

DIN EN 15411

ICS 75.160.10

Ersatz für
DIN CEN/TS 15411:2006-12

**Feste Sekundärbrennstoffe –
Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes an Spurenelementen (As, Ba,
Be, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V und Zn);
Deutsche Fassung EN 15411:2011**

Solid recovered fuels –

Methods for the determination of the content of trace elements (As, Ba, Be, Cd, Co, Cr,
Cu, Hg, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V and Zn);

German version EN 15411:2011

Combustibles solides de récupération –

Méthodes de détermination de la teneur en éléments à l'état de traces (As, Ba, Be, Cd,
Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V et Zn);

Version allemande EN 15411:2011

Gesamtumfang 27 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Das Dokument (EN 15411:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 343 „Feste Sekundärbrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SFS (Finnland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-83 AA „Sekundärbrennstoffe“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696
ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 15411:2006-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Verfahren B und C als informativ deklariert;
- b) informative Anhänge B und C mit Präzisionswerten bzw. Angaben zur Prüfung auf Robustheit aufgenommen;
- c) normative Verweisungen und Literaturhinweise aktualisiert;
- d) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 15411: 2006-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

**Feste Sekundärbrennstoffe —
Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes an Spurelementen
(As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Mn, Ni, Pb,
Sb, Se, Ti, V und Zn)**

Solid recovered fuels —
Methods for the determination of the content of trace
elements (As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Mn, Ni, Pb,
Sb, Se, Ti, V and Zn)

Combustibles solides de récupération —
Méthodes de détermination de la teneur en éléments à
l'état de traces (As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Mn,
Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V et Zn)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 15. Juli 2011 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	6
4 Bemerkungen zur Sicherheit	6
5 Kurzbeschreibung	6
6 Prüfeinrichtung	6
7 Reagenzien	7
8 Durchführung	8
8.1 Probenkonservierung und -vorbehandlung.....	8
8.2 Probenvorbereitung.....	8
9 Aufschlussverfahren	8
9.1 Verfahren A.....	8
9.2 Verfahren B (informativ).....	8
9.3 Verfahren C (informativ).....	9
10 Analyse der Aufschlusslösungen	9
10.1 Vorbereitung der Lösungen für die Analyse.....	9
10.2 Analysenschritt.....	9
11 Auswertung	9
12 Qualitätskontrolle	10
13 Leistungsmerkmale	10
14 Prüfbericht.....	10
Anhang A (normativ) Leitlinien — Merkmale der Laboratoriumsprobe für die chemische Analyse von SRF	11
Anhang B (informativ) Leistungsdaten	12
Anhang C (informativ) Wesentliche Ergebnisse der Prüfung auf Robustheit	21
Literaturhinweise	25

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15411:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 343 „Feste Sekundär-brennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SFS gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2012, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2012 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 15411:2006.

Dieses Dokument unterscheidet sich von CEN/TS 15411:2006 nur redaktionell.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Die exakte Bestimmung des Gehaltes an Spurenelementen in festen Sekundärbrennstoffen (en: solid recovered fuel, SRF) ist aus umweltbezogenen und technischen Gründen sowohl in der Produktions- als auch der Verbrennungsstufe wichtig. Nach dem Aufschluss der festen Sekundärbrennstoffe unter Anwendung verschiedener Verfahren kann für die quantitative Bestimmung des Gehaltes an Spurenelementen eine Anzahl von Analysenverfahren angewendet werden. Dazu gehören die optische Emissionsspektrometrie oder die Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma, die Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie und, falls verfügbar, bestimmte spezielle Verfahren (z. B. für Quecksilber).

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt drei Aufschlussverfahren für feste Sekundärbrennstoffe fest:

- a) Mikrowellenaufschluss mit einem Gemisch aus Fluorwasserstoffsäure, Salpetersäure und Salzsäure;
- b) Aufschluss im Warmwasserbad mit einem Gemisch aus Fluorwasserstoffsäure, Salpetersäure und Salzsäure nach der Veraschung der SRF-Probe;
- c) Aufschluss im Ofen mit einem Gemisch aus Salpetersäure, Perchlorsäure und Fluorwasserstoffsäure.

Die instrumentelle Bestimmung von As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V und Zn erfolgt durch optische Emissionsspektrometrie oder Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma oder Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie. Hg kann nur nach einem Mikrowellenaufschluss oder, alternativ, mit einem direkten Analysenverfahren (direkte Bestimmung von Hg — AMA) analysiert werden.

Die Wirksamkeit des Aufschlusses kann durch qualitative Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) an dem verbliebenen Rückstand verifiziert werden. Falls notwendig, wird ein alternatives Aufschlussverfahren (eines von den vorgeschlagenen) eingesetzt.

Verfahren a) wird für die allgemeine Anwendung empfohlen, jedoch kann der Umfang der Prüfmenge im Fall einer hohen Konzentration von organischen Substanzen sehr gering sein.

Verfahren b) wird für feste Sekundärbrennstoffe (en: solid recovered fuel, SRF) mit einer hohen Konzentration von organischen Substanzen empfohlen, die mit anderen Verfahren möglicherweise schwer aufzuschließen sind. Dieses Verfahren ist nicht für Quecksilber geeignet.

Verfahren c) wird für Proben von festen Sekundärbrennstoffen (SRF) empfohlen, bei denen nach den anderen Verfahren ein signifikanter unlöslicher Rückstand verbleibt.

Alternative Aufschlussverfahren können angewendet werden, wenn deren Leistungsverhalten nachweislich mit dem Leistungsverhalten der in a) bis c) angeführten Verfahren vergleichbar ist (siehe Anhang C).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieser Europäischen Norm 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).

EN 13656, *Charakterisierung von Abfällen — Aufschluss mittels Mikrowellengerät mit einem Gemisch aus Fluorwasserstoffsäure (HF), Salpetersäure (HNO₃) und Salzsäure (HCl) für die anschließende Bestimmung der Elemente im Abfall*

EN 15357:2011, *Feste Sekundärbrennstoffe — Terminologie, Definitionen und Beschreibungen*

EN 15403, *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung des Aschegehaltes*

EN 15413, *Feste Sekundärbrennstoffe — Verfahren zur Herstellung der Versuchsprobe aus der Laboratoriumsprobe*

EN 15414-3, *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung des Wassergehaltes unter Verwendung des Verfahrens der Ofentrocknung — Teil 3: Wassergehalt in gewöhnlichen Analysenproben*

EN ISO 3696:1995, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 15357:2011 und die folgenden Begriffe.

3.1

Aufschluss

Mineralisierung der organischen Substanz einer Probe und Auflösen deren mineralischen Anteils, mehr oder weniger vollständig, bei der Reaktion mit einer Reagenzmischung

3.2

Mikrowelleneinheit

gesamtes Mikrowellen-Aufschlusssystem (Mikrowellengerät und zugehörige Ausrüstung)

4 Bemerkungen zur Sicherheit

Zur Sicherheit beim Umgang mit potenziell gefährlichen Stoffen gibt es relevante nationale und europäische Bestimmungen, auf die jedes Laboratorium Bezug nehmen sollte.

Zusätzlich werden folgende Informationen gegeben:

- die Mikrowelleneinrichtung darf nur von geschultem Personal nach der Bedienungsanleitung des Herstellers verwendet werden;
- die meisten der in dieser Europäischen Norm verwendeten Reagenzien sind stark korrodierend und toxisch. Aufgrund von stark korrodierend wirkenden Reagenzien, hoher Temperatur und hohem Druck sind Sicherheitsvorkehrungen unbedingt notwendig;
- sämtliche Verfahren sind in einem Abzug oder in einer geschlossenen Einrichtung mit Zwangslüftung durchzuführen. Durch die Verwendung von stark oxidierenden Reagenzien ist die Bildung von explosiven organischen Zwischenprodukten möglich, besonders beim Umgang mit Proben, die einen hohen Gehalt an organischen Substanzen aufweisen. Mit Druck beaufschlagte Gefäße dürfen nicht geöffnet werden, bevor sie nicht abgekühlt sind. Der Kontakt mit den Chemikalien und den gasförmigen Reaktionsprodukten ist zu vermeiden.

5 Kurzbeschreibung

Die Prüfmenge wird nach einem der vorgeschlagenen Verfahren mit einem geeigneten Säuregemisch aufgeschlossen. Die aufgeschlossene Probe wird anschließend mit dem geeignetsten spektrometrischen Verfahren, wie z. B. Atomabsorptions- oder Atomemissionsspektrometrie, analysiert.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Mikrowelleneinheit

Ausgelegt für Laborzwecke und vorzugsweise mit einer Temperaturregelung ausgestattet.

6.2 Widerstandsbeheizter Ofen

Widerstandsbeheizter Ofen oder Heizblock, der bei einer Temperatur von mindestens 220 °C und Fehlergrenzen von ± 10 °C angewendet werden kann.

6.3 Aufschlussgefäße

Die in der Mikrowelleneinheit verwendeten Gefäße müssen mit einem Überdruckventil oder einer anderen technischen Einrichtung ausgestattet sein, das/die das Bersten der Gefäße bei plötzlich auftretendem Überdruck verhindert. Der Werkstoff der Gefäße muss inert in Bezug auf die für den Aufschluss verwendeten Säuren sein. Das Aufschlussgefäß muss einem Druck von mindestens 8 bar standhalten. Wenn die Menge an organischem Kohlenstoff 100 mg überschreitet, ist sicherzustellen, dass das Aufschlussgefäß höheren Drücken standhalten kann.

6.4 Induktiv gekoppeltes Plasma

Handelsübliche Ausrüstung mit optischem oder massenspektrometrischem Detektor (ICP-OES, ICP-MS).

6.5 Atomabsorptionsspektrometer

Handelsübliche Ausrüstung, ausgestattet mit Graphitrohrföfen oder Hydrid-Erzeugungssystem oder Kaltdampfsystem (GF-AAS, HG-AAS, CV-AAS).

6.6 Röntgenfluoreszenzspektrometer

Energie- oder wellenlängendispersives System, das für die qualitative Analyse der in dieser Europäischen Norm aufgeführten Elemente (mit Ausnahme von Beryllium) geeignet ist.

6.7 Waagen

Analysenwaage mit einer Auflösung von $\pm 0,1$ mg.

6.8 Allgemeine Ausrüstung

Übliche Laborausrüstung, einschließlich Messkolben und Messpipetten mit angemessenem Nennvolumen.

Filtriereinrichtung von entsprechender chemischer Beständigkeit und Reinheit oder Zentrifuge.

Wenn freie Fluorwasserstoffsäure vorhanden ist, dürfen keine Glasgeräte verwendet werden.

Die beim Aufschlussverfahren verwendeten Glasgeräte sollten sorgfältig vorgereinigt werden, z. B. mit 10%iger Salpetersäure-Lösung.

7 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen mindestens analysenrein und für ihren speziellen Zweck geeignet sein. Weitere spezielle Reagenzien sind in den im Abschnitt 2 angegebenen Referenzverfahren für den Aufschluss oder die instrumentelle Bestimmung aufgeführt und beschrieben.

ANMERKUNG Die für die Herstellung von Standards und die Aufbereitung von Proben verwendeten Säuren sind von hoher Reinheit. Redestillierte Säuren sind aufgrund der hohen Empfindlichkeit von ICP-MS zu empfehlen. Salpetersäure von weniger als 2 % (Volumenanteil) wird für ICP-MS empfohlen, um eine Beschädigung des Interfaces und isobare Störungen durch Molekülionen mit den Analyten auf ein Mindestmaß zu verringern. Viele weitere Störungen durch Molekülionen werden beobachtet, wenn Salz- und Schwefelsäure verwendet werden.

7.1 Wasser der Qualität 1 nach EN ISO 3696:1995.

7.2 Salpetersäure (HNO_3), Massenanteil 65 %, $\rho = 1,40$ g/ml.

7.3 Fluorwasserstoffsäure (HF), Massenanteil 40 %, $\rho = 1,14$ g/ml.

7.4 Perchlorsäure (HClO_4), Massenanteil 70 %, $\rho = 1,62$ g/ml.

7.5 Salzsäure (HCl), Massenanteil 65 %, $\rho = 1,40$ g/ml.