

DIN EN 17197

ICS 91.100.01

Entwurf

Einsprüche bis 2022-07-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 17197
(DIN SPEC 18483):2019-03

**Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen –
Analyse von anorganischen Stoffen in Aufschlusslösungen und Eluaten –
Analyse mit induktiv gekoppeltem Plasma – Optische
Emissionsspektrometrie (ICP-OES);
Deutsche und Englische Fassung prEN 17197:2022**

Construction products: Assessment of release of dangerous substances –
Analysis of inorganic substances in digests and eluates –
Analysis by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES);
German and English version prEN 17197:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-05-06 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, 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 90 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17197:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Gemeinschaftsarbeitsausschuss NA 005 53-01 GA „Gemeinschaftsarbeitsausschuss NABau/NAW, Boden und Grundwasser (SpA zu CEN/TC 351/WG 1 und CEN/TC 351/WG 1/AHG)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

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

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

ISO 20280 siehe DIN ISO 20280

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

Änderungen

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

- a) Ergänzung von Präzisionsdaten des Verfahrens, siehe Abschnitt 10 und Anhang A;
- b) redaktionelle Änderungen.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 20280, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen in Königswasser-Bodenextrakten mittels elektrothermischer oder Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 20280:2007)*

– *Entwurf* –

E DIN EN 17197:2022-06

– Leerseite –

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

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

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Abkürzungen	8
5 Kurzbeschreibung	8
6 Interferenzen	9
7 Reagenzien	10
8 Prüfeinrichtung	12
9 Verfahren	12
9.1 Untersuchungsprobe	12
9.2 Prüfmenge	13
9.3 Einstellung des Geräts	13
9.3.1 Allgemeine Anforderungen	13
9.3.2 Interelement-Korrektur (en: inter-element correction)	13
9.3.3 Interner Standard	13
9.3.4 Prüfung der Geräteleistung	14
9.4 Kalibrierung	14
9.4.1 Lineare Kalibrierfunktion	14
9.4.2 Nichtlineare Kalibrierfunktion	14
9.4.3 Kalibrierung durch Beimengung von Standards	14
9.5 Messung der Probe	15
10 Berechnung	15
10.1 Berechnungen für Aufschlusslösungen von Bauprodukten	15
10.2 Berechnung für Eluate von Bauprodukten	16
11 Auswertung der Ergebnisse	16
12 Leistungsmerkmale	16
12.1 Allgemeines	16
12.2 Blindwert	16
12.3 Prüfung der Kalibrierung	16
12.4 Interferenz	16
12.5 Wiederfindung	16
12.6 Anhaltswerte für die Nachweisgrenze des Verfahrens	16
12.7 Präzision	17
13 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Wellenlängen, spektrale Interferenzen und geschätzte Nachweisgrenzen des Verfahrens	19
Anhang B (informativ) Anhaltswerte für die Nachweisgrenze des Verfahrens	23
Anhang C (informativ) Präzisionsdaten für die Analyse von Eluaten und Aufschlusslösungen von Bauprodukten	24
C.1 Präzisionsdaten für die Analyse von Eluaten von Bauprodukten	24
C.2 Präzisionsdaten für die Analyse von Aufschlusslösungen von Bauprodukten	29
Anhang D (informativ) Inter-Element-Korrektur (IEC)	35
Anhang E (normativ) Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen mittels ICP-OES mit Hydridbildung	37
E.1 Anwendungsbereich	37
E.2 Kurzbeschreibung	37
E.3 Prüfeinrichtung	37
E.4 Reagenzien	38
E.5 Verfahren	39

E.6 Berechnung	40
Literaturhinweise	41

Tabellen

Tabelle 1 — Typische Werte für die Wiederholpräzision und Vergleichpräzision des Medians	17
Tabelle A.1 — Empfohlene Wellenlängen, spektrale Interferenzen und geschätzte instrumentelle Nachweisgrenzen	19
Tabelle B.1 — Anhaltswerte für die Nachweisgrenze des Verfahrens für Eluate	23
Tabelle C.1 — Anhaltswerte für die Nachweisgrenze des Verfahrens für Eluate	25
Tabelle C.2 — Präzisionsdaten für Eluate aus zementstabilisierter Kohleflugasche	25
Tabelle C.3 — Präzisionsdaten für Eluate aus Porenbeton	26
Tabelle C.4 — Präzisionsdaten für Eluate aus zerkleinerter Kupferschlacke	26
Tabelle C.5 — Präzisionsdaten für Eluate aus recyceltem Beton	27
Tabelle C.6 — Präzisionsdaten für Eluate aus zerkleinertem Mauerwerk	28
Tabelle C.7 — Leistungskennwerte für die Analyse von Eluaten in Übereinstimmung mit prEN 16637-2 und prEN 16637-3	29
Tabelle C.8 — Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus Porenbeton	30
Tabelle C.9 — Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus Kupferschlacke	30
Tabelle C.10 — Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus zerkleinertem Beton	31
Tabelle C.11 — Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus Polyethylen niedriger Dichte	32
Tabelle C.12 — Präzisionsdaten für Aufschlusslösungen mit Königswasser aus Kohleflugasche (QC Werkstoff 2)	32
Tabelle C.13 — Leistungskennwerte für die Inhaltsanalyse mit Königswasser	34
Tabelle D.1 — Beispiele für Störelementstandardlösungen der Gruppe I	35
Tabelle D.2 — Beispiele für Störelementstandardlösungen der Gruppe II	35

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17197:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte – Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird CEN/TS 17197:2018+AC:2018 ersetzen.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Aktualisierung der normativen Verweisungen und der Literaturhinweise;
- Hinzufügung von Leistungskennwerten für Bauprodukte in Abschnitt 12 und in Anhang C;
- Streichung der Leistungskennwerte für Boden, Schlamm und Bioabfall.

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

Einleitung

Nach einer umfassenden Auswertung der zur Verfügung stehenden Verfahren zur Inhalts- und Eluatanalyse von Bauprodukten (CEN/TR 16045 [1]) wurde der Schluss gezogen, dass Multielement-Analyseverfahren der Vorzug vor Verfahren zu geben ist, die für einzelne Elemente oder kleine Gruppen von Elementen entwickelt wurden. Das bedeutet, dass bei anorganischen Stoffen für die Analyse von Auszügen, die aus Aufschlüssen oder aus durch Auslaugung erhaltenen Eluaten gewonnen werden, ICP-Verfahren bevorzugt werden.

Dieses Dokument wurde aus der Arbeit des CEN/TC 400 (project HORIZONTAL) übernommen und ist EN 16170:2016 [2] sehr ähnlich.

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

Die Module, die sich auf die im CEN/TC 351 entwickelten Normen beziehen, sind in CEN/TR 16220:2011 [3] festgelegt, in dem zwischen den Modulen unterschieden wird. Dieses Dokument gehört zum analytischen Schritt.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Verfahren zur Bestimmung der Hauptelemente, Nebenelemente und Spurenelemente in Königswasser- und Salpetersäure-Auflösungslösungen sowie in Eluaten von Bauprodukten mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) fest. Sie bezieht sich auf die folgenden 44 Elemente: Aluminium (Al), Antimon (Sb), Arsen (As), Barium (Ba), Beryllium (Be), Bismut (Bi), Blei (Pb), Bor (B), Cadmium (Cd), Calcium (Ca), Cer (Ce), Chrom (Cr), Eisen (Fe), Kalium (K), Kobalt (Co), Kupfer (Cu), Lanthan (La), Lithium (Li), Magnesium (Mg), Mangan (Mn), Molybdän (Mo), Natrium (Na), Neodym (Nd), Nickel (Ni), Phosphor (P), Praseodym (Pr), Quecksilber (Hg), Samarium (Sm), Scandium (Sc), Schwefel (S), Selen (Se), Silber (Ag), Silicium (Si), Strontium (Sr), Tellur (Te), Thallium (Tl), Thorium (Th), Titan (Ti), Uran (U), Vanadium (V), Wolfram (W), Zink (Zn), Zinn (Sn) und Zirkonium (Zr).

Zur Bestimmung geringer Gehalte von As, Se und Sb kann die Hydridbildung verwendet werden. Dieses Verfahren wird in Anhang E beschrieben.

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

Die in diesem Dokument beschriebenen Verfahren sind für Bauprodukte geeignet und sind für die in Anhang C aufgeführten Produkttypen validiert.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

prEN 16637-2, *Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Teil 2: Horizontale dynamische Oberflächenauflösungsprüfung*

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

EN 16687:2015, *Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Terminologie*

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

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 16687:2015 und die folgenden Begriffe.

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

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Aufschlusslösung

Lösung, die beim Säureaufschluss einer Probe entsteht

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.2.8]

3.2

Eluat

Lösung, die durch eine Auslaugprüfung erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2015, 4.2.7]

3.3

Analyt

Bestimmungsgröße

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

[QUELLE: EN 16687:2015, 4.1.11]

3.4

Probe

Teilmenge eines Materials, die aus einer größeren Materialmenge ausgewählt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Art und Weise der Auswahl der Probe sollte in einem Probenahmeplan vorgeschrieben sein.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Begriff „Probe“ wird oft mit einer Vorsilbe versehen (z. B. Laborprobe, Untersuchungsprobe), um den Probenotyp und/oder den bestimmten Schritt bei der Probenahme anzugeben, auf den sich das erhaltene Material bezieht.

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.1.5]

3.5

Untersuchungsprobe

Analyseprobe

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

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.2.2]

3.6

Prüfmenge

Untersuchungsmenge

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

BEISPIEL 1 Ein Sack mit Gesteinskörnung wird dem Labor geliefert (die Laborprobe). Eine bestimmte Menge der Gesteinskörnung wird für Prüfzwecke getrocknet, woraus die Untersuchungsprobe resultiert. Danach wird die Säule für die Perkolationsprüfung mit einer Prüfmenge der getrockneten Gesteinskörnung gefüllt.

BEISPIEL 2 Ein Stück Bodenbelag wird dem Labor geliefert (die Laborprobe). Zum Zweck des Aufschlusses wird eine bestimmte Menge davon zerkleinert, woraus sich die Untersuchungsprobe ergibt. Von der Untersuchungsprobe wird eine Prüfmenge entnommen, um den Aufschluss durchzuführen. Wenn die Aufschlusslösung danach analysiert wird, z. B. durch ICP-MS, handelt es sich bei der ganzen Menge der Aufschlusslösung um die Untersuchungsprobe und bei der für die Analyse entnommenen Menge um die Prüfmenge.

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.2.3]

3.7

instrumentelle Nachweisgrenze

IDL

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Üblicherweise bestimmt als das Dreifache der Wiederholstandardabweichung ($3 \times S_r$), berechnet aus verschiedenen Messungen ($n > 8$) einer Lösung bei einem Durchgang.

[QUELLE: EN 16687:2015, 4.1.13]

3.8

Nachweisgrenze des Verfahrens

MDL, en: method detection limit

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Üblicherweise bestimmt als das Dreifache der Wiederholstandardabweichung ($3 \times S_r$), berechnet aus mehreren Messungen ($n > 8$) verschiedener Matrixlösungen an verschiedenen Tagen, die eine niedrige Konzentration des Analyten enthalten.

[QUELLE: EN 16687:2015, 4.1.12]

4 Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Abkürzungen:

ICP	induktiv gekoppeltes Plasma (en: inductively coupled plasma)
ICS	Interferenz-Kontrolllösung (en: interference check solution)
IDL	instrumentelle Nachweisgrenze (en: instrumental detection limit)
IEC	Interelement-Korrektur (en: inter-element correction)
MDL	Nachweisgrenze des Verfahrens (Nachweisgrenze) (en: method detection limit)
MSF	Multikomponenten-Spektralanpassung (en: multicomponent spectral fitting)
OES	Optische Emissionsspektrometrie (en: optical emission spectrometry)

5 Kurzbeschreibung

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

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

Zur Bestimmung geringer Gehalte von As, Se und Sb kann die Hydridbildung verwendet werden. Dieses Verfahren wird in Anhang E beschrieben.

6 Interferenzen

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

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

Spektrale Überlappungen können durch Verwendung einer alternativen Wellenlänge vermieden oder durch Gleichungen zur Korrektur von Inter-Element-Beiträgen kompensiert werden. Geräte, die Gleichungen für die Inter-Element-Korrektur verwenden, erfordern, dass die Störelemente zur gleichen Zeit wie das jeweils relevante Element analysiert werden. Wenn vorhandene Störungen nicht korrigiert werden, führen sie zu falsch-positiven Bestimmungen und werden als Analytkonzentrationen gemeldet. Die Interferenzen sind in Anhang A aufgeführt.

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

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

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

7 Reagenzien

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

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

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

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

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

7.4 Einzelement-Stammlösungen.

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

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

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

7.5 Multielement-Stammlösungen.

7.5.1 Allgemeines

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

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

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

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

Zur Stabilisierung von Stammlösung A Salpetersäure verwenden.

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

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

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

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

7.6 Multielement-Kalibrierlösungen.

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

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

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

Die Stabilität der Kalibrierlösungen prüfen.

7.7 Interne Standardlösung.

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

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

Im Allgemeinen liegt eine geeignete Konzentration des internen Standards in Proben und Kalibrierlösungen bei 1 mg/l bis 10 mg/l.

7.8 Blindwertlösung.

Herstellen der Blindwertlösung durch Ansäuern von Wasser (7.1) bis zu den in den Kalibrierlösungen, Aufschlusslösungen und Eluat vorliegenden Säurekonzentrationen.

7.9 Verfahrensblindprobe.

Die Verfahrensblindprobe muss alle Reagenzien in den gleichen Volumina beinhalten, wie sie bei der Aufbereitung der Proben verwendet werden. Die Verfahrensblindprobe muss über das gesamte Verfahren hinweg verwendet werden und in der endgültigen Lösung die gleiche Säurekonzentration wie die zur Analyse verwendete Probenlösung aufweisen.

7.10 Kalibrierprüflösung.

Die von einem anderen Anbieter erworbene Kalibrierprüflösung durch Ansäuern von Wasser (7.1) auf die gleiche Konzentration der Säuren einstellen, die in Kalibrierlösungen verwendet werden, unter Verwendung der gleichen Standardlösungen, die auch für die Kalibrierung bei einer höheren Konzentrationsstufe verwendet wurden.

7.11 Interferenz-Prüflösung (ICS).

Wenn Interferenzen nicht ausgeschlossen werden können (siehe Tabelle A.1), eine Interferenz-Prüflösung zubereiten, die bekannte Konzentrationen von Störelementen beinhaltet und damit ein geeignetes Mittel zur Prüfung der Korrekturfaktoren darstellt. Die Wahl der Konzentration und des Störelements richtet sich nach der Matrix.

Zwei oder mehr Störelemente innerhalb ein und derselben Interferenz-Prüflösung vermeiden. Den Proben werden die relevanten Analyten hinzugefügt, insbesondere Analyten mit bekannten Interferenzen bei Konzentrationen von 0,5 mg/l bis 1 mg/l. In dem Fall, dass kein messbarer Analyt vorhanden ist, könnte eine Überkorrektur unerkant bleiben, da ein negativer Wert als Null gemeldet werden könnte. Wenn das konkrete Gerät eine Überkorrektur als negative Zahl anzeigt, ist dieses Verfahren des Hinzufügens nicht erforderlich.

8 Prüfeinrichtung

8.1 Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Argonplasma.

- Computergesteuertes Emissionsspektrometer mit Hintergrundkorrektur
- Hochfrequenzgenerator
- Optionaler Massenflussregler zur Versorgung des Argonzerstäubers mit Gas
- Optionale Peristaltikpumpe
- Optionaler automatischer Probennehmer
- Versorgung mit hochreinem Argongas (z. B. $\geq 99,95\%$)

ANMERKUNG ICP-OES-Geräte existieren in verschiedenen Ausführungen, z. B. mit axialer oder radialer Plasmabeobachtung oder einer Kombination aus beidem. Die axiale Beobachtung führt zu einer höheren Signalintensität, weil der Beobachtungspfad des üblichen Analysebereichs des Plasmas länger ist. Dies führt in den meisten Fällen zu einem höheren Signalpegel, aber bei vielen Elementen wird häufig eine Zunahme von Störungen im Vergleich zur radialen Plasmabeobachtung festgestellt. Allerdings verfügen die meisten Geräte über spezielle Anpassungsmöglichkeiten zur Kompensation von zu starken Störungen aus dem Bereich der Plasma-Bullets und dem Molekülbereich des Plasmas. Insbesondere im niedrigen UV-Bereich (z. B. Pb, Zn, As, Cd, P, Se und S) sind die Signal-zu-Untergrund-Verhältnisse bei beiden Ausführungen in etwa gleich. Diverse Geräte ermöglichen durch zusätzliche Spiegel beide Beobachtungsarten. Dies ermöglicht Anwendern die Wahl der am besten geeigneten Option, aber kann zu Einschränkungen durch die geringere Lichtintensität sowie aufgrund des unterschiedlichen Aufbaus der Plasmafackel (längerer Hals) zu schnellerer Verstopfung und geringerer Langzeitstabilität führen. Für Umweltproben kann die axiale Plasmabeobachtung von Vorteil sein.

8.2 Messkolben mit geeigneter Präzision und Genauigkeit.

8.3 Messpipetten mit geeigneter Präzision und Genauigkeit.

ANMERKUNG Es wird geraten, die Dosierung eines Volumens von weniger als 50 µl mit einer Pipette zu vermeiden.

9 Verfahren

9.1 Untersuchungsprobe

Die Untersuchungsprobe ist eine partikelfreie Aufschlusslösung, die nach prEN 17196 gewonnen wurde, oder ein Eluat, das nach prEN 16637-2 oder prEN 16637-3 gewonnen wurde.

9.2 Prüfmenge

Die Prüfmenge kann direkt aus der Aufschlusslösung gewonnen werden oder aus der Untersuchungsprobe entnommen und verdünnt werden, um eine Anpassung an den Messbereich vorzunehmen oder die Matrix zu verdünnen. Die Acidität der Prüfmenge muss der Acidität der Kalibrierlösungen entsprechen.

Es muss sichergestellt sein, dass alle Elemente in nichtflüchtiger Form vorliegen. Flüchtige Spezies müssen in nichtflüchtige Spezies umgewandelt werden, z. B. durch Oxidation von Sulfid mittels Wasserstoffperoxid.

9.3 Einstellung des Geräts

9.3.1 Allgemeine Anforderungen

Die Geräteparameter des ICP-OES-Systems in Übereinstimmung mit den Angaben in der Betriebsanleitung des Herstellers einstellen. Je nach Typ der zu messenden Proben und Matrizen ein Verfahren (Satz von Geräteparametern) entwickeln.

Die Wellenlänge der relevanten Analyten und die Erfordernis entsprechender Korrekturmaßnahmen nach Tabelle A.1 ermitteln. Alternativ multivariate Kalibrierverfahren anwenden.

Die Spüldauer in Abhängigkeit von der Länge des Strömungswegs festlegen; die Dauer der Spülung des Probeneinführungssystems zwischen zwei aufeinanderfolgenden Proben muss ausreichen, um alle relevanten Analyten aus dem System zu spülen.

ANMERKUNG 1 Ein Leitfaden zur Entwicklung von Verfahren und zur Einstellung der Geräte ist bei Van der Wiel [14] angegeben.

ANMERKUNG 2 ICP-OES-Systeme sind hervorragend für Multielement-Analysen geeignet. Das heißt jedoch nicht, dass alle Elemente bei nur einem Messdurchgang analysiert werden können. Die Bestimmungsempfindlichkeit hängt von zahlreichen Parametern ab (Durchfluss durch den Zerstäuber, Leistung des Hochfrequenz-Generators, Beobachtungshöhe usw.). Die optimalen Geräteeinstellungen sind nicht für alle Elemente zugleich erreichbar.

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

Untersuchen, ob die in Tabelle A.1 angegebenen Störelemente zu Werten führen können, die höher als das Dreifache der instrumentellen Nachweisgrenze (IDL) liegen oder das 0,5-Fache der geringsten anzugebenden Konzentration betragen. Wenn dies der Fall ist, werden Korrekturen zur Kompensation der Interferenzen vorgenommen. Informationen zur Bestimmung der Faktoren für die Inter-Element-Korrektur siehe Anhang D.

9.3.3 Interner Standard

Wenn die zu messenden Probetypen stark voneinander abweichen, ist unter Umständen kein Matrixabgleich möglich. In diesem Fall die Anwendung eines internen Standards zur Verringerung der Auswirkungen des fehlenden Abgleichs auf die Analytempfindlichkeit in Betracht ziehen. Das Verfahren unter Verwendung interner Standards kann unabhängig vom Kalibrierverfahren angewandt werden.

Wenn das Verfahren unter Verwendung interner Standards die Matrixeffekte nur unzureichend verringert, das Kalibrierverfahren der Standardaddition (9.4.3) anwenden.

Die Verwendung eines internen Standards wird empfohlen. Die interne Standardlösung (7.7) zu allen zu messenden Lösungen hinzugeben. Eine Verdünnung während des Messlaufs und die Beimischung von interner Standardlösung zum Probendurchfluss mittels der Peristaltikpumpe im Zerstäuber ist gängige Praxis. In diesen Fällen werden die Kalibrierlösungen auf die gleiche Weise wie die Probenlösungen verdünnt.

Die Massekonzentration der Referenzelemente muss in allen Lösungen gleich sein. Das Ergebnis des Analyten durch das Ergebnis des internen Standards in der Kalibrierlösung bzw. in den Kalibrierlösungen dividieren und den sich dabei ergebende Quotienten in der Kalibrierfunktion verwenden.

9.3.4 Prüfung der Geräteleistung

Etwa 30 min vor der Messung ist das Gerät auf die Arbeitsbedingungen einzustellen.

Vor jeder Messreihe Empfindlichkeit und Stabilität des Systems prüfen und Störungen z.B. mittels der Interferenz-Prüflösung (7.11) minimieren.

Auflösung und Massenkali brierung sind mit der vom Hersteller geforderten Häufigkeit zu überprüfen.

Die Wellenlängenkalibrierung so oft wie vom Hersteller vorgeschrieben prüfen.

9.4 Kalibrierung

9.4.1 Lineare Kalibrierfunktion

Wenn mehr als zwei Konzentrationsstufen, darunter Null, verwendet werden, die lineare Kalibrierfunktion durch eine gewichtete lineare Regression ermitteln.

ANMERKUNG 1 ICP-OES ermöglicht einen großen Messbereich. Die Streuung bei Blindmessungen ist in der Regel deutlich geringer als die Streuung bei vollem Skalenausschlag. Bei einer herkömmlichen linearen Regression wird davon ausgegangen, dass die Streuung über den gesamten Bereich konstant ist. Deswegen liegt ein viel höherer prozentualer Anteil der berechneten Schnittpunkte (Achsenabschnitte) außerhalb des Bereichs, der entsprechend des Streubereichs für die Blindwerte zu erwarten war. Es wird ein von Null abweichender Blindwert errechnet, der aber in Wirklichkeit nicht richtig ist. Bei der gewichteten linearen Regression verläuft die Regressionsgrade zwangsweise durch die Punkte, die eine geringe Streuung haben, sodass sich die für die Schnittpunkte erwartete Streuung ergibt. Leider können viele Datensysteme nicht mit gewichteter Regression umgehen. Eine alternative, allerdings weniger effiziente Herangehensweise ist eine herkömmliche lineare Regression, bei der die Linie zwangsweise durch den Blindwert oder durch Null geführt wird. Die kostengünstigste Variante ist jedoch eine (einfache oder mehrfache) Zweipunktkalibrierung. Wenn die Kalibrierkurven linear sind, wie sie es bei ICP-OES für gewöhnlich sind, ist dieses Verfahren valide und effizient.

Wenn eine gewichtete lineare Regression nicht möglich ist, eine lineare Regression anwenden, bei der die Linie zwangsweise durch den Blindwert oder durch Null geführt wird. Im letzteren Fall durch Durchläufe mit einer Blindprobe regelmäßig überprüfen, ob die Annahme der Abwesenheit eines Blindwerts berechtigt ist.

ANMERKUNG 2 Die gewichtete lineare Regression eignet sich nicht für geringere Elementekonzentrationen.

Eine Zweipunktkalibrierung ist zulässig, wenn die Kalibrierfunktion linear ist, was für gewöhnlich der Fall ist. Mittels einer Kalibrierlösung mit bekannter Verdünnung regelmäßig überprüfen, ob die Annahme der Linearität berechtigt ist.

Statt einer Messung je Konzentrationsstufe können mehrere Messungen durchgeführt werden, um die Unsicherheit der Kalibrierlinie zu verringern.

9.4.2 Nichtlineare Kalibrierfunktion

Alkalische und erdalkalische Metalle haben unter Umständen aufgrund von Ionisations- und Selbstabsorptionseffekten nichtlineare Ergebniskurven.

Die Kalibrierfunktion aus der gewichteten polynomen Regression (zweiter Grad) berechnen.

Wenn diese Option nicht möglich ist, die polynome Regression unter der Bedingung anwenden, dass die Funktion zwangsweise durch den Blindwert oder durch Null geführt wird. Im letzteren Fall regelmäßig überprüfen, ob die Annahme der Abwesenheit eines Blindwerts berechtigt ist.

9.4.3 Kalibrierung durch Beimengung von Standards

Eine bekannte Menge Standardlösung (V_s) des Analyten und eine gleich große Menge der Blindwertlösung (V_b) zwei separaten, aber gleich großen Mengen der Probenlösung (oder ihrer Verdünnung) zugeben. Die Verdün-

nung minimieren oder entsprechend der aufstockungsbedingten Verdünnung korrigieren. Die Menge der hinzugefügten Standardlösung muss zwischen dem 0,4-fachen und dem 2-fachen der erwarteten Massekonzentration der Probe liegen. Beide Lösungen wie Probenlösung messen. Die „gemessene Aufstockkonzentration“ als Differenz der Massekonzentrationen der beiden aufgestockten Probenmengen bestimmen. Das Verhältnis zwischen der „tatsächlichen Konzentration der hinzugefügten Lösung“ und der „gemessenen Konzentration der hinzugefügten Lösung“ als Korrekturfaktor für die anfänglich gemessene Konzentration des Probenanteils verwenden.

9.5 Messung der Probe

Eine oder mehrere Kalibrierlösungen und eine Kalibrierblindlösung verarbeiten.

Die Interferenz-Prüflösung(en) verarbeiten, um die Störungskorrektur zu ermitteln oder auf Anwesenheit von Störungen zu prüfen.

Mindestens alle 25 Proben sowie jeweils zu Beginn und zum Abschluss einen Durchlauf mit einer Kalibrierblindlösung und einer Kalibrierprüflösung durchführen, die von einer unabhängigen Quelle bezogen wurde (7.10).

Alle (z. B.) 50 Proben sowie zum Abschluss eines Durchlaufs eine Interferenz-Prüflösung (ICS) analysieren (7.11).

Alle Proben einschließlich einer oder mehrerer Verfahrensblindproben verarbeiten.

Mindestens eine nach Aufschluss versetzte Probe aus der Reihe verarbeiten, um die Wiederfindungsrate zu überprüfen.

ANMERKUNG 1 Wenn eine Kalibrierung durch Standard-Addition auf alle Proben angewandt wird, entfällt die Überprüfung der Wiederfindungsrate.

Bei jedem Auftreten einer neuen oder ungewöhnlichen Probenmatrix Folgendes prüfen:

- Matrixeffekte durch Verarbeitung der versetzten Probe;
- Matrixeffekte durch Verarbeitung einer fünffach verdünnten Probe;
- Inter-Element-Interferenz unter Analyse einer unterschiedlichen Wellenlänge.

ANMERKUNG 2 Es ist erforderlich, dass die Analytkonzentrationen nach der Verdünnung mindestens höher als das zweifache der niedrigsten anzugebenden Konzentration sind.

10 Berechnung

10.1 Berechnungen für Aufschlusslösungen von Bauprodukten

Der Massenanteil des Elements im aufgeschlossenen Bauprodukt ist zu berechnen:

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times f_a \times 100}{m \times dw} \quad (1)$$

Dabei ist

ρ_1 die Massenkonzentration des Elements in der Untersuchungsprobe, in $\mu\text{g/l}$;

ρ_0 die Massenkonzentration des Elements in der Blindprobe, in $\mu\text{g/l}$;

f_a der Verdünnungsfaktor der Messprobe;

w der Massenanteil des Elements in der festen Probe, in $\mu\text{g/g}$ oder mg/kg ;

m die Masse der aufgeschlossenen Probe, in g;

dw die Trockenmasse der Probe, in %.

10.2 Berechnung für Eluate von Bauprodukten

Die Berechnungen für Eluate sind in prEN 16637-2 bzw. prEN 16637-3. beschrieben.

11 Auswertung der Ergebnisse

Es sind so viele Nachkommastellen anzugeben, wie angesichts der Präzision der Messwerte vertretbar, jedoch nicht mehr als drei signifikante Stellen.

12 Leistungsmerkmale

12.1 Allgemeines

Die Leistungsfähigkeit dieses Analyseverfahrens im Hinblick auf Wiederholpräzision und Vergleichpräzision wurde in Verbindung mit der Validierung der Aufschlussverfahren für Bauprodukte unter Verwendung von Königswasser und Eluaten aus der Auslaugung nach prEN 16637-2 und prEN 16637-3 nachgewiesen. Die Aufschlusslösung und die Eluate werden in diesem Fall als Validierungsproben verwendet.

12.2 Blindwert

Das Ergebnis der Prüfung der Blindwertlösung muss weniger als das 3-fache der instrumentellen Nachweisgrenze (IDL) oder das 0,5-fache der niedrigsten anzugebenden Konzentration betragen.

12.3 Prüfung der Kalibrierung

Das Ergebnis des Kontrollstandards darf nicht mehr als 10 % von der vorherigen Messung abweichen oder muss innerhalb von 10 % der theoretischen Konzentration liegen. Falls dieser Grenzwert überschritten wird, das Gerät neu kalibrieren.

12.4 Interferenz

Die Größenordnung der unkorrigierten Hintergrund- und Spektralstörung darf nicht höher als das 3-fache der instrumentellen Nachweisgrenze (IDL) oder das 0,5-fache der niedrigsten anzugebenden Konzentration sein.

12.5 Wiederfindung

Die Wiederfindungsrate der Aufstockung nach dem Aufschluss muss zwischen 75 % und 125 % liegen, oder die Differenz zwischen den Ergebnissen der ursprünglichen Probe und der fünffach verdünnten Probe muss weniger als 10 % betragen, wenn die Konzentration in der fünffach verdünnten Probe mehr als das Zehnfache der instrumentellen Nachweisgrenze oder mehr als das Zweifache der geringsten anzugebende Konzentration beträgt. Die Aufstockkonzentration muss zwischen dem 0,4-achen und dem 2-fachen der Analytkonzentration liegen. Wenn die Wiederfindung nicht innerhalb dieser Grenzen liegt, muss ein Matrixeffekt vermutet werden.

12.6 Anhaltswerte für die Nachweisgrenze des Verfahrens

Aus der Robustheitsvalidierung [17] wurden Anhaltswerte für die Nachweisgrenze des Verfahrens abgeleitet, die in Anhang B aufgeführt sind. Diese Werte sind in $\mu\text{g/l}$ angegeben. Bei der Auswertung von Aufschlusslösungen müssen das Volumen der Säure, mögliche Verdünnungen und das Probengewicht berücksichtigt werden.

12.7 Präzision

Die Leistungskenngrößen des Verfahrens stammen aus der Vergleichsvalidierung für anorganische Substanzen [5], die auf die Robustheitsvalidierung [6] [7] folgte. Tabelle 1 enthält die resultierenden typischen Werte für die relativen Wiederhol- und Vergleichstandardabweichungen als deren beobachteten Bereiche. Der typische Wert wird aus den Vergleichsvalidierungsdaten abgeleitet, indem zunächst die Stoffe mit Messwerten, die zu nah an der Nachweisgrenze (zwischen DTL und MQL) liegen, ausgeschlossen und die Zahlen des Medianwerts gerundet werden. In C.1 sind die Ergebnisse der Validierungsarbeiten an Aufschlusslösungen nach Matrix und Substanzen aufgeführt. In C.2 sind die Ergebnisse der Validierungsarbeiten an Eluaten nach Matrix und Substanzen aufgeführt. Die Werte in Tabelle 1 stimmen im Allgemeinen gut mit den Validierungsarbeiten an Eluaten und Gehalten aus zugehörigen Werkstoffen überein (EN 16192:2011, [16] und [17]).

Tabelle 1 — Typische Werte für die Wiederholpräzision und Vergleichpräzision des Medians

Statistische Parameter	Median der Eluatanalyse	Median der Inhaltsanalyse
Relative Wiederholstandardabweichung, %	2	3
Relative Vergleichstandardabweichung, %	11	17

ANMERKUNG 1 Die relative Vergleichstandardabweichung bestimmt die Unterschiede (positiv und negativ), die (mit einer statistischen Zuverlässigkeit von 68 %) zwischen einem Prüfergebnis, das von einem seine eigenen Einrichtungen nutzenden Labor erzielt wurde, und einem anderen Prüfergebnis, das von einem seine eigenen Einrichtungen nutzenden Labor erzielt wurde, auftreten können, wobei beide Prüfergebnisse unter folgenden Bedingungen erhoben wurden: Die Prüfungen werden in Übereinstimmung mit allen Anforderungen dieser Norm durchgeführt und die beiden Laborproben entstammen der gleichen primären Feldprobe und werden mit identischen Verfahren aufbereitet. Die relative Wiederholstandardabweichung bezieht sich auf von demselben Labor erhaltene Messwerte, während alle anderen Bedingungen identisch bleiben. Vergleichsgrenze und Wiederholstandardabweichung gelten nicht für die Probenahme, sondern für alle Maßnahmen, die an der Laborprobe durchgeführt werden, einschließlich ihrer Herstellung aus der primären Feldprobe.

ANMERKUNG 2 Die aus [5] abgeleitete relative Wiederholstandardabweichung und relative Vergleichstandardabweichung in dieser Tabelle sind indikative Werte der erreichbaren Präzision, wenn die Bestimmung der Konzentration von Stoffen in Eluaten, die durch Auslaugung von Bauprodukten gewonnen wurden, in Übereinstimmung mit dieser Norm erfolgt.

ANMERKUNG 3 Es wurde eine begrenzte Anzahl von Werkstoffen und Parametern geprüft. Daraus folgt, dass die Leistungskennwerte für andere Werkstoffe und Parameter außerhalb der Grenzen liegen können, die aus der Validierung der Bestimmung der Konzentration von Stoffen in Eluaten, die durch Auslaugung von Bauprodukten gewonnen wurden, abgeleitet wurden. Bei relativ heterogenen Werkstoffen können die Wiederhol- und Vergleichsgrenze größer sein als die in [5] und in dieser Tabelle angegebenen Werte.

13 Prüfbericht

Die vom Prüflabor durchgeführten Arbeiten müssen in einem Bericht festgehalten werden, in dem die Prüfergebnisse und alle sonstigen relevanten Informationen präzise, verständlich und eindeutig wiedergegeben werden.

Jeder Prüfbericht muss mindestens die folgenden Informationen enthalten (EN ISO/IEC 17025, angepasst):

- a) einen Titel (z. B. „Prüfbericht“);
- b) Name und Anschrift des Labors sowie der Ort, an dem die Prüfungen durchgeführt wurden, wenn er von der Anschrift des Labors abweicht;

- c) eindeutige Kennzeichnung des Prüfberichts (z. B. eine Seriennummer) und auf jeder Seite die Seitenzahl und die Gesamtanzahl der Seiten des Berichts;
- d) Name und Anschrift des Kunden;
- e) eine Verweisung auf dieses Dokument einschließlich des Erscheinungsjahrs und ergänzende Normen;
- f) Kennzeichnung der Prüfspezifikation oder Beschreibung des Analyseverfahrens oder der Vorgehensweise;
- g) eine Beschreibung, den Zustand und eine unmissverständliche Kennzeichnung der Aufschlusslösung oder des Eluats der geprüften Bauprodukte;
- h) Empfangsdatum der Aufschlusslösung oder des Eluats der geprüften Bauprodukte und jeweils Datum der Prüfungsdurchführung(en);
- i) Beschreibung der Probenahme, der Vorbehandlung sowie des Aufschlussverfahrens und der Lagerung, falls relevant;
- j) jegliche Abweichungen, Hinzufügungen oder Ausschlüsse von der Prüfspezifikation sowie sämtliche andere für eine spezifische Prüfung relevante Informationen, z. B. nicht in dieser Technischen Spezifikation festgelegte oder wahlfreie Einzelheiten;
- k) Messungen, Untersuchungen und abgeleitete Ergebnisse nach Abschnitt 11, angemessen unterstützt durch Tabellen, Graphen, Skizzen und Fotos, sowie jegliche festgestellten Fehler;
- l) Angabe zur Messunsicherheit (falls erforderlich) und alle anderen Angaben in Bezug auf die Qualität der Analysedaten;
- m) Name(n), Position(en) und Unterschrift(en) oder ähnliche Angaben zu der/den Person(en), die die technische Verantwortung für den Prüfbericht übernehmen;
- n) eine Angabe, dass die Ergebnisse sich ausschließlich auf die Aufschlusslösung oder das Eluat der geprüften Bauprodukte beziehen.

Die Rückführbarkeit der vom Prüflabor durchgeführten Arbeiten (z. B. Geräte, Arbeitsblätter, Ausdrücke, Formulare mit Formularen mit Probenmassen) muss aufgezeichnet und mindestens 2 Jahre lang aufbewahrt werden. Die Angaben müssen auf Anfrage des Auftraggebers zur Verfügung gestellt werden.

ANMERKUNG Der Prüfbericht kann, sofern vorhanden, auch Angaben zur Probenahme und Probenvorbehandlung sowie Ergebnisse der analytischen Bestimmungen, die mit anderen Verfahren an den gleichen Proben durchgeführt wurden, enthalten.

Wenn die Prüfung nicht in Übereinstimmung mit diesem Dokument durchgeführt wird, darf im Bericht nur dann auf dieses Dokument verwiesen werden, wenn alle Abweichungen von den in diesem Dokument vorgeschriebenen Verfahren im Bericht unter Angabe der Gründe für die Abweichung angegeben werden.

Anhang A
(informativ)

**Wellenlängen, spektrale Interferenzen und geschätzte Nachweisgrenzen
des Verfahrens**

Empfohlene Wellenlängen, spektrale Interferenzen und geschätzte instrumentelle Nachweisgrenzen sind in Tabelle A.1 angegeben.

**Tabelle A.1 — Empfohlene Wellenlängen, spektrale Interferenzen und geschätzte instrumentelle
Nachweisgrenzen**

Element	Linie nm	Störelemente	Nachweisgrenze des Verfahrens (MDL) µg/l
Ag	328,068	Mn	7
	338,289	Cr, Ti	15
Al	308,215	Mn, V, Fe	50
	396,152	Mo, Cu	10
	167,08	Fe	1
As	193,696	Fe, Al, Mo	50
	197,197	Fe, Al, V	75
	189,042	Al	
B	208,959	Al, Mo	10
	249,678	Fe, Cr	5
	249,773	Fe	5
Ba	233,527	Fe, V	5
	455,403		1
	493,409		1
Be	313,042	V, Ti	2
	234,861	Fe	30
	313,107		
Bi	223,061	Cu	30
	306,772	Fe, V	75
Ca	315,887	Co	30
	317,933	Fe, V	20
	393,366		0,2
Cd	214,438	Fe	3
	226,502	Fe	3
	228,802	As, Fe, Co, Cs	3
Ce	394,275	Co, Mn, Mo, Nd, Rh	70
	413,380	Zn, Fe, Mg, Ni, Ti	50

Tabelle A.1 (fortgesetzt)

Element	Linie nm	Störelemente	Nachweisgrenze des Verfahrens (MDL) µg/l
Co	228,616	Ti	7
Cr	205,552	Fe, Mo	6
	206,149	Al, Fe, Ti, Zn	6
	267,716	Mn, V	7
	283,563	Fe, Mo	7
	284,325	Fe	7
Cu	324,754	Ti, Fe	5
	327,396		10
Fe	259,940		6
	238,20	Co	1
K	766,490	Mg, Ar	6
	769,90		
Hg	184,887		5
	194,164	V	5
La	333,749		10
	379,478		10
Li	460,286	Fe	
	670,784		6
Mg	279,079	Fe	30
	279,553		0,1
	285,213	Fe	
Mn	257,610	Fe, Mo, Cr	1
	293,306	Al, Fe	1
Mo	202,030	Al, Fe	8
	204,598		10
Na	588,995	Ar	70
	589,592	Ba	100
	330,237		
Nd	406,109	Sm, Pr	100
	430,358	Pr, V	75
Ni	231,604	Co, Fe	25
	232,003	Cr	5
P	178,287	I	15
	213,618	Cu, Fe, Mo, Zn	7
	214,914	Cu, Al, Mg	7
	177,428	Cu	

Tabelle A.1 (fortgesetzt)

Element	Linie nm	Störelemente	Nachweisgrenze des Verfahrens (MDL) µg/l
Pb	220,353	Al, Co, Ti	40
	283,306	Fe	
Pr	390,844	Ce, U	40
	417,939	Cr, Ce, V, Fe, Sm, Nd	40
S	182,036	Cr, Mo	15
	180,669	Ca	13
Sb	206,833	Cr, Mg, Co, Mn	30
	217,581	Nb, V, W	40
Sc	357,635	Ce	0,3
	361,384	Ce, W	0,3
Se	196,026	Ti	75
	203,985	Cr, Mn, Sb	100
Si	251,611		10
	212,412		15
	288,158		30
Sm	359,260		40
	388,529		80
Sn	235,848	Mo, Co	100
	240,170	Fe	100
	283,998	Cr	100
	189,980		25
Sr	407,771		0,3
	421,552		0,3
	460,733		70
Te	214,281	V, Sc, Re	40
	225,902	W	100
Ti	334,941	Ca, Cr, Si	4
	336,121		5
	337,280		7
	368,520	Co, Cr	10
Tl	190,807	W	100
	190,794	Co	100
U	385,957	Fe, V, Sc, Sm, Pr, Th	10
	409,013		10
V	290,882	Fe, Mo	8
	292,402	Fe, Mo, Cr, Ti	8

Tabelle A.1 (*fortgesetzt*)

Element	Linie nm	Störelemente	Nachweisgrenze des Verfahrens (MDL) µg/l
	310,230	Ni	7
	311,071	Fe, Mn, Ti, Cr	10
W	207,911		30
	209,860		40
	239,709		60
	222,589	Cu	60
	202,998		75
Zn	206,191	Cr	6
	213,856	Cu, Ni, Fe	7
Zr	343,823		10
	354,262		7
	339,198		7
ANMERKUNG Die in Tabelle A.1 aufgeführten Werte für die Nachweisgrenze des Verfahrens sind Anhaltswerte, d. h. sie sind nicht als Orientierungshilfe für die Auswahl zwischen den Verfahren ICP-OES und ICP-MS vorgesehen. In einer gegebenen Situation könnten sich durchaus beide Verfahren als für die Erfüllung der relevanten Anforderungen gut geeignet erweisen.			

Anhang B
(informativ)

Anhaltswerte für die Nachweisgrenze des Verfahrens

Die in Tabelle B.1 angeführten Nachweisgrenzen beruhen auf Ergebnissen der Validierung der Robustheit [6] und setzen voraus, dass keine Verdünnung der Eluate vorliegt [3] [5].

Tabelle B.1 — Anhaltswerte für die Nachweisgrenze des Verfahrens für Eluate

Prüfverfahren	Parameter	Typische Nachweisgrenze des Verfahrens (MDL) µg/l
prEN 17197 (ICP-OES)	Ba, Li	< 1
	B, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Sr, Ti, V, Zn, Zr	1 bis 9,9
	Al, As, Ca, K, Mg, Mo, Na, Ni, Pb, Sb, Si, Sn	10 bis 99
	P, S	100 bis 200
prEN 17200 (ICP-MS)	Ag, As, Be, Cd, Co, Cs, Hg, Mo, Sb, Tl, U, V, Zr	< 0,01
	B, Ba, Cr, Mn, Ni, Pb, Se, Sn, Sr, Ti	0,01 bis 0,099
	Al, Cu, Fe, Li, P, Zn	0,1 bis 0,99
	K, Mg, Na	1 bis 9,9
	Ca, S, Si	10 bis 30