
REF 91813 Cadmium	20 mL de solution de minéralisation II +30 mL d'eau distillée	1–100	0063.	520 nm
REF 918253 Chrome	1 mL de solution de minéralisation II	20–1800	1276.	540 nm
REF 91853 Cuivre	2 mL de solution de minéralisation II +18 mL d'eau distillée	20–4000	1980.	585 nm
REF 91862 Nickel	20 mL de solution de minéralisation II (préparer le blanc comme l'échantillon sans R4)	2–400	0232.	436 nm
REF 91810 Plomb	1 mL de solution de minéralisation I 50 mL d'eau distillée	25–2500	1365.	520 nm
REF 91895 Zinc	1 mL de solution de minéralisation II 19 mL d'eau distillée	80–6000	3560.	620 nm

* MS: matière sèche

Mesure :

Pour les photomètres NANOCOLOR® voir manuel.

Photomètres étrangers :

Contrôler le facteur pour chaque type d'appareil au moyen de la mesure des standards.

Élimination des déchets :

Le contenu des cuves et des fioles peut être jeté à l'évier après l'avoir dilué avec de l'eau.

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Valenciennier Str. 11 · 52355 Düren · AllemagneTél. : +49 24 21 969-0 · info@mn-net.com · www.mn-net.com**France : MACHEREY-NAGEL SAS** · 1, rue Gutenberg – BP135 · 67720 Hoerd · France

Tél. : 03 88 68 22 68 · sales-fr@mn-net.com

MACHEREY-NAGEL SAS (Société par Actions Simplifiée) au capital de 186600 €
Siret 379 859 531 00020 · RCS Strasbourg B379859531 · N° intracommunautaire FR04 379 859 531

REF 91850

04.23

es

NANOCOLOR® Lodos de clarificación**Método:**

Disolución de metales pesados de lodos de depuración con agua regia

Contenido del kit de reactivos (2 bultos):**Bulto A:** 10 x 7 mL de Lodos R1
10 x 2,3 mL de Lodos R2**Bulto B:** 3 x 100 mL de Lodos R3
50 mL de Lodos R4
30 mL de Lodos R5**Advertencia:***Vestigos de vapores ácidos coloran la caja de color amarillo. Esto no causa problemas de medición.***Precauciones de seguridad:**

El reactivo R1 contiene ácido clorhídrico 25–37 %, el reactivo R2 contiene ácido nítrico 65–70 %, el reactivo R3 contiene solución de ácido nítrico 1–3 %, el reactivo R4 contiene solución de hidróxido sódico 20–55 %. H314, H330, EUH071 Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares. Mortal si se inhala. Corrosivo para las vías respiratorias.

P260, P271, P280, P301+330+331, P303+361+353, P304+340, P305+351+338, P310, P403+233, P405, P501 No respirar los vapores. Emplear únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado. Llevar guantes y gafas de protección. EN CASO DE INGESTIÓN: Enjuáguese la boca. NO provoque el vómito. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ ducharse. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la persona al aire libre manteniéndola en una posición que le facilite la respiración. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico/... Almacenar en un lugar bien ventilado. Mantener el envase cerrado herméticamente. Guardar bajo llave. Elimínese el contenido/recipiente de forma apropiada. Para más información, puede solicitar una ficha de datos de seguridad.

Procedimiento:

Accesorios requeridos: NANOCOLOR® bloque térmico, conjunto de todos los aparatos y reactivos par la descomposición de lodos (REF 91610)

Instrucciones operativas para la descomposición de los lodos:Pulverizar minuciosamente una muestra de lodos seco (por ejemplo, procedente de la determinación de residuo seco) en un mortero de porcelana. Pesar 1,00 g de esta muestra en el tubo de descomposición. Añadir cuidadosamente el contenido del tubo **Lodos R1** (7,0 mL HCl) a la muestra, en porciones pequeñas, agitando suavemente. *¡Atención, se formará espuma!* Calentar el tubo de reacción levemente en agua caliente para controlar la reacción. Cuando haya cesado la formación de espuma y de gas (15–20 min), añadir el contenido del tubo **Lodos R2** (2,3 mL HNO₃) y mezclar, agitando suavemente. *Puede aumentar la formación de gas y debe ser controlada calentándolo cuidadosamente.* Cuando la reacción haya cedido calentándolo suavemente, conectar el condensador y el recipiente de absorción al tubo de reacción y colocarlo en el bloque térmico. Llenar el recipiente de absorción con 10 mL de **Lodos R3**. Conectar el bloque calefactor, regularlo a 100 °C y 2 h 00 min, y oprimir el botón depuesta en marcha. *Observar la reacción durante los minutos iniciales.* Si la espuma asciende por el condensador, extraer el tubo de reacción del bloque calefactor y agitar suavemente.Al cabo de dos horas, retirar el recipiente de absorción y verter el contenido por la parte superior del condensador, a pequeñas cantidades, limpiando así los residuos de la pared del tubo y del condensador. Sacar el condensador, extraer el tubo del bloque calefactor y dejar que se enfríe. Cuando se haya enfriado, filtrar la solución a través de un embudo de 60 mm de diámetro, equipado con un círculo de filtro humedecido MN 1670 de 11 cm de diámetro. Recoger el filtrado en un matraz graduado de 100 mL (si durante la filtración el primer filtrado no fuera claro, debe volver a verterse en el embudo) y aclarar el residuo con cuatro porciones de 5 mL de **Lodos R3**. Acabar de llenar el matraz graduado con agua destilada y mezclar. Esta solución es denominada **solución de descomposición I**.Con una pipeta graduada de 50 mL, trasladar 50 mL de solución de descomposición I a un matraz Erlenmeyer de 200 mL. Controlando el pH (medidor de pH o varilla indicadora de pH Fix 0–14) y agitando (varilla agitadora magnética), añadir 5 mL de **Lodos R4**. *El pH no debe superar un valor de 1.5.* Posteriormente, añadir despacio **Lodos R5** hasta que el pH de la solución sea 4. En muchos casos aparece un enturbiamiento blanco-amarillento. Filtrar esta solución a través de un embudo de 80 mm de diámetro con un círculo de filtro MN 640 d de 15,0 cm de diámetro en el segundo matraz graduado de 100 mL. Aclarar con dos porciones de 20 mL de agua destilada, ajustar volumen hasta la marca y mezclar. Esta solución es denominada **solución de descomposición II**. Los metales se determinan apartir de las soluciones de descomposición I y II.

Determinación con	Tomar como muestra	rango mg/kg S (cub. 50 mm)	factor	long. onda
REF 91813 Cadmio	20 mL solución descom II +30 mL agua destilada	1–100	0063.	520 nm
REF 91853 Cobre	2 mL solución descom II +18 mL agua destilada	20–4000	1980.	585 nm
REF 918253 Cromo	1 mL solución descom II	20–1800	1276.	540 nm
REF 91862 Niquel	20 mL solución descom II (usar valor en blanco = valor muestra sin R4)	2–400	0232.	436 nm
REF 91810 Plomo	1 mL solución descom I +50 mL agua destilada	25–2500	1365.	520 nm
REF 91895 Zinc	1 mL solución descom II agua destilada	80–6000	3560.	620 nm

Medición:

Para fotómetros NANOCOLOR® ver el manual.

Fotómetros de otros fabricantes:

Comprobar todos los factores para cada tipo de aparato mediante medición de los estándares.

Eliminación:

El contenido de las cubetas y matraces puede ser vertido en el desagüe con agua abundante.

REF 91850

04.23

NANOCOLOR® Zuiveringsslib

nl

Methode:

Oplossen van zware metalen uit zuiveringsslib met koningswater

Inhoud van reagentiaset (2 dosjes, REF 91850):**Box A:** 10 × 7 mL Zuiveringsslib R1

10 × 2,3 mL Zuiveringsslib R2

Box B: 3 × 100 mL Zuiveringsslib R3

50 mL Zuiveringsslib R4

30 mL Zuiveringsslib R5

Notice:*Sporen van zuurdampen veroorzaken een gelige verkleuring van de box. Dit leidt niet tot meetproblemen.***Voorzorgsmaatregelen:**

Reagens R1 bevat zoutzuur 25–37 %, reagens R2 bevat salpeterzuur 65–70 %, reagens R3 bevat salpeterzuur 1–3 %, reagens R4 bevat natroonloog 20–55 %. H314, H330, EUH071 Veroorzaakt ernstige brandwonden en oogletsel. Dodelijk bij inademing. Bijtend voor de luchtwegen.

P260, P271, P280, P301+330+331, P303+361+353, P304+340, P305+351+338, P310, P403+233, P405, P501 Dampf niet inademen. Alleen buiten of in een goed geventileerde ruimte gebruiken. Beschermende handschoenen/oogbescherming dragen. NA INSLIKKEN: de mond spoelen – GEEN braken opwekken. BIJ CONTACT MET DE HUID (of het haar): verontreinigde kleding onmiddellijk uittrekken. Huid met water afspoelen/afdouchen. NA INADEMING: de persoon in de frisse lucht brengen en ervoor zorgen dat deze gemakkelijk kan ademen. BIJ CONTACT MET DE OGEN: voorzichtig afspoelen met water gedurende een aantal minuten; contactlenzen verwijderen, indien mogelijk; blijven spoelen. Onmiddellijk een ANTIGIFCENTRUM/arts/... raadplegen. Op een goed geventileerde plaats bewaren. In goed gesloten verpakking bewaren. Achter slot bewaren. Inhoud/verpakking als bijzonder afval afvoeren naar het daarvoor bestemde inzamelpunt.

Voor meer informatie kunt u een veiligheidsinformatieblad aanvragen.

Procedure:

Benodigde hulpmiddelen: NANOCOLOR® thermoblok, samenstelling van alle toestellen en reagentia voor de ontsluiting van zuiveringsslib (REF 91610)

Instructie voor het ontsluiten van zuiveringsslib:

De gedroogde slingerproef (bijvoorbeeld van de bepaling het droge residu) in een porseleinen vijzel zo fijn stof malen. Daarvan 1,00 g afwegen en in het ontsluitingsvat doen. De proef voorzichtig met de inhoud van een buisje **Zuiveringsslib R1** (7,0 mL HCl) omzwenkend portiegewijs vermengen. *Wees voorzichtig, het schuimt.* Het ontsluitingsvat iets verwarmen (heet water) om de schuimontwikkeling te bespoedigen. *Beslist vermijden, dat er schuim over de rand heen komt.* Nadat het schuim en de gasontwikkeling minder zijn geworden (15–20 minuten) de inhoud van 1 buisje **Zuiveringsslib R2** (2,3 mL HNO₃) erbij doen en door omzwenken mengen. *De gasontwikkeling kan sterker worden en moet door verwarmen gecontroleerd worden.* Pas nadat bij matig verwarmen de reactie wat minder is geworden, de koeler en het absorbtievat erop zetten en in het thermoblok zetten. Het absorbtievat met 10 mL **Zuiveringsslib R3** vullen. Thermoblok inschakelen op 100 °C en 2 uur 00 minuten instellen. Op de starttoets drukken. *De reactie tijdens de eerste minuten observeren.* Als het schuim in de koeler omhoogkomt het vat met de koeler uit het thermoblok halen en iets schudden.

Na 2 uur de absorptiepot eraf halen en de inhoud van boven portiegewijs door de koeler gieten om residu's aan de wand van de koeler in het reactievat te spoelen. De koeler eraf halen. Het ontsluitingsvat wegnemen en af laten koelen. De afgekoelde ontsluitingsoplossing door de trechter 60 mm Ø met een met gedistilleerd water bevochtigde ronde filter MN 1670, 11 cm Ø, in een maatkolf van 100 mL filtreren (als bij het filtreren het eerste filtraat niet helder is, moet het nog eens in de trechter gegoten worden) en met vier maal 5 mL **Zuiveringsslib R3** naspoelen. De maatkolf met gedistilleerd water tot het streepje opvullen en mengen. Deze oplossing wordt **ontsluitingsoplossing I** genoemd.

Met een 50 volpipet 50 mL van de ontsluitingsoplossing I in een 200 mL Erlenmeyerkolff brengen. Met controle van de pH-waarde (pH-meter of indicatorstaafje pH-Fix 0–14) en al roerend (magneetroerwerk) 5 mL **Zuiveringsslib R4** erbij doen. *De pH-waarde mag daarbij pH 1,5 niet te boven gaan.* Daarna langzaam zo lang **Zuiveringsslib R5** erbij doen tot de oplossing pH 4 bereikt. In talrijke gevallen treedt een geelwitte vertroebeling op. Deze oplossing door een trechter 80 mm Ø met ronde filter MN 640 d, 15,0 cm Ø in de tweede maatkolf van 100 mL filtreren. Met twee porties van 20 mL gedistilleerd water naspoelen tot de markering met het gedistilleerde water opvullen en mengen. Deze oplossing wordt **ontsluitingsoplossing II** genoemd. Aan de hand van de ontsluitingsoplossing I en II worden de metalen bepaald.

Bepaling van	als proefoplossing gebruiken	Meetgebied mg/kg ds (50 mm cuvette)	Factor	Golflengte
REF 91813 Cadmium	20 mL ontsluitingsoplossing II +30 mL gedistilleerd water	1–100	0063.	520 nm
REF 918253 Chroom	1 mL ontsluitingsoplossing II	20–1800	1276.	540 nm
REF 91853 Koper	2 mL ontsluitingsoplossing II +18 mL gedistilleerd water	20–4000	1980.	585 nm
REF 91810 Lood	1 mL ontsluitingsoplossing I +50 mL gedistilleerd water	25–2500	1365.	520 nm
REF 91862 Nikkel (use blank value = sample value without R4)	20 mL ontsluitingsoplossing II	2–400	0232.	436 nm
REF 91895 Zink	1 mL ontsluitingsoplossing II +19 mL gedistilleerd water	80–6000	3560.	620 nm

Meting:

Bij NANOCOLOR® fotometers zie handboek.

Fotometers van andere fabrikanten:

De factor voor ieder type instrument door de meting van standaard oplossingen controleren.

Afvalverwerking:

De inhoud van de cuvetten en maatkolven kan met veel water in de riolering weggespoeld worden.

REF 91850

04.23

it

NANOCOLOR® Fango di depurazione**Metodo:**

Scioglimento di metalli pesanti derivati da fanghi di depurazione con acqua regia

Contenuto del set di reagenti (2 scatole):**Scatola A:** 10 × 7 mL Fango di depurazione R1

10 × 2,3 mL Fango di depurazione R2

Scatola B: 3 × 100 mL Fango di depurazione R3

50 mL Fango di depurazione R4

30 mL Fango di depurazione R5

*Avvertenze: Tracce di vapore acido colorano di giallo la scatola. Ciò non causa problemi di misurazione.***Avvertente di pericolo:**

Il reagente R1 contiene acido cloridrico 25–37%, il reagente R2 contiene acido nitrico 65–70%, il reagente R3 contiene acido nitrico 1–3%, il reagente R4 contiene soda caustica 20–55%. H314, H330, EUH071 Provoca gravi ustioni cutanee e gravi lesioni oculari. Mortale se inalato. Corrosivo per le vie respiratorie. P260, P271, P280, P301+330+331, P303+361+353, P304+340, P305+351+338, P310, P403+233, P405, P501 Non respirare i vapori. Utilizzare soltanto all'aperto o in luogo ben ventilato. Indossare guanti. Proteggere gli occhi. IN CASO DI INGESTIONE: sciacquare la bocca. NON provocare il vomito. IN CASO DI CONTATTO CON LA PELLE (o con i capelli): togliere immediatamente tutti gli indumenti contaminati. Sciacquare la pelle/fare una doccia. IN CASO DI INALAZIONE: trasportare l'infortunato all'aria aperta e mantenerlo a riposo in posizione che favorisca la respirazione. IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere le eventuali lenti a contatto se è agevole farlo. Continuare a sciacquare. Contattare immediatamente un CENTRO ANTIVELENI/un medico... Tenere il recipiente ben chiuso e in luogo ben ventilato. Conservare sotto chiave. Il contenuto/i recipienti devono essere inviati a smaltimento regolare.

Per ulteriori informazioni potete richiedere una scheda informativa in materia di sicurezza.

Procedimento:

Accessori necessari : NANOCOLOR® termoblocco, insieme di tutti i gli strumenti e reagenti per la scissione del fango di depurazione (REF 91610)

Istruzioni di lavoro per la scissione del fango di depurazione:

Macinare il campione di fango essiccato (ad es. della determinazione del residuo secco) in un mortaio di porcellana sino a polverizzarlo. Pesare 1,00 g di questa polvere nella provetta di scissione. Aggiungere procedendo con cautela il contenuto della provetta con **Fango di depurazione R1** (7,0 mL HCl) in piccole porzioni e mescolare agitando dolcemente. *Attenzione, si creerà della schiuma!* Riscaldare leggermente la provetta di scissione (acqua calda), per accelerare la formazione della schiuma. *Evitare assolutamente la fuoriuscita di schiuma.* Non appena la formazione di schiuma e lo sprigionamento di gas diminuiranno (15–20 minuti) aggiungere il contenuto di una provetta di **Fango di depurazione R2** (2,3 mL HNO₃) e mescolare agitando dolcemente. *La formazione di gas può aumentare e dovrebbe venire controllata mediante riscaldamento.* Solamente quando la reazione si sarà ridotta mediante un leggero riscaldamento applicare alla provetta il refrigeratore e la provetta di assorbimento ed inserirla nel termoblocco. Riempire la provetta di assorbimento con 10 mL del **Fango di depurazione R3**. Accendere il termoblocco, regolarlo su 100 °C e 2 h 00, premere il tasto di avviamento. *Osservare la reazione nel corso dei primi minuti.* Se la schiuma sale nel refrigeratore togliere la provetta con il refrigeratore dal termoblocco e agitare leggermente.

Dopo 2 ore togliere la provetta di assorbimento e versare il contenuto dall'alto poco alla volta attraverso il refrigeratore, per sciacquare i residui che si sono depositati sulla parete del refrigeratore nel reattore. Togliere il refrigeratore, togliere la provetta di scissione e lasciare raffreddare. Filtrare la soluzione di scissione raffreddata attraverso la tramoggia da 60 mm Ø con un filtro circolare MN 1670, 11 cm Ø, inumidito di acqua distillata, in un matraccio da 100 mL (qualora dopo la filtrazione il primo filtrato non fosse limpido dovrà venire riversato nella tramoggia), sciacquare i residui con 4 porzioni da 5 mL di **Fango di depurazione R3**. Riempire il matraccio con acqua distillata sino alla marcatura e mescolare. Questa soluzione viene definita **I° soluzione di scissione**.

Con una pipetta piena da 50 mL trasferire 50 mL della I° soluzione di scissione in un matraccio Erlenmeyer da 200 mL. Tenendo controllato il valore del pH (misuratore del pH oppure bastoncino rilevatore del pH Fix 0–14) e mescolando (miscelatore magnetico) aggiungere 5 mL di **Fango di depurazione R4**. *Il valore del pH non deve superare l'1,5.* Infine continuare ad aggiungere **Fango di depurazione R5** sino a quando la soluzione avrà raggiunto un pH 4. In molti casi si forma una torbidità giallo-biancastra. Filtrare allora questa soluzione attraverso una tramoggia Ø 80 mm con filtro circolare MN 640 d, Ø 15 cm, nel secondo matraccio da 100 mL. Sciacquare con due porzioni di 20 mL di acqua distillata ciascuna, riempire con acqua distillata sino alla marcatura e mescolare. Questa soluzione viene definita **Il soluzione di scissione**. Dalle soluzioni di scissione I e II vengono determinati i metalli.

Determinazione di	Utilizzare come soluzione campione	Campo di misur. mg/kgTS (Cuvetta da 50 mm)	Fattore	Lungh. onda
REF 91813 Cadmio	20 mL I° soluz. di scissione +30 mL acqua distillata	1–100	0063.	520 nm
REF 918253 Cromo	1 mL I° soluz. di decomposiz	20–1800	1276.	540 nm
REF 91862 Nichel	20 mL de solution de minéraux (Preparare lo zero come la soluzione campione senza R4)	2–400	0232.	436 nm
REF 91810 Piombo	1 mL de solution de minéraux +50 mL acqua distillata	25–2500	1365.	520 nm
REF 91853 Rame	2 mL I° soluz. di decomposiz +18 mL acqua distillata	20–4000	1980.	585 nm
REF 91895 Zinco	1 mL I° soluz. di scissione +19 mL acqua distillata	80–6000	3560.	620 nm

Misurazione:

Con fotometri NANOCOLOR®, vedere il manuale.

Fotometri di altri produttori:

Controllare il fattore per ciascun tipo di apparecchio utilizzando soluzioni standard.

Smaltimento:

Il contenuto delle cuvette e dei matracchi può venire sciacquato con molta acqua nella canalizzazione di scarico.

REF 91850

04.23

NANOCOLOR® Szennyvíziszap

hu

Módszer:

Nehézfémek kioldása a szennyvíziszapból királyvízzel

Reagenskészlet tartalma: (2 doboz, cikksz. 918 50):**A doboz:** 10 × 7 mL Szennyvíziszap R1

10 × 2,3 mL Szennyvíziszap R2

B doboz: 3 × 100 mL Szennyvíziszap R3

50 mL Szennyvíziszap R4

30 mL Szennyvíziszap R5

Megjegyzés:

A nyomokban jelen lévő savgőzök sárgára színezik a dobozt. Ez nem idéz elő mérési problémákat.

Veszélyesség:

Az R1 reagens 25–37 % sósav tartalmaz, az R2 reagens 65–70 % salétromsav tartalmaz, az R3 reagens 1–3 % salétromsav tartalmaz, az R4 reagens 20–55 % nátrium-hidroxid tartalmaz.

H314, H330, EUH071 Súlyos égési sérülést és szemkárosodást okoz. Belélegezve halálos. Maró hatású a légutakra.

P260, P271, P280, P301+330+331, P303+361+353, P304+340, P305+351+338, P310, P403+233, P405, P501A gőzök belélegzése tilos. Kizárólag szabadban vagy jól szellőző helyiségben használható. Védőkesztyű/ szemvédő használata kötelező. **LENYELÉS ESETÉN:** ki kell öblíteni a száját. **TILOS** hánytatni. **HA BŐRRE** (vagy hajra) **KERÜL:** Az összes szennyezett ruhadarabot azonnal le kell vetni. A bőrt le kell öblíteni vízzel/zuhanyozás. **BELÉLEGZÉS ESETÉN:** Az érintett személyt friss levegőre kell vinni, és olyan nyugalmi testhelyzetbe kell helyezni, hogy könnyen tudjon lélegezni. **SEMBE KERÜLÉS ESETÉN:** Óvatos öblítés vízzel percekig keresztül. Adott esetben a kontaktlencsék eltávolítása, ha könnyen megoldható. Az öblítés folytatása. Azonnal forduljon TOXIKOLÓGIAI KÖZPONTHOZ/orvoshoz/.... Jól szellőző helyen tárolandó. A csomagolás szorosan lezárva tartandó. Elzárva tárolandó. A tartalom/csomagolás továbbítandó szakosított ártalmatlanításra.

Végrehajtás:Szükséges tartozékok: **NANOCOLOR®** termoblokk, az összes készüléket és reagenst tartalmazó készlet a szennyvíziszap feltárására (REF 91610)**Munkavégzési előírás a szennyvíziszap feltárásához:**

A szárított iszapmintát (pl. a szárazanyag-tartalom meghatározásából származó maradékot) dörzsölje porfinomságúra egy porcelán dörzscsészében. Ebből mérjen ki 1,00 g anyagot a feltáró edénybe. Óvatosan, állandó rázogatózás közben adjon a mintához **Szennyvíziszap R1** (7,0 mL HCl) reagenst fokozatosan adagolva. **Vigyázat, habzik!** Enyhén melegítse fel a feltáró edényt (forró víz) a habképződés felgyorsítása céljából. **Feltétlenül akadályozza meg a túlhabzást!** A habzás és a gázképződés alábbhagyása után (15–20 perc), adjon hozzá a **Szennyvíziszap R2** (2,3 mL HNO₃) reagenst és rázogatóva keverje össze. A **gázképződés fokozódhat és felmelegítéssel korlátozni kell.** Csak amikor enyhe melegítés mellett a reakció gyengébb lesz, állítsa fel a hűtőt és az abszorpciós edényt és helyezze be a termoblokkba. Töltse fel az abszorpciós edényt 10 mL **Szennyvíziszap R3** reagenssel. Kapcsolja be a termoblokkot, állítsa be 100 °C-ra és 2 óra 00 perc-re, nyomja meg az indítógombot. **Kísérje figyelemmel a reakciót az első percekben.** Ha a hab felemelkedik a hűtőben, vegye ki az edényt a hűtővel együtt a termoblokkból és enyhén rázza meg.

Két óra múlva vegye le az abszorpciós edényt és felülről öntse a tartalmát fokozatosan adagolva a hűtőn keresztül, hogy a hűtő falán lévő maradékokat is belemossa a reakciós edénybe. Vegye le a hűtőt, vegye ki a feltáró edényt és hagyja kihűlni. Szűrje a lehűlt feltáró oldatot a 60 mm Ø-es tölcsérről, desztillált vízzel megnedvesített 11 cm Ø átmérőjű kerek MN 1670 szűrőpapíron át egy 100 mL-es mérőhengerbe (Ha a szűrés során a szűrlet nem áttetsző, akkor még egyszer vissza kell önteni a tölcsérbe.) és öblítse a szűrőt négyszer 5 mL **Szennyvíziszap R3** reagenssel. Töltse fel a mérőhengert desztillált vízzel a jelölésig és keverje el az oldatot. Ennek az oldatnak a neve **Feltáró oldat I.**

Egy 50 mL-es hasas pipettával engedjen a Feltáró oldat I-ből 50 mL-t egy 200 mL-es Erlenmeyer lombikba. A pH-érték ellenőrzésével (pH-mérő vagy pH-Fix 0–14-es indikátorpálcák) és keverés közben (mágneses keverő) adjon hozzá 5 mL **Szennyvíziszap R4** reagenst. *A pH nem emelkedhet pH 1,5 érték fölé.* Ezután lassan adjon hozzá **Szennyvíziszap R5** reagenst, amíg az oldat eléri a pH 4 értéket. Sok esetben sárgás-fehér homályosság lép fel. Ezt az oldatot szűrje 80 mm-es tölcséren Ø 15,0 cm átmérőjű kerek MN 640 d szűrőpapíron át Ø a második 100 mL-es mérőhengerbe. Öblítse utána két adag egyenként 20 mL desztillált vízzel, amíg feltölti desztillált vízzel a jelölésig.

Ennek az oldatnak a neve **Feltáró oldat II.** A Feltáró oldat I és II oldatokból határozzuk meg a fémeket.

Meghatározás	Mintaoldat	Mérési tartomány mg/kg sz.t. (50 mm küvetta)	Faktor	Hullámhossz- szúság
REF 91810 Ólom	1 mL Feltáró oldat I + 50 mL deszt. víz	25–2500	1365.	520 nm
REF 91813 Kadmium	20 mL Feltáró oldat II + 30 mL deszt. víz	1–100	0063.	520 nm
REF 918253 Króm	1 mL Feltáró oldat II	20–1800	1276.	540 nm
REF 91853 Réz	2 mL Feltáró oldat II + 18 mL deszt. víz	20–4000	1980.	585 nm
REF 91862 Nikkel	20 mL Feltáró oldat II	2–400	0232.	436 nm
(Vakpróbát, mint a mintaoldatot, R4 nélkül kell előállítani.)				
REF 91895 Cink	1 mL Feltáró oldat II + 19 mL deszt. víz	80–6000	3560.	620 nm

Mérés:**NANOCOLOR®** fotométer esetében lásd a használati utasítást.**Idegen fotométer:**

Szabványokat mérésével ellenőrizzük a faktort minden készüléktípus esetében.

Ártalmatlanítás:

A küveták és a mérőlombikok tartalmát bő vízzel ki lehet önteni a csatornába.

REF 91850

04.23

NANOCOLOR® Osad ściekowy

pl

Metody:

Ekstrakcja metali ciężkich z osadów ściekowych z zastosowaniem wody królewskiej

Zawartość Zestaw odczynników (2 pudełka):**Pudełko A:** 10 × 7 mL osadu ściekowego R1

10 × 2,3 mL osadu ściekowego R2

Pudełko B: 3 × 100 mL osadu ściekowego R3

50 mL osadu ściekowego R4

30 mL osadu ściekowego R5

Wskazówka: Śladowe ilości pary kwasu zabarwiają pudełko na kolor żółty. Nie powoduje to problemów z przeprowadzaniem pomiarów.

Środki ostrożności:

Odczynnik R1 zawiera 25–37 % kwas solny, odczynnik R2 zawiera 65–70 % kwas azotowy, odczynnik R3 zawiera 1–3 % kwas azotowy, odczynnik R4 zawiera 20–55 % wodorotlenek sodu.

H314, H330, EUH071 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. Wdychanie grozi śmiercią. Działa żrąco na drogi oddechowe.

P26D, P271, P280, P301+330+331, P303+361+353, P304+340, P305+351+338, P310, P403+233, P405, P501 Nie wdychać par cieczy. Stosować wyłącznie na zewnątrz lub w dobrze wentylowanym pomieszczeniu. Stosować rękawice ochronne/ochronę oczu. W PRZYPADKU POŁKNIECIA: wypluć usta. NIE wywoływać wymiotów. W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ (lub z włosami): Natychmiast zdjąć całą zanieczyszczoną odzież. Spłukać skórę pod strumieniem wody/prysznicem. W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH: wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić mu warunki do swobodnego oddychania. W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUCIEK/lekarzem/... Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać pojemnik szczelnie zamknięty. Przechowywać pod zamknięciem. Zawartość/pojemnik należy przekazać do fachowej utylizacji.

Wykonanie oznaczenia:

Konieczne wyposażenie: blok grzejny NANOCOLOR®, zestaw wszystkich przyrządów i odczynników do mineralizacji osadu ściekowego (REF 91610)

Przepis wykonywania mineralizacji osadu ściekowego:

Wysuszoną próbkę osadu (np. z oznaczania suchej pozostałości) rozetrzeć w porcelanowym moździerzu na proszek. Odważyć z tego 1,00 g do naczynia do mineralizacji. Do zawartości rurki z **osadem ściekowym R1** (7,0 mL HCl) dodawać ostrożnie porcje próbki stale wstrząsając. *Zachować ostrożność, dochodzi do spieniania!* Naczynie do mineralizacji lekko ogrzać (gorącą wodą), aby przyspieszyć tworzenie się piany. *Bezwzględnie niedopuszczyć do przelewania się piany.* Po osłabnięciu tworzenia się piany i gazów (15–20 minut) dodać zawartość rurki z **osadem ściekowym R2** (2,3 mL HNO₃) i wymieszać wstrząsając. *Może dojść do intensywnego tworzenia się gazu, co należy kontrolować ogrzewaniem.* Dopiero wtedy, gdy przy umiarkowanym ogrzewaniu reakcja uspokoi się nieco, nasadzić chłodnicę i naczynie do absorpcji i wstawić do bloku grzejnego. Naczynie do absorpcji napęścić 10 mL **osadu ściekowego R3**. Włączyć blok grzejny, nastawić na 100 °C i na 2 godziny 00 minut, nacisnąć przycisk włączający. *Przez okres pierwszych minut obserwować reakcję.* Jeżeli piana w chłodnicy zacznie się wznosić, wtedy naczynie z chłodnicą wyjąć z bloku grzejnego i lekko wstrząsnąć.

Po 2 godzinach zdjąć naczynie do absorpcji i zawartość wlewać porcjami od góry przez chłodnicę, aby do naczyń reakcyjnych spłukać pozostałości ze ścian chłodnicy. Zdjąć chłodnicę, pobrać naczynie do mineralizacji i pozostawić do schłodzenia. Zmineralizowany chłodny roztwór przesączyć przez lejek 60 mm Ø o nasączonym wodą destylowaną sączku bibułowym MN 1670, 11 cm Ø, do kolby miarowej 100 mL (jeżeli podczas przesączania pierwszy przesącz nie będzie klarowny, to należy go z powrotem wlać do lejka) i czterokrotnie przepłukać 5 mL **osadu ściekowego R3**. Kolbę pomiarową wypełnić wodą destylowaną aż po znakowanie i wymieszać. Taki roztwór określany jest mianem **roztworu zmineralizowanego I**.

Pipetą jednoliterową 50 przenieść 50 mL zmineralizowanego roztworu I do kolby stożkowej 200 mL. Kontrolując wartość pH (pehametrem lub papierkiem wskaźnikowym pH-Fix 0–14) i stale mieszając (mieszadłem magnetycznym) dodać 5 mL **osadu ściekowego R4**. *Wartość pH nie może przy tym przekroczyć pH 1,5.* Następnie powoli tak długo dodawać **osad ściekowy R5**, aż roztwór osiągnie pH 4. W wielu przypadkach dochodzi do żółto-białego zmętnienia. Roztwór ten przesączyć przez lejek 80 mm Ø o sączku bibułowym MN 640 d, 15,0 cm Ø do drugiej kolby miarowej 100 mL. Przepłukać 2 porcjami à 20 mL wody destylowanej, wypełnić aż po znakowanie wodą destylowaną i wymieszać. Roztwór ten określany jest mianem **roztworu zmineralizowanego II**. Metale są oznaczane na podstawie zmineralizowanych roztworów I i II.

Oznaczenie	stosować jako roztwór próbny	Zakres pomiaru mg/kg TS (kuweta 50 mm)	Faktor	Długość fali
REF 91810 Ołów	1 mL roztworu zmineralizowanego I +50 mL wody destyl.	25–2500	1365.	520 nm
REF 91813 Kadm	20 mL roztworu zmineralizowanego II +30 mL wody destyl.	1–100	0063.	520 nm
REF 918253 Chrom	1 mL roztworu zmineralizowanego II	20–1800	1276.	540 nm
REF 91853 Miedź	2 mL roztworu zmineralizowanego II +18 mL wody destyl.	20–4000	1980.	585 nm
REF 91862 Nikiel	20 mL roztworu zmineralizowanego II (nastawić wartość ślepą jak roztwór próbny bez R4)	2–400	0232.	436 nm
REF 91895 Cynk	1 mL roztworu zmineralizowanego II +19 mL wody destyl.	80–6000	3560.	620 nm

Pomiar:

Fotometrami NANOCOLOR® zob. podręcznik.

Fotometr obcy:

Mnożniki analityczne dla każdego typu sprzętu skontrolować mierzeniem roztworów standardowych.

Usuwanie:

Zawartość kuwet oraz kolb pomiarowych można spuścić do kanalizacji spłukując dużą ilością wody.