

DIN EN 16179

ICS 13.080.05; 13.030.01

**Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden –
Anleitung zur Probenvorbehandlung;
Deutsche Fassung EN 16179:2012**

Sludge, treated biowaste and soil –
Guidance for sample pretreatment;
German version EN 16179:2012

Boues, bio-déchets traités et sols –
Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons;
Version allemande EN 16179:2012

Gesamtumfang 49 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16179:2010) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 400 „Projekt-Komitee — Horizontale Normen in den Bereichen Schlamm, Bioabfall und Boden“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der NA 119-01-02-01 UA „Probenahme“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Die Norm DIN EN 16179 wurde in einem mehrjährigen Prozess auf europäischer Ebene erarbeitet und ist in der vorliegenden Fassung im Wesentlichen die Zusammenführung der Internationalen Normen ISO 11464:2006 und ISO 14507:2004.

Das vormals zuständige nationale Spiegelgremium NA 119-01-02-02 UA "Chemische und physikalische Verfahren" hatte in seiner ablehnenden Stellungnahme zu dem europäischen Norm-Entwurf versucht, wesentliche Elemente fachlich-inhaltlicher und struktureller Art aus DIN 19747:2009 Untersuchung von Feststoffen - Probenvorbehandlung, -vorbereitung und -aufarbeitung für chemische, biologische und physikalische Untersuchungen in die Europäische Norm EN 16179 einzubringen. Dies betrifft u. a. auch Elemente, die insbesondere für biologische Untersuchungen von Feststoffen wichtig sind. Die entsprechenden deutschen Hinweise wurden mehrheitlich nicht berücksichtigt. Die vorliegende DIN EN 16179:2012 entspricht somit nicht der fortschrittlichen Laborpraxis auf dem Gebiet der Probenvorbehandlung und erfüllt auch nicht den über den Anwendungsbereich der DIN EN 16179 hinausgehenden horizontalen, matrixübergreifenden Ansatz der von Deutschland verfolgt wird und der in DIN 19747:2009 erfolgreich umgesetzt ist.

Mit der DIN EN 16179 erfolgt dadurch nach den Regeln für die Normungsarbeit DIN 820-2 nur ein teilweiser Ersatz von DIN 19747:2009. Dieser Ersatz kann jedoch nicht an größeren zusammenhängenden Textteilen von DIN 19747:2009 festgemacht werden, sondern ergibt sich für einzelne Passagen, einzelne Sätze und einzelne Bild- und Tabellenbestandteile. Eine Extrahierung der so betroffenen Textteile aus DIN 19747:2009 und darauf aufbauend eine Neubearbeitung als sogenannte Restnorm ist sinnvoll nicht möglich und würde für die Laborpraxis darauf hinauslaufen, dass zu derselben Probe mit zwei unterschiedlichen Normen gearbeitet werden müsste.

Der Ersatz von DIN ISO 14507:2004 erfolgt dagegen vollständig.

Für die Laborpraxis wird auf absehbare Zeit DIN 19747:2009 durch die Zitierung in verschiedenen Rechtsverordnungen (z. B. DepV, Entwurf Ersatzbaustoffverordnung, Novelle BBodSchV) und der Nähe zu LAGA PN 98 das Verfahren der Wahl sein. Damit dürfte in Deutschland der größte Anteil der zu untersuchenden Abfall-, Boden- und Schlammproben abgedeckt sein. Die Praxis zeigt, dass darüber hinaus auch im gesetzlich nicht geregelten Bereich beide Dokumente, DIN 19747:2009 und LAGA PN 98, Verfahren der Wahl sind.

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

ISO 565	siehe	DIN ISO 565
ISO 10381-4	siehe	DIN ISO 10381-4
ISO 14507	siehe	DIN ISO 14507
ISO 18512	siehe	DIN ISO 18512

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 10381-4, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 4: Anleitung für das Vorgehen bei der Untersuchung von natürlichen, naturnahen und Kulturstandorten*

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

DIN ISO 18512, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung für die Lang- und Kurzzeitlagerung von Bodenproben*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden - Anleitung zur Probenvorbehandlung

Sludge, treated biowaste and soil - Guidance for sample
pretreatment

Boues, bio-déchets traités et sols - Lignes directrices pour
le prétraitement des échantillons

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 23. Juni 2012 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

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

Inhalt

Seite

Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Sicherheitshinweise	9
5 Kurzbeschreibung	9
5.1 Allgemeines	9
5.2 Konservierung und Lagerung von Proben	13
5.3 Probenvorbehandlung im Gelände	13
5.4 Vorbehandlung im Labor zur Bestimmung anorganischer und physikalisch-chemischer Parameter	19
5.5 Vorbehandlung im Labor zur Bestimmung organischer flüchtiger Verbindungen	19
5.6 Vorbehandlung im Labor für die Bestimmung organischer mäßig flüchtiger Verbindungen	19
6 Reagenzien	20
7 Geräte.....	21
7.1 Allgemeines	21
8 Probenahme und Vorbehandlungsverfahren im Gelände (von der Feld- zur Laborprobe)	22
8.1 Allgemeines	22
8.2 Auswahl der Arbeitsplätze	23
8.3 Abschätzung der Mindestmenge der Teilprobe	24
8.4 Vorbehandlungsverfahren	25
8.4.1 Verfahren zur Reduktion von Makroaggregaten von Hand	25
8.4.2 Verfahren zur Probenteilung	25
8.4.3 Behandlung von flüssigem Schlamm.....	26
9 Lagerung und Konservierung	26
9.1 Allgemeines	26
9.2 Geeignete Probenbehälter	27
9.3 Konservierung.....	27
10 Vorbehandlungsverfahren im Labor (von der Untersuchungsprobe zur Prüfprobe)	27
10.1 Allgemeines	27
10.2 Vorbehandlung zur Bestimmung chemischer und physikalisch-chemischer Parameter.....	28
10.2.1 Allgemeines	28
10.2.2 Beschreibung der Laborprobe	28
10.2.3 Trocknen von Feststoffproben.....	28
10.2.4 Entfernen und Zerkleinern von groben Fremdbestandteilen	29
10.2.5 Probenteilung.....	30
10.2.6 Mahlen.....	30
10.2.7 Flüssige Schlammproben	31
10.3 Vorbehandlung zur Bestimmung organischer Verbindungen	32
10.3.1 Allgemeines	32
10.3.2 Flüchtige Verbindungen.....	33
10.3.3 Mäßig flüchtige organische Verbindungen — Mahlen notwendig.....	33
10.3.4 Mäßig flüchtige organische Verbindungen — Mahlen nicht möglich oder nicht erforderlich	36
11 Prüfbericht.....	36

Anhang A (informativ) **Verfahren zur Probenteilung** 37

A.1 **Haufwerke und alternierendes Schaufeln**..... 37

A.2 **Kegeln und Vierteln**..... 38

A.3 **Riffelteiler** 39

A.4 **Probenteilung nach Tyler** 40

A.5 **Mechanisierter Drehrohrprobenteiler (Rotationsprobenteiler)**..... 41

Anhang B (informativ) **Angaben zum Dampfdruck und zu den Siede- und Schmelzpunkten der flüchtigen organischen Verbindungen**..... 42

Literaturhinweise 45

Vorwort

Dieses Dokument (EN 16179:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 400 „Projekt-Komitee — Horizontale Normen in den Bereichen Schlamm, Bioabfall und Boden“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2013, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2013 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das durch die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation an CEN vergeben wurde.

Die Erarbeitung dieses Dokuments durch CEN erfolgt auf der Grundlage eines Mandats (Mandat M/330) der Europäischen Kommission, das die Erstellung von Normen zur Probenahme und zu analytischen Verfahren für hygienische und biologische sowie für anorganische und organische Parameter umfasst, mit dem Ziel, diese Normen für Schlamm, behandelten Bioabfall und Boden anwendbar zu machen, soweit dies technisch umsetzbar ist.

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

Einleitung

Dieses Dokument wurde auf der Basis existierender Internationaler Normen für die Vorbehandlung von Böden mit bestimmten Korngrößenfraktionen entwickelt.

In bisherigen Normen wurden Analysen organischer Verbindungen für Proben festgelegt, die zuvor eine Vorbehandlung z. B. nach ISO 14507 durchlaufen haben. In Normen, die vor der Bestimmung chemischer oder physikalisch-chemischer Parameter eine Vorbehandlung festlegen, z. B. in ISO 11464, wurde bisher eine Unterteilung der Proben in Fraktionen < 2 mm und > 2 mm vorgesehen, wobei die Fraktion < 2 mm für die Analyse verwendet wurde. Die für organische Verbindungen ermittelten und angegebenen Konzentrationen könnten wegen dieser Fraktionierung auf einen anderen Teil der Probe bezogen werden als die chemischen und physikalisch-chemischen Parameter. In der vorliegenden Europäischen Norm entfällt jedoch die Annahme, dass alle Parameter nur an einem Teil der Ausgangsprobe zu bestimmen sind. Bei Umweltuntersuchungen wird davon ausgegangen, dass im Allgemeinen die gesamte Probe von Interesse und demzufolge auch die gesamte Probe vorbehandelt werden sollte. Es kann sein, dass nur großteilige Fremdbestandteile unter bestimmten Umständen entfernt werden müssen (wobei dies üblicherweise entsprechend zu protokollieren ist).

Je nach Rechtsgrundlage oder Auftraggeber kann es dazu kommen, dass nur eine bestimmte Probenfraktion (z. B. die Fraktion < 2 mm) zu untersuchen ist. In diesem Fall sollte die Probe vor der Vorbehandlung gesiebt werden, und das Labor sollte im Protokoll darauf hinweisen, dass nur die Fraktion < 2 mm analysiert wurde.

Die in dieser Europäischen Norm beschriebenen Vorbehandlungsverfahren dürfen nur angewendet werden, wenn sie die Ergebnisse der durchzuführenden Bestimmungen nicht beeinflussen. Beispielsweise können die Eigenschaften der zu analysierenden Parameter für unterschiedliche chemische Spezies stark variieren:

- es kann sich um nicht flüchtige bis stark flüchtige Verbindungen (mit niedrigem bis hohem Dampfdruck) handeln;
- sie können bei Raumtemperatur oder bei erhöhten Temperaturen empfindlich oder reaktiv sein;
- sie können biologisch abbaubar oder UV-abbaubar sein;
- sie können sehr unterschiedliche Löslichkeiten in Wasser haben.

Die Eigenschaften können unterschiedliche Analysenverfahren erfordern.

Wegen dieser Unterschiede ist es nicht möglich, ein allgemein gültiges Vorbehandlungsverfahren festzulegen, das für alle Materialien und Untersuchungszwecke geeignet ist. Das Ziel der Vorbehandlung besteht darin, eine Prüfprobe herzustellen, für die alle Gehalte an Substanzen oder Merkmale repräsentativ für alle Gehalte/Merkmale des Ausgangsmaterials sind, wobei vorausgesetzt wird, dass das verwendete Vorbehandlungsverfahren keine größeren Veränderungen der chemischen Beschaffenheit der zu analysierenden Substanzen oder Merkmale verursacht. Es sollte beachtet werden, dass jede Art der Vorbehandlung bestimmte Materialeigenschaften beeinflusst.

Wichtig sowohl für die Probenahme als auch für die Vorbehandlung sind die Korngrößenverteilung sowie die Art und der Umfang der chemischen Heterogenität der Probe in Bezug zu ihrer geforderten Mindestmasse. Allgemein kann festgestellt werden, dass für eine zuverlässige Analyse eine geringere Probenmasse erforderlich ist, wenn das Ausgangsmaterial kleinere Partikelgrößen und -formen und eine geringere chemische Heterogenität hat, oder anders ausgedrückt, je größer die Partikel oder der Bereich der Partikelgrößen und -formen und je größer die chemische Heterogenität sind, desto größer muss die Masse der (Teil-)Probe sein, um eine zuverlässige Analyse durchführen zu können. Siehe auch Abschnitte 5 und 8.3.

WARNUNG — Anwender dieser Europäischen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Europäische Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist unbedingt notwendig, dass Untersuchungen nach dieser Europäischen Norm von entsprechend ausgebildetem Personal durchgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt Vorbehandlungsverfahren fest, die erforderlich sind, um für Schlamm, behandelten Bioabfall und Boden (einschließlich bodenähnlicher Materialien) sowohl organische als auch anorganische und physikalisch-chemische Parameter zu bestimmen.

Die Vorbehandlung der Proben dient dem Zweck, eine (kleine) Prüfprobe herzustellen, die für die Ausgangsprobe repräsentativ ist.

In der vorliegenden Europäischen Norm wird die Vorbehandlung beschrieben, die bei Bedarf unter Freilandbedingungen durchgeführt werden kann (siehe Abschnitt 8) sowie die Vorbehandlung unter Laborbedingungen (Abschnitt 10).

Zur Bestimmung anorganischer und physikalisch-chemischer Parameter beschreibt diese Europäische Norm Verfahren (siehe 10.2), um:

- Teilproben für Analysen unter feldfeuchten Bedingungen;
- Teilproben für Analysen nach dem Trocknen, Brechen, Mahlen, Sieben usw.;
- und flüssige Schlamm-Teilproben vorzubereiten.

Zur Bestimmung organischer Verbindungen werden drei Vorbehandlungsverfahren festgelegt:

- ein Vorbehandlungsverfahren zur Analyse flüchtiger organischer Verbindungen (siehe 10.3.2);
- ein Vorbehandlungsverfahren zur Analyse mäßig flüchtiger bis nicht flüchtiger organischer Verbindungen, wenn die nachfolgende Analyse exakte und reproduzierbare Ergebnisse liefern soll (siehe 10.3.3);
- ein Vorbehandlungsverfahren zur Analyse mäßig flüchtiger bis nicht flüchtiger organischer Verbindungen, wenn das Extraktionsverfahren eine feldfeuchte Probe vorschreibt oder wenn Ergebnisse gefordert werden, die keine Allgemeingültigkeit beanspruchen (siehe 10.3.4).

Die Wahl des Verfahrens hängt vor allem von der Flüchtigkeit der zu analysierenden organischen Verbindungen ab. Weitere Einflüsse sind die Korngrößenverteilung des Materials (siehe 5 und 8.3), die Heterogenität der Probe und das anschließende Analysenverfahren.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

EN 15933, *Boden, Schlamm und behandelter Bioabfall — Bestimmung des pH-Werts*

EN 15934, *Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall — Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts*

EN ISO 5667-13, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 13: Anleitung zur Probenahme von Schlämmen*

EN ISO 5667-15, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 15: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Schlamm- und Sedimentproben*

EN ISO 16720, *Bodenbeschaffenheit — Vorbehandlung von Proben durch Gefriertrocknung für die anschließende Analyse*

ISO 565, *Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings*

ISO 10381-8, *Soil quality — Sampling — Part 8: Guidance on sampling of stockpiles*

ISO 18512, *Soil quality — Guidance on long and short term storage of soil samples*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Mischprobe

Durchschnittsprobe

aggregierte Probe

zwei oder mehrere Einzelproben/Teilproben, die in geeigneten Anteilen vermischt werden – entweder einmalig oder fortlaufend – (vermengte Mischprobe), von denen der Durchschnittswert einer interessierenden Eigenschaft erhalten werden kann

[QUELLE: ISO 11074:2005, 4.3.3]

3.2

Fremdbestandteile

Material, das nicht zur Matrix oder zu der zu analysierenden Kornfraktion gehört

Anmerkung 1 zum Begriff: Aufgrund der Vielfältigkeit der in dieser Europäischen Norm behandelten Matrices ist die Definition der Fremdbestandteile weit gefasst. Der Entschluss, bestimmte Bestandteile des Materials zu entfernen, hängt von der jeweiligen analytischen Aufgabe ab.

3.3

Feldprobe

Menge (Masse oder Volumen) an Material, die bei einer Probenahme ohne jegliche Teilprobenahme erhalten wird

[QUELLE: EN 14899:2005, 3.3]

3.4

Einzelprobe

Probenmenge, die mit einem Arbeitsgang eines Probenahmegeräts erhalten wurde und für eine Mischprobe verwendet wird

[QUELLE: ISO 11074:2005, 4.1.8]

Anmerkung 1 zum Begriff: Wird eine Einzelmateri­menge mit einem Probenahmegerät in einem einzelnen Arbeitsgang entnommen und als Einzeleinheit analysiert, stellt sie laut Definition eine Probe dar.

3.5

Untersuchungsprobe

Probe zur Untersuchung oder Prüfung im Laboratorium

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

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Untersuchungsprobe ist die Endprobe aus der Sicht der Probenahme vor Ort, jedoch die Ausgangsprobe aus der Sicht des Laboratoriums.

Anmerkung 3 zum Begriff: Mehrere Untersuchungsproben können vorbereitet werden und an verschiedene Laboratorien verschickt oder in demselben Laboratorium für unterschiedliche Zwecke verwendet zu werden.

[QUELLE: ISO 11074:2005, 4.3.6]

3.6 **maximale Korngröße**

D_{95}

Korngröße, die mit der Maschenweite eines Siebes übereinstimmt, auf dem maximal 5 % (Massenanteil) des Materials zurückbleiben

3.7 **Verringerung der Korngröße**

Mahlen oder Brechen der Probe, um die Korngröße der gesamten (Teil-)Probe zu verringern, ohne den Umfang der Probe (Masse) zu reduzieren

[QUELLE: ISO 11074:2005, 4.6.4]

3.8 **Probe**

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Art der Auswahl der Probe sollte im Probenahmeplan beschrieben werden.

[QUELLE: ISO 11074:2005, 4.1.16]

3.9 **Probenvorbehandlung**

Sammelbegriff für alle Arbeitsschritte zur Aufbereitung einer Probe in einen festgelegten Zustand, der die nachfolgende Untersuchung oder Analyse oder Langzeitaufbewahrung erlaubt

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Probenvorbehandlung schließt z. B. Mahlen, Mischen, Teilen, Trocknen, Brechen, Stabilisieren ein.

3.10 **Probenahmeplan**

vorbestimmte Vorgehensweise zu Auswahl, Entnahme, Vorbehandlung vor Ort, Konservierung, Transport und Vorbehandlung der Mengen, die aus der Gesamtheit als Probe entnommen werden

[QUELLE: ISO 11074:2005, 4.1.22]

3.11 **Teilprobe**

Probe, entnommen von einer Probe der Grundgesamtheit

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Teilprobe kann sein:

- a) ein Teil der Probe, der durch Auswahl oder Aufteilung erhalten wurde;
- b) eine individuelle Einheit des Loses, die als Teil der Probe angesehen wird;
- c) die Endprobe in einer mehrstufigen Probenahme.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Begriff „Teilprobe“ wird sowohl im Sinne von „Probe einer Probe“ als auch als Synonym für „Einheit“ verwendet. In der Praxis ist die Bedeutung üblicherweise aus dem Zusammenhang ersichtlich oder definiert.

[QUELLE: ISO 11074:2005, 4.1.30]

3.12 **Probenteilung**

Verjüngung

Vorgang, bei dem eine oder mehrere Teilproben von einer Probe aus einer Grundgesamtheit gewonnen wird/werden

[QUELLE: ISO 11074:2005, 4.6.9]

3.13

Prüfprobe

Probe, die aus der Laboratoriumsprobe hergestellt wurde und aus der Analysenteilproben zur Prüfung und Analyse genommen werden

3.14

Analysenteilprobe

Prüfmenge

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Analysenteilprobe kann der Ausgangsprobe oder der Prüfprobe direkt entnommen werden, falls keine Probenvorbehandlung (z. B. bei Flüssigkeiten) erforderlich ist. Üblicherweise erfolgt die Entnahme aus der vorbehandelten Analysenprobe.

Anmerkung 2 zum Begriff: Eine Einheit oder Einzelprobe ausreichender Homogenität, Größe und Feingehalt kann ohne weitere Vorbehandlung als Analysenteilprobe verwendet werden.

[QUELLE: ISO 11074:2005, 4.3.13]

4 Sicherheitshinweise

Für Proben aus kontaminiertem Material sollten im Allgemeinen besondere Vorsichtsmaßnahmen verwendet werden. Es ist wichtig, jeden Hautkontakt zu vermeiden, und beim Trocknen dieser Proben sollten besondere Maßnahmen ergriffen werden (Be- und Entlüftung usw.). Die Proben können wegen des Auftretens von chemischen Verunreinigungen, Pilzsporen oder pathogenen Keimen, z. B. *Leptospira*, gefährlich sein.

Die entsprechenden nationalen Sicherheitsmaßnahmen müssen eingehalten werden.

5 Kurzbeschreibung

5.1 Allgemeines

Unter Vorbehandlung in dieser Europäischen Norm, ist der Behandlungsprozeß von der Feldprobe zur Analysenteilprobe zu verstehen. Die Arbeitsschritte und Behandlungsstufen werden in Vorbehandlungsverfahren eingeteilt, die entweder für die Anwendung unter Freilandbedingungen geeignet (Abschnitt 8) oder aber auf eine Durchführung im Labor beschränkt sind (Abschnitt 10).

Es muss als wichtig angemerkt werden, dass die beschriebenen Verfahren und Geräte beispielhaft für geeignete Routineverfahren anzusehen sind. In den Laboratorien dürfen auch andere Verfahren und/oder Geräte unter der Voraussetzung verwendet werden, dass die Anforderungen des Auftraggebers erfüllt werden (siehe Abschnitt 10).

Ein weiterer wichtiger Aspekt betrifft den Teil der an das Labor verschickten Probe, der für die Bestimmungen zu verwenden ist sowie den Teil der Probe, der vor Beginn der Analysen entnommen wird. Abhängig von rechtlichen und anderen Anforderungen sollten nur bestimmte Korngrößenfraktionen analysiert werden (z. B. die Fraktion < 2 mm), Fremdbestandteile müssen separiert und dokumentiert werden.

Falls Parameter in der < 2-mm-Fraktion untersucht werden, beziehen sich auch die Ergebnisse auf die Fraktion < 2 mm. Bei Analysen der > 2-mm-Massenfraktion und der entfernten Fremdbestandteile können die Ergebnisse bei der Berechnung auf die Masse der gesamten Probe bezogen werden. Aus dem Bericht muss eindeutig hervorgehen, auf welche Fraktion sich die Ergebnisse beziehen.

Außer den Anforderungen in dieser Europäischen Norm müssen die speziellen Anforderungen eingehalten werden, die in den Normen für die im Anschluss an die Vorbehandlung durchzuführenden Analysenverfahren festgelegt sind. Für die Bestimmung einiger Parameter ist eine Probenvorbehandlung unmittelbar nach der Probenahme erforderlich, wie zusammen mit den jeweiligen Analyseverfahren festgelegt.

Sind mehrere Parameter zu untersuchen, muss die Probenvorbehandlung so ausgeführt werden, dass die Parameter mit der größten Bedeutung die Vorbehandlung bestimmen. Ist das nicht möglich, weil z. B. nicht für alle Parameter die geforderte Präzision erreicht werden kann, muss für jede Gruppe von Parametern eine separate Vorbehandlung erfolgen.

Wenn flüchtige Verbindungen zu bestimmen sind, kann bei der Probenvorbehandlung ein wesentlicher Verlust dieser Verbindungen auftreten. In diesen Fällen muss die Probenvorbehandlung entfallen, und es sind spezielle Proben zur Bestimmung der flüchtigen Verbindungen zu entnehmen. Diese Proben müssen nach der jeweils geltenden Analyse-Norm vorbehandelt und so bald wie möglich nach der Probenahme analysiert werden.

Bei der Vorbereitung von Mischproben müssen die Analyseanforderungen beachtet werden. Beispielsweise sind Mischproben für die Bestimmung flüchtiger Verbindungen nicht geeignet.

Die Bilder 1, 2 und 3 enthalten Ablaufdiagramme für:

- die Vorbehandlung für die Bestimmung anorganischer und physikalisch-chemischer Parameter in stichfesten Schlämmen, behandeltem Bioabfall und Boden (Bild 1);
- die Vorbehandlung für die Bestimmung organischer Parameter in stichfesten Schlämmen, behandeltem Bioabfall und Boden (Bild 2);
- die Vorbehandlung für die Bestimmung inorganischer, physikalisch-chemischer und organischer Parameter in flüssigen Schlämmen (Bild 3).

Die anzuwendenden Analysenverfahren hängen außer von den zu bestimmenden Parametern auch vom erforderlichen Mindestumfang der verwendenden Probe in Bezug zur maximalen Korngröße D_{95} ab. Die entsprechende Beziehung wird in ISO 10381-8 (Tabelle 2 in 8.3) beschrieben.

Ob eine Probe zu zerkleinern ist, hängt von der Größe der entnommenen Teilprobe ab. In Tabelle 1 werden die Anforderungen an eine große Gruppe von Parametern angegeben.

Für die Bestimmung einiger Parameter brauchen die Tabellen in 8.3 nicht exakt befolgt zu werden, da die Homogenität der Proben ausreichend ist, um geeignete Ergebnisse zu erhalten.

BEISPIELE Trockensubstanz, organische Bestandteile (TOC), pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit.

Tabelle 1 — Zur Bestimmung verschiedener Parameter erforderliche maximale Korngröße (D₉₅) (1 von 2)

Parameter	Matrix ^a	Probenmenge auf Basis der Trockenmasse	Geforderte Korngröße D ₉₅ , Bemerkungen	Verfahren ^b
Stickstoff aus Ammonium und Nitraten	Feststoff	> 15 g	Keine Anforderungen an D ₉₅ , Probe wie angeliefert, keine Erwärmung und keine Gefriertrocknung zulässig	Bild 1, A
	Schlamm		Keine Anforderungen an D ₉₅ , Direktmessung in der flüssigen Phase.	Bild 3
Anionen (Cl ⁻ , F ⁻ , Br ⁻ , PO ₄ ³⁻ , SO ₄ ²⁻)	Feststoff	> 15 g	Keine Anforderungen an D ₉₅ , Probe wie angeliefert	Bild 1, A
	Schlamm		Keine Anforderungen an D ₉₅ , Direktmessung in der flüssigen Phase.	Bild 3
Adsorbierbare organische Halogene (AOX)	Alle	5 mg bis 100 mg	≤ 250 µm	Bild 3
Cyanid	Feststoff	10 g bis 40 g	Keine Anforderungen an D ₉₅ , Probe wie angeliefert, keine Erwärmung zulässig	Bild 1, A
	Schlamm		Keine Anforderungen an D ₉₅ , Direktmessung in der flüssigen Phase.	Bild 3
Trockensubstanz	Feststoff	30 g bis 50 g	Keine Anforderungen an D ₉₅	Bild 1, A
	Feststoff, luft-getrocknet	10 g bis 15 g	Keine Anforderungen an D ₉₅	
	Schlamm	> 0,5 g	Keine Anforderungen an D ₉₅	Bild 3
Elektrische Leitfähigkeit	Feststoff	20 g	Keine Anforderungen an D ₉₅ Trocknung (optional)	Bild 1, C
	Schlamm		Keine Zerkleinerung, Direktmessung in der flüssigen Phase	
Glühverlust (LOI) bei 550 °C	Alle	< 0,2 g	≤ 250 µm	Bild 1, A
		0,2 g bis 2 g	≤ 50 µm	
		> 2 g	Keine Anforderungen an D ₉₅ , zur Trockensubstanzbestimmung Entnahme getrockneter Probe	
Metalle: siehe Spurenelemente				
Organische Substanz: siehe LOI				
Korngrößenverteilung			Keine Vorbehandlung zulässig	
pH-Wert	Feststoff	5 ml	Keine Anforderungen an D ₉₅ , Trocknung (optional)	Bild 1, A
	Schlamm		Keine Anforderungen an D ₉₅ , Direktmessung in der flüssigen Phase	Bild 3