

1. Probenbeschreibung und Angaben vom Auftraggeber

Bei den Proben handelt es sich um Scheiben von Holzbriketts:

- Fichtenholz (Marken MakroTherm und HOLZ-BRIKKS), 5 Scheiben mit einer Dicke von etwa 3 cm. Gemäss den Angaben vom Auftraggeber wurden sie aus den Kopfstücken von 5 diversen 10-kg-Paketen von je einer 1-to-Palette entnommen.
- Kiefernholz derselben Marken, auf gleiche Weise entnommen.

Zu bestimmen ist der Quecksilbergehalt der wasserfreien Substanz nach DIN 51731.

Ohne Gegenmeldung des Auftraggebers werden die Rückstellproben nach 5 Jahren ab Berichtsdatum entsorgt.

2. Analysemethoden und Resultate

2.1 Grundlagen

Aufschluss und Quecksilberbestimmung erfolgten in Anlehnung an die DIN-Norm 51731 (Holzbriketts) und das Bergbau Betriebsblatt 22 022 Teil 2 und Teil 5, welche der EMPA vom Auftraggeber zur Verfügung gestellt wurden.

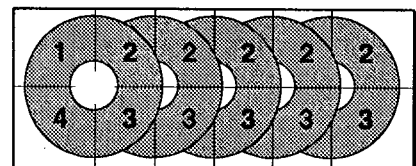
Das im Bergbau Betriebsblatt 22 022 Teil 2 beschriebene Aufschlussverfahren ist ausschliesslich für den Aufschluss von Steinkohleprodukten vorgesehen. Es wurde deshalb in sinngemäss modifizierter Form angewendet.

Die Bestimmung von Quecksilber wurde mittels Kaldampf-Technik, gemäss Bergbau Betriebsblatt 22 022 Teil 5, durchgeführt. Zur Analyse wurde ein Plasma-Massenspektrometer (ICP-MS) anstelle eines Atomabsorptionsspektrometers eingesetzt.

Validierung, Kalibrierung und Bestimmung erfolgten gemäss der EMPA-Standardarbeitsvorschrift SOP 2842.

2.2 Probenpräparation

Die Scheiben wurden in je vier Teile geteilt. Die je fünf Teile 1 beider Proben wurden für die weitere Analyse verwendet, die Teile 2, 3 und 4 wurden als Rückstellproben 2, 3 und 4 archiviert.



Die Stücke wurden manuell zerkleinert und gemischt und in einer Mühle gemahlen (Pulverisette 14, Sieb 0.5 mm, Fa. Fritsch). Vom erhaltenen Mehl wurde die zur Analyse verwendete Fraktion abgesiebt (nach ASTM E11, Sieb 0.15 mm).

2.3 Aufschlussmethode

Je 200 mg der Proben wurden in einem Quarzgefäss mittels einem Mikrowellen-Druckaufschluss mit Schwefelsäure und Salpetersäure aufgeschlossen. Mit diesem Verfahren wurde eine klare, farblose Lösung erhalten, die auf 50 ml verdünnt wurde.

Zur Kontrolle der Quecksilber-Verluste wurden die Wiederfindungsraten durch Zugabe bekannter Quecksilbermengen vor dem Aufschluss bestimmt. Blindwerte des Verfahrens und der Reagentien wurden analog bestimmt.

Alle Aufschlüsse und Bestimmungen wurden je dreimal durchgeführt.

2.4 Prüfverfahren

Die Probelösungen wurden mit einer Natriumborhydrid-Lösung reduziert und das entstehende elementare Quecksilber in einem Argon-Strom in ein Plasma überführt ("Kaldampf-Technik"). Die quantitative Analyse von Quecksilber erfolgte mit einem Plasma-Massenspektrometer ELAN 5000 von Perkin Elmer Sciex. Es wurde das Standard-Kalibrierverfahren verwendet (gemäss Bergbau Betriebsblatt 22 022 Teil 5).

Für das Umrechnen auf die wasserfreie Substanz wurde der Feuchtigkeitsgehalt der Proben bestimmt, indem je 2 g der für den Aufschluss verwendeten, gesiebten Fraktion bei 105 °C während 72 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet wurden.

2.5 Resultate

Es wurden keine nachweisbaren Quecksilbergehalte in der wasserfreien Substanz gefunden:

Probe	Quecksilber (Hg) Massenkonzentration in mg/kg
Fichte	< 0.005
Kiefer	< 0.005

< heisst "kleiner als"

Die Gehalte wurden korrigiert auf einen Wassergehalt von 5 %.

Die Wiederfindungsraten, bestimmt mit einer Zugabe von 0.05 mg/kg, die gerade dem Grenzwert entspricht, lagen bei 85% (Fichte) und 95% (Kiefer). Diese Wiederfindungsrate wurde bei Erstellung der obenstehenden Tabelle bereits berücksichtigt.

Die Nachweisgrenze lag bei 0.005 mg/kg Quecksilber.

3. Zusammenfassung und Beurteilung

Die Quecksilbergehalte der beiden Proben "Fichte" und "Kiefer" liegen deutlich unterhalb des Grenzwertes von 0.05 mg/kg in der wasserfreien Substanz.