E DIN EN ISO 18227:2024-11 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2024-09-27

Feststoffe in der Umwelt - Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz (ISO/DIS 18227:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 18227:2024

Environmental solid matrices - Determination of elemental composition by X-ray fluorescence spectrometry (ISO/DIS 18227:2024); German and English version prEN ISO 18227:2024

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort . . . 4
Vorwort . . . 5
Einleitung . . . 6
1 Anwendungsbereich . . . 7
2 Normative Verweisungen . . . 7
3 Begriffe . . . 7
4 Sicherheitshinweise . . . 9
5 Kurzbeschreibung . . . 9
6 Geräte . . . 9
7 Reagenzien . . . 10
8 Interferenzen und Fehlerquellen . . . 11
9 Probenvorbereitung . . . 11
9.1 Allgemeines . . . 11
9.2 Trocknen und Bestimmung der Trockenmasse . . . 12
9.3 Herstellung von Presslingen . . . 12
9.4 Herstellung von Schmelztabletten . . . 12
10 Durchführung . . . 13
10.1 Messbedingungen . . . 13
10.1.1 Wellenlängendispersive Geräte . . . 13
10.1.2 Intensitäten und Untergrundkorrekturen . . . 13
10.1.3 Zähldauer . . . 13
10.1.4 Energiedispersive Geräte . . . 14
10.1.5 Intensitäten und Untergrundkorrekturen . . . 14
10.2 Kalibrierung . . . 14
10.2.1 Allgemeines . . . 14
10.2.2 Allgemeines Kalibrierverfahren . . . 14
10.2.3 Korrektur mit internem Standard unter Anwendung der Methode für (inkohärente) Compton-Streuung . . . 15
10.2.4 Ansatz mit Fundamentalparametern . . . 16
10.2.5 Verfahren mit fundamentalem oder theoretischem Einflusskoeffizienten . . . 16
10.2.6 Empirische Alpha-Korrektur . . . 17
10.2.7 Kalibrierverfahren für Spurenelemente unter Anwendung des Verfahrens mit Presslingen . . . 17
10.2.8 Kalibrierverfahren für Haupt- und Nebenoxide unter Anwendung des Schmelztablettenverfahrens . . . 19
10.3 Analyse der Proben . . . 20
11 Qualitätskontrolle . . . 21
11.1 Verfahren der Driftkorrektur . . . 21
11.2 Blindwertprüfung . . . 21
11.3 Referenzmaterialien . . . 21
12 Auswertung . . . 21
13 Prüfbericht . . . 21
Anhang A (informativ) Semi-quantitative Screening-Analyse von Abfall-, Schlamm- und Bodenproben . . . 23
A.1 Kurzbeschreibung . . . 23

A.2 Energiedispersive (ED) oder wellenlängendispersive (WD) Röntgenfluoreszenz-Spektrometer . . . 23
A.3 Probenvorbereitung . . . 23
A.4 Durchführung . . . 23
A.4.1 Analytische Messbedingungen und Kalibrierung . . . 23
A.4.2 Validierung . . . 24
A.4.3 Analyse . . . 24
A.5 Berechnung und Auswertung . . . 25
A.6 Qualitätskontrolle . . . 25
A.7 Sicherheitshinweise . . . 25
A.8 Prüfbericht . . . 25
Anhang B (informativ) **Beispiele für die Arbeitsschritte bei der Probenvorbereitung von Boden- und Abfallproben** . . . 26
B.1 Allgemeines . . . 26
B.2 Vorbereitung von Flüssigproben . . . 26
B.3 Vorbereitung von Pulverproben . . . 26
B.4 Imprägnieren auf Pulver . . . 26
B.4.1 Imprägnieren auf Aluminiumoxid . . . 26
B.4.2 Imprägnieren auf Aktivkohle . . . 26
Anhang C (informativ) **Empfohlene Analysenlinien, Kristalle und Betriebsbedingungen** . . . 31
Anhang D (informativ) **Auflistung von Referenzmaterialien für die RFA** . . . 34
Anhang E (informativ) **Validierung** . . . 36
E.1 Ergebnis der Validierung . . . 36
E.2 Diskussion der Ergebnisse . . . 47
Literaturhinweise . . . 48

Bilder

Bild B.1 — Arbeitsschritte bei der Vorbereitung von Boden-, Sediment-, Flugasche- und Schlammproben . . . 27
Bild B.2 — Arbeitsschritte bei der Vorbereitung von Proben aus Kohlenstoffmatrizes . . . 28
Bild B.3 — Arbeitsschritte bei der Vorbereitung von Flüssigproben . . . 28
Bild B.4 — Arbeitsschritte bei der Vorbereitung von pastenartigen Materialien . . . 29
Bild B.5 — Arbeitsschritte bei der Vorbereitung von Schrottproben . . . 30

Tabellen

Tabelle 1 — Empfohlene Analysenlinien, Überlagerung der Spektrallinien und Korrekturverfahren . . . 18
Tabelle C.1 — Empfohlene Analysenlinien, Kristalle und Betriebsbedingungen bei der wellenlängendispersiven RFA . . . 31
Tabelle C.2 — Empfohlene Analysenlinien, Targets und Betriebsbedingungen bei der energiedispersiven RFA . . . 32
Tabelle D.1 — Referenzmaterialien, die für die RFA anwendbar sind . . . 34
Tabelle E.1 — Validierungsdaten von Probe 1 (Boden) — Verfahren mit Presslingen . . . 37
Tabelle E.2 — Validierungsdaten von Probe 1 (Boden) — Schmelztablettenverfahren . . . 38
Tabelle E.3 — Validierungsdaten von Probe 2 (kontaminierter Boden) — Verfahren mit Presslingen . . . 39
Tabelle E.4 — Validierungsdaten von Probe 2 (kontaminierter Boden) — Schmelztablettenverfahren . . . 41
Tabelle E.5 — Validierungsdaten von Probe 3 (MVA-Flugasche) — Verfahren mit Presslingen . . . 41
Tabelle E.6 — Validierungsdaten von Probe 3 (MVA-Flugasche) — Schmelztablettenverfahren . . . 43
Tabelle E.7 — Validierungsdaten von Probe 4 (Druckfarbenschlamm) — Verfahren mit Presslingen . . . 44
Tabelle E.8 — Validierungsdaten von Probe 5 (Schlamm aus der Elektronikindustrie) — Verfahren mit Presslingen . . . 45