

DIN EN 17197



ICS 91.100.01

Ersatz für
DIN CEN/TS 17197
(DIN SPEC 18483):2019-03

**Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen –
Analyse von anorganischen Stoffen in Aufschlusslösungen und Eluaten –
Analyse mit induktiv gekoppeltem Plasma – Optische
Emissionsspektrometrie (ICP-OES);
Deutsche Fassung EN 17197:2023**

Construction products: Assessment of release of dangerous substances –
Analysis of inorganic substances in eluates and digests –
Analysis by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES);
German version EN 17197:2023

Produits de construction: Évaluation de l'émission de substances dangereuses –
Analyse des substances inorganiques dans les éluats et les digestats –
Analyse par spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES);
Version allemande EN 17197:2023

Gesamtumfang 49 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 17197:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Fachbereichsbeirat NA 005-53 FBR „Fachbereichsbeirat KOA 03 – Hygiene, Gesundheit und Umweltschutz (SpA zu CEN/TC 351, CEN/TC 351/WG 3, CEN/TC 351/WG 4 und CEN/TC 351/WG 5)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 20280 siehe DIN ISO 20280

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 17197 (DIN SPEC 18483):2019-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ergänzung von Präzisionsdaten für das Verfahren, siehe Abschnitt 13 und Anhang C;
- b) Abgleich der Begriffe durch die überarbeitete Version von EN 16687;
- c) redaktionelle Änderungen.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 17197 (DIN SPEC 18483): 2019-03

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 20280, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen in Königswasser-Bodenextrakten mittels elektrothermischer oder Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie*

– Leerseite –

Deutsche Fassung

**Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen
Stoffen —
Analyse von anorganischen Stoffen in Aufschlusslösungen und
Eluaten —
Analyse mit induktiv gekoppeltem Plasma —
Optische Emissionsspektrometrie (ICP-OES)**

Construction products: Assessment of release of
dangerous substances —
Analysis of inorganic substances in eluates
and digests —
Analysis by inductively coupled plasma optical emission
spectrometry (ICP-OES)

Produits de construction: Évaluation de l'émission de
substances dangereuses —
Analyse des substances inorganiques dans les éluats et
les digestats —
Analyse par spectrométrie d'émission optique avec
plasma à couplage inductif (ICP-OES)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 14. August 2023 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Abkürzungen	8
5 Kurzbeschreibung	8
6 Interferenzen	9
6.1 Allgemeines	9
6.2 Spektrale Interferenzen	9
6.2.1 Hintergrundemissionen und Streulicht	9
6.2.2 Spektrale Überlappungen	9
6.3 Nicht-spektrale Interferenzen	9
6.3.1 Physikalische Interferenzen	9
6.3.2 Chemische Interferenzen	10
6.3.3 Störungen durch Memory-Effekte	10
7 Reagenzien	10
8 Prüfeinrichtung	12
9 Verfahren	13
9.1 Untersuchungsprobe	13
9.2 Prüfmenge	13
9.3 Einstellung des Geräts	13
9.3.1 Allgemeine Anforderungen	13
9.3.2 Interelement-Korrektur (en: inter-element correction)	13
9.3.3 Interner Standard	14
9.3.4 Prüfung der Geräteleistung	14
9.4 Kalibrierung	14
9.4.1 Lineare Kalibrierfunktion	14
9.4.2 Nichtlineare Kalibrierfunktion	15
9.4.3 Kalibrierung durch Beimengung von Standards	15
9.5 Messung der Probe	15
10 Berechnung	16
10.1 Berechnungen für Aufschlusslösungen von Bauprodukten	16
10.2 Berechnung für Eluate von Bauprodukten	16
11 Angabe der Ergebnisse	16
12 Leistungsmerkmale	16
12.1 Allgemeines	16
12.2 Blindwert	16
12.3 Prüfung der Kalibrierung	16
12.4 Interferenz	17
12.5 Wiederfindung	17
12.6 Anhaltswerte für die Nachweisgrenze der Methode	17
13 Leistungsfähigkeit der Prüfung	17
14 Prüfbericht	18
Anhang A (informativ) Wellenlängen, spektrale Interferenzen und geschätzte Nachweisgrenzen der Methode	20
Anhang B (informativ) Anhaltswerte für die Nachweisgrenze der Methode	24
Anhang C (informativ) Validierungsergebnisse für die Analyse von anorganischen Substanzen in Aufschlusslösungen und Eluaten von Bauprodukten	25
C.1 Allgemeines	25
C.2 Präzisionsdaten für die Analyse von Eluaten von Bauprodukten	25

C.3	Präzisionsdaten für die Analyse von Aufschlusslösungen mit Königswasser von Bauprodukten	32
Anhang D	(informativ) Inter-Element-Korrektur (IEC)	38
Anhang E	(normativ) Bestimmung von Arsen, Antimon, Quecksilber und Selen mittels ICP-OES mit Dampferzeugung	40
E.1	Anwendungsbereich	40
E.2	Kurzbeschreibung	40
E.3	Prüfeinrichtung	40
E.4	Reagenzien	41
E.5	Verfahren	42
E.6	Berechnung	43
	Literaturhinweise	44

Tabellen

Tabelle 1	— Typische Werte für die Wiederholpräzision und Vergleichpräzision des Medians . .	18
Tabelle A.1	— Empfohlene Wellenlängen, spektrale Interferenzen und geschätzte instrumentelle Nachweisgrenzen	20
Tabelle B.1	— Anhaltswerte für die Nachweisgrenze der Methode für Eluate	24
Tabelle C.1	— Präzisionsdaten für Eluate aus monolithischer Kupferschlacke	26
Tabelle C.2	— Präzisionsdaten für Eluate aus zementstabilisierter Kohleflugasche	26
Tabelle C.3	— Präzisionsdaten für Eluate aus dampfgehärtetem Porenbeton	27
Tabelle C.4	— Präzisionsdaten für Eluate aus zerkleinerter Kupferschlacke	28
Tabelle C.5	— Präzisionsdaten für Eluate aus recyceltem Beton	29
Tabelle C.6	— Präzisionsdaten für Eluate aus zerkleinertem Mauerwerk	30
Tabelle C.7	— Leistungskennwerte für die Analyse von Eluaten in Übereinstimmung mit EN 16637-2 und EN 16637-3	32
Tabelle C.8	— Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus dampfgehärtetem Porenbeton	33
Tabelle C.9	— Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus Kupferschlacke . .	33
Tabelle C.10	— Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus zerkleinertem Beton	34
Tabelle C.11	— Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus Polyethylen niedriger Dichte (LDPE)	35
Tabelle C.12	— Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus Kohleflugasche (QC Werkstoff 2)	35
Tabelle C.13	— Leistungskennwerte für die Inhaltsanalyse mit Königswasseraufschlüssen	37
Tabelle D.1	— Beispiele für Störelementstandardlösungen der Gruppe I	38
Tabelle D.2	— Beispiele für Störelementstandardlösungen der Gruppe II	38

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17197:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2024, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2024 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 17197:2018+AC:2018.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden folgende technische Änderungen vorgenommen:

- Hinzufügung von Leistungsdaten und Daten aus Vergleichsvalidierung;
- Abgleich der Begriffe innerhalb der Arbeitsgruppen von CEN/TC 351, d. h. durch die überarbeitete Version von EN 16687.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Mandats erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

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

Einleitung

Nach einer umfassenden Auswertung der verfügbaren Verfahren zur Inhalts- und Eluatanalyse in Bauprodukten (CEN/TR 16045) wurde festgestellt, dass Multielement-Analyseverfahren der Vorzug vor Verfahren zu geben ist, die für einzelne Elemente oder kleine Gruppen von Elementen entwickelt wurden. Das bedeutet, dass bei anorganischen Stoffen für die Analyse von Auszügen, die aus Aufschlüssen oder aus durch Auslaugung erhaltenen Eluaten gewonnen werden, ICP-Verfahren bevorzugt werden.

Dieses Dokument wurde aus der Arbeit des CEN/TC 400 (project HORIZONTAL) übernommen und ist EN 16170:2016 sehr ähnlich.

Dieses Dokument ist Teil eines modularen horizontalen Ansatzes, der im CEN/TC 351 übernommen wurde. „Horizontal“ bedeutet, dass die Verfahren für eine große Bandbreite von Werkstoffen und Produkten mit bestimmten Eigenschaften verwendet werden können. „Modular“ bedeutet, dass sich eine unter diesem Ansatz entwickelte Prüfnorm bei der Beurteilung einer Eigenschaft auf einen bestimmten Schritt und nicht auf die gesamte „Messkette“ (von der Probenahme bis zu Analysen) bezieht. Dieser Ansatz hat die Vorteile, dass Module ohne Gefährdung der „genormten Messkette“ durch bessere Module ersetzt werden können und doppelte Arbeit in unterschiedlichen Technischen Komitees für Produkte weitgehend vermieden werden können.

Die Module, die sich auf die im CEN/TC 351 entwickelten Normen beziehen, sind in CEN/TR 16220 festgelegt, in dem zwischen den Modulen unterschieden wird. Dieses Dokument gehört zum analytischen Schritt.

Die Nutzung modularer horizontaler Normen impliziert auch die Erstellung von Prüfschemata. Vor der Durchführung einer Prüfung eines bestimmten Bauprodukts zur Bestimmung einzelner Merkmale muss zunächst ein Protokoll entwickelt werden, in dem die anforderungsgerechten Module ausgewählt und als Grundlage für das gesamte Prüfverfahren zusammengestellt werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Haupt-, Neben- und Spurenelementen in Eluaten und in Königswasser- und Salpetersäureaufschlusslösungen von Bauprodukten mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) fest. Es bezieht sich auf die folgenden 44 Elemente:

Aluminium (Al), Antimon (Sb), Arsen (As), Barium (Ba), Beryllium (Be), Bismut (Bi), Blei (Pb), Bor (B), Cadmium (Cd), Calcium (Ca), Cer (Ce), Chrom (Cr), Eisen (Fe), Kalium (K), Kobalt (Co), Kupfer (Cu), Lanthan (La), Lithium (Li), Magnesium (Mg), Mangan (Mn), Molybdän (Mo), Natrium (Na), Neodym (Nd), Nickel (Ni), Phosphor (P), Praseodym (Pr), Quecksilber (Hg), Samarium (Sm), Scandium (Sc), Schwefel (S), Selen (Se), Silber (Ag), Silicium (Si), Strontium (Sr), Tellur (Te), Thallium (Tl), Thorium (Th), Titan (Ti), Uran (U), Vanadium (V), Wolfram (W), Zink (Zn), Zinn (Sn) und Zirkonium (Zr).

Zur Bestimmung geringer Gehalte von As, Hg, Se und Sb können chemische Dampferzeugungssysteme eingesetzt werden. Dieses Verfahren wird in Anhang E (normativ) beschrieben.

ANMERKUNG Bauprodukte umfassen z. B. mineralische Produkte (S), bituminöse Produkte (B), Metalle (M), Holzprodukte (W), Kunststoffe und Gummi (P), Dichtstoffe und Klebstoffe (A), Farben und Beschichtungen (C), siehe auch CEN/TR 16045.

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren ist für Bauprodukte anwendbar und ist für die in Anhang C (informativ) aufgeführten Produkttypen validiert.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 16637-2, *Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Teil 2: Horizontale dynamische Oberflächenauslaugprüfung*

EN 16637-3, *Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Teil 3: Horizontale Perkulationsprüfung im Aufwärtsstrom*

EN 16687:2023, *Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Terminologie*

EN 17087, *Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe zur Prüfung der Freisetzung und zur Gehaltsanalyse*

EN 17196, *Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Königswasser-Aufschluss zur anschließenden Analyse von anorganischen Stoffen*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 16687:2023 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Analyt

Bestimmungsgröße

Element, Ion oder Verbindung, das/die mit einer analytischen Methode bestimmt werden soll

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.1.11]

3.2

Königswasser

Lösung, die durch Mischen von einem Volumenteil konzentrierter Salpetersäure und drei Volumenteilen konzentrierter Salzsäure erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.10]

3.3

Aufschlusslösung

Lösung, die beim Säureaufschluss einer Probe entsteht

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.8]

3.4

Eluat

Lösung, die durch eine Auslaugprüfung erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.2.8]

3.5

instrumentelle Nachweisgrenze

IDL, en: instrument detection limit

niedrigste Konzentration eines Analyten, die unter Anwendung eines reinen Gerätes in einer Leerprobe mit einer definierten statistischen Wahrscheinlichkeit nachgewiesen werden kann

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.1.13 – modifiziert, Anmerkung 1 zum Begriff gestrichen]

3.6

Laborprobe

dem Labor zugesandte(n) oder von diesen erhaltene(n) Probe oder Teilprobe(n)

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.1 – modifiziert, Anmerkungen zum Begriff gestrichen]

3.7

Nachweisgrenze der Methode

MDL, en: method detection limit

niedrigste Konzentration eines Analyten, die mit einem konkreten analytischen Verfahren einschließlich Probenvorbereitung mit einer definierten statistischen Wahrscheinlichkeit nachgewiesen werden kann

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.1.12; modifiziert – Anmerkung 1 zum Begriff gestrichen]

3.8

Probe

Teilmenge eines Materials, die aus einer größeren Materialmenge ausgewählt wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.1.5 – modifiziert, Anmerkungen zum Begriff gestrichen]

3.9

Prüfmenge

Untersuchungsmenge

aus der Untersuchungsprobe zur Prüfung/Analyse entnommene Menge, üblicherweise von bekannter Masse oder bekanntem Volumen

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.3 – modifiziert, Beispiele gestrichen]

3.10

Untersuchungsprobe

Probe, die aus der Laborprobe hergestellt wird und aus der Prüfmengen für die Prüfung oder Analyse entnommen werden

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.2]

4 Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Abkürzungen:

ICP induktiv gekoppeltes Plasma (en: inductively coupled plasma)

ICS Interferenz-Kontrolllösung (en: interference check solution)

IDL instrumentelle Nachweisgrenze (en: instrumental detection limit)

IEC Interelement-Korrektur (en: inter-element correction)

LOD Nachweisgrenze (en: limit of detection)

MS Massenspektrometrie

MSF Multikomponenten-Spektralanpassung (en: multicomponent spectral fitting)

OES Optische Emissionsspektrometrie (en: optical emission spectrometry)

QC Qualitätskontrolle (en: quality control)

5 Kurzbeschreibung

Dieses Verfahren beschreibt Multielement-Bestimmungen mittels ICP-OES unter Verwendung sequenzieller oder simultaner optischer Systeme und axialer oder radialer Plasmabeobachtung. Das Instrument misst charakteristische Emissionsspektren mittels optischer Spektrometrie. Proben werden zerstäubt, und das daraus entstehende Aerosol wird zur Plasmafackel befördert. Elementspezifische Emissionsspektren werden durch induktiv gekoppeltes Plasma mit HF-Anregung erzeugt. Die Spektren werden durch ein Gitterspektrometer zerlegt, und die Intensitäten der Emissionslinien werden mittels lichtempfindlicher Vorrichtungen überwacht. Für die Bestimmung von Spurenelementen ist eine Hintergrundkorrektur erforderlich. Nicht erforderlich ist die Hintergrundkorrektur in Fällen einer Linienverbreiterung, bei der eine Messung mit Hintergrundkorrektur das Analyseergebnis verschlechtern würde. Zusätzliche Interferenzen und Matrix-Effekte müssen erkannt und geeignete Korrekturen vorgenommen werden; Prüfungen auf die Anwesenheit von Interferenzen und Matrix-Effekten werden beschrieben.

Alternativ können Anwender multivariate Kalibrierungsverfahren wählen (z.B. Multikomponenten-Spektralanpassung). In diesem Fall ist die Auswahl von Punkten für die Hintergrundkorrektur überflüssig, da ganze Spektralregionen verarbeitet werden.

Zur Bestimmung geringer Gehalte von As, Hg, Se und Sb kann die chemische Dampferzeugung eingesetzt werden. Dieses Verfahren wird in Anhang E (normativ) beschrieben.

6 Interferenzen

6.1 Allgemeines

Verschiedene Arten von Interferenzeffekten können zu Ungenauigkeiten bei der Bestimmung von Elementen führen.

Spektrale Interferenzen werden durch Hintergrundemissionen infolge von kontinuierlichen Phänomenen oder Rekombinations-Phänomenen, Streulicht von der Linienemission hochkonzentrierter Elemente, Überlappung einer Spektrallinie von einem anderen Element oder einer unaufgelösten Überlappung von Spektren der Molekülbanden verursacht.

Nicht-spektrale Interferenzen, üblicherweise als Matrixeffekte bezeichnet, können ihren Ursprung in drei verschiedenen Prozessen oder Orten haben: im Zerstäubungsprozess, im Plasma und in der Schnittstelle und dem Linsenbereich. Zu diesen Arten von Interferenzen gehören auch Verstopfungen des Zerstäubers, des Brenner-Injektorrohrs und des Probenahmekonus, die durch hohe Konzentrationen gelöster Stoffe oder die Zerstäubung von organischen Lösemitteln verursacht werden.

Wenn vorhandene Interferenzen nicht korrigiert werden, führen sie zu falsch-positiven Bestimmungen und werden als Analytkonzentrationen gemeldet. Die Interferenzen sind in Anhang A (informativ) aufgeführt.

Detaillierte Informationen zu spektralen und nicht-spektralen Interferenzen werden in EN ISO 11885:2009, Abschnitt 6, angegeben.

6.2 Spektrale Interferenzen

6.2.1 Hintergrundemissionen und Streulicht

Hintergrundemissionen und Streulicht können in der Regel durch Subtraktion der mittels Messungen im an die Spitze der Wellenlänge des Analyten angrenzenden Bereich bestimmten Hintergrundemission kompensiert werden. Überprüfung der Spektren von Proben oder Einzelementlösungen in den Analytregionen können Aufschluss darüber geben, wann aufgrund schwerer spektraler Interferenzen alternative Wellenlängen wünschenswert sind. Diese Überprüfungen geben auch Aufschluss darüber, ob die passendste Schätzung der Hintergrundemission durch eine Interpolation von Messungen auf beiden Seiten der Wellenlängenspitze oder mittels der nur auf einer Seite gemessenen Emission erreicht wird. Die Positionen für die Messungen der Hintergrundintensität werden anhand der Komplexität des Spektrums im an die Wellenlängenspitze angrenzenden Bereich bestimmt. Die Positionen für die Routinemessung müssen frei von spektralen Offline-Interferenzen (Inter-Element-Störungen oder molekulare Störungen) sein oder in geeigneter Weise so korrigiert werden, dass sie die gleiche Änderung der Hintergrundintensität reflektieren, die auch an der Wellenlängenspitze eintritt.

6.2.2 Spektrale Überlappungen

Spektrale Überlappungen können durch Verwendung einer alternativen Wellenlänge vermieden oder durch Gleichungen zur Korrektur von Inter-Element-Beiträgen kompensiert werden. Geräte, die Gleichungen für die Inter-Element-Korrektur verwenden, erfordern, dass die Störelemente zur gleichen Zeit wie das jeweils relevante Element analysiert werden.

6.3 Nicht-spektrale Interferenzen

6.3.1 Physikalische Interferenzen

Physikalische Interferenzen sind Effekte im Zusammenhang mit der Zerstäubung der Probe und den Transportprozessen. Änderungen von Viskosität und Oberflächenspannung können erhebliche Abweichungen verursachen, besonders bei Proben, die reich an gelösten Festkörpern sind oder hohe Säurekonzentrationen enthalten. Wenn physikalische Interferenzen vorhanden sind, müssen diese durch Verdünnung der Probe, unter Verwendung eines internen Standards oder eines Zerstäubers für festkörperreiche Stoffe verringert werden.

Sie können auch durch einen Matrixabgleich minimiert werden, vor allem durch Abgleich der Säurekonzentration.

6.3.2 Chemische Interferenzen

Chemische Interferenzen umfassen die Bildung von Molekülverbindungen, Ionisationseffekte und Effekte im Zusammenhang mit der Verdampfung gelöster Substanzen. Im Allgemeinen sind diese Effekte bei Verwendung des ICP-Verfahrens nicht signifikant; falls sie jedoch beobachtet werden, können sie durch sorgfältige Auswahl der Betriebsbedingungen (Leistung der Hochfrequenzquelle, Beobachtungsposition, Gasdurchfluss usw.), durch Pufferung der Probe, durch Matrixabgleich und durch Verfahren mit Beimengung von Standards minimiert werden. Chemische Interferenzen hängen in hohem Maße vom Matrixtyp und dem spezifischen Analytelement ab.

6.3.3 Störungen durch Memory-Effekte

Störungen durch Memory-Effekte entstehen, wenn Analyten aus einer früheren Probe zu den an einer neuen Probe gemessenen Signalen beitragen. Memory-Effekte können die Folge einer Abscheidung der Probe in Aufnahme-rohren oder im Zerstäuber sein oder von der Ansammlung von Probenmaterial in der Plasmafackel und in der Sprühkammer herrühren. Das Auftreten von Memory-Effekten hängt vom Element ab und kann durch Spülung des Systems mit einer Blindlösung zwischen den einzelnen Proben minimiert werden. Die Möglichkeit eines Memory-Effekts muss innerhalb eines Analysedurchlaufs erkannt werden, und die Effekte müssen durch ausreichende Spüldauer verringert werden. Die für ein bestimmtes Element erforderliche Spüldauer muss vor der Analyse bei der Entwicklung des Verfahrens geschätzt werden.

7 Reagenzien

Zur Bestimmung von Elementen im Spuren- und Ultraspurenbereich müssen die Reagenzien von ausreichender Reinheit sein. Die Konzentration des Analyten oder der interferierenden Substanzen in den Reagenzien und im Wasser muss im Vergleich zu der niedrigsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar gering sein.

7.1 Wasser, mit einer spezifischen elektrischen Leitfähigkeit von nicht mehr als 0,2 mS/m bei 25 °C.

7.2 Salpetersäure, molare Konzentration $c(\text{HNO}_3) = 16 \text{ mol/l}$, Massenkonzentration $\rho \sim 1,4 \text{ kg/l}$.

ANMERKUNG Salpetersäure ist sowohl als $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ kg/l}$ ($w(\text{HNO}_3) = 650 \text{ g/kg}$) und $\rho(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ kg/l}$ ($w(\text{HNO}_3) = 690 \text{ g/kg}$) erhältlich. Beide sind für die Verwendung in diesem Verfahren geeignet, vorausgesetzt, ihr Gehalt an den zu bestimmenden Analyten ist vernachlässigbar klein.

7.3 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$, $\rho \sim 1,18 \text{ kg/l}$.

7.4 Einzelelement-Stammlösungen.

Ag, Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, K, La, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Nd, Ni, P, Pb, Pr, (gesamt) S, Si, Sb, Sc, Se, Sm, Sn, Sr, Te, Ti, Th, Tl, U, V, W, Zn, Zr, jeweils $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Sowohl Einzelelement- als auch Multielement-Stammlösungen mit geeigneter Spezifikation unter Angabe der verwendeten Säure und der Zubereitungsverfahren sind im Handel erhältlich. Einzelelementlösungen können aus hochreinen Metallen hergestellt werden.

Diese Lösungen werden für mehr als ein Jahr als stabil erachtet; hinsichtlich der garantierten Stabilität müssen jedoch die Empfehlungen des Herstellers beachtet werden.

7.5 Multielement-Stammlösungen.

7.5.1 Allgemeines

In Abhängigkeit vom Anwendungsbereich können verschiedene Multielement-Kalibrierlösungen notwendig sein. Beim Vereinen von Multielement-Kalibrierlösungen müssen generell die chemische Verträglichkeit und die mögliche Hydrolyse der Bestandteile beachtet werden. Es muss darauf geachtet werden, dass chemische Reaktionen verhindert werden (z. B. Ausfällung).

ANMERKUNG Bei Multielement-Standardstammlösungen kann es zur Fällung von Ag, Ba oder Pb kommen; Ag ist nur in hohen Salzsäurekonzentrationen oder Salpetersäure stabil.

Die Multielement-Kalibrierlösungen werden für mehrere Monate als stabil erachtet, wenn sie im Dunkeln aufbewahrt werden. Dies gilt allerdings nicht für hydrolyseanfällige Multielement-Kalibrierlösungen, insbesondere Lösungen von Bi, Mo, Sn, Sb, Te, W, Hf und Zr.

7.5.2 Multielement-Standardstammlösung A darf folgende Elemente im mg/l-Bereich enthalten: Ag, Al, As, B, Ba, Be, Bi, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, La, Li, Mn, Ni, Pb, Rb, Sr, Th, Tl, U, V, Se, Zn.

Zur Stabilisierung von Stammlösung A Salpetersäure verwenden.

7.5.3 Multielement-Standardstammlösung B darf folgende Elemente im mg/l-Bereich enthalten: Mo, Sb, Sn, W, Zr.

Zur Stabilisierung von Multielement-Standardstammlösung B Salzsäure (7.3) verwenden. Der Stammlösung können weitere relevante Elemente hinzugefügt werden, sofern die resultierende Multielementlösung stabil ist.

7.5.4 Multielement-Standardstammlösung C darf folgende Elemente im mg/l-Bereich enthalten: Ca, Mg, Na, K, P, S.

Zur Stabilisierung der Multielement-Standardstammlösung C Salpetersäure (7.2) verwenden.

7.6 Multielement-Kalibrierlösungen.

In einem oder mehreren Schritten Kalibrierlösungen mit der höchsten relevanten Konzentration zubereiten. Wenn mehrere Konzentrationsstufen benötigt werden, werden diese auf ähnliche Art und Weise und mit gleichmäßigen Abständen zwischen den Konzentrationsstufen zubereitet.

Die Säuren (7.2 und/oder 7.3) zufügen, um eine gute Angleichung an die Säurekonzentration der Proben zu erreichen.

Wenn die Rückführbarkeit der Werte nicht gegeben ist, wird die Validität durch Vergleich mit einem (rückführbaren) unabhängigen Standard überprüft.

Die Stabilität der Kalibrierlösungen prüfen.

7.7 Interne Standardlösung.

Die Verwendung eines internen Standards kann ein geeignetes Verfahren zur Korrektur von nicht-spektralen Interferenzen sein. Die Herangehensweise umfasst die Hinzugabe einer bekannten Menge eines Stoffs zu den Proben- und Kalibrierlösungen. Die Signale der Analyten und des internen Standards werden in der Probe und in der Kalibrierlösung gemessen. Die Berücksichtigung des internen Standards dient dazu, das Analytsignal in Bezug zur Analytkonzentration zu setzen.

Die Auswahl der Elemente für eine interne Standardlösung richtet sich nach der Problemstellung bei der Analyse. Die Lösung dieses bzw. dieser internen Standards muss den relevanten Massebereich abdecken. Die Konzentrationen der ausgewählten (als interner Standard verwendeten) Elemente müssen in den Aufschlusslösungen der Proben vernachlässigbar gering sein. Die Elemente Sc, Y, In und Rh haben sich für diesen Zweck als geeignet erwiesen.