

DIN EN 15002

ICS 13.030.01

**Charakterisierung von Abfällen –
Herstellung von Prüfmengen aus der Laboratoriumsprobe;
Deutsche Fassung EN 15002:2006**

Characterization of waste –
Preparation of test portions from the laboratory sample;
German version EN 15002:2006

Caractérisation des déchets –
Préparation de prises d'essai à partir de l'échantillon pour laboratoire;
Version allemande EN 15002:2006

Gesamtumfang 54 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist die Deutsche Fassung der vom Technischen Komitee TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ (Sekretariat: Niederlande) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) ausgearbeiteten Norm EN 15002, die in Deutsch, Englisch und Französisch herausgegeben wurde.

Die vorbereitenden Arbeiten wurden von der Arbeitsgruppe 3 „Analyse und Aufschlussverfahren“ des TC 292 durchgeführt. Seitens des DIN war an der Erstellung der Europäischen Norm der NAW I 2/UA 2 „Chemische Verfahren“ beteiligt.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 565	siehe DIN ISO 565
ISO 10381-6	siehe DIN ISO 10381-6
ISO 10382	siehe DIN ISO 10382
ISO 11464	siehe DIN ISO 11464
ISO 11465	siehe DIN ISO 11465
ISO 13877	siehe DIN ISO 13877
ISO 14507	siehe DIN ISO 14507
ISO 15009	siehe DIN ISO 15009

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 565, *Analysensiebe — Metalldrahtgewebe, Lochplatten und elektrogeformte Siebfolien — Nennöffnungsweiten*

DIN ISO 10381-6, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 6: Anleitung zur Entnahme, Behandlung und Lagerung von Boden für die Bestimmung aerober mikrobieller Prozesse unter Laboratoriumsbedingungen*

DIN ISO 10382, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Organochlorpestiziden und polychlorierten Biphenylen — Gaschromatographisches Verfahren mit Elektroneneinfang-Detektor*

DIN ISO 11464, *Bodenbeschaffenheit — Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen*

DIN ISO 11465, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse — Gravimetrisches Verfahren*

DIN ISO 13877, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen — Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie-(HPLC-)Verfahren*

DIN ISO 14507, *Bodenbeschaffenheit — Probenvorbehandlung für die Bestimmung von organischen Verunreinigungen in Böden*

DIN ISO 15009, *Bodenbeschaffenheit — Gaschromatographische Bestimmung des Anteils an flüchtigen aromatischen Kohlenwasserstoffen, Naphthalin und flüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen — Thermische Desorption nach Ausblasen und Sammeln auf einem Adsorbens*

Deutsche Fassung

**Charakterisierung von Abfällen —
Herstellung von Prüfmengen aus der Laboratoriumsprobe**

Characterization of waste —
Preparation of test portions from the laboratory sample

Caractérisation des déchets —
Préparation de prises d'essai à partir de l'échantillon pour
laboratoire

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. Dezember 2005 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	5
4 Geräte.....	7
5 Störungen und Fehlerquellen.....	7
6 Durchführung	8
7 Prüfbericht.....	11
Anhang A (normativ) Anleitung für die Auswahl von Verfahren zur Probenaufbereitung.....	12
Anhang B (informativ) Zusammenhang zwischen der Mindestmenge an (Teil-)Proben und der Korngröße.....	26
Anhang C (informativ) Geräte und Einrichtungen zur Probenbehandlung	28
Anhang D (informativ) Beispiele für Analysenverfahren.....	29
Anhang E (informativ) Beispiele für die Herstellung von Untersuchungsproben.....	37
Literaturhinweise	49

Vorwort

Diese Europäische Norm (EN 15002:2006) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2006, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2006 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

In der Laborpraxis ist die nach dem Probenahmeplan entnommene Laboratoriumsprobe sehr häufig unterschiedlichen Analysenverfahren zu unterziehen. Zu diesem Zweck ist die Probenteilung auf eine Weise anzuwenden, dass die verschiedenen Prüfmengen in Bezug auf die interessierenden Verbindungen und die spezifischen Analysenverfahren repräsentativ für die ursprüngliche Laboratoriumsprobe sind. Die Repräsentativität der Laboratoriumsprobe und der Prüfmengen ist von besonderer Bedeutung für die Sicherstellung der Qualität und Genauigkeit der Analysenergebnisse. Die Repräsentativität der Laboratoriumsprobe wird durch den Probenahmeplan festgelegt. Diese Europäische Norm legt die richtige Reihenfolge der Arbeitsschritte zur Sicherstellung der Repräsentativität der Prüfmengen fest.

Sicherheitshinweise

Jeder, der sich mit der Analyse von Abfällen und Schlamm befasst, muss sich ungeachtet des zu bestimmenden Parameters der typischen Risiken der Materialart bewusst sein. Abfall- und Schlammproben können gefährliche (z. B. toxische, reaktionsfreudige, entflammbare, infektiöse) Stoffe enthalten, die biologischen und/oder chemischen Reaktionen unterliegen können. Demzufolge wird empfohlen, dass diese Proben mit besonderer Sorgfalt behandelt werden sollten. Die Gase, die durch mikrobiologische oder chemische Aktivität erzeugt werden können, sind möglicherweise entflammbar und erzeugen in verschlossenen Flaschen Druck. Berstende Flaschen führen mit großer Wahrscheinlichkeit zu gefährlichen Splintern, Staub und/oder Aerosol. Hinsichtlich sämtlicher mit diesem Verfahren verbundener Gefahren sollten die nationalen Vorschriften beachtet werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm ist anwendbar bei der Aufbereitung von repräsentativen Prüfmengen aus der Laboratoriumsprobe, die nach dem Probenahmeplan (EN 14899) entnommen wurde, vor der physikalischen und/oder chemischen Analyse (z. B. Herstellung von Eluat, Extraktionen, Aufschlüsse und/oder analytische Bestimmungen) von festen und flüssigen Proben sowie von Schlamm. Sie gilt auch für die Vorbereitung von Prüfmengen aus Aufschlüssen und Eluat für die anschließende Analyse.

Diese Europäische Norm ist dafür vorgesehen, die richtige Reihenfolge von Arbeitsschritten und Behandlungen herauszufinden, die auf die Laboratoriumsproben anzuwenden sind, um geeignete Prüfmengen unter Beachtung der in den entsprechenden Analysenverfahren festgelegten spezifischen Anforderungen zu erhalten.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

ISO 11465:1993, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

ISO 14507:2003, *Soil quality — Pretreatment of samples for determination of organic contaminants*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Probe

Anteil eines Materials, das aus einer größeren Menge dieses Materials ausgewählt wurde

3.2

Laboratoriumsprobe

Probe, die an das Laboratorium geschickt oder von diesem erhalten wurde

ANMERKUNG 1 Aus der Laboratoriumsprobe wird durch weitere Behandlung (Teilung) durch Herstellen von Teilproben, Mischen, Zerkleinern oder Kombinationen dieser Arbeitsschritte die Untersuchungsprobe. Ist die Vorbereitung der Laboratoriumsprobe nicht erforderlich, dann ist die Laboratoriumsprobe die Untersuchungsprobe. Eine Prüfmenge wird zur Durchführung der Prüfung oder zur Analyse aus der Untersuchungsprobe entnommen.

ANMERKUNG 2 Die Laboratoriumsprobe ist die Endprobe aus der Sicht der Probenahme vor Ort, jedoch die Erstprobe aus der Sicht des Laboratoriums.

ANMERKUNG 3 Es können mehrere Laboratoriumsproben aufbereitet und an verschiedene Laboratorien bzw. ein einzelnes Laboratorium geschickt werden, um dort für unterschiedliche Zwecke verwendet zu werden. Bei Übergabe an ein Laboratorium wird der Satz im Allgemeinen als eine einzige Laboratoriumsprobe betrachtet und als eine Probe dokumentiert.

3.3

Untersuchungsprobe

Analysenprobe

aus der Laboratoriumsprobe gewonnene Probe, von der die Prüfmengen zur Untersuchung oder Analyse entnommen werden

3.4

Prüfmenge

Analysenmenge

geeignete Menge eines Materials für die Messung der Konzentration oder anderer interessierender Eigenschaften, die der Untersuchungsprobe entnommen wurde

ANMERKUNG Die Prüfmenge kann der Laboratoriumsprobe direkt entnommen werden, falls keine Aufbereitung der Probe erforderlich ist (z. B. bei Flüssigkeiten oder Proben mit geeigneter Homogenität, Größe und Feinheit); üblicherweise erfolgt die Entnahme aus der aufbereiteten Untersuchungsprobe.

3.5

Teilprobe

Probe, die durch Verfahren erhalten wurde, bei denen die interessierenden Parameter in Teilen gleicher oder ungleicher Größe zufällig verteilt sind

ANMERKUNG Eine Teilprobe kann sein:

- a) ein Teil einer Probe, der durch Auswahl oder Aufteilung erhalten wurde;
- b) die Endprobe einer mehrstufigen Probenaufbereitung.

3.6

Fraktion

Probe, die aus der Laboratoriumsprobe durch Verfahren erhalten wurde, bei denen die interessierenden Parameter ungleich verteilt sein können

ANMERKUNG Eine Fraktion kann aus Metallstücken, Steinen usw. bestehen.

3.7

flüchtige organische Verbindungen

organische Verbindungen mit einem Siedepunkt unter 300 °C (bei einem Druck von 101 kPa)

ANMERKUNG Das umfasst flüchtige aromatische und flüchtige halogenierte Kohlenwasserstoffe, bestimmt nach ISO 15009. Zu dieser Gruppe gehören z. B. auch einige Mono- und Dichlorphenole und Naphthalen.

3.8

mäßig flüchtige organische Verbindungen

organische Verbindungen mit einem Siedepunkt über 300 °C (bei einem Druck von 101 kPa)

ANMERKUNG Diese Definition umfasst:

- a) Mineralöl;
- b) die meisten polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK) (siehe ISO 13877);
- c) Polychlorbiphenyle (PCB) (siehe ISO 10382);
- d) organische Chlorherbizide (siehe ISO 10382).

3.9

mäßig flüchtige Verbindungen

Summe der mäßig flüchtigen organischen Verbindungen und der flüchtigen anorganischen Verbindungen (z. B. Quecksilber, Arsen, Cadmium, Thallium), die bei der Probenvorbereitung (z. B. Erwärmen) verloren gehen können

3.10

Homogenisierung

gleichmäßiges Vermischen von Bestandteilen, Teilchen oder Schichten zur Herbeiführung eines homogenen Zustandes der ursprünglichen Proben (im Fall von Mischproben) oder der vorbehandelten Fraktionen von Proben, um eine gleichmäßige Verteilung von Stoffen und Eigenschaften in der Probe sicherzustellen

3.11**Phasentrennung****Trennung von Fraktionen**

Prozess der Teilung von Bestandteilen, Teilchen oder Schichten, wenn die Homogenisierung der Probe praktisch nicht durchführbar ist und/oder die Analyse von unterschiedlichen Fraktionen oder Phasen angebracht ist

3.12**Trocknen**

Vorgang, bei dem Wasser aus der Probe entfernt wird

ANMERKUNG Bei der Aufbereitung der Prüfmenge kann es zweckmäßig sein, nur die Menge an Wasser zu entfernen, die bei anderen einbezogenen Prozessen (z. B. beim Brechen oder Mahlen) stören könnte. Zur Verringerung der Veränderungen der Probe bei der Probenvorbereitung auf ein Mindestmaß ist die vollständige Entfernung des in der Probe vorhandenen Wassers nicht unbedingt notwendig.

3.13**Korngrößenreduzierung**

mechanisches Zerkleinern der Probe durch Mahlen, Zerreiben, Brechen oder Schneiden

3.14**Probenteilung**

Vorgang, bei dem eine oder mehrere Teilproben von einer Probe gewonnen werden

4 Geräte

In Abhängigkeit von den nach Anhang A ausgewählten Verfahren sind für die Herstellung von Prüfmengen aus den Laboratoriumsproben geeignete Geräte zu wählen.

Bei der Auswahl der Art des Behandlungsverfahrens sollte beachtet werden, dass jedes der Verfahren einen gewissen Einfluss auf die Analysenergebnisse hat, weil es Verunreinigungen einschleppen oder die physikalisch-chemischen Eigenschaften der Probe ändern kann.

Sämtliche Glasgeräte und Geräte, die mit der Probe in Kontakt kommen, müssen aus einem geeigneten Material hergestellt sein, das chemisch mit der Probe verträglich ist, ausgewählt zur Verringerung der Kontamination der Proben auf ein Mindestmaß (z. B. Kunststoffe bei der anorganischen Elementaranalyse, Quarz oder Glas bei flüchtigen und organischen Analyten). Um eine Verschleppung von Kontamination bei den Proben zu verhindern, ist die Sicherstellung einer guten Reinigung durch entsprechende Sorgfalt notwendig.

In Anhang C ist eine informative Auflistung von geeigneten Geräten für die Verfahren der Probenaufbereitung angeführt.

5 Störungen und Fehlerquellen

Die (Teil-)Probe muss nach jedem Arbeitsschritt, der zur Entmischung von unterschiedlich großen Teilchen führen konnte, erneut homogenisiert werden.

Zur Vermeidung von Materialverlust und Kontamination der Probe über die Luft, durch Staub, durch den Einsatz von Geräten (z. B. aus der Umgebungsluft des Laboratoriums oder zwischen Proben, die nahe beieinander gelagert oder verarbeitet wurden) sollte sorgfältig gearbeitet werden.

Es können drei gerätebedingte Arten von Kontamination auftreten:

- Abrieb;
- Verschleppung von Kontamination;
- chemische Freisetzung.

Es wird empfohlen, die Aufbereitung von Abfallproben, besonders Zerkleinern oder Sieben, in einem separaten Raum durchzuführen, der nur für diesen Zweck benutzt wird.

Wenn die Probe von staubähnlicher Konsistenz ist oder (mäßig) flüchtige Verbindungen enthält, kann ein Teil der Probe verloren gehen, und das kann zu Veränderungen der physikalisch-chemischen Eigenschaften führen.

6 Durchführung

6.1 Grundkonzept

Die Vorbereitung der Prüfmenge kann infolge einer Reihe von Faktoren ein komplexer Prozess sein: Art der Probe und deren physikalischer Zustand, Menge der Laboratoriumsprobe, Art und Anzahl der durchzuführenden Bestimmungen usw. Die erhaltenen Prüfmengen müssen gleichzeitig folgende Anforderungen erfüllen:

- jede Prüfmenge muss in Bezug auf die Laboratoriumsprobe möglichst repräsentativ sein;
- die Menge und der physikalische Zustand (z. B. Korngröße) jeder Prüfmenge müssen die Anforderungen des entsprechenden Analysenverfahrens erfüllen;
- bei keiner der Prüfmengen sollten in Bezug auf die zu analysierenden Parameter Verluste und Kontamination auftreten.

Die Herstellung der Prüfmengen aus der Laboratoriumsprobe, die nach dem Probenahmeplan entnommen wurde, ist mit den geforderten analytischen Bestimmungen verbunden. Das bedeutet, dass bei Bedarf der Kontakt zwischen allen Beteiligten, wie z. B. Probennehmer, Kunde und analytisches Laboratorium, herzustellen ist, um die Anforderungen der Normen, die bei den geforderten Bestimmungen anzuwenden sind, zu erfüllen.

Die Herstellung von Prüfmengen im Laboratorium umfasst häufig eine Abfolge von Arbeitsschritten, wie z. B. Homogenisieren, Phasentrennung, Trocknen, Korngrößenreduzierung und Probenteilung. Wesentliche Formen dieser Arbeitsschritte sind in A.2 bis A.6 beschrieben. Hinsichtlich einer konkreten Laboratoriumsprobe ist eine Reihe von Entscheidungen über die spezifische Reihenfolge dieser Arbeitsschritte zu treffen. In einigen Fällen ist die Reihenfolge der anzuwendenden Arbeitsschritte fast unkompliziert, in schwierigeren Fällen (z. B. wenn mehrere Bestimmungen mit unterschiedlichen Anforderungen durchzuführen sind) kann es jedoch entscheidend sein, die richtige Reihenfolge der Arbeitsschritte zu wählen. In Bezug auf Bodenproben sind für anorganische Parameter in ISO 11464 und für organische Parameter in ISO 14507 spezifischere Verfahren beschrieben.

Bei der Festlegung der Arbeitsschritte, die auf eine Laboratoriumsprobe anzuwenden sind, um eine oder mehrere repräsentative Prüfmengen zu erhalten, sind drei Hauptschritte zu berücksichtigen:

— Festlegung der analytischen Anforderungen

Zuerst müssen die Anforderungen der zu verwendenden Analysenverfahren festgelegt werden:

- welche Verfahren sind anzuwenden;
- wie viele Prüfmengen sind erforderlich;
- die Menge und die Eigenschaften der Prüfmengen, die für jedes Analysenverfahren notwendig sind;
- Anforderungen an die Konservierung (z. B. Zeitrahmen, Temperatur, Zugabe von Reagenzien).

ANMERKUNG 1 In Anhang D sind Hinweise auf die erforderlichen Mengen an Prüfmengen und spezifische Anforderungen der jeweiligen Analysenverfahren angeführt. Es wird empfohlen, mindestens die fünffache Menge dessen herzustellen, was an Prüfmengen für die Untersuchung benötigt wird.

— Festlegung der Reihenfolge der Arbeitsschritte

Anschließend muss nach dem Fließdiagramm (siehe Bild 1) auf der Grundlage der Eigenschaften der Laboratoriumsprobe und der Anforderungen der Analysenverfahren die Reihenfolge der Arbeitsschritte festgelegt werden: Jeder einzelne Arbeitsschritt dieser Abfolge ist als ein unabhängiges Modul zu betrachten; zulässige Module sind:

- Phasentrennung/Trennung von Fraktionen;
- Trocknen;
- Korngrößenreduzierung;
- Homogenisierung;
- Probenteilung.

ANMERKUNG 2 Aus praktischen Gründen wird empfohlen, die Parameter so zu gruppieren, dass Untersuchungsproben mit gleichartigen Anforderungen für mehrere Parameter hergestellt werden können. Dieselbe Untersuchungsprobe darf für unterschiedliche Parameter verwendet werden, wenn sie die notwendigen Anforderungen erfüllt.

Häufig müssen an den Laboratoriumsproben verschiedene Bestimmungen durchgeführt werden. In diesen Fällen sind die Module zu kombinieren und/oder zu wiederholen, um Teilproben zu erhalten, die letztendlich zu verschiedenen Prüfmengen führen. Um die konkrete Reihenfolge der auf eine bestimmte Probe anzuwendenden Arbeitsschritte festzulegen, muss das Fließdiagramm (siehe Bild 1) Anwendung finden.

— Auswahl der geeigneten Verfahren

Das geeignete Verfahren zur Probenaufbereitung ist in jedem Modul in Übereinstimmung mit den Anforderungen der entsprechenden Analysenverfahren und den Eigenschaften der Probe nach den Anweisungen von Anhang A zu wählen. In diesem Anhang sind Anleitungen dafür angeführt, in welchem Fall ein bestimmter Arbeitsschritt für die Anwendung geeignet ist.

6.2 Reihenfolge der Behandlungsverfahren

Das Fließdiagramm in Bild 1 beschreibt das Verfahren zur Entscheidungsfindung hinsichtlich der spezifischen Reihenfolge der Arbeitsschritte zur Behandlung einer bestimmten Laboratoriumsprobe, um repräsentative Prüfmengen zu erhalten. Es ist auf die anfängliche Laboratoriumsprobe anzuwenden und bei sämtlichen nachfolgend bei der Aufbereitung erhaltenen Probenfraktionen oder Teilproben in einem Iterationszyklus so lange zu wiederholen, bis sämtliche analytischen Anforderungen erfüllt sind.

Falls flüchtige Verbindungen oder mäßig flüchtige Verbindungen analysiert werden sollen, sollte dies im Probenahmeplan berücksichtigt werden, was zu getrennten Proben führen kann. Im Falle einer einzelnen Laboratoriumsprobe ist besonders sorgfältig vorzugehen, um Verluste dieser flüchtigen Verbindungen während der Homogenisierung und/oder der Korngrößenreduzierung zu vermeiden. Eine vorausgehende Probenteilung ohne Homogenisierungsschritt kann notwendig sein (siehe A.2.4, A.6.4), falls die Repräsentativität der restlichen Probe dadurch nicht wesentlich geändert wird.

ANMERKUNG In besonderen Fällen führt die Probenteilung ohne einen Trocknungsschritt nicht zu repräsentativen Teilproben.

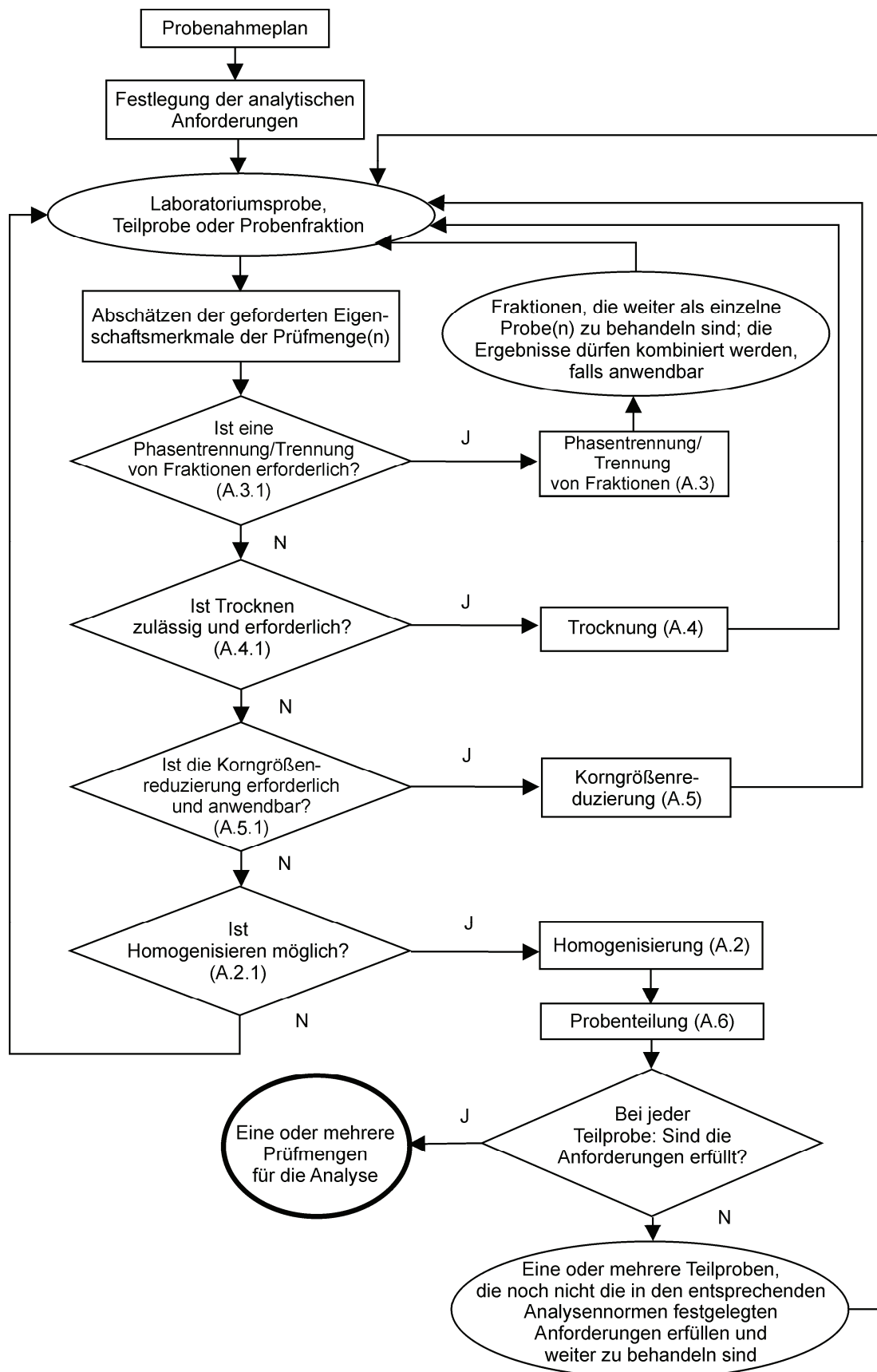


Bild 1 — Fließdiagramm — Reihenfolge der Arbeitsschritte

7 Prüfbericht

Die vom Prüflaboratorium durchgeführte Arbeit muss in einem Bericht enthalten sein, in dem sämtliche zutreffenden Angaben genau, klar und eindeutig dargestellt sind.

Jeder Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) Name, Anschrift und Lage der an der Vorbereitung der Prüfmengen beteiligten Laboratorien;
- b) eindeutige Kennzeichnung des Berichtes (wie z. B. Seriennummer) und jeder Seite sowie die Gesamtanzahl der Seiten des Berichtes;
- c) Beschreibung und Identifikation der Laboratoriumsprobe;
- d) Eingangsdatum der Laboratoriumsprobe;
- e) eine Verweisung auf diese Europäische Norm; d. h. EN 15002
- f) eine Verweisung auf den Probenahmebericht; falls kein Probenahmebericht verfügbar ist, sollte ein eindeutiger Bezug auf die Firma oder die Personen gemacht werden, die für die Probenahme verantwortlich sind;
- g) der gesamte Arbeitsablauf und die Arbeitsbedingungen (Verfahren und Geräte), die tatsächlich bei der Herstellung der Prüfmengen aus der Laboratoriumsprobe Anwendung fanden;
- h) sämtliche Einzelheiten, die nicht in dieser Europäischen Norm festgelegt oder die wahlfrei sind, und andere Faktoren, die die Ergebnisse beeinflusst haben könnten.

Für die anschließende Durchführung der Analysen müssen die Daten über die Herstellung der Prüfmengen zur Verfügung stehen.

Anhang A (normativ)

Anleitung für die Auswahl von Verfahren zur Probenaufbereitung

A.1 Allgemeines

Die Herstellung von Untersuchungsproben aus der Laboratoriumsprobe umfasst häufig eine Abfolge von Arbeitsschritten, wie z. B. Homogenisieren, Phasentrennung, Trocknen, Korngrößenreduzierung und Proben-
teilung. In diesem Anhang sind spezielle Arten dieser Arbeitsschritte beschrieben.

Die in den Analysennormen vorgeschriebenen Verfahren zur Probenbehandlung müssen auf jeden Fall eingehalten werden.

A.2 Homogenisierung

A.2.1 Allgemeine Angaben

Vor jedem Arbeitsschritt, der eine Probenteilung einschließt, ist ein Homogenisierungsschritt erforderlich, um sicherzustellen, dass sämtliche Teilproben bzw. Probenfraktionen dieselben Eigenschaften und dieselbe Zusammensetzung haben. Das anzuwendende Homogenisierungsverfahren wird in Abhängigkeit von den Eigenschaften der Probe gewählt.

In vielen Fällen kann vor dem Homogenisieren eine Korngrößenreduzierung erforderlich sein.

Wenn die Homogenisierung einer Probe zu schwierig oder sogar praktisch nicht durchführbar ist (z. B. wenn die Probe Kunststoff- oder Metallstücke enthält), müssen deren Phasen getrennt und wie unterschiedliche Proben behandelt werden (siehe A.3 Phasentrennung/Trennung von Fraktionen).

A.2.2 Feste Proben

A.2.2.1 Manuelle Homogenisierung

Wann anzuwenden

- Allgemein anwendbar;
- in den Fällen, in denen mechanische Homogenisierung zum Verlust von flüchtigen Verbindungen führen könnte, die von Interesse sind.

Wann nicht anzuwenden

- Bei Proben mit Schichtenbildung, weil Teilchen unterschiedlicher Dichte vorliegen;
- bei Proben mit so großen Teilchen, dass durch manuelles Mischen keine Homogenisierung erreicht werden kann.

Durchführung

Die Probe wird mit einem geeigneten Werkzeug (z. B. Schaufel, Stößel oder Mörser) durchmischt. Die manuelle Homogenisierung ist sehr vorsichtig durchzuführen, wenn das Risiko eines Verlustes von flüchtigen Substanzen besteht.

A.2.2.2 Mechanische Homogenisierung

Wann anzuwenden

- Allgemein anwendbar, besonders in Fällen, in denen die manuelle Homogenisierung ungeeignet ist;
- bei großem Probenumfang;
- bei festen Proben, die Teilchen von etwa der gleichen Dichte enthalten (z. B. bei Materialien, die nach dem Schütteln keine „Schichten“ bilden).

Wann nicht anzuwenden

- Bei Proben mit Schichtenbildung, weil Teilchen unterschiedlicher Dichte vorliegen; in diesem Fall, wenn Homogenisieren nicht möglich ist, sind die Schichten zu trennen und als unterschiedliche Proben zu behandeln (siehe A.3 Phasentrennung/Trennung von Fraktionen);
- wenn die Prüfeinrichtung zur Erwärmung der Probe führen kann und während des Prozesses Verlust an flüchtigen Analyten auftreten kann; in diesem Fall muss eine manuelle Homogenisierung durchgeführt werden.

Durchführung

Es ist nach den Anweisungen des Herstellers zu verfahren.

ANMERKUNG Bei kleinem Probenumfang ist auch die Verwendung einer Kugelmühle ohne Kugeln zum Homogenisieren möglich.

A.2.3 Flüssige Proben

A.2.3.1 Manuelle Homogenisierung

Wann anzuwenden

- Bei flüssigen Proben mit einer Phase und homogenem Aussehen (keine sichtbaren Teilchen).

Wann nicht anzuwenden

- Bei flüssigen Proben, bei denen durch Sichtprüfung Teilchen oder Emulsionen festgestellt werden können, einschließlich Schlamm und Aufschlammungen.

Durchführung

Das Rühren erfolgt mit einem geeigneten Werkzeug, oder die geschlossene Flasche wird geschüttelt.

A.2.3.2 Mechanische Homogenisierung

Wann anzuwenden

- Bei flüssigen Proben, die möglicherweise kleine Teilchen enthalten, wie Schlamm oder Aufschlammung, die sich nicht absetzen oder innerhalb von Minuten Schichten bilden;
- bei flüssigen Proben, die mehr als eine Schicht enthalten, wenn Emulsionen gebildet werden können.

Wann nicht anzuwenden

- Bei flüssigen Proben mit Teilchen, die zu groß sind, um homogenisiert zu werden, und/oder sich innerhalb von Minuten nach dem Homogenisieren unter Schichtenbildung absetzen. In diesem Fall, wenn Homogenisieren nicht möglich ist, sind die Phasen zu trennen und als unterschiedliche Proben zu behandeln (siehe A.3 Phasentrennung/Trennung von Fraktionen);
- bei flüssigen Proben, die mehr als eine Schicht enthalten, wenn die Phasentrennung momentan erfolgt.

Durchführung

In Abhängigkeit von den Eigenschaften der Probe können unterschiedliche Arten von mechanischen Rührwerken (Schnellrührer, magnetisches Rührwerk, Propellerrührwerk, Ultraschallmischgerät, Emulgiermaschine usw.) eingesetzt werden. Die Teilprobe muss möglichst schnell, gleich nach dem Homogenisieren, entnommen werden, um Sedimentation oder Phasentrennung zu vermeiden.

A.2.4 Homogenisierung im Fall von flüchtigen Verbindungen

Wenn in der Probe interessierende flüchtige Bestandteile erwartet werden, muss die Homogenisierung sehr vorsichtig und schnell durchgeführt werden, um Verluste zu vermeiden. Wenn Verluste beim Homogenisierungsprozess nicht vermieden werden können, kann es eine Lösung sein, für die Analyse der flüchtigen Verbindungen mehrere nicht homogenisierte Teilproben zu nehmen und den statistischen Mittelwert als einen Schätzwert für den Gesamtgehalt zu berechnen. Dieser Schritt sollte nicht zu wesentlichen Veränderungen der Zusammensetzung und der Repräsentativität der verbliebenen Probe führen. Ein mögliches Verfahren für flüchtige organische Verbindungen ist in 8.2 von ISO 14507:2003 angegeben.

ANMERKUNG Der Probenahmeplan sollte das Vorliegen von flüchtigen Verbindungen berücksichtigen.

A.3 Phasentrennung/Trennung von Fraktionen

A.3.1 Allgemeine Angaben

Bei inhomogenen und mehrphasigen Proben können, in Abhängigkeit von deren Beschaffenheit und durchzuführenden Bestimmungen, ein oder mehrere Verfahren der Phasentrennung angewendet werden, um zwei oder mehr unterschiedliche Teilproben zu erhalten, die getrennt zu analysieren sind. Bei Proben, die unterschiedliche Fraktionen enthalten, kann eine Abtrennung einiger Fraktionen erforderlich sein (z. B. Muttern, Schrauben, Steine). Aus diesem Grund muss die Masse jeder abgetrennten Phase (Teilprobe) nach der Trennung direkt oder indirekt ermittelt werden, um eine endgültig gewichtete Kombination der Analysenergebnisse der unterschiedlichen Phasen zu ermöglichen.

Im Prüfbericht müssen das (die) für die Phasentrennung angewendete(n) Verfahren, die Masse und die Analysenergebnisse in Bezug auf sämtliche Teilproben, erhalten aus der Phasentrennung, sowie die „gewichteten“ Ergebnisse eindeutig angegeben sein.

A.3.2 Fest-Flüssig-Trennung

In Abhängigkeit von der Beschaffenheit der Probe und den anzuwendenden Analyseverfahren können ein oder mehrere der folgenden Trennverfahren angewendet werden.

A.3.2.1 Sedimentation

Wann anzuwenden

- In sämtlichen Fällen, vorausgesetzt, die vollständige Trennung der beiden Phasen kann in angemessener Zeit ohne Veränderung der interessierenden Analyten erreicht werden.

ANMERKUNG 1 Das Verfahren der Wahl kann Sedimentation bei entsprechender Kühlung sein, wenn in der Probe flüchtige Verbindungen zu analysieren sind.

Wann nicht anzuwenden

- Wenn die Eigenschaften der Probe keine hinreichende Trennung der Phasen in einem angemessenen Zeitraum erlauben;
- wenn es notwendig ist, die größtmögliche Menge an flüssiger Phase zu gewinnen oder eine möglichst trockene feste Phase zu erhalten, weil im Normalfall in der abgeschiedenen Phase immer noch eine bestimmte Menge an Wasser vorliegt;
- wenn während der Sedimentationsdauer biologische oder chemische Veränderungen auftreten.

ANMERKUNG 2 Ein angemessener Zeitraum kann eine Maximalzeit von zwei Stunden sein.

Durchführung

Die Flaschen werden ungestört stehen gelassen, bis die Phasen mit einem geeigneten Verfahren getrennt werden können.

A.3.2.2 Filtration**Wann anzuwenden**

- Wenn andere Verfahren zur Fest-Flüssig-Trennung fehlen oder praktisch nicht anwendbar sind;
- wenn die Trennung in kurzer Zeit erfolgen sollte;
- wenn die flüssige Phase möglichst quantitativ abgetrennt werden muss;
- wenn es durch das Analysenverfahren vorgeschrieben ist (z. B. DOC, AOX).

Wann nicht anzuwenden

- Wenn die Eigenschaften der Probe keine hinreichende Filtration in einem angemessenen Zeitraum erlauben;
- wenn sich dadurch die interessierenden Eigenschaften der Probe verändern können;
- wenn die interessierenden Analyten auf dem Filter adsorbiert werden.

ANMERKUNG Ein angemessener Zeitraum kann eine Maximalzeit von einer Stunde sein.

Wenn anzunehmen ist, dass sich interessierende flüchtige Verbindungen in der Probe befinden, dürfen keine Vakuumverfahren angewendet werden.

Durchführung

Die Probe wird mit einem geeigneten Filtrierverfahren und entsprechender Ausrüstung filtriert.

In Abhängigkeit von der Art der Probe und den interessierenden Analyten sind das geeignete Verfahren (z. B. Druckfiltration, Filtration bei Normaldruck, Vakuumfiltration), das entsprechende Filtermaterial (z. B. Glasfaser-, Papier-, Membranfilter) und die Porosität des Filters auszuwählen. Angaben zum geeigneten Verfahren und Filtermaterial sind den entsprechenden Analysennormen zu entnehmen.