

Feste Brennstoffe
Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen
Teil 3: AAS-Flammentechnik

DIN
22022-3

ICS 75.160.10

Solid fuels — Determination of contents of trace elements —
Part 3: AAS-flame method

Combustibles solides — Détermination des teneurs en oligo-
éléments —
Partie 3: AAS-technique de flamme

Vorwort

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

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 das Bergbau-Betriebsblatt BB 22022-3:1985-05.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung von Massenkonzentrationen der Spurenelemente in Aufschlusslösungen von festen Brennstoffen und Verbrennungsrückständen nach DIN 22022-1 mittels Atomabsorptionsspektrometrie(AAS)-Flammentechnik.

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).

Fortsetzung Seite 2 bis 3

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

DIN 22022-1, *Feste Brennstoffe — Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen — Teil 1: Allgemeine Regeln, Probenahme und Probenvorbereitung — Vorbereitung der Analysenprobe für die Bestimmung (Aufschlussverfahren)*.

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

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die nach DIN 22022-1 erstellte Aufschlusslösung wird in die Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers gesprüht. Die Überführung der Elemente aus chemischen Verbindungen in den atomaren Grundzustand erfolgt bei der Flammentchnik durch thermische Dissoziation in einer Gasflamme. Die Gehalte der einzelnen Elemente werden durch Kalibrierung mit Elementstandards ermittelt.

4 Geräte

Geräte müssen den nationalen und internationalen Normen entsprechen.

4.1 Übliche Laborgeräte sowie

4.2 Atomabsorptionsspektrometer mit Untergrundkompensation, Hohlkathoden- bzw. elektrodenlose Entladungslampen

4.3 Gasversorgung (Luft, Ethin und Distickstoffmonoxid)

Bei Ethin ist ein Mindestdruck von 5 bar erforderlich.

5 Chemikalien

Es sind ausschließlich Reagenzien von bekannter analytischer Reinheit zu verwenden. Als Wasser ist stets bidestilliertes Wasser oder durch Ionenaustauschverfahren vollentsalztes Wasser (Deionat) zu verwenden. Lösungen ohne Angabe des Lösemittels sind wässrige Lösungen. Alle Chemikalien sollen mindestens den Reinheitsgrad „zur Analyse“ aufweisen.

5.1 Salpetersäure (HNO_3), $\rho = 1,40 \text{ g/ml}$, 65 % Massenanteil

5.2 Element-Bezugslösungen

Im Handel erhältliche Konzentrate werden gegebenenfalls unter Zusatz von Salpetersäure nach 5.1 aufgefüllt. Es können auch fertige Stammlösungen benutzt werden. Bei der Herstellung der Bezugslösungen müssen die zu erwartenden Element-Konzentrationen in den Messlösungen berücksichtigt werden.

6 Durchführung der Bestimmung

Die Glasgeräte sind vor Gebrauch mit warmer, verdünnter Salpetersäure zu reinigen und mit Wasser nachzuspülen.

6.1 Messung

Das Atomabsorptionsspektrometer wird nach den Vorschriften des Geräteherstellers betriebsbereit gemacht. Die Einstellung des Gerätenullpunktes wird mit der Nullwertlösung vorgenommen. Danach werden bei Anwendung des Kalibrierverfahrens die Kalibrier-, Blindwert- und Probenlösungen bzw. bei Anwendung des Additionsverfahrens die aufgestockten Proben- und Blindwertlösungen gemessen.

6.2 Orientierende Messung

Die einzelnen Elemente liegen in unterschiedlichen Konzentrationen vor. Die linearen Bereiche der Extinktionen in Abhängigkeit von den Konzentrationen sind außerdem für die verschiedenen Elemente