

DIN EN 15002

ICS 13.030.01

Ersatz für
DIN EN 15002:2006-05**Charakterisierung von Abfällen –
Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe;
Deutsche Fassung EN 15002:2015**

Characterization of waste –
Preparation of test portions from the laboratory sample;
German version EN 15002:2015

Caractérisation des déchets –
Préparation de prises d'essai à partir de l'échantillon pour laboratoire;
Version allemande EN 15002:2015

Gesamtumfang 60 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15002:2015) wurde von der Arbeitsgruppe 3 „Analyse und Aufschlussverfahren“ des Technischen Komitees CEN/TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ des Europäischen Komitees für Normung (CEN), dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird, erarbeitet.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-02-01-02 AK „PPM“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Die in diesem Dokument zitierten Europäischen Normen sind als DIN-EN- bzw. DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählnummer veröffentlicht. 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 10381-7	siehe	DIN ISO 10381-7
ISO 10382	siehe	DIN ISO 10382
ISO 13877	siehe	DIN ISO 13877

Änderungen

Gegenüber EN 15002:2006-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Erweiterung des Anwendungsbereiches um monolithisches Material;
- b) redaktionelle Überarbeitung des Textes.

Frühere Ausgaben

DIN EN 15002: 2006-05

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 unter aeroben Bedingungen für die Beurteilung mikrobiologischer Prozesse sowie der Biomasse und der Diversität unter Laboratoriumsbedingungen*

DIN ISO 10381-7, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme Teil 7: Anleitung zur Entnahme von Bodenluftproben*

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

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

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe

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 7. Februar 2015 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 des CEN-CENELEC 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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Begriffe	5
3 Geräte.....	7
4 Störungen und Fehlerquellen.....	8
5 Durchführung	8
5.1 Grundkonzept.....	8
5.2 Reihenfolge der Behandlungsverfahren	10
6 Prüfbericht.....	12
Anhang A (normativ) Anleitung für die Auswahl von Verfahren zur Probenaufbereitung	13
A.1 Allgemeines	13
A.2 Homogenisierung	13
A.2.1 Allgemeine Angaben	13
A.2.2 Feste Proben	13
A.2.3 Flüssige Proben	14
A.2.4 Homogenisierung im Fall von flüchtigen Verbindungen	15
A.3 Phasentrennung/Trennung von Fraktionen	15
A.3.1 Allgemeine Angaben	15
A.3.2 Fest-Flüssig-Trennung	15
A.3.3 Flüssig-Flüssig-Trennung	17
A.3.4 Fest-Fest-Trennung; Trennung in verschiedene Fraktionen	18
A.4 Trocknung	19
A.4.1 Allgemeine Angaben	19
A.4.2 Verfahren	19
A.5 Korngrößenreduzierung.....	22
A.5.1 Allgemeine Angaben	22
A.5.2 Verfahren	22
A.6 Probenteilung.....	25
A.6.1 Allgemeine Angaben	25
A.6.2 Manuelle Teilung von festen Proben durch Kegeln und Vierteln	25
A.6.3 Trockenschneiden	26
A.6.4 Mechanische Teilung von festen Proben	26
A.6.5 Probenteilung bei flüchtigen Verbindungen	26
A.6.6 Probenteilung bei mäßig flüchtigen Verbindungen	27
A.6.7 Probenteilung von Schlämmen und Flüssigkeiten	27
A.6.8 Probenteilung monolithischer Proben	28
Anhang B (informativ) Zusammenhang zwischen der Mindestmenge an (Teil-)Proben und der Korngröße	29
B.1 Formel zur Abschätzung der Mindestmenge an (Teil-)Proben:	29
B.2 Empirische Regel.....	30
Anhang C (informativ) Geräte zur Probenbehandlung	31
Anhang D (informativ) Beispiele für Analysenverfahren.....	32
Anhang E (informativ) Beispiele für die Herstellung von Untersuchungsproben	40
E.1 Beispiel 1	40
E.2 Beispiel 2	45
Literaturhinweise	53

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15002:2015) 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 Oktober 2015, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2015 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 15002:2006.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

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

Einleitung

In der Laborpraxis wird die nach dem Probenahmeplan entnommene Laborprobe sehr häufig unterschiedlichen Analysenverfahren unterzogen. 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 Laborprobe sind. Die Repräsentativität der Laborprobe und der Prüfmengen ist von besonderer Bedeutung für die Sicherstellung der Qualität und Genauigkeit der Analysenergebnisse. Die Repräsentativität der Laborprobe 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 Splittern, 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 Laborprobe, die nach dem Probenahmeplan (EN 14899) entnommen wurde; vor der physikalischen und/oder chemischen Analyse (z. B. Herstellung von Eluaten, Extraktionen, Aufschlüsse und/oder analytische Bestimmungen) von festen (inklusive monolithischem Material) und flüssigen Proben sowie von Schlamm. Sie gilt auch für die Vorbereitung von Prüfmengen aus Aufschlüssen und Eluaten für die anschließende Analyse.

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

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

Trocknen

Vorgang, bei dem Wasser aus der Probe entfernt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: 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.

2.2

Fraktion

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Fraktion kann aus Metallstücken, Steinen usw. bestehen.

2.3

körniger Abfall

weder monolithischer, flüssiger, gasförmiger Abfall, noch Schlamm

[QUELLE: EN 12457-1:2002, 3.10]

2.4

Homogenisierung

gleichmäßiges Vermischen von Bestandteilen, Partikeln, Schichten oder zur Herbeiführung eines homogenen Zustandes der ursprünglichen Proben oder der vorbehandelten Fraktionen von Proben, um eine gleichmäßige Verteilung von Stoffen und Eigenschaften in der Probe sicherzustellen

2.5

Laborprobe

Probe oder Teilproben, die an das Labor geschickt oder von diesem erhalten wurde

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

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Laborprobe ist die Endprobe aus der Sicht der Probenahme vor Ort, jedoch die Erstprobe aus der Sicht des Labors.

Anmerkung 3 zum Begriff: Es können mehrere Laborproben aufbereitet und an verschiedene Labore bzw. ein einzelnes Labor geschickt werden, um dort für unterschiedliche Zwecke verwendet zu werden. Bei Übergabe an dasselbe Labor wird der Satz im Allgemeinen als eine einzige Laborprobe betrachtet und als eine Probe dokumentiert.

2.6
mäßig flüchtige Verbindungen
Summe der leichtflüchtigen organischen Verbindungen und der mäßig flüchtigen anorganischen Verbindungen, die bei der Probenvorbereitung verloren gehen können

Anmerkung 1 zum Begriff: Flüchtige anorganische Verbindungen von z. B. Quecksilber, Arsen, Cadmium, Thallium können bei der Probenvorbereitung, z. B. Erhitzen, verloren gehen.

2.7
mäßig flüchtige organische Verbindungen
organische Verbindungen mit einem Siedepunkt über 180 °C (bei einem Druck von 101 kPa)

Anmerkung 1 zum Begriff: 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).

2.8
monolithischer Abfall
Abfall mit einem bestimmten Mindestmaß sowie mit physikalischen und mechanischen Eigenschaften, die seine Unversehrtheit über einen bestimmten Zeitraum im betrachteten Szenarium sicherstellen

2.9
Korngrößenreduzierung
mechanisches Zerkleinern der Probe durch Mahlen, Zerreiben, Brechen oder Schneiden

2.10
Phasentrennung; Trennung von Fraktionen
Prozess der Teilung von Bestandteilen, Partikel oder Schichten, wenn die Homogenisierung der Probe praktisch nicht durchführbar ist und/oder die Analyse von unterschiedlichen Fraktionen oder Phasen angebracht ist

2.11
Probe
Anteil eines Materials, das aus einer größeren Menge dieses Materials ausgewählt wurde

2.12
Teilprobe
Probe, die durch Reduzierung einer größeren Probe erhalten wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Teilprobe kann sein:

- a) ein Teil einer Probe, der durch Auswahl oder Aufteilung erhalten wurde;
- b) die Endprobe einer mehrstufigen Probenvorbereitung;
- c) im Falle einer monolithischen Probe, die Probe, die nach Schneiden oder Bohren erhalten wird.

2.13
Probenteilung
Vorgang, bei dem eine oder mehrere Teilproben von einer Probe gewonnen werden oder im Falle von monolithischem Abfall, der Vorgang des Schneidens oder Bohrens, um die gewünschte gleichmäßige Form zu erhalten

2.14

Prüfmenge; Analysenmenge

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Prüfmenge kann der Laborprobe 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.

2.15

gleichmäßig geformte Prüfmenge von monolithischem Abfall

Prüfmenge von monolithischem Abfall, die entweder durch Schneiden oder Bohren erhalten wurde und deren Oberfläche anhand von einfachen geometrischen Formeln berechnet werden kann

2.16

Untersuchungsprobe; Analysenprobe

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

2.17

flüchtige organische Verbindung

Verbindung, die bei Raumtemperatur (20 °C) flüssig ist und mit einem allgemeinen Siedepunkt unter 180 °C

Anmerkung 1 zum Begriff: Das umfasst ein-Ring aromatische Kohlenwasserstoffe und andere langsam siedende halogenierte Kohlenwasserstoffe, die als Löse- oder Treibmittel verwendet werden und einige Abbauprodukte.

[QUELLE: ISO 10381-7:2005, 3.23, modifiziert – Die ursprüngliche Abkürzung und das Beispiel wurden entnommen und verändert.]

3 Geräte

In Abhängigkeit von den nach Anhang A ausgewählten Verfahren müssen für die Herstellung von Prüfmengen aus den Laborproben geeignete Geräte gewählt werden.

Bei der Auswahl der Art des Behandlungsverfahrens sollte beachtet werden, dass jedes der Verfahren einen gewissen Einfluss auf die Analysenergebnisse hat. Es kann den Verlust der interessierenden Analyten verursachen, Verunreinigungen einschleppen oder die physikalisch-chemischen Eigenschaften der Probe verändern.

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, um die Kontamination der Proben und der Adsorption oder Absorption der Analyten auf ein Mindestmaß zu verringern (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.

4 Störungen und Fehlerquellen

Die (Teil-)Probe muss nach jedem Arbeitsschritt zur Verringerung der Korngröße, der zur Entmischung von unterschiedlich großen Partikel 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 Labors oder zwischen Proben, die nahe beieinander gelagert oder verarbeitet wurden) sollte sorgfältig gearbeitet werden.

Es können drei gerätebedingte Arten von Kontamination auftreten:

- a) Abrieb;
- b) Verschleppung von Kontamination;
- c) 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.

Wenn es sich um eine monolithische Probe handelt, können Veränderungen der Oberflächen, die durch Schneiden oder Bohren entstanden sind, zu Veränderungen der Elutionseigenschaften führen. Durch die mögliche Heterogenität der Proben können diese möglicherweise nicht voll repräsentativ sein. Eine Möglichkeit ist, mehr Teile zu benutzen, um eine Prüfmenge zu erzeugen.

5 Durchführung

5.1 Grundkonzept

Die Vorbereitung der Prüfmenge kann infolge einer Reihe von Faktoren ein komplexer Prozess sein: Art der Probe und deren physikalischer Zustand, Menge der Laborprobe, Art und Anzahl der durchzuführenden Bestimmungen, usw.

Die erhaltenen Prüfmengen müssen gleichzeitig folgende Anforderungen erfüllen:

- jede Prüfmenge muss in Bezug auf die Laborprobe 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 Laborprobe, 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. Probenehmer, Kunde und analytisches Labor, hergestellt werden muss, um die Anforderungen der Normen, die bei den geforderten Bestimmungen anzuwenden sind, zu erfüllen.

Die Herstellung von Prüfmengen im Labor umfasst häufig eine Abfolge von Arbeitsschritten, wie z. B. Homogenisieren, Phasentrennung, Trocknen, Korngrößenreduzierung und Probenteilung. Bestimmte Formen dieser Arbeitsschritte sind in A.2 bis A.6 beschrieben. Hinsichtlich einer konkreten Laborprobe muss eine Reihe von Entscheidungen über die spezifische Reihenfolge dieser Arbeitsschritte getroffen werden. In einigen Fällen ist die Reihenfolge der anzuwendenden Arbeitsschritte eher 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.

ANMERKUNG 1 Spezifische Verfahren für Bodenproben für anorganische Parameter werden in ISO 11464 beschrieben und für organische Parameter in ISO 14507.

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

a) Festlegung der analytischen Anforderungen:

Zuerst müssen die Anforderungen der zu verwendenden Analysenverfahren festgelegt werden:

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

ANMERKUNG 2 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.

b) Festlegung der Reihenfolge der Arbeitsschritte:

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

- 1) Phasentrennung/Trennung von Fraktionen;
- 2) Trocknen;
- 3) Korngrößenreduzierung;
- 4) Homogenisierung;
- 5) Probenteilung.

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 Laborproben verschiedene Bestimmungen durchgeführt werden. In diesen Fällen müssen die Module kombiniert und/oder wiederholt werden, 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 (Bild 1) Anwendung finden.

c) Auswahl der geeigneten Verfahren:

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

Bei monolithischem Abfall kann sich die Abfolge der Arbeitsschritte auf die Probenteilung beschränken.

5.2 Reihenfolge der Behandlungsverfahren

Das Fließdiagramm in Bild 1 beschreibt das Verfahren zur Entscheidungsfindung hinsichtlich der spezifischen Reihenfolge der Arbeitsschritte zur Behandlung einer bestimmten Laborprobe, um repräsentative Prüfmengen zu erhalten. Es ist auf die anfängliche Laborprobe anzuwenden und bei sämtlichen nachfolgend bei der Aufbereitung erhaltenen Probenfraktionen oder (Teil-)Proben 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, und kann zu getrennten Proben führen. Um Verluste dieser flüchtigen Verbindungen während der Homogenisierung und/oder der Korngrößenreduzierung zu vermeiden, muss im Falle einer einzelnen Laborprobe besonders sorgfältig vorgegangen werden. 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 (Teil-)Proben.

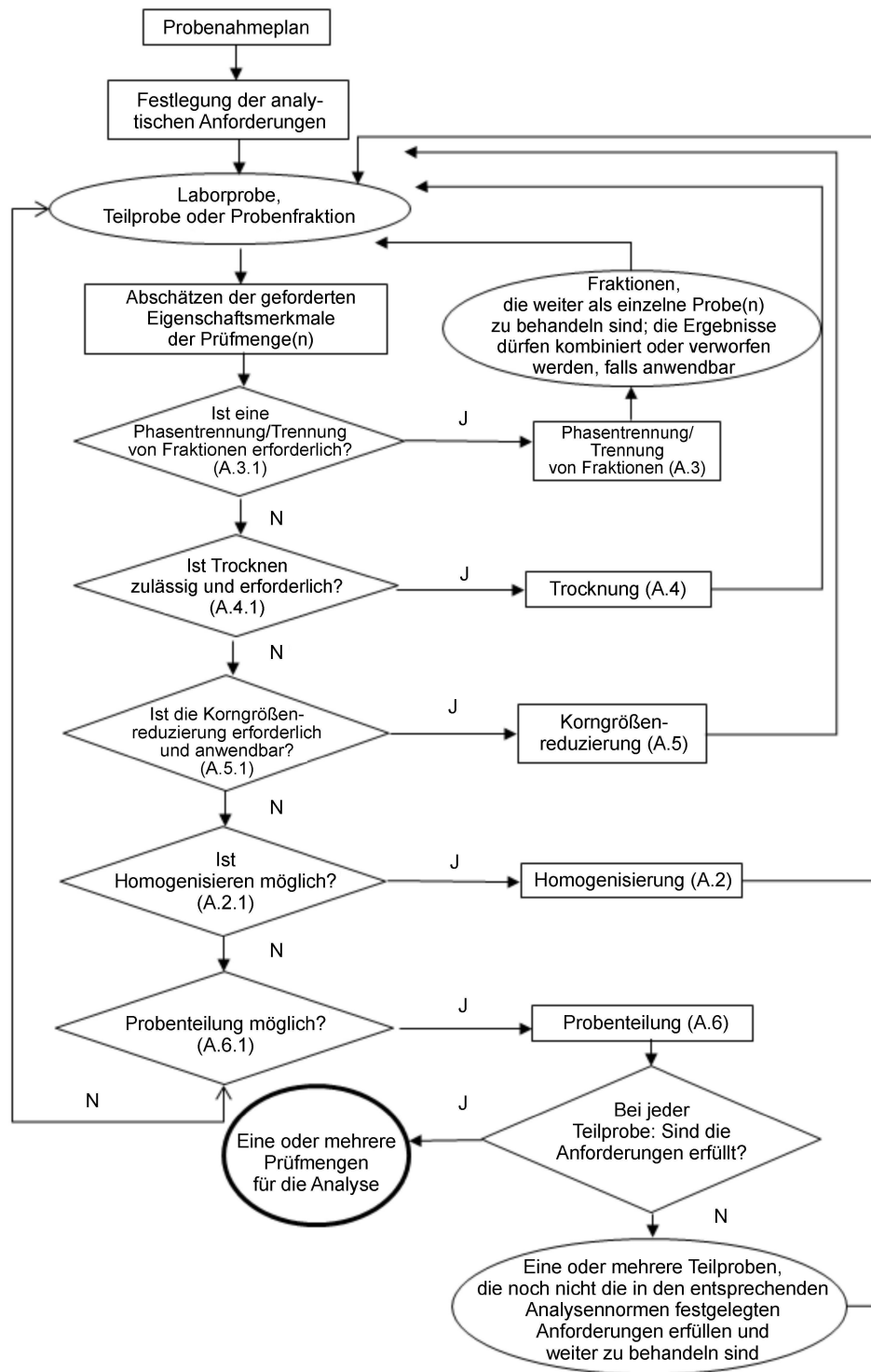


Bild 1 — Fließdiagramm — Reihenfolge der Arbeitsschritte

6 Prüfbericht

Die vom Prüflabor 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 Labore;
- b) eindeutige Kennzeichnung des Berichtes (wie z. B. Seriennummer) und jeder Seite sowie die Gesamtanzahl der Seiten des Berichtes;
- c) Beschreibung und Identifikation der Laborprobe (z. B. flüssig, fest, körnig, monolithisch);
- d) Eingangsdatum der Laborprobe;
- e) eine Verweisung auf diese Europäische Norm;
- 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 Laborprobe 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 Laborprobe umfasst häufig eine Abfolge von Arbeitsschritten, wie z. B. Homogenisierung, 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.

Bei monolithischem Abfall, kann die Laborprobe aus einem oder mehreren Monolithen bestehen. Das bedeutet, dass einige der üblichen Probenbehandlungstechniken für körnigen Abfall, abhängig von den Anforderungen des entsprechenden analytischen Verfahrens, nicht erforderlich sind.

A.2 Homogenisierung

A.2.1 Allgemeine Angaben

Vor jedem Arbeitsschritt, der eine Probenteilung einschließt (mit Ausnahme monolithischer Prüfmengen), ist ein Homogenisierungsschritt erforderlich, um sicherzustellen, dass sämtliche (Teil-)Proben 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. Durch fehlerhaft durchgeführte Homogenisierung kann sich die Heterogenität der Probe, durch Abtrennung von Partikeln unterschiedlicher Dichte oder Partikelgröße, vergrößern. Eine vor der Homogenisierung durchgeführte Korngrößenreduzierung verringert die Gefahr der Abtrennung während des Homogenisierungsverfahrens.

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).

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, die von Interesse sind, führen könnte.

Wann nicht anzuwenden:

- bei sich separierenden Proben, weil Partikel unterschiedlicher Größe oder Dichte vorliegen;
- bei Proben mit so großen Partikeln, 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 muss sehr vorsichtig durchgeführt werden, 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 Partikel 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 Partikel 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);
- 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.

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

ANMERKUNG Die 3- bis 4malige Wiederholung der Aufgabe und Vermischung der Probe durch einen mechanischen Probeteiler vor der Probenteilung ist ein Verfahren, das eine ausreichende Homogenisierung sicherstellen kann.

A.2.3 Flüssige Proben

A.2.3.1 Manuelle Homogenisierung

Wann anzuwenden:

- bei flüssigen Proben mit einer Phase und homogenem Aussehen (keine sichtbaren Partikel).

Wann nicht anzuwenden:

- bei flüssigen Proben, bei denen durch Sichtprüfung Partikel 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 Partikel enthalten, wie Schlamm oder Aufschlammung, die sich nicht absetzen oder innerhalb des Zeitrahmens der Probenteilung Schichten bilden;
- bei flüssigen Proben, die mehr als eine Schicht enthalten, wenn Emulsionen gebildet werden können.