

**DIN EN 14582**

ICS 13.030.40

Einsprüche bis 2015-05-27  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN EN 14582:2007-06

**Entwurf**

**Charakterisierung von Abfällen –  
Halogen- und Schwefelgehalt –  
Sauerstoffverbrennung in geschlossenen Systemen und  
Bestimmungsmethoden;  
Deutsche und Englische Fassung prEN 14582:2015**

Characterization of waste –  
Halogen and sulfur content –  
Oxygen combustion in closed systems and determination methods;  
German and English version prEN 14582:2015

Caractérisation des déchets –  
Teneur en halogènes et en soufre –  
Combustion sous oxygène en système fermé et méthodes de dosage;  
Version allemande et anglaise prEN 14582:2015

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-03-27 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter [www.entwuerfe.din.de](http://www.entwuerfe.din.de) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [naw@din.de](mailto:naw@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/stellungnahme](http://www.din.de/stellungnahme) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 69 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

## Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14582:2015) wurde vom Technischen Komitee TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Unterausschuss NA 119-01-02-02 UA „Chemische und physikalische Verfahren“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 14582 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen, wobei die EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Nummer veröffentlicht sind:

|             |       |              |
|-------------|-------|--------------|
| EN ISO 3696 | siehe | DIN ISO 3696 |
| ISO 9297    | siehe | DIN 38405-1  |
| ISO 10359-1 | siehe | DIN 38405-4  |

## Änderungen

Gegenüber DIN EN 14582:2007-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Wahlmöglichkeiten der Absorptionslösungen erweitert;
- b) Informationen zu Wiederfindungsraten für Kontrollmischungen mit unterschiedlichen Absorptionslösungen und Analyseverfahren hinzugefügt;
- c) Norm redaktionell überarbeitet.

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN 38405-1, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D) — Teil 1: Bestimmung der Chlorid-Ionen (D 1)*

DIN 38405-4, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D) — Teil 4: Bestimmung von Fluorid (D 4)*

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

## **Charakterisierung von Abfällen — Halogen- und Schwefelgehalt — Sauerstoffverbrennung in geschlossenen Systemen und Bestimmungsmethoden**

*Caractérisation des déchets — Teneur en halogènes et en soufre — Combustion sous oxygène en système fermé et méthodes de dosage*

*Characterization of waste — Halogen and sulfur content — Oxygen combustion in closed systems and determination methods*

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm  
Dokument-Untertyp:  
Dokument-Stage: CEN-Umfrage  
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.5a

## Inhalt

|                                                                                    | Seite |
|------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Vorwort .....                                                                      | 4     |
| Einleitung.....                                                                    | 5     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                          | 6     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                     | 6     |
| 3 Begriffe .....                                                                   | 6     |
| 4 Kurzbeschreibung .....                                                           | 7     |
| 5 Störungen .....                                                                  | 7     |
| 6 Gefahren .....                                                                   | 7     |
| 7 Reagenzien und Kontrollmischungen .....                                          | 7     |
| 7.1 Reagenzien .....                                                               | 7     |
| 7.1.1 Allgemeines .....                                                            | 7     |
| 7.2 Kontrollmischungen .....                                                       | 8     |
| 8 Probenkonservierung und Vorbehandlung .....                                      | 9     |
| 9 Geräte.....                                                                      | 9     |
| 10 Durchführung .....                                                              | 10    |
| 10.1 Allgemeines .....                                                             | 10    |
| 10.2 Wahl der Absorptionslösung.....                                               | 10    |
| 10.3 Vorbereitung der Bombe.....                                                   | 12    |
| 10.4 Verbrennung.....                                                              | 12    |
| 10.5 Auffangen der Halogenide und des Sulfats .....                                | 12    |
| 10.6 Reinigungsverfahren .....                                                     | 13    |
| 11 Empfohlene Bestimmungsverfahren .....                                           | 13    |
| 12 Kontrollmessungen .....                                                         | 14    |
| 13 Auswertung .....                                                                | 14    |
| 14 Prüfbericht.....                                                                | 15    |
| Anhang A (informativ) Verfahrenskennndaten .....                                   | 16    |
| Anhang B (informativ) Sauerstoffverbrennung in einem Kolben nach Schöniger .....   | 19    |
| B.1 Anwendungsbereich .....                                                        | 19    |
| B.2 Begriffe .....                                                                 | 19    |
| B.3 Kurzbeschreibung .....                                                         | 19    |
| B.4 Störungen und Gefährdungen.....                                                | 19    |
| B.5 Reagenzien und Kontrollmischungen .....                                        | 19    |
| B.6 Geräte.....                                                                    | 20    |
| B.7 Sicherheitsmaßnahmen .....                                                     | 20    |
| B.8 Durchführung .....                                                             | 20    |
| B.8.1 Allgemeines .....                                                            | 20    |
| B.8.2 Wahl der Absorptionslösung.....                                              | 21    |
| B.8.3 Probenvorbereitung.....                                                      | 21    |
| B.8.4 Verbrennung.....                                                             | 21    |
| B.9 Bestimmungsverfahren, Kontrollmessungen, Datenauswertung und Prüfbericht ..... | 22    |
| B.10 Verfahrenskennndaten .....                                                    | 22    |

|                                                                                                                                               |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Anhang C (informativ) Für Kontrollmischungen mit unterschiedlichen Absorptionslösungen und Analyseverfahren erzielte Wiederfindungsraten..... | 25 |
| Anhang D (informativ) Beispiele für mögliche Kontrollsubstanzen .....                                                                         | 27 |
| Anhang E (informativ) Zusätzliche Ergebnisse von Ringversuchen .....                                                                          | 29 |
| Anhang F (informativ) Zusammenstellung allgemeiner Anforderungen und Empfehlungen .....                                                       | 31 |
| Anhang G (informativ) Zusätzliche Validierungsdaten .....                                                                                     | 32 |
| G.1 Allgemeines .....                                                                                                                         | 32 |
| G.2 Probenarten .....                                                                                                                         | 32 |
| G.3 Homogenität und Stabilität.....                                                                                                           | 33 |
| Literaturhinweise .....                                                                                                                       | 34 |

## Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14582:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14582:2007 ersetzen.

**WARNUNG** — Jeder, der sich mit der Analyse von Abfällen und Schlamm befasst, sollte sich ungeachtet des zu bestimmenden Parameters der typischen Risiken der Materialart bewusst sein. Abfall- und Schlammproben können gefährliche (z. B. toxische, reaktionsfreudige, entflammbare, infektiöse) Stoffe enthalten, die biologischen und/oder chemischen Reaktionen unterliegen können. Demzufolge sollten diese Proben mit besonderer Sorgfalt behandelt werden. Die Gase, die durch mikrobiologische oder chemische Aktivität erzeugt werden können, sind möglicherweise entflammbar und erzeugen in verschlossenen Flaschen Druck. Berstende Flaschen führen mit großer Wahrscheinlichkeit zu gefährlichen Splittern, Staub und/oder Aerosol. Hinsichtlich sämtlicher mit diesem Verfahren verbundener Gefahren sollten die nationalen Vorschriften beachtet werden.

## Einleitung

Schwefel und Halogene (Fluor, Chlor, Brom und Iod) können in Materialien in unterschiedlicher Form vorkommen. Bei der Verbrennung dieser Materialien können korrosive und schädliche Verbindungen freigesetzt werden. Die Bestimmung von Schwefel und Halogenen nach Sauerstoffverbrennung kann dazu dienen, die Eignung des Abfalls für die Verbrennung einzuschätzen.

Die Bestimmung der erhaltenen Halogenide und Sulfate kann nach vielen unterschiedlichen Verfahren erfolgen, z. B. Atomemissionsspektrometrie, Titrimetrie, Ionenchromatographie.

Validierungsdaten dieser unterschiedlichen Verfahren sind Anhang A (informativ) zu entnehmen.

Ein anderes Verfahren, die Sauerstoffverbrennung in einem Kolben nach Schöniger, konnte wegen zu geringer Teilnehmerzahl nicht validiert werden. Dieses Verfahren wird in Anhang B (informativ) beschrieben.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verbrennungsverfahren für die Bestimmung des Halogen- und Schwefelgehalts in Materialien durch Verbrennung in einem geschlossenen, Sauerstoff enthaltenden System (kalorimetrische Bombe) fest und die anschließende Analyse des Verbrennungsprodukts nach unterschiedlichen analytischen Verfahren.

Dieses Verfahren ist anwendbar bei festen, pastösen und flüssigen Proben mit mehr als 0,025 g/kg Halogengehalt und/oder 0,025 g/kg Schwefelgehalt. Die Nachweisgrenze hängt vom Element, von der Matrix und vom verwendeten Bestimmungsverfahren ab.

In der ursprünglichen Probe vorhandene oder beim Verbrennungsschritt erzeugte unlösliche Halogenide und Sulfate werden mit diesen Verfahren nicht vollständig bestimmt.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente sind, 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 14346, *Charakterisierung von Abfällen — Berechnung der Trockenmasse durch Bestimmung des Trockenrückstandes oder des Wassergehaltes*

EN 15002, *Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laboratoriumsprobe*

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

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

**3.1  
Schwefelgehalt**  
Gesamtgehalt an Schwefel, der in Form von organischen und anorganischen Verbindungen vorhanden ist und der durch Verbrennung in Sulfat überführt und dann in einer wässrigen Lösung absorbiert oder gelöst werden kann

**3.2  
Halogengehalt**  
Gesamtgehalt an Halogenen, der in Form von organischen und anorganischen Verbindungen vorhanden ist und der durch Verbrennung in Halogenide (Fluorid, Chlorid, Bromid, Iodid) überführt und dann in einer wässrigen Lösung absorbiert oder gelöst werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Es ist zu berücksichtigen, dass die oben angeführten Definitionen nur für diese empirische EN gelten und nicht mit wissenschaftlichen Definitionen des Schwefel- und Halogengehalts übereinstimmen.

## 4 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in einem geschlossenen System (einer Bombe, die Sauerstoff unter Druck enthält) durch Verbrennen oxidiert. Halogenhaltige und Schwefel enthaltende Verbindungen werden in Fluoride, Chloride, Bromide, Iodide und Sulfate umgewandelt, die in einer Absorptionslösung absorbiert und/oder gelöst werden.

Zur Bestimmung der Halogenid- und Sulfatkonzentrationen in der Absorptionslösung dürfen mehrere Verfahren angewendet werden.

Dieses Verfahren ist im Allgemeinen, je nach dem Element, der Matrix und dem Bestimmungsverfahren, bei Konzentrationen über 0,025 g/kg anwendbar. Es kann für wässrige Proben und Proben, die schwer brennen, angewendet werden; dabei ist eine Verbrennungshilfe zu verwenden.

## 5 Störungen

Für den Verbrennungsschritt, der in dieser Norm beschrieben wird, gibt es keine Störungen, es können jedoch bei der anschließenden Bestimmung von Sulfat und den Halogeniden Störungen auftreten (siehe entsprechende Normen).

Unlösliche Halogenide und Sulfate, die in der Originalprobe vorliegen oder während des Verbrennungsschrittes entstehen, werden von diesen Verfahren nicht vollständig bestimmt.

Die Wahl der Absorptionslösungen kann in Abhängigkeit vom angewendeten analytischen Verfahren zu Störungen führen.

## 6 Gefahren

Wasserstoffperoxid ist sehr ätzend; Kalium- und Natriumhydroxid sind korrosiv und Hydrazinhydrat ist schädlich und giftig. Daher muss der Anwender eine Schutzbrille und Handschuhe tragen und beim Umgang mit dieser Chemikalie unter einem Abzug arbeiten. Da bei diesem Verfahren ein Gas (Sauerstoff) bei hoher Temperatur und hohem Druck verwendet wird, muss der Anwender entsprechende Vorsichtsmaßnahmen treffen.

## 7 Reagenzien und Kontrollmischungen

### 7.1 Reagenzien

#### 7.1.1 Allgemeines

Alle Reagenzien müssen mindestens analysenrein und für den speziellen Zweck geeignet sein. Insbesondere müssen sie frei von Schwefel und Halogenen sein.

Die Reagenzien entsprechen den für die Herstellung der Absorptionslösungen verwendeten chemischen Verbindungen; in Abhängigkeit davon, welche Lösungen das Labor für die Bestimmung von Halogeniden und Schwefel gewählt hat, sind sie nicht alle notwendig (siehe Anhang C).

**7.1.2 Wasser der Qualität 1** nach EN ISO 3696.

**7.1.3 Natriumhydroxid-(NaOH-) oder Kaliumhydroxid-(KOH-)Granulat.**

**7.1.4 Natriumhydrogencarbonat  $\text{NaHCO}_3$  und Natriumcarbonat  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .**

**7.1.5 Wasserstoffperoxid** (etwa 30 %) ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ).

**7.1.6 Hydrazinhydrat ( $\text{H}_2\text{N-NH}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ), analysenrein, etwa 50 % bis 60 %.**

**7.1.7 Ascorbinsäure ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ).**

**7.1.8 Sauerstoff, frei von brennbaren Stoffen**, erhältlich mit Drücken von 3 MPa bis 4 MPa (30 atm bis 40 atm) (z. B. medizinischer Reinheitsgrad).

**7.1.9 Verbrennungshilfe** (z. B. Paraffin).

**7.1.10 Aluminiumoxid,  $\text{Al}_2\text{O}_3$** , neutral, Teilchengröße < 200 µm, auf 600 °C erwärmt.

**7.1.11 Gelatine- oder Acetobutyrat-Kapseln.**

## 7.2 Kontrollmischungen

Für die Herstellung einer geeigneten Kontrollmischung werden verschiedene Kontrollsubstanzen so kombiniert, dass alle Elemente, die in den Proben bestimmt werden müssen, vorhanden sind. Die Menge an Halogenen und Schwefel muss in demselben Bereich liegen wie der Gehalt an den Elementen in den Proben und etwa in der Mitte des Arbeitsbereiches der Bestimmungsverfahren. Bei Bedarf ist mit Cellulose oder Aluminiumoxid zu verdünnen, um einen geeigneten Gehalt an den Elementen zu erhalten. Die Mischung der Kontrollsubstanzen mit Cellulose oder Aluminiumoxid muss homogenisiert werden, z. B. in einer Kugelmühle.

In Tabelle D.1 sind Beispiele für Kontrollsubstanzen angegeben, die für Halogen und Schwefel eine vollständige Wiederfindungsrate (90 % bis 110 %) aufweisen.

**ANMERKUNG** Bei einer gemeinsamen Verbrennung können sich Iod und Schwefel gegenseitig beeinflussen und dadurch die Reduktion von Iod zu Iodid und die Oxidation von Schwefel zu Sulfat verbessern. Wenn die vorliegenden Proben nur eines dieser Elemente enthalten, kann eine kombinierte Kontrollmischung eine falsche Zusicherung der Leistungsfähigkeit dieses Verfahrens geben.

Beispiele für die Zusammensetzung einer Kontrollmischung für die Bestimmung von Fluor, Chlor und Schwefel (Kontrollmischung 1) und einer anderen Kontrollmischung für die Bestimmung von Brom und Iod (Kontrollmischung 2) sind Tabelle 1 zu entnehmen.

**Tabelle 1 — Beispiele für Kontrollmischung zur Prüfung der Wiederfindungsraten von Halogenen und Schwefel mittels festgelegtem Analyseverfahren**

|                                         | Kontrollmischung 1                                                                               | Kontrollmischung 2                                                      |
|-----------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|
| <b>Menge der Kontrollsubstanzen</b>     | 0,50 g 4-Fluorbenzoesäure<br>2,0 g 4-Chlorbenzoesäure<br>2,0 g Sulfanilsäure<br>55,0 g Cellulose | 0,25 g 4-Brombenzoesäure<br>0,25 g 4-Iodbenzoesäure<br>59,5 g Cellulose |
| <b>Gehalt an Halogenen und Schwefel</b> | 1,130 g/kg Fluor<br>7,547 g/kg Chlor<br>6,170 g/kg Schwefel                                      | 1,656 g/kg Brom<br>2,132 g/kg Iod                                       |

## 8 Probenkonservierung und Vorbehandlung

Biologisch aktive Laborproben sollten bei 4 °C aufbewahrt werden, und die Halogen- und Schwefelbestimmungen sollten innerhalb von sieben Tagen nach der Probenahme durchgeführt werden. Falls das nicht möglich ist, sollten die Proben weiter konserviert werden, z. B., wenn möglich, durch Einfrieren, um biologischen Abbau und den Verlust von flüchtigen Halogen- und Schwefelverbindungen zu minimieren.

Die Analyseprobe wird in Übereinstimmung mit EN 15002 vorbereitet. Die Teilchengröße fester Stoffe sollte unter 200 µm betragen.

Während der Vorbereitung der Analysenprobe sollte die Verwendung von halogenierten Polymeren, z. B. PVC-Handschuhen, vermieden werden.

Die Laborprobe darf zum Zweck der Homogenisierung getrocknet werden, wenn die Probe in Bezug auf die Präzision des Verfahrens nur vernachlässigbare Mengen an Halogen- und Schwefelverbindungen enthält, die bei der für den Trocknungsprozess vorgesehenen Temperatur flüchtig sind.

Die Trockenmasse wird nach EN 14346 an einer separaten Teilprobe bestimmt (das Ergebnis wird zur Berechnung benutzt).

Heterogene feuchte oder pastöse Proben dürfen mit Aluminiumoxid (7.1.8) gemischt werden, bis ein körniges Material erhalten wird, und werden dann zu einem körnigen Pulver zerkleinert, vorzugsweise mit einer Teilchengröße unter 200 µm. In diesem Fall sollte das Verhältnis von Aluminiumoxid zur Probe in die Berechnung des Halogen- und Schwefelgehalts einbezogen werden, und erforderlichenfalls sollte eine Verbrennungshilfe zugesetzt werden.

## 9 Geräte

### 9.1 Kalorimetrische Bombe mit einem Fassungsvermögen von mindestens 200 ml und einer Ausspritzvorrichtung

Diese Bombe darf während der Untersuchung nicht undicht werden und muss eine quantitative Wiederfindung der Flüssigkeit sicherstellen. Die innere Oberfläche kann aus nichtrostendem Stahl oder einem anderen Material bestehen, das von den Verbrennungsgasen nicht angegriffen wird.

Werkstoffe, die für den Bombenaufbau verwendet werden, wie z. B. die Dichtung am Kopfteil und die Drahtisolation, müssen gegen Hitze und chemischen Angriff beständig sein, und es dürfen an ihnen keine Reaktionen ablaufen, die die Ergebnisse beeinflussen könnten.

Bomben mit angegriffenen Oberflächen sollten aufgrund ihrer Neigung Halogenide und Sulfat zurückzuhalten niemals benutzt werden. Nach wiederholter Benutzung der Bombe kann sich an der inneren Oberfläche ein Film gebildet haben. Diese matte Oberfläche sollte durch regelmäßiges Polieren der Bombe nach den Anweisungen des Herstellers beseitigt werden.

**ANMERKUNG** Die inneren Oberflächen einiger kalorimetrischer Bomben können eine Keramikbeschichtung oder einen Platineinsatz aufweisen. Dadurch haben sie einen besseren Korrosionswiderstand.

### 9.2 Probentiegel, Platin oder nichtrostender Stahl oder Quarz.

### 9.3 Zünddraht, Platin oder nichtrostender Stahl oder Nickel-/Chromlegierung oder ein vergleichbarer Werkstoff.

### 9.4 Zündstromkreis, der ausreichend Strom liefert, um die Probe zu zünden, ohne den Draht zu schmelzen.

### 9.5 Absorptionskolben (z. B. ein 200-ml-Kolben, der mit einem eintauchenden Glasfrittenrohr versehen ist, um die Verbrennungsgase in Form von Blasen abzuleiten).

**9.6 Übliche Laborausrüstung**, wie Geräte zur Homogenisierung (z. B. Mischer, Rührer, Mahlgeräte, Mühlen), Analysenwaage (mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 mg) usw.

### 9.7 Sicherheitsmaßnahmen

Die Bombe darf keine organischen Rückstände enthalten (Dämpfe von organischen Lösemitteln, Fett usw.).

Die Anweisungen des Herstellers müssen beachtet werden, insbesondere hinsichtlich des Sauerstoffdrucks in der Bombe und des maximal zulässigen Heizwertes der Prüfmenge.

ANMERKUNG Die Verbrennung von 1 g Kohlenwasserstoffen wie Schmieröl erzeugt etwa 40 kJ (der Heizwert von Benzoesäure und Isooctan beträgt etwa 26 MJ/kg bzw. 48 MJ/kg).

## 10 Durchführung

### 10.1 Allgemeines

Vor jeder Bestimmungsreihe sind nach Abschnitt 12 eine Blindprobe und eine Qualitätskontrolle von einer Kontrollmischung (7.2) durchzuführen.

Die alternierende Untersuchung von Proben mit hohem und niedrigem Halogen- oder Schwefelgehalt sollte weitest möglich vermieden werden, da es schwierig ist, die letzten Ionenspuren von den inneren Oberflächen der Apparatur abzuspülen, und eine Tendenz beobachtet wurde, dass Rückstände der Elemente von Probe zu Probe übertragen wurden. Wurde eine Probe mit hohem Halogen- oder Schwefelgehalt vor einer mit geringer Konzentration aufbereitet, dann sollte die Prüfung der zweiten Probe wiederholt werden, und einer oder beide der so erhaltenen niedrigen Werte sollten in Zweifel gezogen werden, wenn sie nicht innerhalb der Grenzen der Wiederholgenauigkeit dieses Verfahrens liegen. Es ist gute Praxis, nach jeder Probe eine Blindprobe zu messen, es sei denn, die analysierte Probenreihe lässt ähnliche Konzentrationen erwarten.

Wenn die Zusammensetzung oder Homogenität der Probe unbekannt ist, sollten bei der Analyse Doppel- oder Dreifachbestimmungen durchgeführt und der Mittelwert von allen Bestimmungen mit der zugehörigen Standardabweichung im Prüfbericht angegeben werden.

Bei beträchtlichen Verschleppungen wird empfohlen, die Verbrennungsgase der Probe und der folgenden Blindprobe in einer Absorptionsflüssigkeit zu sammeln.

### 10.2 Wahl der Absorptionslösung

Die Verbrennungsgase können innerhalb und/oder außerhalb der Bombe in einer Absorptionslösung aufgefangen werden. Wenn niedrige Konzentrationen von Halogen und Schwefel erwartet werden (gewöhnlich weniger als 10 g/kg), wird üblicherweise Wasser verwendet. Für hohe Halogen- und Schwefelgehalte sollte eine alkalische Lösung verwendet werden, um die Neutralisierung aller erzeugten sauren Verbindungen sicherzustellen.

Die Zusammensetzung der Absorptionslösungen ist vom abschließenden Bestimmungsverfahren und vom erwarteten Halogen- und Schwefelgehalt abhängig. Zutreffende Beispiele sind:

- Lösung 1: Wasser (7.1.2);
- Lösung 2: 0,3 mol/l Kalium- oder Natriumhydroxidlösung: Lösen von 16,8 g KOH- oder 12,0 g NaOH-Granulat (7.1.3) in Wasser (7.1.2) und Auffüllen auf 1 l;
- Lösung 3: Carbonat/Hydrogencarbonat-Lösung: Lösen von 2,52 g Natriumhydrogencarbonat  $\text{NaHCO}_3$  und 2,54 g Natriumcarbonat  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (7.1.4) in Wasser (7.1.2) und Auffüllen auf 1 l;

- Lösung 4: 0,25 mol/l Natriumhydroxidlösung [Lösen von 10,0 g NaOH-Granulat (7.1.3) in Wasser (7.1.2) und Auffüllen auf 1 l] + 50 µl Wasserstoffperoxidlösung 3% [Lösen von 5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (7.1.5) zu 50 ml];
- Lösung 5: 0,25 mol/l Natriumhydroxidlösung [Lösen von 10,0 g NaOH-Granulat (7.1.3) in Wasser (7.1.2) und Auffüllen auf 1 l] + 0,5 ml Hydrazinhydrat (7.1.6);
- Lösung 6: Ascorbinsäurelösung 1% oder 5%, hergestellt mit reiner Reagenzie (7.1.7) in Wasser (7.1.2).

ANMERKUNG 1 Weitere Einzelheiten zu diesen Lösungen und deren Verhalten hinsichtlich der Wiederfindungsrate von Halogenen und Schwefel sind Anhang C zu entnehmen.

Wenn die Halogenide und Sulfate mittels Ionenchromatographie bestimmt werden, kann die Absorptionslösung die Zusammensetzung der mobilen Phase aufweisen, z. B. Carbonat/Hydrogencarbonat-Lösung.

Es wird empfohlen, der Absorptionslösung vor der Verbrennung 0,5 ml Wasserstoffperoxidlösung (7.1.5) zuzusetzen, um die Oxidation des Schwefels zu verbessern. Wasserstoffperoxid kann jedoch Iodid oxidieren und so zu einem Minderbefund führen. Wenn Schwefel und Iod in derselben Probe bestimmt werden sollen, wird die Durchführung von zwei getrennten Verbrennungen empfohlen. Für Iod und Brom sind 10 ml einer 1%igen Ascorbinsäure (7.1.7) als Absorptionslösung zu verwenden, um die Reduktion zu Iodid zu verbessern. Ist die Absorptionslösung während der Verbrennung innerhalb der Bombe, sollte sichergestellt werden, dass Iod vor Öffnung der Bombe zu Iodid reduziert wird.

Die geeignetsten Kombinationen von Absorptionslösungen und abschließenden Bestimmungsverfahren für erwartete(n) Halogene oder Schwefel sind Tabelle 2 zu entnehmen.

**Tabelle 2 — Absorptionslösungen in Abhängigkeit von den abschließenden Bestimmungsverfahren und den/dem erwarteten Halogenen oder Schwefel**

| Absorptions-<br>lösung | Analyseverfahren für die Bestimmung des Anteil an Halogenen und Schwefel |                                  |       |                     |      |                     |     |                     |          |             |
|------------------------|--------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|-------|---------------------|------|---------------------|-----|---------------------|----------|-------------|
|                        | Fluor                                                                    |                                  | Chlor |                     | Brom |                     | Iod |                     | Schwefel |             |
|                        | IC                                                                       | Ionen-<br>selektive<br>Elektrode | IC    | Potentio-<br>metrie | IC   | Potentio-<br>metrie | IC  | Potentio-<br>metrie | IC       | Gravimetrie |
| 1                      | X                                                                        | X                                | X     | X                   | X    | X                   |     |                     | X        | X           |
| 2                      | X                                                                        | X                                | X     | X                   | X    | X                   |     |                     | X        | X           |
| 3                      | X                                                                        | X                                | X     | X                   | X    |                     |     |                     | X        |             |
| 4                      | X                                                                        |                                  | X     |                     | X    |                     |     |                     | X        |             |
| 5                      | X                                                                        |                                  | X     |                     | X    |                     | X   | X                   | X        |             |
| 6                      |                                                                          | X                                | X     | X                   | X    | X                   | X   | X                   | X        |             |

ANMERKUNG 2 Die Ascorbinsäure und eine größere Menge Nitrat können früh eluierende Halogene (Fluorid, Chlorid und Bromid) störend beeinflussen, wenn diese durch Ionenchromatographie nachgewiesen werden.

ANMERKUNG 3 Es ist wichtig, dass Iod in einem definierten Oxidationsschritt nach der Verbrennung vorliegt. Daher wird Ascorbinsäure verwendet, um alle Iodverbindungen zu Iodid zu reduzieren.

Die Bestimmung der Wiederfindungsraten von Halogen und Schwefel aus den Kontrollmischungen nach Tabelle 1 ist in Anhang C beschrieben, um mögliche Anwendung und Kombinationen von Absorptionslösungen mit verschiedenen Analyseverfahren aufzuzeigen.

### 10.3 Vorbereitung der Bombe

Die Bombe wird nach den Anweisungen des Herstellers vorbereitet, und die freien Enden des Zünddrahtes (9.3) werden mit den elektrischen Anschlussklemmen des Zündstromkreises (9.4) verbunden. Wenn eine Absorptionslösung innerhalb der Bombe verwendet wird, werden 10 ml der gewählten Absorptionslösung (siehe 10.2) zugefügt, wobei die innere Oberfläche der Bombe (9.1) benetzt wird.

Der Proben Tiegel sollte nicht mit der Absorptionslösung in Berührung kommen. Je nach Bombenform kann es erforderlich sein, weniger als 10 ml der Absorptionslösung zuzugeben oder die Verbrennungsgase in einem äußeren Absorptionskolben (siehe 9.5) aufzufangen.

### 10.4 Verbrennung

In Abhängigkeit vom Heizwert, von der Menge des enthaltenen Elements und dem anschließenden Bestimmungsverfahren werden 0,05 g bis 1 g der Probe (auf 0,1 mg) in den Proben Tiegel (9.2) eingewogen. Schlecht brennende Proben (z. B. mineralische Proben oder Proben mit hohem Wassergehalt) können die Zugabe einer Verbrennungshilfe (7.1.7) erforderlich machen. Flüssige Proben können in einer Kapsel (7.1.9) eingewogen werden. Um beim Füllen der Bombe mit Sauerstoff ein Aufwirbeln der Probe zu vermeiden, dürfen pulverförmige Proben, je nach ihrem Heizwert, entweder mit inertem Material [z. B. Aluminiumoxid (7.1.8)] abgedeckt oder mit einer Verbrennungshilfe (7.1.7) getränkt werden.

Um gefährlichen hohen Druck und ein mögliches Bersten der Bombe zu vermeiden, sollte in Abhängigkeit von der Art der Bombe die Gesamtmasse der Probe plus Verbrennungshilfe 1 g bis 1,5 g nicht übersteigen.

ANMERKUNG 1 Die gemeinsame Energie aus der Probe und der Verbrennungshilfe ist bei der Wiederfindung von Halogenen und Schwefel aus den Verbindungen in der Probe nicht von Bedeutung. Daher kann es notwendig werden, die Verhältnismenge von Verbrennungshilfe und Probe zu optimieren.

Der Proben Tiegel wird an seinen Platz gebracht, und der Zünddraht (9.3) wird so angeordnet, dass er gerade mit der Probe in Kontakt ist, aber den Proben Tiegel (9.2) nicht berührt.

ANMERKUNG 2 Einige Anwender benutzen einen Nylon- oder Baumwollfaden und schlingen ihn um den Draht, so dass seine Enden direkt in die flüssige Probe tauchen oder in Berührung mit der festen Probe sind.

Die Bombe wird geschlossen und der Deckel sicher festgezogen. Sauerstoff (7.1.6) wird vorsichtig zugeführt (um ein Herausblasen der Probe aus dem Tiegel zu vermeiden) bis zu einem Druck, der unterhalb des vom Hersteller festgelegten Sicherheitsdrucks liegt.

Wenn Nitrate, die bei der Oxidation des in der Bombe enthaltenen Luftstickstoffes entstehen, bei der analytischen Bestimmung stören können, sollte diese Umgebungsluft durch Anlegen eines Vakuums oder durch Spülen der Bombe mit Sauerstoff beseitigt werden.

Die Verbindungen zu dem offenen elektrischen Zündkreis werden geschlossen. Der Zündkreis wird zur Zündung der Probe geschlossen. Die Bombe wird auf Umgebungstemperatur abgekühlt, z. B. in einem Wasserbad.

### 10.5 Auffangen der Halogenide und des Sulfats

Wenn relativ hohe Gehalte an Halogenen und Schwefel (z. B. über 20 g/kg) erwartet werden und/oder wenn sich keine Absorptionslösung in der Bombe befindet, wird der Bombenauslass mit einem Absorptionskolben (9.5) verbunden, der mit 20 ml derselben Absorptionslösung (7.1.8) gefüllt ist, die in 10.3 verwendet wird; der Druck wird mit einer geringen gleichmäßigen Geschwindigkeit abgelassen, so dass nur kleine Blasen in dem Absorptionsrohr beobachtet werden.

Werden geringe Konzentrationen erwartet, könnte ein geringeres Volumen in der Bombe eingesetzt werden und das Verbrennungsgas ist auch in einer externen Absorptionslösung aufzufangen; geringeres Volumen (z. B. 10 ml) könnte im Auffangkolben eingesetzt werden, um die Verdünnungswirkung auf Halogenide und Sulfat zu begrenzen.

Wenn hohe Halogen- und Schwefelkonzentrationen erwartet werden, wird dringend empfohlen, zwischen den Proben einen Blindwert zu messen.

ANMERKUNG 1 Das Volumen der Absorptionslösung ist von der Art und dem Volumen des Absorptionskolbens abhängig.

In den anderen Fällen ist das Auffangen der Verbrennungsgase im Absorptionskolben nicht erforderlich, und der Druck kann schnell abgelassen werden.

Die Bombe wird geöffnet und der Inhalt untersucht:

- Wenn Spuren von rußigen Ablagerungen gefunden werden, ist die Bestimmung zu verwerfen und mit einer Verbrennungshilfe und/oder einer kleineren Prüfmenge zu wiederholen.
- Wenn rosa Dämpfe beobachtet werden, ist die Bestimmung zu verwerfen und so zu wiederholen, dass das gesamte Iod gebunden wird (z. B. eine kleinere Prüfmenge, Zugabe von Ascorbinsäure).

Das Bombeninnere, die Anschlussklemmen, die innere Oberfläche des Bombendeckels und der Probeniegel werden gründlich mit der Lösung aus dem Absorptionskolben oder mit 20 ml Absorptionslösung (siehe 10.2) abgespült.

ANMERKUNG 2 Einige kalorimetrische Bomben sind mit einer Zuleitung von entmineralisiertem Wasser verbunden, die ein automatisches Spülen des Bombeninneren vor ihrer Öffnung ermöglicht. In diesem Fall wird das Spülwasser mit leichtem Überdruck aus der Bombe abgelassen und mit der Absorptionslösung vermischt. Die Lösung wird in einen Messkolben überführt. Es wird mit Wasser (7.1.2) oder mit Absorptionslösung (7.1.5) bis zur Marke aufgefüllt. Die Wahl des Endvolumens ist von der Konzentration der Halogenide und des Sulfats sowie von dem bei der Analyse angewendeten Bestimmungsverfahren abhängig.

## 10.6 Reinigungsverfahren

Erforderlichenfalls werden Schmelzdrahrückstände von den Anschlussklemmen und dem Tiegel entfernt.

Das Bombeninnere, der Probeniegel, die Anschlussklemmen und die innere Oberfläche des Bombendeckels werden mit heißem Wasser abgespült. Die Bombe, der Deckel und der Tiegel werden gründlich mit entmineralisiertem Wasser (7.1.2) abgespült.

## 11 Empfohlene Bestimmungsverfahren

ISO- oder CEN-Normen für die Analyse von Wasser und Abwasser sind für die Analyse der erhaltenen Absorptionslösungen anwendbar (siehe Tabelle 3). Da die Analyse derartiger Absorptionslösungen nicht in den Bereich dieser Normen fällt, muss ihre Anwendbarkeit geprüft werden.

Die in den Literaturhinweisen angeführten Verfahren sind internationale Normen und können angewendet werden.

Andere Verfahren dürfen angewendet werden (z. B. Photometrie, Nephelometrie oder Turbidimetrie für Schwefel und Chlor, Atomemissionsspektrometrie für Chlor und Iod, Kapillarelektrophorese für alle genannten Elemente), müssen jedoch im Vergleich zu den empfohlenen genormten Verfahren validiert werden.

**Tabelle 3 — Anwendbare (im Allgemeinen auf internationaler Ebene genormte) Verfahren zur Analyse von Halogenen und Schwefel**

|                                               | F | Cl | Br | I | S |
|-----------------------------------------------|---|----|----|---|---|
| Ionenchromatographie                          | X | X  | X  | X | X |
| ICP-OES                                       |   |    |    | X | X |
| ICP-MS                                        |   |    | X  | X | X |
| Potentiometrie (Ionenselektive Elektrode)     | X |    |    |   |   |
| Potentiometrie (AgNO <sub>3</sub> -Titration) |   | X  | X  | X |   |
| Gravimetrie mit BaCl <sub>2</sub>             |   |    |    |   | X |

## 12 Kontrollmessungen

Eine Blindprobe muss unter denselben Bedingungen durchgeführt werden wie die Proben: Absorptionslösung, Verbrennungshilfe, Kapsel, Reaktionsmittel, Sauerstoffspülungen usw.

Wenn der Wert dieser Blindprobe im Vergleich mit der Nachweisgrenze zu hoch ist, wird der Ansatz verworfen und jede Chemikalie geprüft.

Um die Zuverlässigkeit des gesamten Verfahrens zu kontrollieren, sollte für jede Bestimmungsreihe eine Kontrollprüfung mit einer Kontrollmischung (7.2) durchgeführt werden. Eine Dreifachbestimmung eines Punktes in der Mitte des Arbeitsbereiches ist ausreichend. Für jedes Element muss die mittlere Wiederfindungsrate zwischen 90 % und 110 % liegen, mit einem Variationskoeffizienten unter 10 %.

Soweit verfügbar, wird die Verwendung von Standard-Referenzmaterialien empfohlen. Es wird auch empfohlen, für die Kontrollmischungen Qualitätskontrollkarten zu verwenden.

## 13 Auswertung

Der Halogen- oder Schwefelgehalt in g/kg Abfall wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$X_i = (C_i \times V) / 1\,000\,m \quad (1)$$

Dabei ist

$X_i$  der Elementgehalt („i“ = S, Cl, Br, I oder F) in der Analysenprobe, in Gramm je Kilogramm (g/kg);

$C_i$  die Konzentration des Elements „i“ in der Absorptionslösung, in Milligramm je Liter (mg/l);

$V$  das gesamte Volumen der Absorptionslösung, in Milliliter (ml);

$m$  die Masse der Prüfmenge, in Gramm (g).

Wenn die Probe inerte Stoffe, wie z. B. Aluminiumoxid, enthält, die während der Probenvorbereitung zugegeben wurden, sollte das Verhältnis dieses Zusatzes in die Gleichung einfließen.

Der Elementgehalt nach Gleichung (1) wird nach Gleichung (2) auf die Trockenmasse umgerechnet:

$$X_{id} = X_i \times 100 / w_{dm} \quad (2)$$

Dabei ist

$X_{id}$  der Elementgehalt („i“ = S, Cl, Br, I oder F), berechnet auf die Trockenmasse in Gramm je Kilogramm (g/kg);

$w_{dm}$  die Trockenmasse der Originalprobe nach Abschnitt 8 als Massenanteil in Prozent (%).

Diese Ergebnisse dürfen auch in Milligramm je Kilogramm (mg/kg) oder in % ( $m/m$ ) berechnet und angegeben werden.

Der Halogen- und Schwefelgehalt wird üblicherweise in einer ungetrockneten Probe bestimmt, jedoch immer bezogen auf die Trockenmasse angegeben.

## 14 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) eine Verweisung auf diese Europäische Norm und das angewendete Verfahren;
- b) eine Verweisung auf die analytische Norm, die für die Bestimmung jedes Elements benutzt wurde;
- c) alle erforderlichen Angaben zur vollständigen Identifizierung der Abfallprobe;
- d) die Analysenergebnisse in Bezug auf Abschnitt 13;
- e) Einzelheiten aller Verfahrensschritte, die von dieser Norm abweichen, sowie alle Begleitumstände, die das Ergebnis beeinflusst haben können.

## Anhang A (informativ)

### Verfahrenskennndaten

Die in Tabelle A.1, Tabelle A.2, Tabelle A.3, Tabelle A.4 und Tabelle A.5 angegebenen Verfahrenskennndaten wurden in einem 2005 durchgeführten Europäischen Ringversuch an sechs typischen Abfallproben und einer Kontrollmischung bestimmt.

**Tabelle A.1 — Verfahrenskennndaten für die Bestimmung von Fluor**

| Probe                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 | O<br>% | $p$ | $N$ | $\bar{x}$<br>% m/m | $s_R$ | $S_R$<br>% | $s_r$ | $S_r$<br>% |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|-----|-----|--------------------|-------|------------|-------|------------|
| Kontrollmischung                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | 0      | 21  | 63  | 0,381              | 0,082 | 21,43      | 0,046 | 11,95      |
| Fester Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         | 4      | 24  | 70  | 0,597              | 0,236 | 39,48      | 0,081 | 13,51      |
| Gemischter flüssiger Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 0      | 24  | 71  | 1,230              | 0,244 | 19,85      | 0,100 | 8,13       |
| Lösemittelabfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | 0      | 24  | 68  | 0,595              | 0,165 | 27,80      | 0,085 | 14,26      |
| <p><math>p</math> Anzahl der Laboratorien</p> <p><math>N</math> Anzahl der erhaltenen Werte</p> <p>O Anteil der Ausreißer in Prozent</p> <p><math>\bar{x}</math> Mittelwert</p> <p><math>s_R</math> Schätzwert der Vergleichstandardabweichung</p> <p><math>s_r</math> Schätzwert der Wiederholstandardabweichung</p> <p><math>S_R</math> Schätzwert der relativen Vergleichstandardabweichung in Prozent</p> <p><math>S_r</math> Schätzwert der relativen Wiederholstandardabweichung in Prozent</p> |        |     |     |                    |       |            |       |            |

**Tabelle A.2 — Verfahrenskenndaten für die Bestimmung von Chlor**

| Probe                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | O<br>% | $p$ | $N$ | $x$<br>% m/m | $s_R$ | $S_R$<br>% | $s_r$ | $S_r$<br>% |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|-----|-----|--------------|-------|------------|-------|------------|
| Kontrollmischung                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 4      | 27  | 79  | 0,589        | 0,133 | 22,63      | 0,040 | 6,81       |
| Altholz                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 0      | 28  | 81  | 1,656        | 0,217 | 13,10      | 0,088 | 5,34       |
| Sekundärbrennstoff                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | 0      | 28  | 83  | 2,128        | 0,280 | 13,14      | 0,145 | 6,83       |
| Fester Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 4      | 28  | 83  | 0,984        | 0,225 | 22,92      | 0,095 | 9,68       |
| Gemischter flüssiger Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 0      | 28  | 83  | 1,002        | 0,306 | 30,55      | 0,123 | 12,30      |
| Lösemittelabfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 15     | 28  | 81  | 11,328       | 1,469 | 12,97      | 0,478 | 4,22       |
| Flüssiger Sekundärbrennstoff                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | 0      | 28  | 83  | 0,799        | 0,140 | 17,54      | 0,077 | 9,68       |
| $p$ Anzahl der Laboratorien<br>$N$ Anzahl der erhaltenen Werte<br>$O$ Anteil der Ausreißer in Prozent<br>$x$ Mittelwert<br>$s_R$ Schätzwert der Vergleichstandardabweichung<br>$s_r$ Schätzwert der Wiederholstandardabweichung<br>$S_R$ Schätzwert der relativen Vergleichstandardabweichung in Prozent<br>$S_r$ Schätzwert der relativen Wiederholstandardabweichung in Prozent |        |     |     |              |       |            |       |            |

**Tabelle A.3 — Verfahrenskenndaten für die Bestimmung von Brom**

| Probe                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | O<br>% | $p$ | $N$ | $x$<br>% m/m | $s_R$ | $S_R$<br>% | $s_r$ | $S_r$<br>% |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|-----|-----|--------------|-------|------------|-------|------------|
| Kontrollmischung                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 14     | 22  | 64  | 0,499        | 0,108 | 21,61      | 0,036 | 7,28       |
| Fester Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 4      | 23  | 71  | 0,601        | 0,146 | 24,31      | 0,041 | 6,88       |
| Gemischter flüssiger Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 8      | 23  | 71  | 0,664        | 0,165 | 24,81      | 0,053 | 8,01       |
| Lösemittelabfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 0      | 23  | 70  | 0,928        | 0,344 | 37,00      | 0,118 | 12,70      |
| $p$ Anzahl der Laboratorien<br>$N$ Anzahl der erhaltenen Werte<br>$O$ Anteil der Ausreißer in Prozent<br>$x$ Mittelwert<br>$s_R$ Schätzwert der Vergleichstandardabweichung<br>$s_r$ Schätzwert der Wiederholstandardabweichung<br>$S_R$ Schätzwert der relativen Vergleichstandardabweichung in Prozent<br>$S_r$ Schätzwert der relativen Wiederholstandardabweichung in Prozent |        |     |     |              |       |            |       |            |

**Tabelle A.4 — Verfahrenskennndaten für die Bestimmung von Iod**

| Probe                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | O<br>% | $p$ | $N$ | $x$<br>% m/m | $s_R$ | $S_R$<br>% | $s_r$ | $S_r$<br>% |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|-----|-----|--------------|-------|------------|-------|------------|
| Kontrollmischung                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 13     | 16  | 46  | 0,291        | 0,103 | 35,54      | 0,039 | 13,43      |
| Fester Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 0      | 17  | 53  | 0,554        | 0,177 | 31,94      | 0,045 | 8,20       |
| Gemischter flüssiger Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | 5      | 18  | 56  | 2,667        | 0,709 | 26,59      | 0,179 | 6,70       |
| Lösemittelabfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 0      | 16  | 52  | 0,574        | 0,172 | 29,94      | 0,059 | 10,32      |
| <p><math>p</math> Anzahl der Laboratorien<br/> <math>N</math> Anzahl der erhaltenen Werte<br/> <math>O</math> Anteil der Ausreißer in Prozent<br/> <math>x</math> Mittelwert<br/> <math>s_R</math> Schätzwert der Vergleichstandardabweichung<br/> <math>s_r</math> Schätzwert der Wiederholstandardabweichung<br/> <math>S_R</math> Schätzwert der relativen Vergleichstandardabweichung in Prozent<br/> <math>S_r</math> Schätzwert der relativen Wiederholstandardabweichung in Prozent</p> |        |     |     |              |       |            |       |            |

**Tabelle A.5 — Verfahrenskennndaten für die Bestimmung von Schwefel**

| Probe                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | O<br>% | $p$ | $N$ | $x$<br>% m/m | $s_R$ | $S_R$<br>% | $s_r$ | $S_r$<br>% |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|-----|-----|--------------|-------|------------|-------|------------|
| Kontrollmischung                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 5      | 20  | 60  | 0,453        | 0,115 | 25,32      | 0,037 | 8,24       |
| Altholz                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | 5      | 20  | 60  | 0,897        | 0,147 | 16,42      | 0,065 | 7,29       |
| Sekundärbrennstoff                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 5      | 21  | 62  | 1,293        | 0,284 | 21,96      | 0,068 | 5,24       |
| Fester Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 0      | 21  | 62  | 3,236        | 1,037 | 32,03      | 0,270 | 8,34       |
| Gemischter flüssiger Abfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | 5      | 21  | 62  | 0,675        | 0,172 | 25,45      | 0,051 | 7,60       |
| Lösemittelabfall                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 5      | 21  | 60  | 0,797        | 0,214 | 26,87      | 0,093 | 11,71      |
| Flüssiger Sekundärbrennstoff                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 0      | 21  | 62  | 0,649        | 0,097 | 14,93      | 0,057 | 8,72       |
| <p><math>p</math> Anzahl der Laboratorien<br/> <math>N</math> Anzahl der erhaltenen Werte<br/> <math>O</math> Anteil der Ausreißer in Prozent<br/> <math>x</math> Mittelwert<br/> <math>s_R</math> Schätzwert der Vergleichstandardabweichung<br/> <math>s_r</math> Schätzwert der Wiederholstandardabweichung<br/> <math>S_R</math> Schätzwert der relativen Vergleichstandardabweichung in Prozent<br/> <math>S_r</math> Schätzwert der relativen Wiederholstandardabweichung in Prozent</p> |        |     |     |              |       |            |       |            |

## Anhang B (informativ)

### Sauerstoffverbrennung in einem Kolben nach Schöniger

#### B.1 Anwendungsbereich

Dieser informative Anhang beschreibt ein Verbrennungsverfahren zur Bestimmung des Halogen- und Schwefelgehalts in Stoffen durch Verbrennung in einem geschlossenen, Sauerstoff enthaltenden System [Sauerstoffverbrennung in einem Kolben (Schöniger-Kolben)] und die anschließende Analyse des Verbrennungsprodukts nach unterschiedlichen analytischen Verfahren.

Dieses Verfahren ist für feste, pastöse und flüssige Proben mit mehr als 0,25 g/kg Halogengehalt und/oder 0,25 g/kg Schwefelgehalt anwendbar. Die Nachweisgrenze hängt vom Element, von der Matrix und vom verwendeten Bestimmungsverfahren ab.

In der ursprünglichen Probe vorhandene oder beim Verbrennungsschritt erzeugte unlösliche Halogenide und Sulfate werden mit diesem Verfahren nicht vollständig bestimmt.

#### B.2 Begriffe

Siehe Abschnitt 3.

#### B.3 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in einem geschlossenen System (einem mit Sauerstoff gefüllten, dickwandigen Glaskolben – Schöniger-Kolben) durch Verbrennen oxidiert. Halogen- und Schwefelverbindungen werden in Fluoride, Chloride, Bromide, Iodide und Sulfate umgewandelt, die in einer Absorptionslösung absorbiert und/oder gelöst werden.

Zur Bestimmung der Halogenid- und Sulfatkonzentrationen in der Absorptionslösung dürfen mehrere Verfahren angewendet werden.

Das in diesem Anhang beschriebene Verfahren ist schneller und leichter als das standardisierte Verfahren durchzuführen. Da eine kleinere Probenmenge eingesetzt wird, muss die Homogenisierung mit größerer Sorgfalt erfolgen. Im Allgemeinen ist es, je nach dem Element, der Matrix und dem Bestimmungsverfahren, bei Konzentrationen über 0,25 g/kg anwendbar.

#### B.4 Störungen und Gefährdungen

Zu Störungen und Gefährdungen siehe Abschnitt 5 und Abschnitt 6.

#### B.5 Reagenzien und Kontrollmischungen

**B.5.1 Filterpapierhüllen**, z. B. 3 cm × 3 cm mit 3,5 cm × 1 cm Verlängerung (siehe Bild B.1).

**B.5.2** Alle weiteren Reagenzien und Kontrollmischungen wie in Abschnitt 7 angegeben.