

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
Einleitung	8
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe und Abkürzungen	9
3.1 Begriffe	9
3.2 Abkürzungen	10
4 Überblick über die Prüfverfahren	12
4.1 Anwendungsbereich	12
4.2 Probe	13
4.3 Prüfverfahren – Fließschema	13
4.4 Matrixangleichung	15
4.5 Nachweisgrenzen (LOD) und Bestimmungsgrenzen (LQD)	15
4.6 Prüfbericht	16
4.7 Alternative Prüfverfahren	16
5 Mechanische Probenvorbereitung	17
5.1 Überblick	17
5.1.1 Anwendungsbereich	17
5.1.2 Qualitätssicherung	17
5.2 Ausrüstung/Geräte und Materialien	17
5.3 Durchführung	18
5.3.1 Schneiden von Hand	18
5.3.2 Grobmahlen/Mahlen	18
5.3.3 Homogenisieren	18
5.3.4 Feinmahlen/Mahlen	19
5.3.5 Sehr feines Mahlen von Polymeren und organischen Materialien	19
6 Screening mit Röntgenfluoreszenzspektrometrie (RFS)	19
6.1 Überblick	19
6.1.1 Kurzbeschreibung	22
6.1.2 Warnhinweise	22
6.2 Ausrüstung/Geräte und Materialien	22
6.2.1 XRF-Spektrometer	22
6.2.2 Materialien und Werkzeuge	22
6.3 Reagenzien	23
6.4 Probenahme	23
6.4.1 Zerstörungsfreies Verfahren	23

	Seite
6.4.2 Zerstörendes Verfahren	23
6.5 Durchführung.....	24
6.5.1 Allgemeines.....	24
6.5.2 Vorbereitung des Spektrometers	24
6.5.3 Prüfmenge.....	25
6.5.4 Verifizierung der Spektrometerleistung.....	25
6.5.5 Prüfungen.....	26
6.5.6 Kalibrierung	27
6.6 Berechnungen	27
6.7 Bewertung des Verfahrens.....	28
6.7.1 Blei	29
6.7.2 Quecksilber	29
6.7.3 Cadmium	29
6.7.4 Chrom.....	29
6.7.5 Brom.....	29
6.8 Qualitätslenkung.....	29
6.8.1 Genauigkeit der Kalibrierung	29
6.8.2 Kontrollproben.....	30
6.9 Sonderfälle	30
6.9.1 Positionierung einer Probe für die Messung	30
6.9.2 Gleichmäßigkeit der Probe	31
7 Bestimmung von Quecksilber in Polymeren, Metallen und Elektronik mit CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES und ICP-MS	32
7.1 Überblick	32
7.2 Ausrüstung, Geräte und Materialien	33
7.3 Reagenzien	34
7.4 Probenvorbereitung.....	35
7.4.1 Prüfmenge.....	35
7.4.2 Nassaufschluss (Aufschluss von Elektronik)	35
7.4.3 Mikrowellenaufschluss	36
7.4.4 Herstellen der Labor-Blindwertprobe	36
7.5 Prüfverfahren.....	36
7.5.1 Herstellen von Kalibrierstandards	36
7.5.2 Erstellen der Kalibrierkurve.....	37
7.5.3 Messung der Probe.....	37
7.5.4 Berechnung.....	38
7.6 Auswertung des Verfahrens.....	38
8 Bestimmung von Blei und Cadmium in Polymeren mit ICP-OES, ICP-MS und AAS	39
8.1 Überblick	39

	Seite
8.2	Ausrüstung, Geräte und Materialien 39
8.3	Reagenzien 40
8.4	Probenvorbereitung 41
8.4.1	Prüfmenge 41
8.4.2	Herstellung der Prüflösung 42
8.4.3	Herstellung der Laborblindwertprobe 44
8.5	Durchführung der Prüfung 44
8.5.1	Herstellung der Kalibrierlösung..... 44
8.5.2	Erstellen der Kalibrierkurve..... 45
8.5.3	Messung der Probe..... 45
8.5.4	Berechnung..... 46
8.6	Auswertung des Verfahrens..... 46
9	Bestimmung von Blei und Cadmium in Metallen mit ICP-OES, ICP-MS und AAS 46
9.1	Überblick 46
9.2	Ausrüstung, Geräte und Materialien 47
9.3	Reagenzien 48
9.4	Probenvorbereitung 49
9.4.1	Prüfmenge 49
9.4.2	Herstellung der Probenlösung 49
9.5	Herstellen der Laborblindwertprobe 50
9.6	Durchführung der Prüfung 50
9.6.1	Herstellen des Kalibrierstandards 51
9.6.2	Messung des Kalibrierstandards 51
9.6.3	Messung der Probe..... 52
9.6.4	Berechnung..... 52
9.7	Auswertung des Verfahrens..... 52
10	Bestimmung von Blei und Cadmium in Elektronik mit ICP-OES, ICP-MS und AAS 53
10.1	Überblick 53
10.2	Ausrüstung, Geräte und Materialien 53
10.3	Reagenzien 54
10.4	Probenvorbereitung 55
10.4.1	Prüfmenge 56
10.4.2	Aufschluss mit Königswasser 56
10.4.3	Mikrowellenaufschluss..... 57
10.5	Prüfverfahren 57
10.5.1	Herstellung einer Kalibrierlösung..... 58
10.5.2	Herstellung von Standards 58
10.5.3	Kalibrierung..... 59
10.5.4	Darstellung der Kalibrierkurve 59

	Seite
10.5.5 Messung der Probe.....	60
10.5.6 Berechnung.....	60
10.6 Auswertung des Verfahrens.....	61
Anhang A (informativ) Bestimmung von PBB und PBDE in Polymeren mit GC-MS.....	62
Anhang B (informativ) Prüfung auf das Vorliegen von sechswertigem Chrom (Cr(VI)) in farblosen und farbigen Korrosionsschutzüberzügen auf Metallen.....	78
Anhang C (informativ) Bestimmung von sechswertigem Chrom [Cr(VI)] in Polymeren und Elektronik unter Anwendung eines kolorimetrischen Verfahrens	83
Anhang D (informativ) Praktische Anwendung des Screenings mit Röntgenfluoreszenzspektrometrie (XRF).....	91
Anhang E (informativ) Praktische Anwendung der Bestimmung von Quecksilber in Polymeren, Metallen und Elektronik mit CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES und ICP-MS.....	99
Anhang F (informativ) Praktische Anwendung der Bestimmung Blei und Cadmium in Polymeren mit ICP-OES, ICP-MS und AAS.....	101
Anhang G (informativ) Praktische Anwendung der Bestimmung Blei und Cadmium in Metallen mit ICP-OES, ICP-MS und AAS.....	103
Anhang H (informativ) Praktische Anwendung der Bestimmung Blei und Cadmium in Elektronik mit ICP-OES, ICP-MS und AAS.....	106
Literaturhinweise	110
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	114
Bild 1 – Fließschema der Prüfverfahren.....	14
Bild A.1 – Gesamtionenchromatogramm vom PBDE-Gemisch, BDE-1 bis BDE-206 (5 µg/ml), BDE-209 (50 µg/ml)	76
Bild A.2 – Gesamtionenchromatogramm vom PBB-Gemisch (3,5 µg/ml)	77
Bild A.3 – Gesamtionenchromatogramm von kombinierten PBB- und PBDE-Gemischen (BDE-1 bis BDE-206 – 5 µg/ml, BDE-209 – 5,0 µg/ml, PBB – 3,5 µg/ml)	77
Bild E.1 – Heizbares Aufschlussgefäß, ausgestattet mit Reaktionsgefäß, Rückflusskühler und Absorptionsgefäß	99
Bild G.1 – Untergrundkorrektur	104
Bild H.1 – Untergrundkorrektur.....	108
Tabelle 1 – Übersicht über den Inhalt von Nachweisprüfverfahren	15
Tabelle 2 – Geprüfte Konzentrationsbereiche für Blei in Materialien.....	20
Tabelle 3 – Geprüfte Konzentrationsbereiche für Quecksilber in Materialien.....	20
Tabelle 4 – Geprüfte Konzentrationsbereiche für Cadmium in Materialien	20
Tabelle 5 – Geprüfte Konzentrationsbereiche für Gesamtchrom in Materialien	20
Tabelle 6 – Geprüfte Konzentrationsbereiche für Brom in Materialien	21
Tabelle 7 – Empfohlene Röntgenlinien für einzelne Analyte.....	25
Tabelle 8 – Beim IIS2-Ringversuch erhaltene mittlere Ergebnisse und Wiederfindungsraten von Quecksilber	38
Tabelle A.1 – Matrix-Aufstocklösung.....	64
Tabelle A.2 – Kalibrierlösungen von PBB und PBDE	65

	Seite
Tabelle A.3 – Referenzmassen für die quantitative Bestimmung von PBBs	70
Tabelle A.4 – Referenzmassen für die quantitative Bestimmung von PBDEs.....	70
Tabelle A.5 – Berechnungsbeispiel.....	71
Tabelle A.6 – Beispielliste von handelsüblichen, für diese Analyse für die Kalibrierung geeignet befundenen Kongeneren	74
Tabelle A.7 – PBB- und PBDE-Kongeneren in dem Gemisch.....	76
Tabelle C.1 – Nachweisgrenze des Verfahrens = $t \times s_{n-1}$	90
Tabelle D.1 – Effekt der Matrixzusammensetzung auf die Nachweisgrenze einiger überwachter Elemente	92
Tabelle D.2 – Screening-Grenzwerte für gefährliche Stoffe in verschiedenen Matrices, in mg/kg.....	93
Tabelle D.3 – Mittelwerte der beim Ringversuch IIS2 erhaltenen Ergebnisse und Wiederfindungsraten für Blei.....	95
Tabelle D.4 – Mittelwerte der beim Ringversuch IIS2 erhaltenen Ergebnisse und Wiederfindungsraten für Quecksilber	96
Tabelle D.5 – Mittelwerte der beim Ringversuch IIS2 erhaltenen Ergebnisse und Wiederfindungsraten für Cadmium	96
Tabelle D.6 – Mittelwerte der beim Ringversuch IIS2 erhaltenen Ergebnisse und Wiederfindungsraten für Chrom.....	97
Tabelle D.7 – Mittelwerte der beim Ringversuch IIS2 erhaltenen Ergebnisse und Wiederfindungsraten für Gesamt-Brom	98
Tabelle E.1 – Programm für den Mikrowellenaufschluss von Proben (Ausgangsleistung für fünf Gefäße).....	100
Tabelle F.1 – Spektrale Störungen bei den Wellenlängen von Cadmium und Blei	101
Tabelle F.2 – Beispiele von Masse-Ladungs-Verhältnissen (m/z -Verhältnisse)	102
Tabelle F.3 – Beispiele von Wellenlängen für AAS	102
Tabelle G.1 – Spektrale Störungen bei den Wellenlängen von Cadmium und Blei	103
Tabelle G.2 – Beispiele von Masse-Ladungs-Verhältnissen (m/z -Verhältnisse).....	105
Tabelle G.3 – Beispiele von Wellenlängen für AAS.....	105
Tabelle H.1 – Programm für den Mikrowellenaufschluss von Proben	106
Tabelle H.2 – Spektrale Störungen bei den Wellenlängen von Cadmium und Blei.....	107
Tabelle H.3 – Beispiele von Masse-Ladungs-Verhältnissen (m/z -Verhältnisse)	109
Tabelle H.4 – Beispiele von Wellenlängen für AAS	109