

DIN EN ISO 22940



ICS 75.160.10

**Feste Sekundärbrennstoffe –
Bestimmung der Elementzusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz
(ISO 22940:2021);
Deutsche Fassung EN ISO 22940:2021**

Solid recovered fuels –

Determination of elemental composition by X-ray fluorescence (ISO 22940:2021);

German version EN ISO 22940:2021

Combustibles solides de récupération –

Détermination de la composition élémentaire par fluorescence de rayons X (ISO 22940:2021);

Version allemande EN ISO 22940:2021

Gesamtumfang 44 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 22940:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 300 „Solid recovered fuels“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 343 „Feste Sekundärbrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SFS (Finnland) gehalten wird.

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

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

ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 14869-2	siehe	DIN ISO 14869-2
ISO 21637	siehe	DIN EN ISO 21637
ISO 21646	siehe	DIN EN ISO 21646*
ISO 21656	siehe	DIN EN ISO 21656
ISO 21660-3	siehe	DIN EN ISO 21660-3

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 21637, *Feste Sekundärbrennstoffe — Begriffe*

DIN EN ISO 21646, *Feste Sekundärbrennstoffe — Probenvorbereitung*

DIN EN ISO 21656, *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung des Aschegehaltes*

DIN EN ISO 21660-3, *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung des Wassergehaltes unter Verwendung des Verfahrens der Ofentrocknung — Teil 3: Wassergehalt in gewöhnlichen Analysenproben*

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*

DIN ISO 14869-2, *Bodenbeschaffenheit — Aufschlussverfahren zur nachfolgenden Bestimmung von Element-Gesamtgehalten — Teil 2: Alkalischer Schmelzaufschluss*

* Zur Zeit Entwurf.

Deutsche Fassung

**Feste Sekundärbrennstoffe —
Bestimmung der Elementzusammensetzung durch
Röntgenfluoreszenz (ISO 22940:2021)**

Solid recovered fuels —
Determination of elemental composition by X-ray
fluorescence (ISO 22940:2021)

Combustibles solides de récupération —
Détermination de la composition élémentaire par
fluorescence de rayons X (ISO 22940:2021)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 16. August 2021 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
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Symbole und Abkürzungen	9
4.1 Symbole	9
4.2 Abkürzungen	10
5 Bemerkungen zur Sicherheit	10
6 Kurzbeschreibung	10
7 Prüfeinrichtung	10
8 Interferenzen und Fehlerquellen	11
9 Probenvorbereitung	11
9.1 Grundsätze der Vorbereitung	11
9.2 Trocknen des Materials der allgemeinen Analysenprobe	12
9.3 Herstellung von Presslingen	12
10 Durchführung	12
10.1 Analytische Messbedingungen	12
10.1.1 Wellenlängendispersive Geräte	12
10.1.2 Energiedispersive Geräte	13
10.1.3 Intensitäten und Untergrundkorrekturen	13
10.2 Kalibrierung	15
10.2.1 Allgemeines	15
10.2.2 Allgemeines Kalibrierverfahren	15
10.2.3 Kalibrierverfahren unter Anwendung des Verfahrens mit Presslingen (empfohlenes Verfahren)	16
10.3 Verfahren zur Korrektur von Matrixeffekten	17
10.3.1 Allgemeines	17
10.3.2 Korrektur mit internem Standard unter Anwendung des Verfahrens für (inkohärente) Compton-Streuung	17
10.3.3 Ansatz mit Fundamentalparametern	17
10.3.4 Verfahren mit fundamentalem oder theoretischem Einflusskoeffizienten	18
10.3.5 Empirische Alpha-Korrektur	18
10.4 Analyse der Proben	19
11 Qualitätskontrolle	19
11.1 Verfahren der Driftkorrektur	19
11.2 Referenzmaterialien und Qualitätskontrollproben	20
12 Berechnung der Ergebnisse	20
13 Leistungsmerkmale	20

14	Prüfbericht.....	20
Anhang A (informativ) Öffentlich verfügbare Referenzmaterialien für feste Sekundärbrennstoffe		21
Anhang B (informativ) Validierung.....		22
B.1	Allgemeines	22
B.2	Legende für Tabellenüberschriften.....	39
B.3	Diskussion der Ergebnisse.....	40
Literaturhinweise.....		42

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 22940:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 300 „Solid recovered materials, including solid recovered fuels“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 343 „Feste Sekundärbrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SFS gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2022 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.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 22940:2021 wurde von CEN als EN ISO 22940:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 300, *Solid recovered materials, including solid recovered fuels*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 343, *Feste Sekundärbrennstoffe*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Die Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie kann als ein schnelles Verfahren für einen qualitativen Überblick über aschebildende Elemente und Verunreinigungen angewendet werden. Wenn die Kalibrierung auf Referenzmaterialien oder matrixangepassten homogenen Proben von festen Sekundärbrennstoffen mit bekanntem Gehalt beruht, kann die Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie zur quantitativen Analyse des Gesamtgehalts festgelegter Elemente in verschiedenen festen Sekundärbrennstoffen genutzt werden.

Die Qualität der erhaltenen Ergebnisse hängt in hohem Maße vom angewendeten Typ des Gerätes ab, z. B. Tischgeräte oder Hochleistungs-Geräte, energiedispersive oder wellenlängendispersive Geräte. Bei der Auswahl eines bestimmten Gerätes müssen verschiedene Faktoren berücksichtigt werden, wie z. B. die zu analysierenden Matrices, die zu bestimmenden Elemente, die erforderlichen Nachweisgrenzen und die Messdauer.

Aufgrund des breiten Spektrums an Matrixzusammensetzungen und des Mangels an geeigneten Referenzmaterialien im Fall von festen Sekundärbrennstoffen unterschiedlicher Herkunft ist es im Allgemeinen schwierig, eine Kalibrierung mit an die Matrix angepassten Referenzmaterialien zu erarbeiten. Deshalb ist es wichtig, verschiedene homogenisierte Proben von festen Sekundärbrennstoffen zu nutzen, deren Eigenschaften in ausreichendem Maße den interessierenden Matrices entsprechen und deren Gehalt durch unabhängige Messtechniken abgeleitet wurde, zum Beispiel Gesamtaufschluss von festen Sekundärbrennstoffen und Charakterisierung der Haupt- und Nebenelemente durch Messung der Aufschlusslösungen mit ICP-MS oder ICP-OES oder durch andere Techniken, wie z. B. Elementaranalyse unter Anwendung der Verbrennungstechnologie an Schwefel oder durch Verbrennung und ionenchromatographische Bestimmung von Chlor.

In diesem Dokument werden zwei unterschiedliche Verfahrensweisen beschrieben:

- 1) Quantitatives analytisches Verfahren für die Hauptelemente von festen Sekundärbrennstoffen. Die Kalibrierung beruht auf verschiedenen Referenzmaterialien und Proben von festen Sekundärbrennstoffen mit bekanntem Gehalt.

Die als Hauptelemente von festen Sekundärbrennstoffen beschriebenen Elemente sind in Wirklichkeit eher Hauptelemente der Brennstoffaschen als der Brennstoffe. Die Bestimmung dieser Elemente kann für die Vorhersage des Schmelzverhaltens und der Schlackebildung der Aschen hilfreich sein. Außerdem wird durch hohe Werte mehrerer Elemente eine Kontamination des Brennstoffes mit Sand oder Boden angezeigt.

- 2) Eine vollständige Elementcharakterisierung auf einer semiquantitativen Ebene für die Haupt- und Nebenelemente von festen Sekundärbrennstoffen. Die Kalibrierung beruht auf matrixunabhängigen Kalibrierkurven, die im Vorhinein vom Hersteller erstellt werden.

Im Allgemeinen ist die Empfindlichkeit der Röntgenfluoreszenz nicht ausreichend für eine Bestimmung des Gehalts von Nebenelementen (Spurenmetallen) in festen Sekundärbrennstoffen. Es ist jedoch möglich, die Bestimmung von Nebenelementen nach der Kalibrierung mit Proben von festen Sekundärbrennstoffen mit bekanntem Gehalt oder auf einer semiquantitativen Ebene auf der Grundlage matrixunabhängiger Kalibrierkurven zur Erfassung von Daten für eine höhere Anzahl von Proben unter Berücksichtigung einer geringeren erreichbaren Präzision zu nutzen. Daher darf sie angewendet werden, um übermäßige Gehalte an Nebenelementen in festen Sekundärbrennstoffen festzustellen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Konzentrationen von Haupt- und Nebenelementen in Material von festen Sekundärbrennstoffen durch energiedispersive Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie oder wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie unter Anwendung einer Kalibrierung mit Referenzmaterialien für feste Sekundärbrennstoffe oder Proben von festen Sekundärbrennstoffen mit bekanntem Gehalt fest. Eine semiquantitative Bestimmung kann unter Verwendung matrixunabhängiger Standards durchgeführt werden.

Dieses Dokument ist anwendbar auf die folgenden Elemente: Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Br, Mo, Cd, Sb, Tl und Pb. In Abhängigkeit von dem Element, den verwendeten Kalibriermaterialien und dem verwendeten Gerät können Konzentrationsniveaus zwischen etwa 0,000 1 % und 100 % bestimmt werden.

ANMERKUNG Die Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie kann als ein schnelles Verfahren für einen qualitativen Überblick über Elemente und Verunreinigungen angewendet werden und ist nach einer geeigneten Kalibrierung sehr nützlich für die Bestimmung von Hauptelementen oder sogar Nebenelementen (außer Hg), um schnell erhöhte Konzentrationen von Nebenelementen in festen Sekundärbrennstoffen (SRF, en: solid recovered fuels) zu identifizieren, zum Beispiel während der SRF-Produktion.

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).

ISO 21637, *Solid recovered fuels — Vocabulary*

ISO 21646,¹ *Solid recovered fuels — Sample preparation*

ISO 21660-3, *Solid recovered fuels — Determination of moisture content using the oven dry method — Part 3: Moisture in general analysis sample*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 21637 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 <http://www.electropedia.org/>

3.1

Absorptionskante

plötzliche Änderung des Massenabsorptionskoeffizienten bei einer bestimmten Wellenlänge oder Energie

1 In Vorbereitung. Stufe zum Zeitpunkt der Veröffentlichung: ISO/DIS 21646:2021.

3.2

Absorption

Verlust der Intensität der Röntgenstrahlung aufgrund von isotropem und homogenem Material, wie durch das Lambert-Beersche Gesetz beschrieben

3.3

Analysenlinie

spezifische charakteristische Röntgenspektrallinie des Atoms oder Ions des Analyten, die zur Bestimmung des Analytgehalts verwendet wird

3.4

kontinuierliche Strahlung (Bremsstrahlung)

durch Beschleunigung eines geladenen Teilchens, wie z. B. eines Elektrons, erzeugte elektromagnetische Strahlung, wenn es von einem anderen geladenen Teilchen, wie z. B. einem Atomkern, abgelenkt wird

3.5

Compton-Linie

durch inkohärente Streuung (Compton-Effekt) verursachte Spektrallinie, die entsteht, wenn das einfallende Röntgenphoton auf ein Atom auftrifft, ohne die Fluoreszenz zu fördern

Anmerkung 1 zum Begriff: Beim Zusammenprall geht Energie verloren, daher weist das sich ergebende gestreute Röntgenphoton eine geringere Energie auf als das einfallende Röntgenphoton.

3.6

Monitorproben für die Driftkorrektur

physikalisch stabile Proben für die Korrektur der Gerätedrift

3.7

emittierte Strahlung

emittierte **Röntgenstrahlung** der Probe

Strahlung, die von der Probe ausgeht, bestehend aus *Röntgenfluoreszenzstrahlung* (3.13) und gestreuter *primärer Röntgenstrahlung* (3.11)

3.8

Massenabsorptionskoeffizient

Massenschwächungskoeffizient

Konstante zur Beschreibung der partiellen Verringerung der Intensität eines Röntgenstrahles, wenn dieser durch ein absorbierendes Medium hindurchgeht

Anmerkung 1 zum Begriff: Er wird in cm^2/g angegeben.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Massenabsorptionskoeffizient ist eine Funktion der Wellenlänge der absorbierten Strahlung und der Atomzahl des absorbierenden Elementes.

3.9

Pulverprobe

Analytprobe, die als Pulver für die direkte Messung im Probenbehälter verwendet wird

3.10

gepresste Probe

Pressling

Analytprobe, die durch Pressen von gemahlenem Material zu einer Tablette hergestellt wird

3.11

primäre Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlung, mit der die Probe bestrahlt wird

3.12

Qualitätskontrollprobe

stabile Probe mit bekannten Gehalten, zum Beispiel (zertifiziertes) Referenzmaterial (ZRM) oder homogenisierte Proben von festen Sekundärbrennstoffen bekannter Herkunft, deren Gehalte durch unabhängige Analyse abgeleitet wurden, für die Überwachung der Geräte- und Kalibrierleistung

3.13

Röntgenfluoreszenzstrahlung

Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung von einer Probe, die mit Hochenergie-Röntgenstrahlung oder Gammastrahlung bestrahlt wurde

4 Symbole und Abkürzungen

4.1 Symbole

Al	Aluminium
As	Arsen
Br	Brom
Ca	Calcium
Cd	Cadmium
Cl	Chlor
Co	Cobalt
Cr	Chrom
Cu	Kupfer
Fe	Eisen
K	Kalium
Mg	Magnesium
Mn	Mangan
Mo	Molybdän
Na	Natrium
Ni	Nickel
P	Phosphor
Pb	Blei
S	Schwefel
Sb	Antimon
Si	Silicium
Sn	Zinn
Ti	Titan
Tl	Thallium
V	Vanadium
Zn	Zink

4.2 Abkürzungen

EDRF	energiedispersive Röntgenfluoreszenz
MKA	Mehrkanalanalysator
WDRF	wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz

5 Bemerkungen zur Sicherheit

Die Organisation muss die geltenden rechtlichen Anforderungen in Bezug auf das Röntgenfluoreszenzspektrometer kennen.

Die Person, die für die Leitung oder die Überwachung des Betriebs der Röntgeneinrichtung verantwortlich ist, muss ihre Kenntnisse der nationalen Strahlenschutzbestimmungen belegen.

6 Kurzbeschreibung

Im Anschluss an eine geeignete Vorbereitung wird die Probe in ein Röntgenfluoreszenzanalyse-Spektrometer (RFA-Spektrometer) eingeführt und mit primären Röntgenstrahlen angeregt. Es werden die für jedes Element spezifischen Intensitäten der Energielinien der sekundären Fluoreszenz gemessen und die elementare Zusammensetzung der Probe wird unter Bezugnahme auf zuvor ermittelte Kalibrierkurven oder -gleichungen sowie durch Anwendung von Korrekturen für die Interelementeffekte (Wechselwirkung zwischen den Elementen) analysiert. Die Kalibriergleichungen und die Interelementkorrekturen werden mit Hilfe von reinen Reagenzien und/oder Serien von internen Materialien oder Referenzmaterialien bestimmt, vorausgesetzt, dass sie alle Anforderungen des betreffenden Probenvorbereitungsverfahrens erfüllen.

7 Prüfeinrichtung

7.1 Röntgenfluoreszenzspektrometer, das in der Lage sein muss, die Elemente entsprechend dem Anwendungsbereich dieses Dokuments zu analysieren. Die folgenden Typen von Röntgenfluoreszenzspektrometern sind anwendbar:

- EDRF-Spektrometer, bei dem die Streuung der emittierten Röntgenfluoreszenzstrahlung mit Hilfe eines energiedispersiven Detektors gemessen wird;
- WDRF-Spektrometer, bei dem die Streuung der emittierten Röntgenfluoreszenzstrahlung nach der Beugung durch ein Kristall oder eine synthetische mehrlagige Folie gemessen wird.

Das Spektrometer besteht aus den folgenden Bauteilen:

- einer primären Röntgenstrahlungsquelle, einer Röntgenröhre mit einem Hochspannungsgenerator;
- einem Probenhalter;
- einer Detektoreinheit, einschließlich der elektronischen Ausrüstung;
- Quellenmodifikatoren für die Modifizierung der Form oder Intensität des Quellspektrums oder der Strahlform (z. B. Quellenfilter, Sekundärtargets, Polarisations targets, Kollimatoren, fokussierende Optik).

WDRF- und EDRF-Spektrometer weisen unterschiedliche Detektoreinheiten auf. WDRF-Spektrometer nutzen die Streuung der emittierten Strahlung nach Beugung durch einen Kristall oder eine synthetische mehrlagige Folie. Der Detektor braucht nicht zur Energiediskriminierung fähig zu sein. EDRF-Spektrometer wenden einen energiedispersiven Detektor an. Die Stromimpulse des Detektors, die ein Maß für die Energie der einfallenden Röntgenstrahlung sind, werden unter Anwendung eines MKA entsprechend der Energie in Kanäle untergliedert.

ANMERKUNG 1 Die Anwendung einer Hochenergie-Röntgenröhre erhöht die Möglichkeit des Verlustes von flüchtigen Analyten aus den Proben durch die während der Analyse im Spektrometer stattfindende Erwärmung.

ANMERKUNG 2 Die neue Generation der EDRF-Spektrometer nutzt die Theorie der Polarisierungstargets. Die Anregung erfolgt mit polarisierter Strahlung. Die emittierte Röntgenfluoreszenzstrahlung wird in der Polarisationssebene gemessen, was zu einer signifikanten Verringerung der Untergrundstreuung führt, wodurch niedrigere Nachweisgrenzen (vergleichbar mit denen der WDRF) erreicht werden können.

7.2 Tabletten-Pressen, die einen Druck von mindestens 30 kN aufbringen kann. Die Tabletten-Pressen darf eine Kaltpresse oder Heißformpresse sein, die bei Temperaturen von bis zu 180 °C betrieben wird.

8 Interferenzen und Fehlerquellen

Interferenzen bei der Röntgenfluoreszenzspektrometrie sind durch Überlagerungen der Spektrallinien, Matrixeffekte, spektrale Artefakte und die Partikelgröße oder mineralogische Effekte begründet.

Überlagerungen von Spektrallinien treten auf, wenn eine Analysenlinie nicht von der Linie eines anderen Elementes getrennt werden kann. Korrekturen dieser Interferenzen erfolgen durch Anwendung der mit der Geräte-Software gelieferten Algorithmen.

Matrixeffekte treten auf, wenn die Röntgenfluoreszenzstrahlung des Analytelements durch andere Elemente in der Probe absorbiert oder verstärkt wird, bevor sie den Detektor erreicht. Bei komplexen Matrices müssen diese Effekte im Allgemeinen korrigiert werden. Das Korrekturverfahren hängt vom Röntgenfluoreszenzspektrometrie-System (EDRF oder WDRF) und dem Typ des Gerätes selbst ab.

Spektrale Artefakte, zum Beispiel Escape-Peaks, Summen-Peaks, durch Impulsaufstockung bedingte Linien, Korrektur von Totzeit und kontinuierlicher Strahlung (Bremsstrahlung), werden durch die mitgelieferte Geräte-Software berücksichtigt. Energiedispersive und wellenlängendispersive RFA-Spektrometrie weisen unterschiedliche spektrale Artefakte auf.

9 Probenvorbereitung

9.1 Grundsätze der Vorbereitung

Die Probenvorbereitung ist bei der Röntgenfluoreszenzanalyse von festen Sekundärbrennstoffen von sehr entscheidender Bedeutung. Die Qualität der Probenvorbereitung hat großen Einfluss auf die Genauigkeit der Ergebnisse. Die folgenden verschiedenen Möglichkeiten bestehen:

- Für die quantitative Analyse von Proben fester Sekundärbrennstoffe wird die Herstellung von Presslingen aus dem Material der vorbereiteten allgemeinen Analysenprobe empfohlen.
- Für die semiquantitative Analyse von festen Sekundärbrennstoffen darf das allgemeine Analysenmaterial direkt (in Pulverform) verwendet werden; in Bezug auf Proben von Pellets aus festen Sekundärbrennstoffen dürfen die ursprünglichen Pellets direkt ohne Probenvorbereitung verwendet werden. Sie darf angewendet werden, um schnelle grundlegende Informationen über die annähernde Zusammensetzung einer Probe zu erhalten. Ähnliche Ergebnisse können unter Anwendung von tragbaren RFA-Geräten für die Feldanalyse erhalten werden.

Bei einer gegebenen Kalibrierung muss immer dasselbe Probenvorbereitungsverfahren, sowohl für Proben als auch für Standards, angewendet werden.

Für präzise quantitative Messungen sind homogene und repräsentative Prüfmengen erforderlich. Bei Einhaltung des Verfahrens nach ISO 21646 muss die nominelle Siebgröße des Materials 0,5 mm oder weniger betragen.

9.2 Trocknen des Materials der allgemeinen Analysenprobe

Eine hinreichende Menge des Materials der allgemeinen Analysenprobe wird unmittelbar vor dem Pressen der Tabletten für die Röntgenfluoreszenzanalyse nach ISO 21660-3 getrocknet.

ANMERKUNG Bei einigen RFA-Geräten trocknet das angelegte Vakuum das Material der allgemeinen Analysenprobe während der Bestimmung und führt zu den gleichen Ergebnissen, wie wenn die Probe zuvor getrocknet worden wäre.

9.3 Herstellung von Presslingen

In der Tabletten-Presse (7.2) wird ein Pressling hergestellt. Vor dem Pressen muss die Probe gemischt und homogenisiert werden. Für jeden einzelnen Satz von Standards und Proben wird die gleiche Masse verwendet und bei Bedarf wird Bindemittel (z.B. Wachs oder flüssiges organisches Bindemittel) hinzugefügt.

Bei der Herstellung sind die Anweisungen des Herstellers einzuhalten.

ANMERKUNG 1 Es können verschiedene Bindemittel verwendet werden. Im Fall von flüssigen organischen Bindemitteln (etwa 0,6 % der Masse der Probe) wird der Pressling für mindestens 10 min in einem Ofen mit einer Temperatur zwischen 70 °C und 100 °C angeordnet, um das organische Lösemittel zu verdampfen oder zur Bildung von langkettigen Polymeren, die durch Erwärmen gebildet werden (z. B. PVP-Methylcellulose-Bindemittel).

ANMERKUNG 2 Im Fall von Wachs als Bindemittel beträgt das Verhältnis der Probenmasse zum Wachs rund 10 : 1.

10 Durchführung

10.1 Analytische Messbedingungen

10.1.1 Wellenlängendispersive Geräte

10.1.1.1 Allgemeines

Die zu verwendenden Analysenlinien und empfohlenen Betriebsbedingungen sind in Tabelle 1 angegeben. Die Einstellungen hängen in hohem Maße von der Spektrometerkonfiguration, z. B. dem Typ der Röntgenröhre (Rh, Cr), der Röhrenleistung, den verfügbaren Kristallen und den Kollimatorentypen, ab. Die Empfehlungen des Geräteherstellers sollten in jedem Fall befolgt werden.