

DIN 22022-7

DIN

ICS 75.160.10

**Feste Brennstoffe –
Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen –
Teil 7: ICP-MS**

Solid fuels –
Determination of contents of trace elements –
Part 7: ICP-MS

Combustibles solides –
Dosage des éléments traces –
Partie 7: ICP-MS

Gesamtumfang 12 Seiten

Normenausschuss Bergbau (FABERG) im DIN
Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 008-12-02 AA „Prüfung fester Brennstoffe“ im Normenausschuss Bergbau (FABERG) ausgearbeitet.

Der Anhang A ist informativ.

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*
- *Teil 7: ICP-MS*

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung von Massenkonzentrationen der Spurenelemente in Aufschlusslösungen von festen Brennstoffen und festen Verbrennungsrückständen nach DIN 22022-1 mittels massenspektrometrischer Bestimmung mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller 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)*

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

DIN EN ISO 17294-2, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen*

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die nach DIN 22022-1 erstellte Aufschlusslösung wird in das induktiv gekoppelte Plasma überführt. Das induktiv gekoppelte Plasma ist ein im Hochfrequenzfeld ionisiertes Gas, das als Atomisierungs- und Anregungsmedium für die eingesprühte, flüssige oder gelöste Probe dient. Zur Detektion wird ein angeschlossenes Massenspektrometer verwendet. Die Gehalte der einzelnen Elemente werden durch Kalibrierung mit Elementstandards ermittelt.

4 Geräte

4.1 Übliche Laborgeräte sowie zusätzlich

4.2 ICP-Massenspektrometer mit Massenfluss-Regler und Zerstäubersystem

Die zur Durchführung der Bestimmungen erforderlichen Spezifikationen sind DIN EN ISO 17294-2 zu entnehmen.

5 Chemikalien

5.1 Allgemeines

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.

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

5.3 Argon, mindestens 99,99% Volumenanteil

5.4 Gase für nachgeschaltete Reaktionszellen (optional)

ANMERKUNG Andere als die nachfolgend aufgeführten Gase sind ebenfalls einsetzbar.

5.4.1 Methan, mindestens 99,995% Volumenanteil

5.4.2 Sauerstoff, mindestens 99,995% Volumenanteil

5.4.3 Helium, mindestens 99,995% Volumenanteil (optional)

5.4.4 Wasserstoff, mindestens 99,995% Volumenanteil

5.5 Element-Bezugslösungen

Im Handel erhältliche Konzentrate werden gegebenenfalls unter Zusatz von Salpetersäure nach 5.2 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

6.1 Allgemeines

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

6.2 Messung

Das Massenspektrometer wird nach den Vorschriften des Geräteherstellers betriebsbereit gemacht. Die Messung der Aufschlusslösung erfolgt mittels ICP-MS durch Kalibrierung mit Elementstandards.

6.3 Kalibrierung

Die für die Kalibrierung erforderlichen Konzentrationen der Multielementstandards müssen den Verhältnissen in der Aufschlusslösung entsprechen. Eine Matrixanpassung ist durchzuführen. Eine Mehrpunktkalibrierung ist empfehlenswert. Die üblicherweise vorliegende Stabilität der Kalibrierfunktion ist spätestens nach jeder zehnten Messung oder Probe durch Überprüfung mit mindestens einer Kontrolllösung zu bestätigen.

7 Auswertung

Die Auswertung und die Angabe der Ergebnisse erfolgt nach DIN 22022-6.

8 Verfahrenskenndaten (Präzision des Verfahrens)

Bei einem Ringversuch, durchgeführt im Frühjahr 2012, wurden die Verfahrenskenndaten von 7 Laboratorien ermittelt; sie sind in Tabelle 1 dargestellt. Eine ausführliche Darstellung der Ringversuchsdaten ist in Anhang A zu finden.

ANMERKUNG Im vorliegenden Teil (DIN 22022-7) wird die Wiederhol- und Vergleichstandardabweichung angegeben. Im Teil 6 (DIN 22022-6) stehen im Abschnitt 7 (Verfahrenskenndaten) Wiederhol- und Vergleichgrenze. Diese ergeben sich aus den mit dem Faktor 2,8 multiplizierten Standardabweichungen. Da es sich um Spurenanalytik handelt, ist diese Multiplikation zur Erzielung einer höheren statistischen Sicherheit nach Auffassung des Arbeitsausschusses NA 008-12-02 AA „Prüfung fester Brennstoffe“ nicht erforderlich und wurde daher nicht durchgeführt.