

Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen

Teil 1: Allgemeine Regeln, Probenahme und Probenvorbereitung — Vorbereitung der Analysenprobe für die Bestimmung (Aufschlussverfahren)

DIN**22022-1**

ICS 75.160.10

Solid fuels — Determination of contents of trace elements —
Part 1: General rules, sampling and sample preparation —
Preparation of samples for the analyses (dissolution method)

Combustibles solides — Détermination des teneurs en oligo-
éléments —

Partie 1: Règles générales, prise d'échantillon et préparation
d'échantillon pour les analyses (la méthode de dissolution)

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss Rohstoffuntersuchungen im Normenausschuss Bergbau (FABERG) in Zusammenarbeit mit dem Arbeitsausschuss NMP 581/FABERG im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Der Anhang A ist informativ.

Die Reihe DIN 22022 „Feste Brennstoffe — Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen“ besteht aus:

- Teil 1: Allgemeine Regeln, Probenahme und Probenvorbereitung — Vorbereitung der Analysenprobe für die Bestimmung (Aufschlussverfahren)
- Teil 2: ICP-OES
- Teil 3: AAS-Flammentechnik
- Teil 4: Atomabsorptionsspektroskopie unter Anwendung der Hydrid- bzw. Kaltdampftechnik
- Teil 5: Atomabsorptionsspektroskopie unter Anwendung der Graphitrohrtechnik
- Teil 6: Auswertung und Angabe der Messergebnisse

Diese Norm ersetzt die Bergbau-Betriebsblätter BB 22022-1:1985-05 und BB 22022-2:1985-05.

Die folgenden Änderungen wurden vorgenommen:

- a) Probenahme sowie Probenvorbereitung und Aufschluss zu einem Teil zusammengefasst.
- b) druckloser Aufschluss gestrichen.
- c) Bestimmungsverfahren mit ICP-OES neu aufgenommen.

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuss Bergbau (FABERG) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

1 Anwendungsbereich

Diese Norm ist anwendbar auf die Bestimmung der Gehalte an den Spurenelementen

- | | |
|------------------|--------------------|
| – Antimon (Sb) | – Molybdän (Mo) |
| – Arsen (As) | – Nickel (Ni) |
| – Barium (Ba) | – Quecksilber (Hg) |
| – Beryllium (Be) | – Selen (Se) |
| – Blei (Pb) | – Strontium (Sr) |
| – Cadmium (Cd) | – Tellur (Te) |
| – Chrom (Cr) | – Thallium (Tl) |
| – Kobalt (Co) | – Vanadium (V) |
| – Kupfer (Cu) | – Zink (Zn) |
| – Mangan (Mn) | – Zinn (Sn) |

in folgenden Produkten:

- Steinkohle, Braunkohle, Koks, Klärschlamm, Biomassen,
- Erzeugnisse aus der Kohlenaufbereitung,
- Asche, Schlacke, Filterstaub und Reingasstaub von Kraftwerken.

In den oben genannten Produkten kommen Verbindungen dieser Elemente in der Regel nur in sehr geringen Konzentrationen vor. Nach den hier beschriebenen Verfahren werden die Gesamtgehalte der Elemente bestimmt, unabhängig von deren Bindungsformen und deren Löslichkeiten.

ANMERKUNG 1 Im Zusammenhang mit dem Umweltschutz nimmt die Kenntnis der Spurenelementgehalte der Einsatzkohlen, der Aschen, Schlacken, Filterstäube und Reingasstäube von Kraftwerken einen bedeutenden Platz ein.

ANMERKUNG 2 Übliche Verteilung der Massenanteile in Brennstoffen siehe Anhang A.

Diese Norm kann auch auf die Bestimmung weiterer Elemente und auf die Untersuchung anderer Produkte von kohlebefeuerten Anlagen angewendet werden (siehe dazu auch VGB-Handbuch Chemie im Kraftwerk, Band 2, Kapitel 4.4.1.1, 4.4.4 bis 4.4.6). DIN 22022-5 und DIN 22022-6 können sinngemäß angewendet werden.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 22022-2, *Feste Brennstoffe — Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen — Teil 2: ICP-OES.*

DIN 22022-3, *Feste Brennstoffe — Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen — Teil 3: AAS-Flammentechnik.*

DIN 22022-4, *Feste Brennstoffe — Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen — Teil 4: Atomabsorptionsspektroskopie unter Anwendung der Hydrid- bzw. Kaltdampftechnik.*

DIN 22022-5, *Feste Brennstoffe — Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen — Teil 5: Atomabsorptionsspektroskopie unter Anwendung der Graphitrohrtechnik.*

DIN 22022-6, *Feste Brennstoffe — Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen — Teil 6: Auswertung und Angabe der Messergebnisse.*

DIN 22014, *Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau — Rohkohlenprobe aus dem Fördergut eines Betriebspunktes — Entnahme und Untersuchungsschema.*

DIN 51009, *Optische Atomspektroskopie — Allgemeine Grundlagen und Begriffe.*

DIN 51061-2, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Probenahme, Keramische Rohstoffe und feuerfeste ungeformte Erzeugnisse.*

E DIN 51061-3, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Probenahme und Annahmekontrolle — Geformte feuerfeste Erzeugnisse.*

DIN 51078, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Probenvorbereitung für die Bestimmung der Massenänderung beim Trocknen und für die chemische Analyse.*

DIN 51401-1, *Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Begriffe.*

DIN 51701-2, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Durchführung der Probenahme.*

DIN 51701-3, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Durchführung der Probenvorbereitung.*

DIN 55350-14, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Begriffe der Probenahme.*

DIN EN 10025, *Warmgewalzte Erzeugnisse aus unlegierten Baustählen — Technische Lieferbedingungen (enthält Änderung A1:1993); Deutsche Fassung EN 10025:1990.*

VDI 2066 Blatt 1, *Messen von Partikeln — Staubmessungen in strömenden Gasen — Gravimetrische Bestimmung der Staubbeladung — Übersicht.*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Spuren

Unter Spuren versteht man allgemein Massenkonzentration von Elementen unter 0,01 %. Einige der in Abschnitt 1 angegebenen Elemente können in den genannten Produkten auch in höheren Massenkonzentrationen vorkommen.

3.2

Spurenelemente

Als Spurenelemente werden im Umweltschutz solche Elemente bezeichnet, die in sehr geringen Konzentrationen Wirkungen auf Organismen haben. Ein Teil dieser Elemente ist für viele Lebensvorgänge unentbehrlich.

3.3

Weitere Begriffe

Begriffe der Probenahme und Probenvorbereitung siehe DIN 51701-2, DIN 51701-3 und DIN 55350-14.

Begriffe der Atomemissionsspektrometrie (ICP-OES) siehe DIN 51009.

Begriffe der Atomabsorptionsspektrometrie siehe DIN 51401-1.

4 Allgemeine Regeln

Die in dieser Norm beschriebenen Verfahren beruhen auf der Anwendung verschiedener Techniken der Atomemissionsspektrometrie (ICP-OES) und der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) an Probenlösungen. Die Aufschlussverfahren zur Herstellung der Probenlösungen werden in dieser Norm beschrieben (siehe Abschnitt 6).

Die Empfindlichkeiten und die Nachweisgrenzen sind für die einzelnen Elemente unterschiedlich. Zur Beurteilung von Ergebnissen der Spurenelement-Bestimmung sind die angewendeten Verfahren der Probenahme, der Probenvorbereitung, des Aufschlusses und der Analyse anzugeben.