

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

**DIN**  
**22022-4**

ICS 75.160.10

Solid fuels — Determination of contents of trace elements —  
Part 4: Atomic absorption spectrometry applying the flame-  
less hydride system or the cold-vapour-method

Combustibles solides — Détermination des teneurs en oligo-  
éléments —  
Partie 4 : La spectroscopie d'absorption atomique en  
application de la technique des hydrures respectivement de  
la technique du vapeur froid

## 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 die Bergbau-Betriebsblätter BB 22022-5:1985-05 und BB 22022-6:1985-05.

Inhalt beider Bergbau-Betriebsblätter zu einer Norm zusammengefasst.

## 1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung von Massenkonzentrationen der Elemente Antimon, Arsen, Selen, Tellur und Quecksilber in Aufschlusslösungen von festen Brennstoffen oder Verbrennungsrückständen nach DIN 22022-1 mittels Atomabsorptionsspektroskopie unter Anwendung der Hydrid- bzw. Kaltdampftechnik.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

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

## 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 22022-1, *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*.

DIN 38405-23, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D) — Teil 23: Bestimmung von Selen mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (D 23)*.

## 3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Aus der nach DIN 22022-1 erstellten Aufschlusslösung werden die zu bestimmenden Spurenelemente mittels Hydrid- bzw. Kaltdampftechnik von der Probenmatrix abgetrennt. Zur Endbestimmung führt ein Inertgasstrom das Reaktionsprodukt in eine elektrisch beheizte Messküvette. Die Gehalte der einzelnen Elemente werden 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 elektrisch beheizte Messküvette

### 4.4 gerätespezifisches Reaktionssystem

### 4.5 Gasversorgung (Argon, Stickstoff)

## 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.

### 5.1 Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ ), $\rho = 1,40 \text{ g/ml}$ , 65 % Massenanteil

### 5.2 Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), $\rho = 1,83 \text{ g/ml}$ , 95 % Massenanteil

### 5.3 Salzsäure ( $\text{HCl}$ ), $\rho = 1,15 \text{ g/ml}$ , 30 % Massenanteil

### 5.4 Natriumtetrahydroboratlösung

1 g Natriumhydroxid in etwa 20 ml Wasser lösen. 3 g Natriumtetrahydroborat ( $\text{NaBH}_4$ ) zusetzen. Mit Wasser auf 100 ml auffüllen. Die Lösung muss täglich frisch angesetzt und vor Gebrauch filtriert werden. Für