

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Stoffbestimmung an Partikeln
Bestimmung der Elemente Ba, Be, Cd, Co, Cr,
Cu, Ni, Pb, Sr, V, Zn in emittierten Stäuben
mittels atomspektrometrischer Methoden

VDI 2268

Blatt 1 / Part 1

Chemical Analysis of Particulate Matter
Determination of Ba, Be, Cd, Co, Cr,
Cu, Ni, Pb, Sr, V, Zn in Particulate Emissions
by Atomic Spectrometric Methods

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen.

Die Deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.

The draft of this Guideline has been subject to public scrutiny after announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette).

No guarantee can be given with respect to the English translation.

The German version of this Guideline shall be taken as authoritative.



Inhaltlich überprüft und unverändert
weiterhin gültig: September 1999

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung	2	Preliminary Note	2
1 Grundlage der Verfahren	2	1 Principle of the Methods	2
2 Geräte und Chemikalien	3	2 Apparatus and Chemicals	3
2.1 Geräte für die Probenahme	3	2.1 Sampling Equipment	3
2.2 Geräte für die Analyse	3	2.2 Equipment for Analysis	3
2.3 Chemikalien und Gase	4	2.3 Chemicals and Gases	4
3 Probenahme	4	3 Sampling	4
4 Durchführen der Messung	5	4 Measurement	5
4.1 Aufschluß	5	4.1 Decomposition	5
4.2 Kalibrieren	6	4.2 Calibration	6
4.3 Analyse	8	4.3 Analysis	8
5 Auswertung	10	5 Evaluation	10
5.1 Additionsverfahren	10	5.1 Method of Standard Addition	10
5.2 Standard-Kalibrierverfahren	11	5.2 Standard Calibration Method	11
6 Verfahrenskenngrößen	12	6 Performance Characteristics	12
6.1 Standardabweichungen	12	6.1 Standard Deviations	12
6.2 Nachweisgrenzen	12	6.2 Limits of Detection	12
6.3 Querempfindlichkeiten und Störungen	13	6.3 Interferences	13
Schrifttum	14	References	14

VDI-Kommission Reinhaltung der Luft
Arbeitsgruppe Stoffbestimmung an Partikeln (Emission)
im Ausschuß Messen von Partikeln

VDI-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 4

Frühere Ausgabe: 12.84 Entwurf, deutsch
(Former edition: 12.84 draft; in German only)

Alle Rechte vorbehalten © VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf 1987
All rights reserved © VDI-Verlag GmbH, D-4000 Düsseldorf 1987

Lizenzierte Kopie von elektronischem Datenträger
Zu beziehen durch Beuth Verlag GmbH, Berlin und Köln
Available from Beuth Verlag, D-1000 Berlin and D-5000 Köln

Vervielfältigung — auch für innerbetriebliche Zwecke — nicht gestattet / Reproduction — even for internal use — not permitted

Vorbemerkung

In der vorliegenden Richtlinie wird die Bestimmung der Anteile der Elemente Barium, Beryllium, Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Nickel, Blei, Strontium, Vanadium und Zink in emittierten Stäuben, beispielsweise aus Abfallverbrennungsanlagen, Feuerungsanlagen, Metallhüttenwerken, metallverarbeitender Industrie und Zementwerken, behandelt.

Gegenstand der analytischen Untersuchung des hier beschriebenen Verfahrens ist die aus dem Probenahmeverfahren mit dem Filterkopfgerät nach Richtlinie VDI 2066 Bl. 2 [1] herrührende Probe zur gravimetrischen Bestimmung der Staubbelastung in strömenden emittierten Gasen.

Folgeblätter behandeln auch die Bestimmung der Elemente Arsen, Antimon, Selen und Thallium sowie die Analytik der Schwermetalle und Metalloide in Verbindung mit anderen Probenahmetechniken.

1 Grundlage der Verfahren

Die Probenahme des emittierten Staubes erfolgt durch Entnahme eines Teilvolumens aus dem Hauptgasstrom nach Richtlinie VDI 2066 Bl. 2 [1]. Das staubbeladene Gas wird hierbei über eine Entnahmesonde durch eine mit Quarzwatte gestopfte Filterhülse geleitet.

Nachdem der Staubanteil gravimetrisch bestimmt worden ist, wird die mit Staub beladene Quarzwatte entweder im offenen oder im geschlossenen Gefäß (Druckaufschluß) in Säuregemischen gelöst. In beiden Fällen wird dabei vor dem eigentlichen Aufschluß die Quarzwatte und die Silikatmatrix in Flußsäure gelöst und als Siliciumtetrafluorid ausgetrieben.

Der Rückstand wird anschließend entweder offen mit einem Gemisch von Salpetersäure und Wasserstoffperoxid oder unter Druck mit Salpetersäure-Flußsäure-Gemisch in lösliche Form übergeführt. Nach dem Druckaufschluß wird die überschüssige Flußsäure durch Behandlung mit Borsäure gebunden.

Die so erhaltenen Probenlösungen werden verdünnt und mit Hilfe der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) [2; 3] oder der optischen Emissionsspektrometrie (ICP-AES) [4] analysiert. Bei Vorliegen säureunlöslicher Aufschlußrückstände wird der feste Anteil getrennt aufgeschlossen und analysiert.

Preliminary Note

In this Guideline the determination of the elements barium, beryllium, cadmium, chromium, cobalt, copper, nickel, lead, strontium, vanadium, and zinc in particulate emissions, for instance from waste incinerators, firing equipment, smelting-works, metal-processing industries, and cement works is described.

The method described here deals with particulate samples collected by a sampling procedure using a "Filterkopfgerät". This method is described in Guideline VDI 2066 Part 2 [1]. It is used for determining gravimetrically the concentration of particulate matter in gaseous emissions.

Further Parts of this Guideline deal with the determination of the elements arsenic, antimony, selenium, and thallium and the analysis of heavy metals and metaloids in connection with other methods of sampling.

1 Principle of the Methods

Particulate emissions are sampled by passing a partial volume of the main waste gas stream through a filter cartridge filled with fine silica wool by means of a probe. This method is described in Guideline VDI 2066 Part 2 [1].

The weight of the particulate matter collected in the filter cartridge is determined gravimetrically. Afterwards the silica wool packing is removed from the cartridge and dissolved in an open or closed (pressure digestion) digestion vessel by treatment with acid mixtures. Before this decomposition step the silica wool and the silicate matrix are dissolved with hydrofluoric acid and fumed off as silicetetrafluoride.

The residue is dissolved in an open beaker with a mixture of nitric acid and hydrogen peroxide or in a closed reaction vessel with a mixture of nitric acid and hydrofluoric acid. After the pressure digestion the remaining hydrofluoric acid is bound with boric acid.

The sample solutions obtained by one of these methods are diluted and analysed by atomic absorption spectroscopy (AAS) [2; 3] or by optical emission spectroscopy (ICP-OES) [4]. Residues possibly remaining after the digestion procedure are filtered off, solubilized and analysed separately.