

Feste Brennstoffe

Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen
Teil 6: Auswertung und Angabe der Messergebnisse**DIN**
22022-6

ICS 75.160.10

Testing of solid fuels – Determination of trace elements –

Part 6: Evaluation and declaration of results

Combustibles solides – Détermination des teneurs en oligo-éléments –

Partie 6: Evaluation et déclaration des résultats

Vorwort

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

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 22022-7:1985-05.

Gegenüber BB 22022-7:1985-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) redaktionelle Überarbeitung unter Beachtung der in der Zwischenzeit herausgegebenen Grundnormen;
- b) Aufnahme von Präzisionsdaten.

Anhang A ist informativ.

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 legt die Auswertung der Messergebnisse fest, die unter Anwendung der Verfahren nach DIN 22022-2 bis DIN 22022-5 erhalten worden sind.

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 1333, *Zahlenangaben*.

DIN 22022-1, *Feste Brennstoffe – Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen – Teil 1: Vorbereitung der Analysenprobe für die Bestimmung (Aufschlussverfahren)*.

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 32633, *Chemische Analytik – Verfahren der Standardaddition – Verfahren, Auswertung*.

DIN 51700, *Prüfung fester Brennstoffe – Allgemeines und Übersicht über Prüfverfahren*.

DIN 51718, *Prüfung fester Brennstoffe – Bestimmung des Wassergehaltes und der Analysenfeuchtigkeit*.

3 Allgemeine Anforderungen

Die Auswertung kann nach dem Standardkalibrierverfahren oder dem Standardadditionsverfahren vorgenommen werden. Die Auswertung nach dem Standardkalibrierverfahren ist nur zulässig, wenn die Kalibrierlösungen, soweit zur Korrektur von Matrixeinflüssen erforderlich, an die Messlösungen angepasst werden können. Bei Fortbestehen der Matrixstörungen sowie zur Korrektur proportional-systematischer Abweichungen ist das Standardadditionsverfahren anzuwenden. Additiv-systematische Abweichungen können auch mit dem Additionsverfahren nicht korrigiert werden.

4 Auswertung nach dem Standardkalibrierverfahren

4.1 Erstellen der Bezugsfunktion (Kalibrierfunktion)

Die Bezugslösungen können aus den im Handel verfügbaren Stammlösungen erstellt werden; die Stammlösungen können auch durch das Lösen von Reinsubstanzen erhalten werden. Die Stammlösungen sind in geeigneten Kunststoffgebinden mehrere Monate haltbar.

Die Bezugslösungen werden durch Verdünnen der Stammlösungen erstellt und durch Zugabe von Aufschlussmittel und Matrixbestandteilen an die Zusammensetzung der Analysenlösung angeglichen, bei Bedarf sind Isoformierungsmittel zuzugeben. Die Gehalte des Analyten in den Bezugslösungen müssen den zu erwartenden Messbereich der Proben abdecken. Die Bezugslösungen sind nur wenige Tage verwendungsfähig.

- Eine Blindwertbestimmung parallel zu der Bestimmung durchführen.
- Reagenzien und Probenvorbehandlungsschritte (einschließlich Aufschluss) wie bei der Bestimmung einsetzen; an Stelle der Analysenprobe jedoch nur jeweils mit Wasser auffüllen.
- Gerät nach Herstellerangaben betreiben und Geräteparameter optimieren.
- Blindwertlösungen und mindestens fünf Bezugslösungen in der Reihenfolge steigender Gehalte messen.

4.2 Auswertung der Bezugsfunktion

Die Auswertung der Bezugsfunktion sollte rechnerisch vorgenommen werden. In dieser Norm wird vorausgesetzt, dass die Bezugsfunktion linear ist. Die Bezugsfunktion ist – zumindest im Rahmen der Methodenentwicklungen – zu überprüfen:

- auf Linearität,
- auf Homogenität der Varianz,
- hinsichtlich der Verfahrenskenngröße,
- auf Zulässigkeit des Arbeitsbereichs in Bezug auf die Bestimmungsgrenze.

4.3 Berechnen der Gehalte in den Analysenproben

Die Messlösungen werden unter denselben Bedingungen gemessen wie die Bezugslösungen.

Die Berechnung der Gehalte erfolgt nach den Gleichungen (1) und (2).

$$\beta(E) = \frac{V_m \times (A_s - A_{so})}{V_p \times b} \quad (1)$$

$$w(E_{wf}) = \frac{\beta(E)}{c_p} \times 10^3 \times \frac{100}{100 - W_{an}} \quad (2)$$

Dabei ist:

- $\beta(E)$ Konzentration des Elements in der Aufschlusslösung, in Mikrogramm je Milliliter;
 A_s Extinktion der Analysenprobe;
 A_{so} Extinktion der Blindwertlösung;
 V_p Volumen der Aufschlusslösung zur Erstellung der Messlösung, in Milliliter;
 V_m Volumen der Messlösung, in Milliliter;
 b Steigung der Bezugsgeraden; Extinktion, in Milliliter je Mikrogramm;
 $w(E_{wf})$ Gehalt des Elements in der Analysenprobe als Massenanteil, in Milligramm je Kilogramm (wf);
 c_p Konzentration der Aufschlusslösung an Analysenprobe, in Milligramm je Milliliter;
 W_{an} Wassergehalt der Analysenprobe nach DIN 51718, in Prozent.

Die Elementgehalte werden auf den wasserfreien Zustand bezogen.

5 Auswertung nach dem Standardadditionsverfahren

5.1 Orientierende Messung

Die Anwendung des Verfahrens setzt voraus, dass die Konzentration im linearen Bereich der Auswertefunktion liegt. Die Aufschlusslösungen müssen gegebenenfalls soweit verdünnt werden, dass diese Forderung erfüllt ist.

Für die Herstellung der Messlösungen nach diesem Auswerteverfahren wird die Verdünnung gewählt, die nach dem Halbieren der Konzentration eine Halbierung der Extinktion zur Folge hat.

Bei mehreren Aufschlüssen von Teilmengen einer Analysenprobe ist es innerhalb einer Messserie zulässig, den linearen Bereich nur an einer Aufschlusslösung zu ermitteln.

5.2 Herstellen der Messlösungen

Von der Aufschlusslösung ein ausreichendes Volumen entsprechend den Ergebnissen der orientierenden Messung verdünnen. Davon gleiche Volumen in drei Kunststoffbecher geben. Nach Bild 1 auffüllen. Nach der Zugabe Becherinhalte mischen.

Die Portionen an zugegebenen Analyten richten sich nach dem bei der orientierenden Messung ermittelten Linearitätsbereich. Nach der zweiten Addition darf der festgestellte Linearitätsbereich nicht überschritten werden.

Eine Blindwertbestimmung parallel zu der Bestimmung durchführen.

Reagenzien und Probenvorbehandlungsschritte (einschließlich Aufschluss) wie bei der Bestimmung einsetzen; an Stelle der Analysenprobe jedoch nur jeweils mit Wasser auffüllen.

Messungen durchführen.