

DIN 19747**DIN**

ICS 13.080.05

Einsprüche bis 2007-03-31
Ersatzvermerk
siehe unten**Entwurf****Untersuchung von Feststoffen –
Probenvorbehandlung, -vorbereitung und -aufarbeitung für chemische,
biologische und physikalische Untersuchungen**

Investigation of solids –

Pre-treatment, preparation and processing of samples for chemical, biological and physical investigations

Étude des solides –

Prétraitement d'échantillon, préparation d'échantillon et remise à neuf d'échantillon pour des études chimiques, biologiques et physiques

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an naw@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

ErsatzvermerkVorgesehen als Ersatz für DIN ISO 11464:1996-12;
vorgesehen als teilweiser Ersatz für DIN ISO 14507:2004-07;
Ersatz für E DIN ISO 11464:2005-11

Gesamtumfang 51 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	4
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Allgemeines zur Probenvorbehandlung, -vorbereitung und -aufarbeitung	9
5 Vorbereitende Schritte an der Feldprobe	10
5.1 Allgemeines	10
5.2 (Grob-)Sortierung	10
5.3 (Grob)zerkleinerung	11
5.4 Klassierung	11
6 Probenvorbehandlung: Von der Feldprobe zur Laborprobe	12
6.1 Allgemeines	12
6.2 Homogenisieren und Teilen der Feldprobe	13
6.2.1 Allgemeines	13
6.2.2 Fraktionierendes Teilen	14
6.2.3 Kegeln und Vierteln	14
6.2.4 Cross-Riffing-Verfahren	15
6.2.5 Probenreduzierung nach Tyler	15
6.3 Spezielle Arbeitsschritte der Probenvorbehandlung	16
6.3.1 Allgemeines	16
6.3.2 Untersuchung von Feststoffproben auf leichtflüchtige organische Substanzen	16
6.3.3 Biologische Untersuchungen	18
6.3.4 Schritte der Probenvorbereitung zur Bestimmung biologischer Parameter	18
6.3.5 Vor-Ort-Analytik	19
6.4 Mindestvolumen der Laborprobe/Untersuchungsprobe	19
6.5 Konservierung und Transport	20
7 Probenvorbereitung: Von der Laborprobe zur Prüfprobe	20
7.1 Allgemeines	20
7.2 Sortierung/Zerkleinerung	21
7.3 Trocknung	22
7.4 Siebung	22
7.5 Homogenisierung und Probenteilung des Laborprobenmaterials	22
7.6 Probenrückstellung und -lagerung	23
8 Probenaufarbeitung: Von der Prüf- zur Messprobe	25
8.1 Allgemeines	25
8.2 Trocknung (untersuchungsspezifisch)	26
8.3 Feinzerkleinerung/Kontrollsiebung	27
8.4 Kontamination durch Zerkleinerungswerkzeuge	28
8.5 Biologische Untersuchungen	28
8.6 Spezielle Probenaufarbeitung für die Elementbestimmung mittels RFA	29
9 Probenbegleitprotokoll	30
Anhang A (normativ) Probenbegleitprotokoll	31
Anhang B (informativ) Sortier-Laborprotokoll	32
Anhang C (informativ) Siebschnittübersicht für Feststoffe	33
Anhang D (informativ) Geräte und Zerkleinerungstechniken zur Probenvorbereitung der Laborprobe	35
D.1 Zerkleinerungstechniken	35
D.2 Geräte und Zerkleinerungstechniken zur Probenvorbehandlung	35
D.2.1 Allgemeines	35
D.2.2 Grobzerkleinerung hart-spröder Materialien	35
D.2.3 Grobzerkleinerung weich-elastischer Materialien	36

— Entwurf —

D.3	Mahlgeräte und Zerkleinerungstechniken zur Probenvorbereitung hart-spröder Feststoffe.....	37
D.3.1	Allgemeines	37
D.3.2	Kugelmühle	37
D.3.3	Scheibenschwingmühle.....	37
D.3.4	Mörsermühle	38
D.3.5	Mahlgeräte zur Probenvorbereitung weich-elastischer Materialien (Rotorschnellmühle).....	38
Anhang E	(informativ) Fallbeispiele	40
E.1	Probenvorbehandlung mineralischer Abfälle/Produkte (MVA – Schlacke aus Müllverbrennungsanlage).....	40
E.2	Herstellung eines Referenzmaterials Hausmüllverbrennungsasche.....	41
E.3	Altholzprobenbearbeitung	44
E.3.1	Fließschema	44
E.3.2	Arbeitsschritte der Feststoffprobenvorbereitung	45
E.4	Probenaufbereitung eines Restabfalls zum Zweck der Heizwertbestimmung	45
E.5	Feststoffuntersuchung für den Wirkungspfad der Verwehung.....	47
Literaturhinweise		49

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom NA 119-01-02-01-02 AK PPM des NA 119 Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 11464:1996-12 und DIN ISO 14507:2004-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) gegenüber DIN ISO 11464 wurden biologische Untersuchungen aufgenommen;
- b) der Inhalt von DIN ISO 14507 wurde teilweise und modifiziert übernommen;
- c) nicht übernommen wurden die Tabellen der Siede- und Schmelzpunkte der flüchtigen organischen Verbindungen von DIN ISO 14507;
- d) ein Probenbegleitprotokoll wurde aufgenommen;
- e) in den Anhang wurden Fallbeispiele aufgenommen.

Einleitung

Von grundlegender Bedeutung für jede Feststoffuntersuchung ist neben der Probenahme die Qualität der Aufarbeitung des Probenmaterials. Dabei erfordern unterschiedliche Materialeigenschaften und Beschaffenheiten spezifische, dem Untersuchungsziel angepasste, Probenvorbehandlungs- und -vorbereitungsschritte. Eine fehlerhafte Ausführung dieser Arbeitsschritte kann chemische, physikalische oder biologische Prüfverfahren in ihrer Aussagekraft entscheidend einschränken und zu Fehlbeurteilungen führen. Die für Feststoffmatrices bis dato existierenden Normen und Vorschriften weichen teilweise deutlich voneinander ab und weisen selbst für die Bestimmung identischer Parametergruppen unterschiedliche Bearbeitungsschritte aus. Der zu berücksichtigenden kombinatorischen Parameter- und Materialvielfalt wird vielfach unzureichend Rechnung getragen.

Mit Erstellung dieses Dokuments wird daher versucht, durch vereinfachte und vereinheitlichte Vorgehensweisen, zu vergleichbaren, konventionell richtigen und reproduzierbaren Ergebnissen zu gelangen, die den unterschiedlichen Materialien und Prüfzielen gerecht werden. Eine Prämisse hierbei ist es, durch Wahl geeigneter Vorbereitungsschritte, zu einer optimalen Merkmalerfassung zu gelangen.

Da jeder Arbeitsschritt naturgemäß mit systematischen und/oder zufälligen Fehlern behaftet ist, muss sichergestellt werden, dass die anzuwendenden Arbeitsschritte und Techniken die zu bestimmenden Merkmalswerte nicht verfälschen, so dass die zu charakterisierende Grundgesamtheit, repräsentiert durch die Feld- bzw. Technikumsprobe, hinreichend genau abgebildet wird. Die mit der Materialcharakterisierung verbundenen Ansprüche an die Merkmalsbeschreibung, wie z. B. Genauigkeit und Reproduzierbarkeit, erfordern parameter- und materialspezifische Arbeitsschritte, die auf die verschiedenen Untersuchungsverfahren und Prüfziele abgestimmt sind. Daher erfordern insbesondere Feststoffuntersuchungen generell eine umfassende Messplanung, die alle Wechselwirkungen der verschiedenen Verfahrensschritte berücksichtigt.

Das hier vorgestellte Konzept schließt sich unmittelbar der Probenahme an. Unter der Bezeichnung „Probenvorbehandlung“ werden dabei die Arbeitsschritte vor Ort, also das Erstellen einer zum

— Entwurf —

Transport präparierten Laborprobe aus der Feldprobe oder das z. B. in einem Abfalltechnikum aufbereitete Material zusammengefasst.

Der Begriff „Probenaufarbeitung“ umfasst die Arbeitsschritte im Labor, die erforderlich sind, um das Prüfprobenmaterial für die verschiedenen Untersuchungs- und Analysenaufgaben herzustellen.

Die Gliederung der Anleitung folgt den genannten Prozessebenen und gibt zu Beginn der jeweiligen Kapitel ein Übersichtsbild üblicher Verfahren deren Ausführung nicht obligatorisch ist, sondern maßgeblich von den beabsichtigten Untersuchungsverfahren und -zielen abhängt.

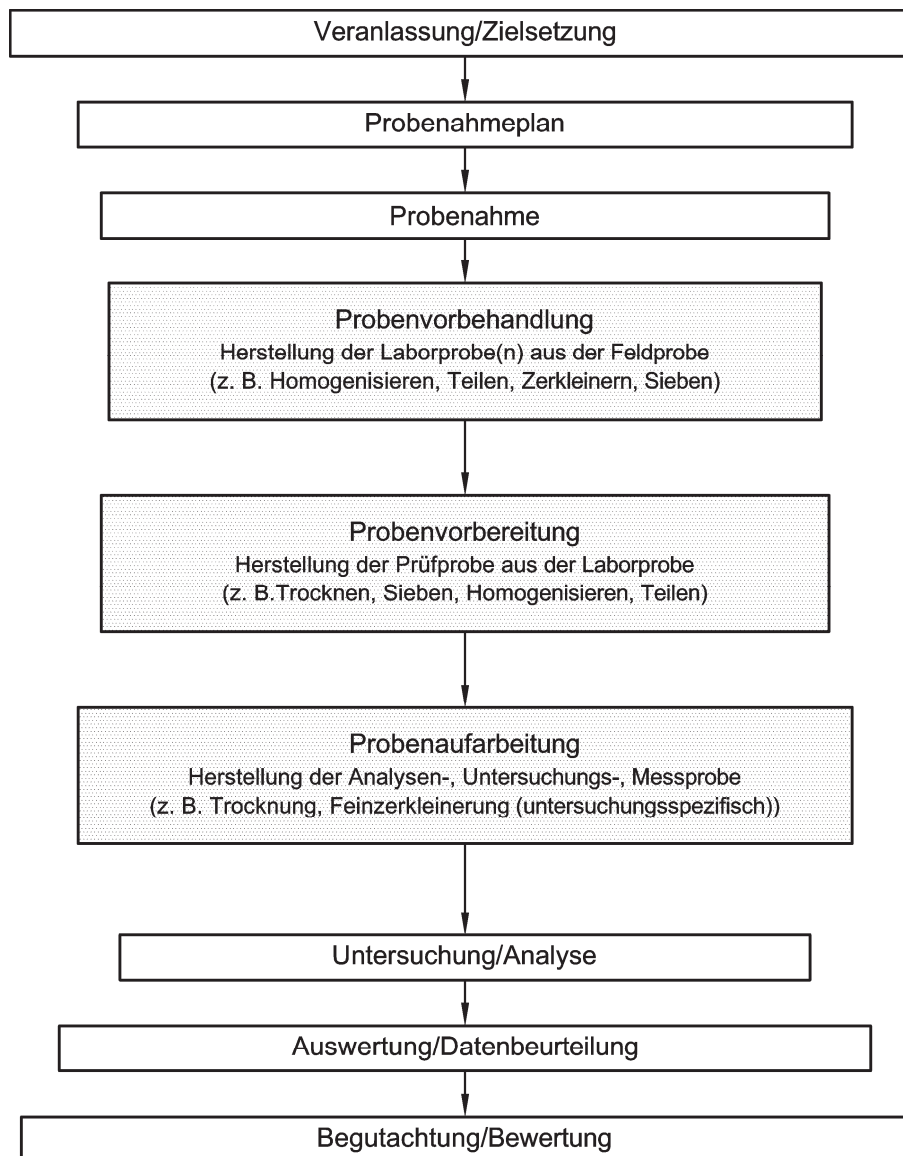


Bild 1 — Konzept zur Durchführung der Feststoffuntersuchung

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt Vorgehensweisen **zur Probenvorbehandlung, Probenvorbereitung und Probenaufarbeitung** für chemische, biologische oder physikalische Untersuchungen von Feststoffproben wie z. B. Böden, bodenähnlichen Materialien, Sedimenten sowie Abfällen (monolithische, körnige, pastöse Materialien), stichfesten Schlämmen. Die auf dieser Basis erzeugten Messwerte können sowohl qualitativ als auch quantitativ für eine normgerechte Beurteilung und Bewertung auf Grundlage von Vorgabewerten herangezogen werden.

— Entwurf —

Spezieller Handlungsbedarf, z. B. im Zuge von Untersuchungen zur Gefahrenabwehr oder zeitnahen Kontrollanalysen, bei denen der qualitative Befund im Vordergrund steht, können aus Gründen der Zeitersparnis eine vereinfachte labortechnische Bearbeitung verlangen und Abweichungen von dieser Vorgabe erforderlich machen, deren Dokumentation im Laborbegleitprotokoll gesondert vermerkt werden muss. Bei der Resultatinterpretation ist dann zu berücksichtigen, dass diese Ergebnisse nicht normgerecht erzeugt wurden und somit nur eingeschränkt gelten können.

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).

DIN 38414-4, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Schlamm und Sedimente (Gruppe S) – Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser*

DIN 38414-8, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Schlamm und Sedimente (Gruppe S) – Bestimmung des Faulverhaltens*

DIN 38414-20, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Schlamm und Sedimente (Gruppe S) – Teil 20: Bestimmung von 6 polychlorierten Biphenylen (PCB)*

DIN 38414-24, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Schlamm und Sedimente (Gruppe S) – Teil 24: Bestimmung von polychlorierten Dibenzodioxinen (PCDD) und polychlorierten Dibenzofuranen (PCDF)*

DIN EN 12457-4, *Charakterisierung von Abfällen – Auslaugung – Übereinstimmungsuntersuchung für die Auslaugung von körnigen Abfällen und Schlämmen – Teil 4: Einstufiges Schüttelverfahren mit einem Flüssigkeits/Feststoffverhältnis von 10 l/kg für Materialien mit einer Korngröße unter 10 mm (ohne oder mit Korngrößenreduzierung)*

DIN EN 13137, *Charakterisierung von Abfall – Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) im Abfall, Schlämmen und Sedimenten*

DIN EN 13346, *Charakterisierung von Schlämmen – Bestimmung von Spurenelementen und Phosphor - Extraktionsverfahren mit Königswasser*

DIN EN 14735:2005, *Charakterisierung von Abfällen – Herstellung von Abfallproben für ökotoxikologische Untersuchungen*

DIN ISO 3310-1, *Analysensiebe – Technische Anforderungen und Prüfung – Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe*

DIN ISO 3310-2, *Analysensiebe – Technische Anforderungen und Prüfung – Teil 2: Analysensiebe mit Lochblechen*

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 11266, *Bodenbeschaffenheit – Anleitung für Laboratoriumsuntersuchungen zur biologischen Abbaubarkeit von organischen Chemikalien im Boden unter aeroben Bedingungen*

DIN ISO 11267, *Bodenbeschaffenheit - Hemmung der Reproduktion von Collembolen (Folsomia candida) durch Bodenschadstoffe*

DIN ISO 11268-1, *Bodenbeschaffenheit – Wirkungen von Schadstoffen auf Regenwürmer (Eisenia fetida) – Teil 1: Verfahren zur Bestimmung der akuten Toxizität unter Verwendung von künstlichem Bodensubstrat*

DIN ISO 11268-2, *Bodenbeschaffenheit - Wirkung von Schadstoffen auf Regenwürmer (Eisenia fetida) - Teil 2: Bestimmung der Wirkung auf die Reproduktionsleistung*

— Entwurf —

DIN ISO 11269-2, *Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Wirkung von Schadstoffen auf die Bodenflora - Teil 2: Wirkung von Schadstoffen auf Saataufbau und Wachstum höherer Pflanzen*

DIN ISO 11466, *Bodenbeschaffenheit – Extraktion in Königswasser löslicher Spurenelemente*

DIN ISO 14238, *Bodenbeschaffenheit - Biologische Verfahren - Bestimmung der Stickstoffmineralisierung und -nitrifizierung in Böden und der Einflüsse von Chemikalien auf diese Prozesse*

DIN ISO 15685, *Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der potentiellen Nitrifizierung und Hemmung der Nitrifizierung - Schnellverfahren mittels Ammoniumoxidation*

ISO 10706, *Water quality – Determination of long term toxicity of substances to Daphnia magna Straus (Cladocera, Crustacea)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Analysenprobe

aus der Prüfprobe gewonnene Teilprobe, für die chemische oder physikalische Untersuchung

3.2

Durchschnittsprobe

Sammelprobe oder Mischprobe, welche die durchschnittlichen Eigenschaften eines Merkmals im Prüfgut widerspiegelt. Sie besteht aus proportionalen Teilen der Gesamtmenge des Prüfgutes [LAGA PN 98]

3.3

Einzelprobe

Probenmenge, die bei einem einzelnen Probenentnahmevergange entnommen wird. Sie ist örtlich und zeitlich eng auf eine Entnahmestelle begrenzt [LAGA PN 98]

3.4

Feldprobe

Material, das bei Probenahmen in Form von Einzel-, Misch- und Sammelprobe(n) aus einer Grundmenge entsteht

3.5

Laborprobe

Probe(n) oder Teilprobe(n), die in das Labor transportiert wird/werden.

ANMERKUNG 1 In der Regel handelt es sich um eine vorbehandelte Feldprobe.

ANMERKUNG 2 Wird die Laborprobe durch Unterteilen, Mischen, Zerkleinern oder eine Kombination dieser Tätigkeiten weiterbehandelt (reduziert), ergibt sich die Prüfprobe. Ist keine Vorbereitung erforderlich, so stellt die Laborprobe die Prüfprobe dar.

3.6

Messprobe

zur Messung gewonnene Teilmenge der Analysenprobe. zur Bestimmung von chemischen oder physikalischen Parametern

3.7

Mischprobe

Probe, die durch vereinigen und vermischen von Einzelproben einer Grundmenge entsteht, um ein Durchschnittsergebnis für eine bestimmte Kenngröße zu erhalten

3.8**Probe**

Teilmenge eines Materials, definiert durch Volumen oder Masse, die aus einer größeren Grundmenge dieses Materials entnommen wurde und deren Merkmalswerte charakteristisch abgebildet sind

3.9**Probenaufarbeitung**

Arbeitsschritte im Labor und ggf. Vor-Ort zur Erstellung von parameterspezifischem Mess-/Analysenprobenmaterial aus der Prüfprobe

3.10**Probenaufbereitung**

stellt die Behandlung von Feststoffen, z. B. Rohstoffen, Rohstoffresten oder Abfällen zwecks Anreicherung erwünschter Komponenten durch z. B. Sieben, Flotieren dar

ANMERKUNG Der Prozess erfolgt in der Regel im Technikumsmassstab.

3.11**Probenahme**

Vorgang der Entnahme oder Zusammenstellung einer Probe
[E DIN ISO 11074:2006]

ANMERKUNG Die Probenvorbehandlung schließt sich der Probenahme an.

3.12**Probenvorbehandlung**

Verfahrensschritte Vor-Ort, die zur Herstellung einer Laborprobe aus der Feldprobe notwendig sind

ANMERKUNG Hierzu gehören z. B. mischen, homogenisieren, teilen, verjüngen, sortieren, zerkleinern.

3.13**Probenvorbereitung**

Verfahrensschritte im Labor, die zur Herstellung einer Analysen-/Messprobe aus der Laborprobe notwendig sind

ANMERKUNG Hierzu gehört z. B. Feinzerkleinerung, eluieren, extrahieren, destillieren, zentrifugieren, destillieren.

3.14**Prüfprobe**

aus der Laborprobe hergestellte Probe, von der für die Prüfung oder Analyse Prüfmengen entnommen werden
[DIN EN 12506:2003]

3.15**Rückstellprobe**

Teilprobe, Material zur Nachuntersuchung oder Beweissicherung

ANMERKUNG Eine Rückstellprobe sollte die gleichen Eigenschaften wie das Ausgangsmaterial aufweisen. Diese Eigenschaften sollten sich bei der Lagerung nicht verändern (siehe auch *Konservierung*).

3.16**Sammelprobe**

Probe, die durch Zusammenfassung von Mischproben entsteht

3.17**Teilprobe**

durch Schritte der Probenvorbehandlung/-vorbereitung/ entstandene Probe

ANMERKUNG 1 Durch Schritte der Probenvorbehandlung/-vorbereitung entstandene Proben, deren Eigenschaften denen der Ausgangsprobe äquivalent sind.

ANMERKUNG 2 Durch bestimmte Verfahrensschritte (z. B. Klassierung, Sortierung) entstandene Proben, welche ausgewählte stoffliche Merkmale besitzen.

— Entwurf —

3.18

Untersuchungsprobe

Teil der Prüfprobe für biologische und chemische Bestimmungen

ANMERKUNG Zur Bearbeitung der Untersuchungsprobe können eine Korngrößenreduzierung, die Herstellung eines wässrigen Eluates usw. gehören.

4 Allgemeines zur Probenvorbehandlung, -vorbereitung und -aufarbeitung

Die das Thema betreffenden gängigen Normen und Vorschriften beschränken sich auf Vorgaben zur Probenahme und Probenvorbereitung im Labor. Arbeitsschritte vor Ort, die den Herstellungsprozess einer transportfähigen Laborprobe beinhalten, bleiben weitgehend unerwähnt.

In der Terminologie dieses Dokuments werden daher die erforderlichen Arbeitsschritte vor Ort (z. B. Gelände oder Abfalltechnikum) im Anschluss an die Probenahme bis zur Untersuchung im Labor unter den Begriffen

- Vorbereitende Schritte an der Feldprobe
- Probenvorbehandlung (von der Feldprobe zur Laborprobe)
- Probenvorbereitung (von der Laborprobe zur Prüfprobe)
- Probenaufarbeitung (von der Prüfprobe zur Untersuchungs-, Analysen-, Messprobe)

differenziert erfasst. Einen Gesamtüberblick hinsichtlich Terminologie und Vorgehensweisen zeigt das Bild 2.

Durch jeden Arbeitsschritt, z. B. Sortierung, Zerkleinerung, entsteht eine Teilprobe, deren Merkmale von jenen der Grundgesamtheit abweichen. Diese Abweichungen sind bei der Bewertung der Grundgesamtheit zu berücksichtigen.

Bei der Bewertung der Analysenergebnisse müssen die durchgeführten Vorbehandlungs-, Vorbereitungs- und Aufarbeitungsschritte dokumentiert werden, welche die Merkmalswerte der Grundgesamtheit geändert haben können.

Voraussetzung für die qualifizierte Bewertung einer Grundgesamtheit ist das Vorliegen von Probennahmeprotokoll, Laborprotokoll, Prüf-, Analyse- bzw. Messergebnis.

— Entwurf —

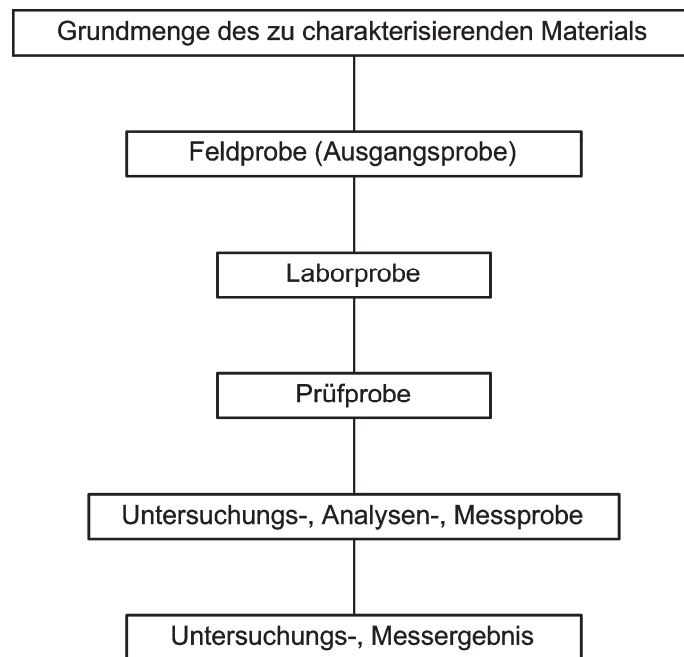


Bild 2 — Überblick Probestypen

5 Vorbereitende Schritte an der Feldprobe

5.1 Allgemeines

Vorbereitende Schritte zur Gewinnung von Feldproben finden in der Regel bereits bei der Probenahme statt, hierbei sind die Qualitätskriterien, z. B. der LAGA PN 98, einzuhalten.

ANMERKUNG Vorbereitende Schritte zur Gewinnung von Proben finden sich auch im Anschluss an die Materialaufbereitung im Abfalltechnikum.

Als Grundsatz gilt, dass Veränderungen am „Grundmengenmaterial“ auf das nötigste beschränkt bleiben, d. h. die Probe möglichst unverändert zur Laborprobe überführt wird. Untersuchungsstrategie und breite stoffliche Varianz in der Materialzusammensetzung bedingen, dass bereits zur Herstellung der Feldprobe weitere Behandlungsschritte zum Einsatz kommen, wie z. B. Sortieren, Klassieren, Zerkleinern.

5.2 (Grob-)Sortierung

Für die Herstellung der Feldprobe kann es in Abhängigkeit der Materialbeschaffenheit der Grundmenge erforderlich sein, Einzelbestandteile aufgrund ihrer Eigenschaften auszusortieren.

Dieser Arbeitsschritt führt i. d. R. zu Erhöhung der Sortenreinheit von Teilchargen und kann durch selektive Materialentnahme aus der Grundmenge oder durch Separierung von Stoffanteilen aus der Feldprobe erfolgen. Im Regelfall sollten separierte Teilchargen zu eigenständigen Laborproben verjüngt oder als Einzelproben Eingang in die Analytik finden.

Bei der Probenahme von Abfällen kann dies z. B. in Abhängigkeit ihrer Korngröße/Stückigkeit unter Berücksichtigung der entsprechenden Probenanzahl und des -volumens erfolgen. Aussortierte Fremdbestandteile sind zu beschreiben und ggf. zu wiegen und im Protokoll gesondert zu dokumentieren.

Eine besondere Aufmerksamkeit kommt dem Erkennen von „Hot-spots“ zu und der Sicherstellung von Materialien aus Konzentrationsschwerpunkten bzw. Stoffen, deren Merkmalswerte die Gesamtprobe negativ beeinflussen können. Hot-spot-Proben sind grundsätzlich als Einzelproben zu untersuchen.

— Entwurf —

und tragen daher u. a. den Forderungen und Prinzipien der Chemikaliengesetzgebung Rechnung, wonach bestimmte Substanzen aufgrund ihrer Toxizität dem Stoffkreislauf entzogen werden müssen.

Werden separierte Teilproben nach der Behandlung wieder zu einer „Gesamtprobe“ vereinigt (Ausnahme „Hot-spot-Probe“), so ist auf deren proportionale Zugabe zu achten. Voraussetzung dafür ist, dass die quantitativen Anteile der Einzelchargen innerhalb der heterogenen Grundmenge bekannt sind.

Bei der (Grob)sortierung sind gemäß der Fragestellung auffällige Materialien, die sich durch bestimmte Materialart und -eigenschaft auszeichnen, z. B. Farbe, Form, Stückigkeit, zu separieren. Eine Sortierung kann erfolgen durch:

- (Hand)Klaubung
- Magnetabscheidung
- Windsichtung
- Flotation.

Siedlungsabfälle, die häufig Korngrößen > 120 mm aufweisen, werden in der Regel über eine Sortieranalyse unter Berücksichtigung des Untersuchungsziels in Stoffgruppen (Chargen) eingeteilt und anschließend separat beprobt.

ANMERKUNG Detaillierte Auskunft zur Vorgehensweise gibt z. B. die „Richtlinie zur einheitlichen Abfallanalytik in Sachsen“.

5.3 (Grob)zerkleinerung

Unter (Grob)zerkleinerung wird der Verfahrensschritt vor Ort bezeichnet, bei dem die Korngröße/Stückigkeit geplant reduziert wird. Um eine transportfähige Laborprobe herzustellen kann es notwendig sein, Teile als Einzelproben zu gewinnen oder alternativ – bei entsprechendem Zerkleinerungsgrad – Mischprobenbildung zu ermöglichen.

Stoffgemenge mit unterschiedlichen Materialeigenschaften erfordern in manchen Fällen eine separate Zerkleinerung der einzelnen Materialien. Hier ist eine Sortierung vor der Zerkleinerung erforderlich, so dass die jeweilige Teilmenge mit einer geeigneten Zerkleinerungstechnik zerteilt werden kann.

Grundsätzlich wird hierbei zwischen Brech- und Schlagtechniken durch Druckbeanspruchungen bei hart-spröden sowie Schneid-, Scher- und Zugbeanspruchungen bei weich-elastischen Materialien unterschieden (siehe auch Anhang B).

Eine Variante der (Grob-)zerkleinerung ist die Aufschlusszerkleinerung, die der Trennung von Materialverbunden dient, so dass eine Trennung der unterschiedlichen Stoffe des Verbundes möglich wird. Ein Beispiel ist die Zerkleinerung von armiertem Bauschutt zur Trennung von Brechsand, Zuschlag und Armierung.

Tabelle D.1 gibt einen Überblick der zur Anwendung kommenden Techniken

5.4 Klassierung

Eine Klassierung dient der Trennung eines Feststoffgemenges nach Korngröße (Körnungsstufen) oder Masse. Es wird unterschieden nach

- Siebklassierung
- Stromklassierung (im Wasser- oder Luftstrom)
- Sedimentation (Schlämmung).

Klassierungsverfahren bewirken eine Änderung des Mischungszustandes der Grundgesamtheit. Gängigstes Verfahren der Klassierung ist die Siebung (Trocken- und Nasssiebung).

— Entwurf —

Mit der Trennung von Materialien nach der Korngröße kann eine Verschiebung spezifischer Materialeigenschaften einhergehen, beispielsweise können auf Grund der bevorzugten Bindung von Schwermetallen, PAK, usw. an bestimmte Kornfraktionen und/oder Materialien Anreicherungen oder Abreicherungen (Verarmungen) im klassierten Gut gegenüber der Grundgesamtheit auftreten.

Auf Grund der Vielfalt von Materialien und Eigenschaften bei Feststoffen ist bei deren Untersuchung die Verwendung einer einheitlichen Korngröße/Stückigkeit über alle Feststofftypen nicht möglich. Für Feststoffuntersuchungen ist es daher unumgänglich, z. B. fragestellungs- und materialspezifische Siebschnitte zu verwenden. Gängige Siebschnitte sind in Tabelle C.2 zusammengestellt.

ANMERKUNG 1 In Abhängigkeit von der Fragestellung kann es notwendig sein, sortenreines Material vor einer Zerkleinerung zu klassieren.

ANMERKUNG 2 In zahlreichen Fällen kann es notwendig sein, das sortenreine Material vor einer Zerkleinerung zu klassieren, wenn außer einer Siebanalyse auch korn-/stückgrößenbezogene Untersuchungen erforderlich sind.

6 Probenvorbehandlung: Von der Feldprobe zur Laborprobe

6.1 Allgemeines

Unter Probenvorbehandlung werden die Arbeitsschritte am Ort der Probenahme zur Herstellung der Labor- aus der Feldprobe verstanden.

Für einen Großteil der Feststoffmaterialien bedeutet dies im Regelfall, dass sich deren Vorbehandlung aufgrund von Körnigkeit/Stückigkeit, Konsistenz und Zusammensetzung auf die Arbeitsschritte

- Homogenisierung
- Verringerung des Probenvolumens durch Teilen bzw. Verjüngen
- Herstellung der Transportfähigkeit (z. B. konservieren, kühlen)

beschränken lässt. Die Laborprobe entspricht somit einem unveränderten Aliquot der Grundmenge.

Diese Verfahren bedingen dann i. d. R. bereits größere Merkmalsänderungen im Charakter der Grundgesamtheit zur Laborprobe

— Entwurf —

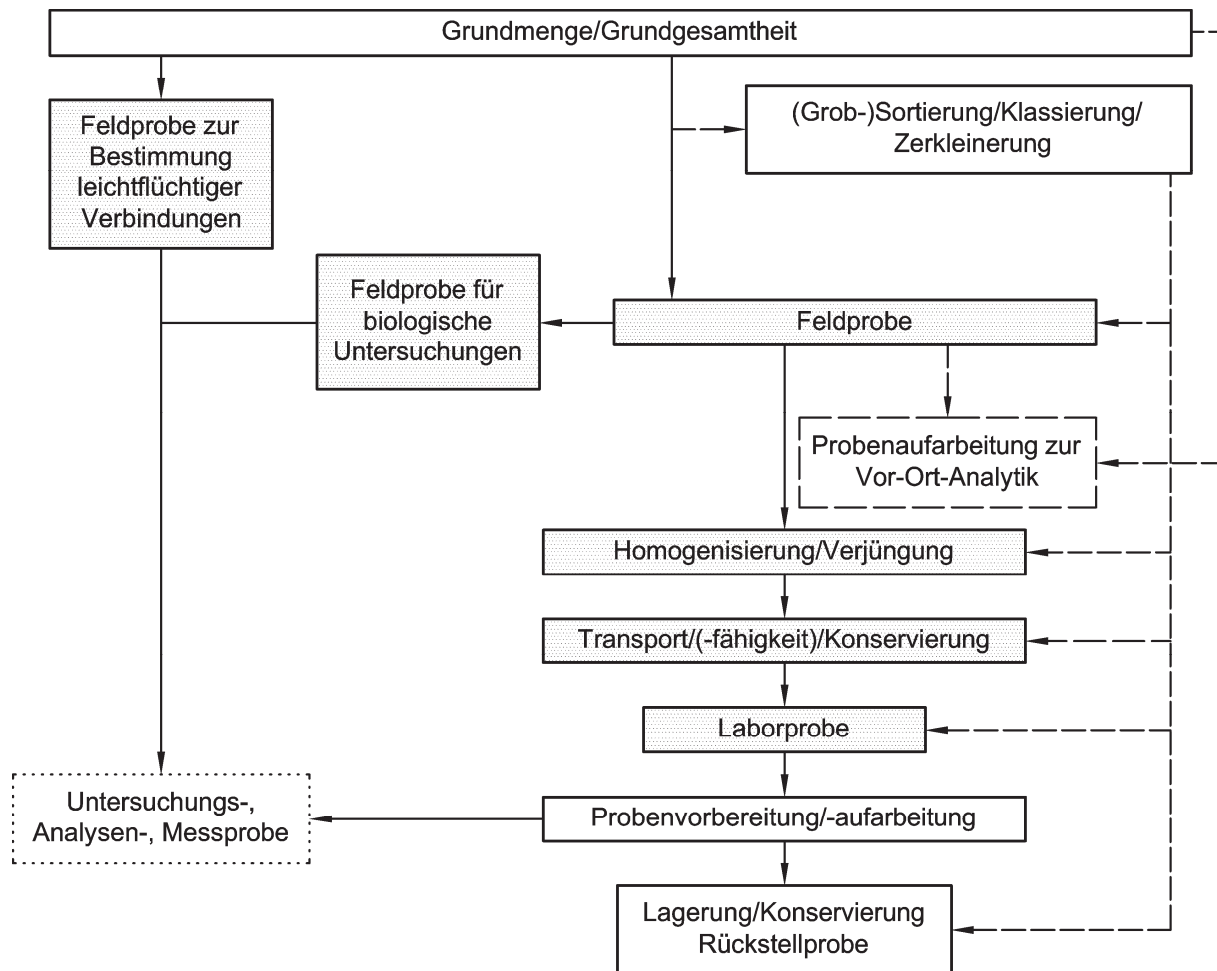


Bild 3 — Arbeitsschritte der Probenvorbehandlung

Unabhängig von der Gesamtprozedur der Probenvorbehandlung wird im Regelfall die Feldprobe durch Teilen zur Laborprobe verjüngt. Dabei kommt der Homogenisierung des Materials besondere Bedeutung zu. **Homogenisierung und Verjüngung** können durch **fraktionierendes Teilen, Kegeln und Vierteln**, mit Hilfe mechanischer Probenteiler oder mittels **Cross-riffling-Verfahren** erfolgen (siehe 6.2.4).

In speziellen Fällen, z. B. bei homogenen feinkörnigen Materialien kleinerer Grundgesamtheiten, kann die Feldprobe der Laborprobe entsprechen.

6.2 Homogenisieren und Teilen der Feldprobe

6.2.1 Allgemeines

Die Arbeitsschritte, fraktionierendes Teilen, Kegeln und Vierteln dienen primär der Probenreduzierung (Verjüngung) und führen auf Grund ihres Prinzips auch zu einer Homogenisierung der Feststoffe (siehe 6.2.2 und 6.2.3). Das in 6.2.4 beschriebene „Cross-Riffling-Verfahren“ dient der Probenhomogenisierung und Aliquotierung.

Das jeweilige Teilungsverfahren hängt von der Probengröße, Körnung sowie den Schüttguteigenschaften ab (Tabelle 1).

Tabelle 1 — Beispielhafte Anwendungsbereiche von Probenteilungsverfahren

Teilungs- verfahren	Aufgabegut	Korn-/ Stückgröße	Teilungs- verhältnis	Anwendungsbeispiele
Fraktionierendes Teilen	trocken bis feucht rieselfähig bis nicht rieselfähig große Mengen (> 100 l) homogen	bis 120 mm	beliebig	feldfrische, relativ homogene Abfälle (Aschen, Bodenaushub, Klärschlamm), Boden
Kegeln und Vierteln	trocken bis feucht rieselfähig bis nicht rieselfähig große Mengen (> 100 l) homogen bis inhomogen	bis 300 mm	1 : 4	unzerkleinerte, feldfrische, z. T. grobstückige Abfälle (Aschen, Schlacken), Boden
Teilen mit Riffelteiler	trocken rieselfähig mittlere Mengen (< 100 l) homogen bis inhomogen	bis 1/3 der Breite des Aufgabe- schlitzes	1 : 2	un- oder vorzerkleinerte, trockene Abfälle, Schlacken, Bauschutt, Boden
Teilen mit Teilvorrichtung nach Tyler	trocken rieselfähig mittlere Mengen (< 100 l) homogen	bis 12,7 mm (1/2 ")	1 : 16	un- oder vorzerkleinerte, trockene Abfälle (Aschen, Schlacken), Boden
Teilen mit Drehrohrprobent- eiler	trocken rieselfähig mittlere bis kleine Mengen homogen bis inhomogen	bis 1/3 der Breite des Proben- schlitzes	stark variierend je nach Bauart und Schlitzbreite (bis > 1 : 100)	un- oder vorzerkleinerte, trockene Abfälle (Aschen, Schlacken, Kunststoffe), Boden
Teilen mit Rotationsproben- teiler	trocken rieselfähig kleine Mengen homogen bis inhomogen	bis 10 mm	max. 1 : 10	un- oder vorzerkleinerte, trockene Abfälle (Aschen, Schlacken, Kunststoffe), Boden

6.2.2 Fraktionierendes Teilen

Das fraktionierende Teilen, auch alternierendes Schaufeln genannt, dient insbesondere der Probenteilung und Reduzierung großer Materialmengen. Beim fraktionierenden Teilen wird die Misch-, Sammel- oder Einzelprobe in eine Anzahl von Teilproben etwa gleicher Menge (Masse, Volumen) aufgeteilt, von denen eine (oder mehrere) als Laborprobe zurückgehalten wird (werden). Dazu ist die ungefähre Menge der Misch-, Sammel- oder Einzelprobe zu bestimmen und ebenso die Anzahl „N“ der Teilproben, in die sie aufzuteilen ist.

Nach gründlicher Durchmischung mittels Schaufel oder Spaten ist der Probe portionsweise Material zu entnehmen und reihum jeder Teilprobe hinzuzufügen, bis die gesamte Materialmenge aufgebraucht ist.

Nachdem die Probe in gleich große Teile aufgeteilt ist, sollte jede Teilprobe die notwendige Endprobenmenge enthalten. Die entstehenden Teilproben sollen dem Mindestvolumen nach Tabelle 3 entsprechen. Von diesen werden eine oder mehrere als Laborprobe ausgewählt.

ANMERKUNG Der Teilungsprozess bewirkt eine weitere Homogenisierung des Feldprobenmaterials.

6.2.3 Kegeln und Vierteln

Das Probengut wird zu einem Kegel, auf einer geeigneten Unterlage, aufgehäuft. Dieser Kegel wird zur Homogenisierung mindestens dreimal umgesetzt. Die Teilung erfolgt i. d. R. durch ein Teilungskreuz. Von den entstehenden Vierteln werden zwei gegenüberliegende zu einem neuen Kegel mittels geeigneten Werkzeugen (z. B. Schaufel) vereinigt. Die beiden anderen Viertel werden verworfen. Dieser Vorgang wird bis zur gewünschten Endprobengröße wiederholt (siehe Bild 1).

— Entwurf —

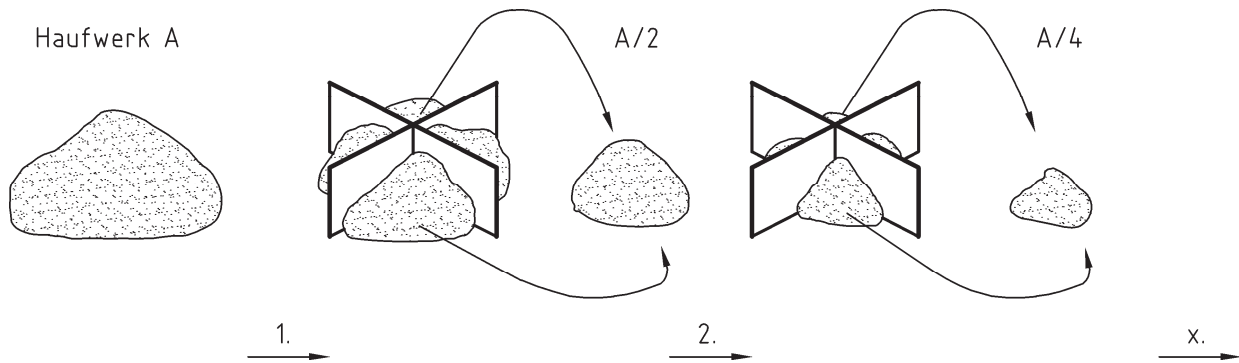


Bild 4 — Prinzip der Probenteilung nach dem Kegelfverfahren

6.2.4 Cross-Riffling-Verfahren

Das Cross-Riffling-Verfahren dient zur Homogenisierung und kann unabhängig vom Teilungsverfahren eingesetzt werden.

Die zu teilende und zu homogenisierende Menge (Ausgangsprobe) wird zunächst in eine größere Anzahl etwa gleichgroßer Teilmengen (1. Generation) zerlegt, die fortlaufend gekennzeichnet werden (z. B. 1 bis 6 in Bild 5).

Diese Teilmengen der 1. Generation werden noch einmal in sechs weitere Teilproben (= 36 Proben) geteilt (2. Generation, z. B. 1_1 bis 6_6 in Bild 5).

Die 36 Proben der 2. Generation werden dann so versetzt „über Kreuz“ ($1_1+2_2+3_3$ usw.) zu 6 Proben rekombiniert, dass nun in jeder Teilprobe der 3. Generation (z. B. A bis F in Bild 5) die gleiche Anzahl der Teilmengen vorhanden ist bzw. in jeder Probe der 3. Generation ein Sechstel jeder Probe der 1. Generation enthalten ist. Wenn nach Prüfung der Homogenität diese noch nicht ausreichend ist, sind die Schritte der 2. und 3. Generation zu wiederholen.

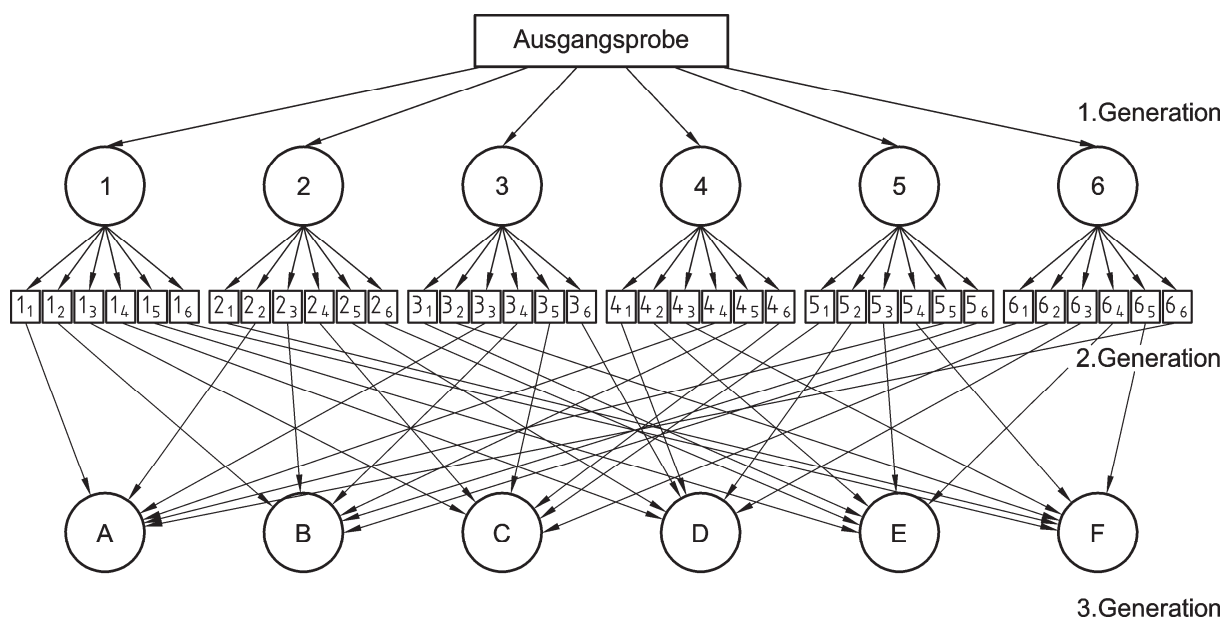


Bild 5 — Schematische Darstellung Cross-Riffling

6.2.5 Probenreduzierung nach Tyler

Mit der Teilvorrichtung nach Tyler (Bild 6) werden größere Materialmengen in einer mehrstufigen Teilungsfolge im Verhältnis von 16:1 reduziert. Das Material muss ausreichend rieselfähig sein, damit es die auf einer geeigneten Platte (Gleitebene) angebrachten Schlitze oder Löcher passieren kann. Die Breite des Beschickungsbehälters muss der der Gleitebene entsprechen. Die Beschickung sollte in

— Entwurf —

konstanter Geschwindigkeit in Abhängigkeit von den jeweiligen Eigenschaften des zu reduzierenden Materials erfolgen. Die Teilproben sind in geeigneten Probenbehältnissen aufzufangen.

Die maximale Partikelgröße des zu reduzierenden Gutes beträgt 12,7 mm (1/2 Zoll). Danach ist die Breite der Schlitze bzw. Löcher ausgelegt.



Bild 6 — Gerät zur Probenteilungstechnik nach Tyler

6.3 Spezielle Arbeitsschritte der Probenvorbehandlung

6.3.1 Allgemeines

Proben bestimmter Materialien, z. B. vergärbare oder fermentierbare, einer Oxidation oder Carbonatisierung unterliegende Abfälle sowie Abfälle mit flüchtigen Inhaltsstoffen, unterliegen i. d. R. bereits kurz nach ihrer Entnahme chemischen, physikalischen und biologischen Veränderungen. Um stoffliche Veränderungen möglichst gering zu halten, müssen die Proben direkt aus der Grundgesamtheit in Form von Einzelproben in geeignete Behältnisse überführt und stabilisiert werden. In diesen Fällen entspricht die Feldprobe der Laborprobe, mitunter auch der Analysenprobe.

6.3.2 Untersuchung von Feststoffproben auf leichtflüchtige organische Substanzen

Einen Sonderfall stellt die Untersuchung von Feststoffproben auf leichtflüchtige organische Substanzen (LHKW, BTEX, sonstige leichtflüchtige organische Stoffe) dar, wobei die Proben bereits vor Ort speziell präpariert werden müssen. Aufgrund der Stoffeigenschaften werden nur stichprobenartig Einzelproben direkt aus der Grundmenge entnommen. Daher ist ein Probenumfang zu wählen, der den Anforderungen an die Charakterisierung der Grundgesamtheit gerecht wird. Diese Proben sind daher Analysen- bzw. Messproben.

Bild 7 zeigt schematisch die Vorgehensweise zur Bestimmung von leichtflüchtigen organischen Verbindungen in Feststoffen basierend auf der Methode des Hessischen Landesamts für Umwelt und Geologie. Eine vollständige Darstellung der Vorgehensweise ist aufgrund gravierender Fehlerquellen bei abweichendem Vorgehen erforderlich. Eine beispielhafte Auflistung von Substanzen, bei denen sich diese Vorgehensweise bewährt hat, ist Tabelle 2 zu entnehmen.