

**DIN EN 16171**

ICS 13.030.01; 13.080.10

Ersatz für  
DIN CEN/TS 16171  
(DIN SPEC 91256):2013-03

**Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden –  
Bestimmung von Elementen mittels Massenspektrometrie mit induktiv  
gekoppeltem Plasma (ICP-MS);  
Deutsche Fassung EN 16171:2016**

Sludge, treated biowaste and soil –  
Determination of elements using inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS);  
German version EN 16171:2016

Boues, bio-déchets traités et sols –  
Détermination des éléments en traces par spectrométrie de masse avec plasma induit par  
haute fréquence (ICP-MS);  
Version allemande EN 16171:2016

Gesamtumfang 26 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

## **Nationales Vorwort**

Dieses Dokument (EN 16171:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird.

Dieses Dokument wurde vom Arbeitskreis NA 119-01-02-02-04 AK „Elementanalytik“ des Unterausschusses NA 119-01-02-02 UA „Chemische und physikalische Verfahren“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

### **Änderungen**

Gegenüber DIN CEN/TS 16171 (DIN SPEC 91256):2013-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision aus einem europäischen Ringversuch hinzugefügt (siehe Anhang A);
- b) redaktionelle Änderungen vorgenommen.

### **Frühere Ausgaben**

DIN CEN/TS 16171 (DIN SPEC 91256): 2013-03

Deutsche Fassung

Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden —  
Bestimmung von Elementen mittels Massenspektrometrie  
mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)

Sludge, treated biowaste and soil —  
Determination of elements using inductively coupled  
plasma mass spectrometry (ICP-MS)

Boues, bio-déchets traités et sols —  
Détermination des éléments en traces par  
spectrométrie de masse avec plasma induit par haute  
fréquence (ICP-MS)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 19. März 2016 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, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, 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, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

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

## Inhalt

|                                                                                                            | Seite |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                                                 | 3     |
| Einleitung .....                                                                                           | 4     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                  | 5     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                             | 5     |
| 3 Grundlage des Verfahrens .....                                                                           | 6     |
| 4 Interferenzen .....                                                                                      | 6     |
| 4.1 Allgemeines .....                                                                                      | 6     |
| 4.2 Spektrale Interferenzen .....                                                                          | 6     |
| 4.2.1 Isobare elementare Interferenzen .....                                                               | 6     |
| 4.2.2 Isobare molekulare Interferenzen und Interferenzen durch doppelt geladene Ionen .....                | 6     |
| 4.2.3 Nicht-spektrale Interferenzen .....                                                                  | 7     |
| 5 Reagenzien .....                                                                                         | 7     |
| 6 Geräte .....                                                                                             | 10    |
| 7 Durchführung .....                                                                                       | 11    |
| 7.1 Untersuchungslösung .....                                                                              | 11    |
| 7.2 Prüflösung .....                                                                                       | 11    |
| 7.3 Geräteeinstellungen .....                                                                              | 11    |
| 7.4 Kalibrierung .....                                                                                     | 12    |
| 7.4.1 Lineare Kalibrierfunktion .....                                                                      | 12    |
| 7.4.2 Kalibrierung durch Standardaddition .....                                                            | 12    |
| 7.4.3 Bestimmung der Korrekturfaktoren .....                                                               | 13    |
| 7.4.4 Veränderliches Isotopenverhältnis .....                                                              | 13    |
| 7.5 Messung der Probe .....                                                                                | 13    |
| 8 Berechnung .....                                                                                         | 14    |
| 9 Angabe der Ergebnisse .....                                                                              | 14    |
| 10 Leistungsmerkmale .....                                                                                 | 14    |
| 10.1 Blindwert .....                                                                                       | 14    |
| 10.2 Prüfung der Kalibrierung .....                                                                        | 14    |
| 10.3 Prüfung der Zählrate des internen Standards .....                                                     | 15    |
| 10.4 Interferenz .....                                                                                     | 15    |
| 10.5 Wiederfindung .....                                                                                   | 15    |
| 10.6 Verfahrenskennndaten .....                                                                            | 15    |
| 11 Analysenbericht .....                                                                                   | 16    |
| Anhang A (informativ) Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision .....                    | 17    |
| Anhang B (informativ) Ausgewählte Isotope und spektrale Interferenzen für<br>Quadrupol-ICP-MS-Geräte ..... | 23    |
| Literaturhinweise .....                                                                                    | 24    |

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 16171:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 2017, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2017 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente 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 16171:2012.

Die Erarbeitung der letzten Ausgabe dieses Analysenverfahrens durch CEN erfolgt auf der Grundlage eines Mandats (Mandat M/330) der Europäischen Kommission, das die Erstellung von Normen zur Probenahme und zu analytischen Verfahren für hygienische und biologische sowie für anorganische und organische Parameter umfasst, mit dem Ziel, diese Normen für Schlamm, behandelten Bioabfall und Boden anwendbar zu machen, soweit dies technisch umsetzbar ist.

Dieses Dokument enthält die folgenden technischen Änderungen im Vergleich mit der vorherigen Ausgabe:

- Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision aus einem europäischen Ringversuch, organisiert von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, BAM, im Jahr 2013, wurden hinzugefügt (siehe Anhang A).

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, 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, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

## Einleitung

Diese Europäische Norm ist für verschiedene Arten von Matrizes, wie in Tabelle 1 angegeben, anwendbar und validiert (siehe Anhang A für die Ergebnisse der Validierung).

**Tabelle 1 — Matrizes, für die diese Europäische Norm anwendbar und validiert ist**

| Matrix    | für die Validierung verwendete Materialien |
|-----------|--------------------------------------------|
| Schlamm   | Kommunaler Klärschlamm                     |
| Bioabfall | Kompost                                    |
| Boden     | Boden                                      |

**WARNUNG** — Anwender dieser Europäischen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Europäische Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitsgebers, angemessene Sicherheits- und Gesundheitsschutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

**WICHTIG** — Es ist unbedingt notwendig, dass Untersuchungen nach dieser Europäischen Norm von entsprechend ausgebildetem Personal durchgeführt werden.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren fest, nach dem in Aufschlusslösungen von Schlamm, behandeltem Bioabfall und Boden nach Königswasser- und Salpetersäureaufschluss die folgenden Elemente bestimmt werden:

Aluminium (Al), Antimon (Sb), Arsen (As), Barium (Ba), Beryllium (Be), Bismut (Bi), Blei (Pb), Bor (B), Cadmium (Cd), Caesium (Cs), Calcium (Ca), Cer (Ce), Chrom (Cr), Cobalt (Co), Dysprosium (Dy), Eisen (Fe), Erbium (Er), Europium (Eu), Gadolinium (Gd), Gallium (Ga), Germanium (Ge), Gold (Au), Hafnium (Hf), Holmium (Ho), Indium (In), Iridium (Ir), Kalium (K), Kupfer (Cu), Lanthan (La), Lithium (Li), Lutetium (Lu), Magnesium (Mg), Mangan (Mn), Molybdän (Mo), Natrium (Na), Neodym (Nd), Nickel (Ni), Palladium (Pd), Phosphor (P), Platin (Pt), Praseodym (Pr), Quecksilber (Hg), Rhenium (Re), Rhodium (Rh), Rubidium (Rb), Ruthenium (Ru), Samarium (Sm), Scandium (Sc), Schwefel (S), Selen (Se), Silber (Ag), Silicium (Si), Strontium (Sr), Tellur (Te), Terbium (Tb), Thallium (Tl), Thorium (Th), Thulium (Tm), Titan (Ti), Uran (U), Vanadium (V), Wolfram (W), Ytterbium (Yb), Yttrium (Y), Zink (Zn), Zinn (Sn) und Zirkonium (Zr).

Der Arbeitsbereich hängt von der Matrix und den zu erwartenden Interferenzen ab.

Die Nachweisgrenze des Verfahrens für die meisten Elemente liegt zwischen 0,1 mg/kg Trockenmasse und 2,0 mg/kg Trockenmasse. Die Nachweisgrenze wird höher ausfallen, wenn bei der Bestimmung Interferenzen möglich sind (siehe Abschnitt 4), oder Memoryeffekte (Verschleppungseffekte) auftreten (siehe z. B. EN ISO 17294-1:2006, 8.3).

Das Verfahren wurde für die Elemente, die in Tabelle A.1 (Schlamm), Tabelle A.2 (Kompost) und Tabelle A.3 (Boden) aufgeführt sind, validiert. Das Verfahren ist für andere als oben aufgeführte Elemente anwendbar, sofern der Anwender die Anwendbarkeit überprüft hat.

## 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).

EN 15934, *Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall — Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts*

EN 16173, *Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden — Aufschluss von mit Salpetersäure löslichen Anteilen von Elementen*

EN 16174, *Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden — Aufschluss von mit Königswasser löslichen Anteilen von Elementen*

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

EN ISO 17294-1:2006, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 1: Allgemeine Anleitung (ISO 17294-1:2004)*

### 3 Grundlage des Verfahrens

Aufschlusslösungen von Schlamm-, behandelten Bioabfall- oder Bodenproben nach Salpetersäure- oder Königswasseraufschluss (siehe EN 16173 und EN 16174) werden mittels ICP-MS analysiert, um eine Multielement-Bestimmung der Analyten zu erhalten.

Bei diesem Verfahren werden Ionen gemessen, die in induktiv gekoppeltem Hochfrequenzplasma erzeugt wurden. Die Probenaufschlüsse, die die Analyten enthalten, werden fein zerstäubt, und das entstehende Aerosol wird mittels Argon in das Plasma transportiert. Die im Plasma bei hohen Temperaturen erzeugten Ionen werden vom Plasmagas mitgeführt und über ein Interface in ein Massenspektrometer eingebracht, nach ihren Masse-Ladungs-Verhältnissen sortiert und mit einem Detektor (z. B. einem Kanalelektronen-vervielfacher) quantitativ erfasst.

ANMERKUNG Zur Bestimmung von Zinn ist nur die Extraktion mit Königswasser anwendbar (EN 16174).

### 4 Interferenzen

#### 4.1 Allgemeines

Interferenzen müssen bewertet und bei Bedarf entsprechend korrigiert werden. Bei der Korrektur muss auch eine Kompensation hinsichtlich der durch Hintergrund-Ionen des Plasma-Gases, Reagenzien und Bestandteile der Probenmatrix eingebrachten Interferenzen durchgeführt werden.

Detaillierte Informationen zu spektralen und nicht-spektralen Interferenzen werden in EN ISO 17294-1:2006, Abschnitt 6, angegeben.

#### 4.2 Spektrale Interferenzen

##### 4.2.1 Isobare elementare Interferenzen

Isobare elementare Interferenzen treten auf, wenn ein Isotop eines anderen Elements vorliegt, das einen nahezu gleichen Nominalwert für das Verhältnis Masse/Ladung wie das Isotop des Analyten hat und die Auflösung des verwendeten Massenspektrometers nicht ausreicht, um diese Isotope trennen zu können (z. B.  $^{114}\text{Cd}$  und  $^{114}\text{Sn}$ ).

Elementare isobare Interferenzen dürfen korrigiert werden, indem der Einfluss des für die Interferenz verantwortlichen Elements berücksichtigt wird (siehe EN ISO 17294-1:2006). Die für die Korrektur herangezogenen Isotope müssen nach Möglichkeit interferenzfrei sein. Entsprechende Korrekturvorschläge sind häufig bereits in die Gerätesoftware integriert. Übliche isobare Interferenzen sind in Tabelle B.1 aufgeführt.

##### 4.2.2 Isobare molekulare Interferenzen und Interferenzen durch doppelt geladene Ionen

Bei der ICP-MS treten Interferenzen durch isobare Molekül-Ionen und doppelt geladene Ionen auf, wenn polyatomare Ionen bzw. mehrere Ladungen vorliegen. Beispiele sind Interferenzen des  $^{75}\text{As}$ -Signals durch  $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$  und  $^{40}\text{Ca}^{35}\text{Cl}^+$  sowie Interferenzen des  $^{114}\text{Cd}^+$ -Signals durch  $^{98}\text{Mo}^{16}\text{O}^{2+}$ -Ionen. Angaben zu den Häufigkeiten des Auftretens natürlicher Isotope sind aus der Literatur zu entnehmen.

Die Genauigkeit der Korrekturgleichungen basiert auf der Konstanz der für die Isotope der Interferenzen beobachteten Verhältnisse. Korrekturen, die auf der Annahme basieren, dass der Anteil der gebildeten molekularen Ionen ein konstanter Bruchteil der im Plasma vorhandenen „Ausgangs“-Ionen ist, haben sich nicht als zuverlässig erwiesen, weil z. B. die Oxidgehalte bei Veränderungen der Plasmabedingungen schwanken können. Falls eine Korrektur für ein Oxid auf dem Verhältnis der Intensitäten von Ausgangs- und Oxidionen basiert, muss diese durch Messung der Interferenzlösung unmittelbar vor Beginn der Messreihe ermittelt werden. Die Validität der Korrekturfaktoren sollte in regelmäßigen Abständen innerhalb der Messreihe überprüft werden.