

DIN EN ISO 4349



ICS 75.160.10

**Feste Sekundärbrennstoffe –
Verfahren zur Bestimmung des Recycling-Index für die gemeinsame
energetische und stoffliche Verwertung (Co-Processing)
(ISO 4349:2024);
Deutsche Fassung EN ISO 4349:2024**

Solid recovered fuels –
Determination of the Recycling Index for co-processing (ISO 4349:2024);
German version EN ISO 4349:2024

Combustibles solides de récupération –
Détermination de l'indice de recyclage pour le cotraitement (ISO 4349:2024);
Version allemande EN ISO 4349:2024

Gesamtumfang 44 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Das Dokument EN ISO 4349:2024 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 300 „Solid recovered materials, including solid recovered fuels“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 343 „Feste Sekundärmaterialien, einschließlich fester 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 11885	siehe	DIN EN ISO 11885
ISO 21645	siehe	DIN EN ISO 21645
ISO 21646	siehe	DIN EN ISO 21646
ISO 21656:2021	siehe	DIN EN ISO 21656:2021-06
ISO 21660-3	siehe	DIN EN ISO 21660-3
ISO 22940	siehe	DIN EN ISO 22940
ISO 3884	siehe	E DIN EN ISO 3884
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

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 11885, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)*

DIN EN ISO 21645, *Feste Sekundärbrennstoffe — Verfahren zur Probenahme*

DIN EN ISO 21646, *Feste Sekundärbrennstoffe — Probenvorbereitung*

DIN EN ISO 21656:2021-06, *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung des Aschegehaltes (ISO 21656:2021); Deutsche Fassung EN ISO 21656:2021*

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

DIN EN ISO 22940, *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung der Elementzusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz*

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*

E DIN EN ISO 3884, *Feste Sekundärbrennstoffe — Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes an Elementen (Al, Ca, Fe, K, Mg, Na, P, S, Si, Ti, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Tl, V, Zn)*

– Leerseite –

Deutsche Fassung

**Feste Sekundärbrennstoffe —
Verfahren zur Bestimmung des Recycling-Index für die
gemeinsame energetische und stoffliche Verwertung
(Co-Processing) (ISO 4349:2024)**

Solid recovered fuels —
Determination of the Recycling Index for co-processing
(ISO 4349:2024)

Combustibles solides de récupération —
Détermination de l'indice de recyclage pour le
cotraitement (ISO 4349:2024)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 17. Mai 2024 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	8
5 Reagenzien	8
6 Prüfeinrichtung	8
7 Durchführung	9
7.1 Vorbereitung der Versuchsprobe	9
7.2 Bestimmung des Aschegehalts und Herstellung der Ascheprobe	9
7.3 Bestimmung des Elementgehalts	9
7.4 Verfahren	9
7.4.1 Verfahren A – Nassaufschluss mit anschließender ICP-MS- oder ICP-OES-Analyse	9
7.4.2 Verfahren B – Herstellung von Schmelztabletten mit anschließender ICP-OES-Analyse	10
7.4.3 Verfahren C – Herstellung von Tabletten mit anschließender Röntgenfluoreszenzanalyse	10
7.4.4 Alternative Verfahren	10
7.5 Berechnung	10
7.5.1 Berechnung der Elementoxide	10
7.5.2 Berechnung des R-Index für das Co-Processing	11
8 Leistungsmerkmale	11
9 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Zusammensetzung der Asche von SRF aus gemischten Siedlungs- und Gewerbeabfällen	13
Anhang B (informativ) Validierung	28
Literaturhinweise	40

Bilder

Bild A.1 — Durchschnittliche Aschezusammensetzung (arithmetische Mittelwerte) von Aschen von SRF für die Sekundärfeuerung (SRF „sekundär“, eingesetzt zum Beispiel im Calcinator (Kalzinierofen), $n = 30$) und SRF für die Primärfeuerung (SRF „primär“, eingesetzt im Hauptbrenner, $n = 50$) aus Österreich, Kroatien, der Slowakei und Slowenien in Massenprozent Trockenmasse (wt% _{DM}) [4].	13
Bild A.2 — Vergleich der Aschezusammensetzung von 80 untersuchten SRF-Proben aus Österreich, Kroatien, der Slowakei und Slowenien und von deren Mittelwerten mit anderen für die Zementindustrie relevanten Brennstoffen und Rohmaterialien [4]	14

Tabellen

Tabelle 1 — Umrechnungsfaktoren	10
Tabelle A.1 — Aschezusammensetzung, Aschegehalt und berechneter R-Index von SRF „sekundär“ und „primär“ aus Österreich, Kroatien, der Slowakei und Slowenien [4]	15
Tabelle A.2 — Aschezusammensetzung, Aschegehalt und berechneter R-Index von SRF „primär“ aus Deutschland [5]	19

Tabelle A.3 — Gesamtgehalt an anorganischem Kohlenstoff (TIC, en: Total inorganic carbon content) und Aschegehalt für verschiedene Ascheproben in Bezug auf die Verbrennungstemperatur [6]	22
Tabelle A.4 — Aschegehalt und Elementzusammensetzung ausgewählter Materialfraktionen von SRF „primär“ aus gemischten Siedlungs- und Gewerbeabfällen [7]	23
Tabelle B.1 — Leistungsdaten für die Probe SRF1R, Verfahren A (SRF1RA)	29
Tabelle B.2 — Leistungsdaten für die Probe SRF1R, Verfahren B (SRF1RB)	30
Tabelle B.3 — Leistungsdaten für die Probe SRF1R, Verfahren C (SRF1RC)	31
Tabelle B.4 — Leistungsdaten für die Probe SRF1R mit dem direkten Verfahren für Schwefel (SRF1RS)	32
Tabelle B.5 — Leistungsdaten für die Ascheprobe SRF4RA1, Verfahren A (SRF4RA1A)	33
Tabelle B.6 — Leistungsdaten für die Ascheprobe SRF4RA1, Verfahren B (SRF4RA1B)	34
Tabelle B.7 — Leistungsdaten für die Ascheprobe SRF4RA1 mit dem direkten Verfahren für Schwefel (SRF4RA1S)	35
Tabelle B.8 — Leistungsdaten für die Ascheprobe SRF4RA2, Verfahren C (SRF4RA2C)	35
Tabelle B.9 — Leistungsdaten für die Probe SRF4R, Verfahren A (SRF4RA)	36
Tabelle B.10 — Leistungsdaten für die Probe SRF4R, Verfahren B (SRF4RB)	37
Tabelle B.11 — Leistungsdaten für die Probe SRF4R, Verfahren C (SRF4RC)	38
Tabelle B.12 — Leistungsdaten für die Probe SRF4R mit dem direkten Verfahren für Schwefel (SRF4RS)	39

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 4349:2024) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 300 „Solid recovered materials, including solid recovered fuels“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 343 „Feste Sekundärmaterialien, einschließlich fester 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 November 2024, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 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.

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 4349:2024 wurde von CEN als EN ISO 4349:2024 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 Directives, Teil 1, beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumententypen beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC Directives, Teil 2, erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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 Sekundärmaterialien, einschließlich fester 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

Wenn feste Sekundärbrennstoffe (SRF, en: solid recovered fuels) vor allem in der Zementindustrie gemeinsam eingesetzt werden, finden gleichzeitig eine energetische Verwertung (Energierückgewinnung) und ein Recycling der mineralischen Bestandteile von Abfallstoffen statt, da die Asche direkt in den Klinker eingearbeitet wird. Das Co-Processing (en: co-processing) von SRF ermöglicht daher den Ersatz sowohl von mineralischen Ressourcen als auch von fossilen Brennstoffen.

SRF-Aschen enthalten verschiedene chemische Bestandteile, die wichtige Rohmaterialien für Zementhersteller sind, spezifische Aufgaben bei der Herstellung von Zementklinkern erfüllen oder Klinkerphasen darstellen, die dem Klinker seine spezifischen Eigenschaften verleihen. Zum Beispiel besteht ein Großteil der SRF-Aschen aus gemischten Siedlungs- und Gewerbeabfällen aus den vier chemischen Hauptbestandteilen, die für die Zementklinkerherstellung benötigt werden: Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 und SiO_2 (siehe Anhang A). Zu den Nebenbestandteilen der Asche gehören außerdem MgO und TiO_2 , die beide in oder als Klinkerphasen vorhanden sind. K_2O und Na_2O sind typische Bestandteile von Feldspaten, die in dem als Rohmaterial für den Prozess verwendeten Ton enthalten sind. SO_3 , das auch in der SRF-Asche enthalten ist, oder ein anderer Sulfatträger wird benötigt, um diese Alkali(metall)oxide in Alkali(metall)sulfate umzuwandeln, eine Klinkerphase, die die chemische Reaktivität des Klinkers mit Wasser verändert.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Bestimmung des Anteils der stofflichen Verwertung im Falle der energetischen Verwertung (d. h. Co-Processing) von festen Sekundärbrennstoffen (SRF, en: solid recovered fuels) zum Beispiel in einem Zementofen fest. Dieser Anteil, der so genannte Recyclingindex (R-Index), wird auf der Grundlage des Aschegehaltes und der Aschezusammensetzung berechnet.

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 3884:—¹, *Solid recovered fuels — Methods for the determination of the content of elements (Al, Ca, Fe, K, Mg, Na, P, S, Si, Ti, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Tl, V, Zn)*

ISO 11885, *Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)*

ISO 21645, *Solid recovered fuels — Methods for sampling*

ISO 21646, *Solid recovered fuels — Sample preparation*

ISO 21656:2021, *Solid recovered fuels — Determination of ash content*

ISO 22940, *Solid recovered fuels — Determination of elemental composition by X-ray fluorescence*

EN 15309, *Charakterisierung von Abfällen und Böden — Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten 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

Recyclingindex

R-Index

Anteil des SRF, der auf stofflicher Ebene als recycelt angesehen werden kann, ausgedrückt als Massenanteil in Prozent der Trockenmasse

3.2

Co-Processing

gemeinsame energetische und stoffliche Verwertung

Verwendung von SRF in Herstellungsprozessen zur energetischen Verwertung und gleichzeitig zur stofflichen Verwertung von mineralischen Bestandteilen

1 In Vorbereitung. Stufe zum Zeitpunkt der Veröffentlichung: ISO/DIS 3884:2024.

4 Symbole und Abkürzungen

A_{db}	Aschegehalt bei 815 °C auf wasserfreier Bezugsbasis
Al_2O_3	Aluminium(III)-oxid
CaO	Calciumoxid
(d)	wasserfrei (wasserfreie Bezugsbasis)
Fe_2O_3	Eisen(III)-oxid
K_2O	Kaliumoxid
MgO	Magnesiumoxid
Na_2O	Natriumoxid
SiO_2	Siliciumdioxid
SO_3	Schwefeltrioxid
TiO_2	Titandioxid

5 Reagenzien

Es werden nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität und nur destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit verwendet.

- 5.1 **Wasser**, z. B. vollentsalzt ($< 0,055 \mu S/cm$).
- 5.2 **Salpetersäure (HNO_3)**, etwa 15 mol/l, ein Massenanteil von 65 % bis 70 %.
- 5.3 **Flusssäure (HF)**, etwa 23 mol/l, ein Massenanteil von 40 % bis 45 %.
- 5.4 **Salzsäure (HCl)**, etwa 12 mol/l, ein Massenanteil von 35 % bis 37 %.
- 5.5 **Lithiummetaborat ($LiBO_2$)**, fest.
- 5.6 **Bindemittel**, fest oder flüssig, zum Beispiel Wachs. Spezifikationen sind in EN 15309 angeführt.

6 Prüfeinrichtung

Die üblichen Laborgeräte, insbesondere folgende Geräte müssen verwendet werden.

- 6.1 **Analysenwaage** mit einer Fehlergrenze von 1 mg oder besser.
- 6.2 **Muffelofen** für Temperaturen von 1 050 °C.
- 6.3 **Induktiv gekoppeltes Plasma**, handelsübliche Ausrüstung mit optischem oder massenspektrometrischem Detektor (ICP-OES, ICP-MS).
- 6.4 **Röntgenfluoreszenzspektrometer**, ein energie- oder wellenlängendispersives System, das für die qualitative und (halb)quantitative Analyse der in diesem Dokument aufgeführten Elemente geeignet ist.
- 6.5 **Mikrowelleneinheit**, nach ISO 3884:–.
- 6.6 **Presse** nach ISO 22940 oder EN 15309.
- 6.7 **Platintiegel**, z. B. Pt/Au5 %.

6.8 Inerte Schale, zum Beispiel aus Porzellan, Siliciumdioxid oder Platin, mit einer Tiefe von 10 mm bis 20 mm und mit einer Größe, die so gewählt ist, dass die Belegung der Bodenfläche $0,1 \text{ g/cm}^2$ nicht überschreitet.

6.9 Magnetrührer mit Heizfunktion und PTFE(Polytetrafluorethylen)-Rührstäbchen.

6.10 Messkolben, z. B. 250 ml.

7 Durchführung

7.1 Vorbereitung der Versuchsprobe

Die Probenahme von SRF muss nach ISO 21645 und die Probenvorbereitung nach ISO 21646 durchgeführt werden, wobei die endgültige Probe eine nominelle Siebgröße von 1,0 mm oder weniger aufweist. Störstoffe, d. h. inerte Materialien oder Metalle, die mit den in ISO 21646 festgelegten Geräten nicht zerkleinert werden können, werden bei der Probenvorbereitung aussortiert und bei den nachfolgenden Analyseschritten nicht berücksichtigt. Ihre Menge muss dokumentiert werden. Die Probe wird bei 105°C nach ISO 21660-3 getrocknet. Die weiteren Verfahren und Analysen werden mit der getrockneten, von Störstoffen freien Probe $< 1,0 \text{ mm}$ durchgeführt.

7.2 Bestimmung des Aschegehalts und Herstellung der Ascheprobe

Die Bestimmung des Aschegehalts muss nach ISO 21656:2021, Verfahren B, durchgeführt werden. Falls die Bestimmung eine ausreichende Menge an Material ergibt, um mit den Analysen fortzufahren, muss das veraschte Material für die nachfolgenden Analysen verwendet werden. Wenn die Bestimmung des Aschegehalts keine ausreichenden Aschemengen für die nachfolgenden Analyseschritte ergibt (Beispiele für den Aschegehalt typischer Bestandteile von SRF aus gemischten Siedlungs- und Gewerbeabfällen sind in Anhang A aufgeführt), muss die ausreichende Aschemenge durch Anwendung einer der beiden folgenden Vorgehensweisen oder beider erreicht werden:

- a) Der Veraschungsprozess wird wiederholt und die Aschen werden gesammelt und vereinigt, um die Mindestmengen zu erreichen, die für nachfolgende Ascheanalysen erforderlich sind. Dies kann bei Verfahren A (Nassaufschluss/ICP-MS, erfordert etwa 200 mg Ascheprobe) und Verfahren B (Schmelztabletten (Schmelzproben)/ICP-OES, erfordert etwa 100 mg Ascheprobe) die bevorzugte Vorgehensweise sein.
- b) Eine entsprechend größere inerte Schale wird verwendet und die Probenmenge entsprechend erhöht, was für die Tablettenherstellung und Röntgenfluoreszenzanalysen (Verfahren C, etwa 4,5 g bis 10 g werden benötigt) die bevorzugte Option sein kann. Die Schale muss die in ISO 21656 festgelegten Anforderungen erfüllen und ihre Größe muss so gewählt werden, dass die Belegung der Bodenfläche $0,1 \text{ g/cm}^2$ nicht überschreitet.

7.3 Bestimmung des Elementgehalts

Die Bestimmung des Elementgehalts muss nach ISO 3884:— oder ISO 22940 durchgeführt werden. Der Elementgehalt muss in der veraschten Probe bestimmt werden.

7.4 Verfahren

7.4.1 Verfahren A – Nassaufschluss mit anschließender ICP-MS- oder ICP-OES-Analyse

Die Asche muss unter Anwendung eines mikrowellenunterstützten Säureaufschlusses mit Salzsäure, Salpetersäure und Flusssäure aufgeschlossen und mittels ICP-MS oder ICP-OES wie in ISO 3884:— beschrieben analysiert werden.

7.4.2 Verfahren B – Herstellung von Schmelztabletten mit anschließender ICP-OES-Analyse

100 mg (±20 mg) der veraschten Probe müssen mit 1 000 mg (±10 mg) des Flussmittels Lithiummetaborat in einem Platintiegel gründlich vermischt werden. Die Mischung muss in einem Muffelofen bei 1 050 °C ± 10 °C für 20 min geschmolzen werden. Nach Abkühlung der entstandenen Schmelztablette wird diese schrittweise aufgelöst, indem 80 ml Salzsäure ($c = 2 \text{ mol/l}$) in kleinen Mengen in den Tiegel gegeben werden. Das Auflösen muss durch Erwärmen (auf etwa 60 °C) und Rühren mit einem PTFE-Rührstäbchen unterstützt werden. Die Aufschlusslösung muss mit vollentsalztem Wasser ($< 0,055 \text{ }\mu\text{S/cm}$) auf ein Endvolumen von 250 ml aufgefüllt werden. Diese Lösung muss 0,4 g/l der Probe und 4 g/l des Flussmittels enthalten. Nur klare Lösungen dürfen den nachfolgenden Analysen unterzogen werden, trübe Aufschlusslösungen werden verworfen. Eine Blindprobe muss unter Anwendung desselben Verfahrens hergestellt werden, jedoch wird keine Probe hinzugefügt. Der Elementgehalt in den Aufschlusslösungen muss mittels ICP-OES nach ISO 11885 bestimmt werden.

7.4.3 Verfahren C – Herstellung von Tabletten mit anschließender Röntgenfluoreszenzanalyse

Die Herstellung von Tabletten und die Röntgenfluoreszenzanalysen müssen nach ISO 22940 oder EN 15309 durchgeführt werden. Die Feinascheprobe muss mit dem Bindemittel in einem bestimmten Verhältnis gemischt und homogenisiert (verschiedene Verhältnisse können angewendet werden und der Verdünnungsfaktor muss berücksichtigt werden; ein typisches Massenverhältnis von Probe zu Wachs ist 10 : 1) und mit einer automatischen oder manuellen Presse gepresst werden. Für eine Tablette mit einem Durchmesser von 40 mm werden etwa 10,0 g der Ascheprobe benötigt. Für eine Tablette mit einem Durchmesser von 32 mm werden etwa 4,5 g Ascheprobe benötigt.

7.4.4 Alternative Verfahren

Alternative Verfahren können angewendet werden, wenn ihre Leistung nachweislich mit den in den vorhergehenden Unterabschnitten angeführten Verfahren vergleichbar ist.

7.5 Berechnung

7.5.1 Berechnung der Elementoxide

Die Ergebnisse für die Konzentrationen der chemischen Elemente müssen in Konzentrationen der Elementoxide umgerechnet werden. Die Umrechnung erfolgt durch Multiplikation der Konzentration des jeweiligen Elements, in mg/kg (d), mit dem entsprechenden Umrechnungsfaktor, wie in Gleichung (1) dargestellt:

$$c_{i2} = F_{ci} \cdot c_{i1}$$
 (1)

Dabei ist

- c_{i1} die Konzentration eines ausgewählten Elements, in mg/kg (d);
- c_{i2} die Konzentration des entsprechenden Elementoxids, in mg/kg (d), siehe Tabelle 1;
- F_{ci} der entsprechende Umrechnungsfaktor, wie in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1 — Umrechnungsfaktoren

Element	Elementoxid	Umrechnungsfaktor F_c
Al	Al ₂ O ₃	1,889 4
Ca	CaO	1,399 2
Fe	Fe ₂ O ₃	1,429 7
K	K ₂ O	1,204 6
Mg	MgO	1,658 3