

DIN 51729-10

ICS 75.160.10

Ersatz für
DIN 51729-10:1996-05**Prüfung fester Brennstoffe –
Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Brennstoffasche –
Teil 10: Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)**

Testing of solid fuels –
Determination of chemical composition of fuel ash –
Part 10: X-Ray Fluorescence Analysis

Essai des combustibles solides –
Détermination de la composition chimique des cendres de combustibles –
Partie 10: Analyse par fluorescence X

Gesamtumfang 11 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.

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

DIN 51729 Prüfung fester Brennstoffe — Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Brennstoffasche besteht aus:

- *Teil 8: Gehalt an Natrium- und Kaliumoxid (Na_2O , K_2O)*
- *Teil 10: Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)*
- *Teil 11: Atomemissionsspektrometrische Bestimmung mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES)*

Änderungen

Gegenüber DIN 51729-10:1996-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Terminologie an DIN 51001 angepasst;
- b) Normbezeichnung aufgenommen;
- c) Verfahrenskennndaten aus Ringversuchsergebnissen abgeleitet und neu aufgenommen;
- d) redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51729-10: 1996-05

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Gehalte von Aluminium, Barium, Calcium, Eisen, Kalium, Magnesium, Mangan, Natrium, Phosphor, Schwefel, Silizium, Strontium und Titan mittels Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) in Aschen von Steinkohle, Steinkohlenkoks und Braunkohle fest.

Dieses Verfahren ist auch geeignet zur Untersuchung anderer Stoffe, z. B.

- anorganischer Rückstände fester Brennstoffe, die bei technologischen Prozessen anfallen, wie Schlacken, Kesselasche, Flugasche;
- Aschen von Ersatzbrennstoffen, z. B. Klärschlämmen, Tiermehl und heizwertreichen Fraktionen aus Sortieranlagen;
- sowie anderer oxidischer und silicatischer Stoffe.

In diesen Fällen ist es gegebenenfalls erforderlich, die Probenherstellung und die Auswahl der Kalibrierproben zu modifizieren.

ANMERKUNG Die im Abschnitt 8 angeführten Verfahrenskenndaten gelten nur für Aschen von Steinkohle, Steinkohlenkoks und Braunkohle. Sie gelten nicht für die Anwendung des Verfahrens auf die o. g. anderen Stoffe. In diesem Fall können veränderte Verfahrenskenndaten auftreten.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 1319-3, *Grundlagen der Messtechnik — Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Messgröße, Messunsicherheit*

DIN 51418-2, *Röntgenspektralanalyse — Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) — Teil 2: Begriffe und Grundlagen zur Messung, Kalibrierung und Auswertung*

DIN 51719, *Prüfung fester Brennstoffe — Bestimmung des Aschegehaltes*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

3 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach dieser Norm zur Bestimmung der Zusammensetzung von Brennstoffasche mit Hilfe der Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) von Steinkohle, Steinkohlenkoks und Braunkohle:

Verfahren DIN 51729 – 10 – RFA

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

- Herstellen der Brennstoffasche nach DIN 51719;
- Schmelzaufschluss der Asche und Herstellen einer Schmelzprobe mit einer planen Fläche;
ANMERKUNG Bei pulverförmigen Proben, die bezüglich ihrer chemischen Zusammensetzung und Korngrößenzusammensetzung inhomogen sind, ist bei direkter Messung von geschüttetem oder gepresstem Material mit Korngrößeneinflüssen und mineralogischen Effekten zu rechnen. Durch Schmelzen der Proben mit geeigneten Schmelzmitteln werden homogene Gläser erhalten, in denen die genannten Störungen ausgeschaltet sind. Störungen durch unterschiedliche Zusammensetzung verschiedener Proben (unterschiedliche Absorption bzw. Sekundäranregung) sind in Schmelzproben durch die Verdünnung mit dem Schmelzmittel reduziert.
- Messen der Intensität je einer charakteristischen Röntgenlinie der Elemente in der Schmelztablette;
- Ermitteln der Massenanteile der einzelnen Elemente aus den gemessenen Intensitäten über Auswertefunktionen.

5 Geräte

Übliches Laborgerät sowie zusätzlich:

- Röntgenfluoreszenzspektrometer mit evakuierbarem Strahlengang oder Heliumspülung, das in der Lage ist, die Linien der Elemente Aluminium, Barium, Calcium, Eisen, Kalium, Magnesium, Mangan, Natrium, Phosphor, Schwefel, Silizium, Strontium und Titan nebeneinander zu erfassen, auch wenn einzelne Konzentrationen sehr klein sind. Diese Anforderungen werden insbesondere von wellenlängen-dispersiven Systemen erfüllt, können aber auch von optimierten energiedispersiven Systemen erreicht werden;
- Schmelzapparatur mit Gas-Brenner oder mit induktiver Heizung oder Muffelofen für Temperaturen von mindestens 1 150 °C;
- Aufschmelztiegel, z. B. aus Platin/Gold 95/5, passend zur jeweiligen Schmelzapparatur;
- Ausgießschalen (Kokillen), z. B. aus Platin/Gold 95/5, für die Herstellung der Schmelzproben;
- Analysenwaage mit einer Ablesbarkeit auf 0,1 mg;
- Mikrowaage mit einer Ablesbarkeit auf 1 µg für die Herstellung von Kalibrierproben aus Reinsubstanzen.

6 Reagenzien

- di-Lithiumtetraborat und Lithiummetaborat für die Röntgenfluoreszenzanalyse in geeignetem Mischungsverhältnis, z. B. 50/50;
- NH_4I oder LiBr zur Analyse;
- NH_4NO_3 oder LiNO_3 zur Analyse;
- Referenzmaterial;
- Reinsubstanzen.

ANMERKUNG Die von den Chemikalienherstellern speziell für die Röntgenfluoreszenzanalyse angebotenen Schmelzmittel sind unbezeichneten Boraten vorzuziehen, weil sie hohe Reinheit, hohes Schüttgewicht und eine geringe Wasseraufnahme aufweisen. Zum Entfernen der Restfeuchte können die Borate 24 h bei 500 °C getrocknet werden.

Bei Verwendung von Reinsubstanzen mit definierter Zusammensetzung zur Herstellung synthetischer Kalibrierproben muss für jede Substanz eine angepasste Vorbehandlung erfolgen. Reinsubstanzen enthalten zum Teil nichtmetallische Verunreinigungen wie Wasser und Carbonat. Diese müssen zum Zeitpunkt der Einwaage ermittelt und berücksichtigt werden (siehe [1]).