

DIN EN 16192

ICS 13.030.99

Einsprüche bis 2018-05-09
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 16192:2012-02

Entwurf

**Abfälle –
Analyse von Eluaten;
Deutsche und Englische Fassung prEN 16192:2018**

Waste –
Analysis of eluates;
German and English version prEN 16192:2018

Déchets –
Analyse des éluats;
Version allemande et anglaise prEN 16192:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-03-09 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

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

Gesamtumfang 72 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16192:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-02-02-04 AK „Elementanalytik“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-1:1994	siehe DIN ISO 5725-1:1997-11
ISO 5725-2:1994	siehe DIN ISO 5725-2:2002-12
ISO 5725-3:1994	siehe DIN ISO 5725-3:2003-02
ISO 5725-4:1994	siehe DIN ISO 5725-4:2003-01
ISO 5725-5:1998	siehe DIN ISO 5725-5:2002-11
ISO 5725-6:1994	siehe DIN ISO 5725-6:2002-08
ISO 15923-1:2013	siehe DIN ISO 15923-1:2014-07
ISO 22743:2006	siehe DIN ISO 22743:2015-08

Änderungen

Gegenüber DIN EN 16192:2012-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung von Abschnitt 2 „Normative Verweisungen“;
- b) Aktualisierung der Begriffe;
- c) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1:1997-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

DIN ISO 5725-3:2003-02, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen (ISO 5725-3:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2001)*

DIN ISO 5725-4:2003-01, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 4: Grundlegende Methoden für die Ermittlung der Richtigkeit eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-4:1994)*

DIN ISO 5725-5:2002-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-5:1998)*

DIN ISO 5725-6:2002-08, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 6: Anwendung von Genauigkeitswerten in der Praxis (ISO 5725-6:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2001)*

DIN ISO 15923-1:2014-07, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Parametern mittels Einzelanalysensystemen — Teil 1: Ammonium, Nitrat, Nitrit, Chlorid, Orthophosphat, Sulfat und Silikat durch photometrische Detektion (ISO 15923-1:2013)*

DIN ISO 22743:2015-08, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Sulfat — Verfahren mittels kontinuierlicher Fließanalytik (CFA) (ISO 22743:2006+Cor.1:2007)*

— Leerseite —

Abfälle — Analyse von Eluaten

Déchets — Analyse des éluats

Waste — Analysis of eluates

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Probenvorbehandlung	6
5 Blindbestimmung	7
6 Störungen	7
7 Auswahl des geeigneten Prüfverfahrens	7
8 Angabe der Ergebnisse	10
9 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Validierung von EN 12506:2003 und EN 13370:2003	12
A.1 Allgemeines	12
A.2 Ringversuch	12
A.3 Auswahl der Laboratorien	12
A.4 Auswahl der Proben	12
A.5 Validierungsumfang	13
A.6 Ergebnisse und Statistik	15
A.7 Schlussfolgerung	24
Anhang B (informativ) Zusätzliche Validierungsdaten	25
B.1 Ringversuch für die Bestimmung von Ba, Cd, Cr, Mo, Sb und Se in Eluaten	25
B.1.1 Allgemeines	25
B.1.2 Proben für den Ringversuch	25
B.1.3 Ergebnisse des Ringversuchs	25
B.1.4 Schlussfolgerung aus dem Ringversuch	29
B.2 Ringversuche im Rahmen der Annahme von Abfällen auf Abfalldeponien	30
Literaturhinweise	33

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16192:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 16192:2011 ersetzen.

Die Änderungen zwischen dieser Europäischen Norm und dem Vorgänger umfasst eine Aktualisierung der relevanten EN- und ISO-Normen oder dessen Streichung, falls sie zurückgezogen wurden, und die Erweiterung um neue relevante Normen.

Einleitung

Diese Europäische Norm dient zur Charakterisierung von Abfällen, die in der durch die Richtlinie 91/156/EWG des Rates vom 18. März 1991 geänderten Abfallrahmenrichtlinie 75/442/EWG des Europäischen Rates sowie entsprechend nationaler Bestimmungen definiert sind und deren endgültiges Entsorgungsziel die Deponierung ist. In der Entscheidung des Rates vom 19. Dezember 2002 zur Festlegung von Kriterien und Verfahren für die Annahme von Abfällen auf Abfalldeponien gemäß Artikel 16 und Anhang II der Richtlinie 1999/31/EG sind die Prüfverfahren zur Bestimmung der Annahme von Abfällen auf Abfalldeponien beschrieben. In Abschnitt 3 des Anhangs zu dieser Entscheidung sind die Europäischen Normen EN 12506 und EN 13370 enthalten, die durch die vorliegende Europäische Norm ersetzt werden.

Die vorliegende Europäische Norm behandelt die Bestimmung der chemischen Bestandteile, der elektrischen Leitfähigkeit, des pH-Werts und des Gesamtgehalts an gelösten Feststoffen (TDS, en: total dissolved solids) in Eluaten, die durch Auslaugung von Abfallproben, z. B. unter Anwendung von EN 12457, „Charakterisierung von Abfällen — Auslaugung — Übereinstimmungsuntersuchung für die Auslaugung von körnigen Abfällen und Schlämmen“ (Teile 1 bis 4), gewonnen wurden. Grundsätzlich darf sie für die Analyse jeder Art von Eluaten angewendet werden, solange die Leistungscharakteristiken des angewendeten Analyseverfahrens die spezifischen Anforderungen erfüllen.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt Verfahren zur Bestimmung der Parameter pH-Wert, Ammonium, AOX, As, Ba, Cd, Cl⁻, leicht freisetzbare CN⁻, Co, Cr, Cr(VI), Cu, DOC/TOC, elektrische Leitfähigkeit, F⁻, Hg, Mo, Ni, NO₂⁻, Pb, Phenolindex, Gesamt-S, Sb, Se, SO₄²⁻, TDS, V und Zn in wässrigen Eluaten für die Charakterisierung von Abfällen fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

3.1

Eluat

Lösung, die durch ein Auslaugungsverfahren erhalten wurde

3.2

Laboratoriumsprobe

an das Laboratorium abgeschickte oder vom Laboratorium in Empfang genommene Probe oder Teilprobe(n)

3.3

Elutionsmittel

wässrige Lösung, die für das Auslaugungsverfahren verwendet wird

3.4

Auslaugungsverfahren

Laborverfahren zur Bestimmung der stofflichen Bestandteile eines Abfalls, die in Wasser oder eine wässrige Lösung abgegeben werden

3.5

Probe

Anteil eines aus einer größeren Materialmenge ausgewählten Materials

3.6

Prüfmenge

Analysenmenge

von der Prüfprobe (Analysenprobe) entnommener Anteil des Materials von angemessener Größe zur Messung der Konzentration oder von sonstigen interessierenden Eigenschaften

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Prüfmenge kann direkt von der Laboratoriumsprobe entnommen werden, falls keine Probenvorbereitung erforderlich ist (z. B. bei Flüssigkeiten); meistens wird sie jedoch von der vorbereiteten Prüfprobe entnommen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Eine Prüfmenge kann eine Einheit oder ein Inkrement von entsprechender Homogenität, Größe und Feinheit sein, die keine weitere Bearbeitung erfordert.

3.7

Prüfprobe

Analysenprobe

aus der Laboratoriumsprobe hergestellte Probe, von der für die Prüfung oder Analyse Prüfmengen entnommen werden

4 Probenvorbehandlung

Das Eluat ist auf seinen Gesamtgehalt an Bestandteilen zu analysieren. Wenn zwischen der Herstellung des Eluats und der Analyse ein Niederschlag auftritt, ist es erforderlich, durch geeignete Verfahren (z. B. Wiederauflösung, getrennte Analyse der Lösung und des Niederschlags) sicherzustellen, dass der Gesamtgehalt der interessierenden Parameter bestimmt wird. Wenn das Eluat nach einem Verfahren mit Filtration durch eine 0,45-µm-Membran erhalten wurde, beziehen sich die Analysenergebnisse auf den Gehalt, der durch den Auslaugungsvorgang gelöst wurde.

Eluate neigen dazu, sich in unterschiedlichem Ausmaß durch physikalische, chemische oder biologische Reaktionen zu verändern, die zwischen Auslaugung und Analyse stattfinden können. Der pH-Wert muss unmittelbar nach der Herstellung der Eluate, jedoch vor der Probenvorbehandlung bestimmt werden.

Es ist daher unumgänglich, die erforderlichen Vorkehrungen zur Verringerung dieser Reaktionen auf ein Mindestmaß zu treffen; hinsichtlich vieler Parameter muss die Eluatprobe innerhalb kürzester Zeit nach der Herstellung analysiert werden. Die höchstzulässige Verzögerung ist in EN ISO 5667-3 bzw. den jeweiligen Analysennormen angegeben.

Sowohl vor dem und während des Transports als auch während der Probenkonservierung im Laboratorium vor der Analyse sollten Vorsichtsmaßnahmen eingeleitet werden, um Veränderungen in der Prüfmenge zu vermeiden.

Das Eluat ist in die für die verschiedenen chemischen Analysen angemessene Anzahl von Prüfmengen aufzuteilen, und diese Prüfmengen sind dann entsprechend den Anforderungen in den Analysennormen bzw. EN ISO 5667-3 zu konservieren.

Eine spezifische Prüfmenge darf eine unbehandelte Teilprobe (Aliquot) der Laboratoriumsprobe sein, die zur Analyse von Chromaten wie z. B. Chlorid, Fluorid, Sulfat, Nitrit und Chrom(VI) sowie zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit verwendet wird.

Für die Analyse auf Spurenmetalle müssen die Prüfmengen üblicherweise auf einen pH-Wert von ≤ 2 angesäuert werden.

Aus Sicherheitsgründen wird empfohlen, das Ansäuern der Prüfmenge unter einem Abzug vorzunehmen, da flüchtige giftige Substanzen freigesetzt werden können.

ANMERKUNG Wenn hohe Gehalte an löslichen Feststoffen ausgelaugt werden, kann das Ansäuern der Eluate zu Salzausfällungen führen. Dies kann durch Verdünnen vor dem Ansäuern vermieden werden.

5 Blindbestimmung

Der Blindwert des jeweils angewendeten Analyseverfahrens muss entsprechend den Beschreibungen in den Analysennormen bestimmt werden und, falls zutreffend, bei der Berechnung der Ergebnisse Berücksichtigung finden.

6 Störungen

Eine Vielzahl von Verbindungen kann Störungen bei der Bestimmung der betreffenden Parameter verursachen. Die potentiellen Störungen sind in den jeweiligen Normen aufgeführt.

Verschiedene Arten von Störeinflüssen können zu Ungenauigkeiten bei der Bestimmung der verschiedenen Parameter beitragen, insbesondere bei geringen Konzentrationen. Diese möglichen Störeinflüsse sind in den einzelnen Normen angegeben und müssen für jede Analysetechnik einzeln berücksichtigt werden.

Chemische Störungen sind durch Bildung molekularer Verbindungen, Ionisationseinflüsse, Lösemittelverdampfung, Fällung oder Zersetzungs Vorgänge organischer Stoffe gekennzeichnet. Die Zugabe eines Puffers und/oder Konservierungsverfahren können diese Einflüsse vermindern.

Physikalische Störungen können durch Änderungen der Viskosität und Oberflächenspannung hervorgerufen werden. Diese Störungen können signifikante Ungenauigkeiten verursachen, insbesondere bei Eluatproben mit hohen Konzentrationen an Säuren und/oder gelösten Bestandteilen. Die Farbe oder Trübung der Eluate kann bei spektrometrischen Bestimmungen ebenfalls zu Störungen führen.

7 Auswahl des geeigneten Prüfverfahrens

Aus der Liste in Tabelle 1 ist das geeignete genormte Prüfverfahren entsprechend der Art des Abfalleluats, dem Konzentrationsbereich der interessierenden Parameter und den erwarteten Störungen auszuwählen.

Für die analytische Qualitätskontrolle sollten ISO/TS 13530 und EN ISO/IEC 17025 herangezogen werden.

Es wird darauf hingewiesen, dass die genormten Prüfverfahren in Tabelle 1 vorwiegend für die Analyse von Wasserproben entwickelt wurden. Die meisten dieser Verfahren wurden in einem Ringversuch mit einer begrenzten Anzahl von Abfalleluatmatrices (siehe Anhang A) validiert. Ihre Eignung für andere Abfalleluate muss durch das Laboratorium, das die Analysen durchführt, überprüft werden. Zusätzliche, bei der Bewertung der Analysenleistung der Laboratorien gewonnene Validierungsdaten sind in Anhang B angegeben.

Im Anwendungsbereich der in Tabelle 1 angegebenen Normen, die während des von 1999 bis 2001 (Anhang A) durchgeführten Ringversuchs des CEN/TC 292 nicht validiert wurden, darunter seit diesem Ringversuch überarbeitete oder neu entwickelte Normen, sind die Matrizen Abwasser und/oder Eluate enthalten, und es konnte nachgewiesen werden, dass sie für die Analyse von Eluaten in routinemäßigen Analysen anwendbar sind.

Wenn die Verfahren, auf die in Tabelle 1 verwiesen wird, sich aus Gründen wie z. B. Nachweisgrenzen, Wiederholpräzision oder Störungen als ungeeignet erweisen, können andere für Wasseranalysen validierte Verfahren angewendet werden. Deren Eignung für Abfalleluate muss durch das Laboratorium, das die Analysen durchführt, überprüft werden. Die Gründe für die Abweichung von der Norm müssen im Prüfbericht angegeben werden.

Tabelle 1 — Parameter und Prüfverfahren

Parameter	Prüfverfahren
pH-Wert	EN ISO 10523:2012
Ammonium	EN ISO 11732:2005 EN ISO 14911:1999 ISO 7150-1:1984 ISO 15923-1:2013
AOX	EN ISO 9562:2004
As	EN ISO 11885:2009 EN ISO 11969:1996 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016 ISO 17378-1:2014 ISO 17378-2:2014
Ba	EN ISO 11885:2009 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
Cd	ISO 8288:1986 EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
Cl ⁻	ISO 9297:1989 EN ISO 10304-1:2009 EN ISO 15682:2001
CN ⁻ leicht freisetzbar	EN ISO 14403-1:2012 ^a EN ISO 14403-2:2012 ISO 6703-2:1984
Co	EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
Cr	EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
Cr(VI)	ISO 11083:1994 EN ISO 10304-3:1997 EN ISO 23913:2009

Parameter	Prüfverfahren
Cu	ISO 8288:1986 EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
DOC/TOC	EN 1484:1997
Elektrische Leitfähigkeit	EN 27888:1993
F ⁻	EN ISO 10304-1:2009 ^b ISO 10359-1:1992
Hg	EN ISO 12846:2012 EN ISO 17852:2008
Mo	EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
Ni	ISO 8288:1986 EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
NO ₂ ⁻	EN 26777:1993 EN ISO 10304-1:2009 EN ISO 13395:1996 ISO 15923-1:2013
Pb	ISO 8288:1986 EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
Phenolindex	EN ISO 14402:1999 ^c ISO 6439:1990
Gesamt-S	EN ISO 11885:2009
Sb	EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016 ISO 17378-1:2014 ISO 17378-2:2014

Parameter	Prüfverfahren
Se	EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016 ISO/TS 17379-1:2013 ISO/TS 17379-2:2013
SO ₄ ²⁻	EN ISO 10304-1:2009 ISO 15923-1:2013 ISO 22743:2006
TDS	EN 15216:2007
V	EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
Zn	ISO 8288:1986 EN ISO 11885:2009 EN ISO 15586:2003 EN ISO 17294-1:2006 EN ISO 17294-2:2016
^a freie Cyanide sind gleichbedeutend mit einfach freisetzbaren Cyaniden bei Eluaten mit niedrigen organischen Gehalten nach der Destillation. ^b für Eluate mit geringem organischen Gehalt. ^c nach Destillation.	

ANMERKUNG Einige der in Tabelle 1 aufgeführten Parameter können simultan mit derselben Technik analysiert werden. Beispielsweise beschreibt ISO 15923-1:2013 Methoden mit einem Einzelanalysesystem, das die simultane Bestimmung von Ammonium, Nitrat und Sulfat ermöglicht. ISO 17294-2:2016 und ISO 11885:2009 beschreiben eine ICP-MS- beziehungsweise eine ICP-AES-Methode, welche die simultane Bestimmung der oben aufgeführten Elemente As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, V und Zn ermöglichen.

8 Angabe der Ergebnisse

Die in den einzelnen Analysennormen angegebenen spezifischen Anweisungen für die Berechnung der Ergebnisse sind genau einzuhalten.

Die Ergebnisse der Prüfungen sind mit Ausnahme des pH-Werts und der elektrischen Leitfähigkeit als Konzentration der Bestandteile im Eluat, in µg/l oder mg/l, anzugeben. Die Menge des ausgelaugten Bestandteils im Verhältnis zur Probengesamtmasse, in mg/kg der Trockensubstanz, kann mit Hilfe des Flüssigkeits-/Feststoff-Verhältnisses des Auslaugungsverfahrens berechnet werden.

9 Prüfbericht

Die vom Prüflaboratorium durchgeführten Arbeiten müssen durch einen Bericht belegt werden, der die Prüfergebnisse und alle weiteren relevanten Informationen in genauer, deutlicher und eindeutiger Weise darstellt.

Jeder Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) Verweisung auf diese Europäische Norm und ergänzende Normen;
- b) Name und Anschrift des Prüflaboratoriums;
- c) eindeutige Kennzeichnung des Berichts (z. B. laufende Nummer) und jeder Seite sowie die Gesamtseitenzahl des Berichts;
- d) Beschreibung und Kennzeichnung der Laboratoriumsprobe;
- e) Eingangsdatum der Laboratoriumsprobe und Datum (Daten) der Prüfung;
- f) Kennzeichnung der Prüfspezifikation oder Beschreibung des Verfahrens oder Vorgehens;
- g) Beschreibung der Eluatbeprobung und -behandlung, falls zutreffend;
- h) jegliche Abweichungen von, Zusätze zu oder Einschränkungen der Prüfspezifikation sowie alle weiteren relevanten Angaben zu einer bestimmten Prüfung;
- i) Messungen, Untersuchungen und abgeleitete Ergebnisse, je nach Zutreffen unterstützt durch Tabellen, Diagramme, Zeichnungen und Photographien, sowie jegliche festgestellten Fehler;
- j) eine Angabe zur Messunsicherheit (falls erforderlich);
- k) Unterschrift und Titel oder eine gleichwertige Kennzeichnung der Person(en), die die technische Verantwortung für den Prüfbericht übernimmt/übernehmen, und das Ausgabedatum;
- l) Hinweis, dass sich die Prüfergebnisse nur auf die Laboratoriumsprobe beziehen;
- m) Hinweis, dass ohne schriftliche Genehmigung durch das Prüflaboratorium der Bericht nur vollständig vervielfältigt werden darf.

Anhang A (informativ)

Validierung von EN 12506:2003 und EN 13370:2003

A.1 Allgemeines

In den Jahren 1999 bis 2001 wurde ein Projekt zur Validierung der EN 12506:2003 und EN 13370:2003 (beide Normen wurden durch EN 16192 ersetzt) aufgestellt und durchgeführt.

Die Validierung umfasste einen Ringversuch zur Bewertung der Leistungscharakteristiken (Vergleich- und Wiederholpräzision) der in diesen Normen erfassten Verfahren.

A.2 Ringversuch

Der Zweck des Validierungsversuchs bestand in der Überprüfung der Eignung der angeführten Normen zur Analyse von Abfalleluaten.

A.3 Auswahl der Laboratorien

Von allen Mitgliedern der WG 3 und WG 2 des CEN/TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ wurde ein Fragebogen herausgegeben, um in einer Liste die interessierten europäischen Laboratorien zusammenzustellen. 41 Laboratorien erklärten ihre Bereitschaft, an diesem Ringversuch teilzunehmen. Alle Laboratorien wurden gebeten, eine Erklärung dahingehend abzugeben, dass sie die Mindestanforderungen an die Durchführung der Analysen entsprechend den Normen erfüllen. In Übereinstimmung mit der Normenreihe ISO 5725 wurde zuvor keine Auswahl auf der Grundlage der angenommenen „Leistungsfähigkeit“ der Laboratorien, deren Akkreditierung usw. getroffen. Es ist daher gerechtfertigt anzunehmen, dass die teilnehmenden Laboratorien einen guten Durchschnitt „üblicher“ europäischer Laboratorien darstellen.

A.4 Auswahl der Proben

Um die Analyseverfahren an einer angemessenen Anzahl von Eluaten zu prüfen, wurden vier unterschiedliche Materialien für die Herstellung von Abfalleluat-Grundmengen verwendet:

- kontaminierter Boden (COS);
- Klärschlamm (SEW);
- Sandstrahlabfälle (SBW);
- Flugaschefilterkuchen (FFC) einer städtischen Abfallverbrennungsanlage.

Zusätzlich wurden drei künstliche Lösungen (SYN1, SYN2 und SYN3) hergestellt.

Die in den angegebenen Normen aufgeführten Analyseverfahren erfordern unterschiedliche Konservierungsverfahren. Da es unmöglich war, Abfalleluate mit allen verschiedenen Konservierungsmitteln und -verfahren nach den entsprechenden Normen herzustellen, wurde entschieden, nur zwei Konservierungsverfahren anzuwenden:

- Zugabe von HNO_3 bis zu einem pH-Wert von etwa 2;
- keine Konservierungsmittel, jedoch Aufbewahrung der Eluate im Dunkeln bei 4 °C.

Die mit HNO₃ stabilisierten Abfalleluat und künstlich hergestellten Lösungen wurden in Polyethylenflaschen gefüllt, die weiteren Proben in Glasflaschen. Tabelle A.1 zeigt die in den Normen angegebenen und für den Versuch angewendeten unterschiedlichen Konservierungsverfahren.

A.5 Validierungsumfang

Bei diesem Versuch wurden nicht alle Parameter-/Verfahrens-Kombinationen für die verschiedenen Proben validiert. Tabelle A.1 gibt einen Überblick über den Umfang der Validierung.

Die in Tabelle A.1 mit einem x gekennzeichneten Parameter-/Verfahrens-Kombinationen wurden erfolgreich validiert. Mit einer Fußnote sind in Tabelle A.1 alle Parameter-/Verfahrens-Kombinationen versehen, die nicht erfolgreich validiert wurden, da:

- die Elementenkonzentration einiger Proben nicht dem Arbeitsbereich des Analyseverfahrens entsprach;
- die Anzahl der teilnehmenden Laboratorien und/oder die Anzahl der Ergebnisse zu gering war;
- matrixabhängige Störungen auftraten.

In den weiteren Fällen wurde keine Validierungsuntersuchung durchgeführt.

Zusätzlich wurden einige der in EN 12506:2003 und EN 13370:2003 aufgeführten Normen durch ISO für Abwasser validiert.

ANMERKUNG Die in Tabelle A.1 bis Tabelle A.8 erwähnten Normen waren zum Zeitpunkt des Validierungsringversuchs maßgeblich, inzwischen können sie aktualisiert und durch eine andere Norm ersetzt worden sein.

Tabelle A.1 — Validierte Parameter-/Verfahrens-/Proben-Kombinationen

Parameter	Norm	In der Norm vorgeschriebene Konservierung	Für die Validierung angewendete Konservierung	COS	FFC	SBW	SEW	SYN1	SYN2	SYN3	Durch ISO für Abwasser validiert
Ammonium NH ₄	ISO 7150-1	Sofortige Analyse oder H ₂ SO ₄ , pH 2	Keine, 4 °C				x		x		
Ammonium NH ₄	EN ISO 11732	Sofortige Analyse oder H ₂ SO ₄ , pH 2	Keine, 4 °C				x		x		x
AOX	EN 1485	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x			x				x
As	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x			x			a	x
As	EN ISO 11969	HCl, pH 2	HNO ₃ , pH 2	x			b				
Ba	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2		x	x				x	
Cd	ISO 8288	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x				x	x		
Cd	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x						x	
Cl ⁻	ISO 9297	Keine, 4 °C	Keine, 4 °C		x	x					x
Cl ⁻	EN ISO 10304-1	Keine, 4 °C	Keine, 4 °C		x	x	x				x
Cyanid, leicht freisetzbar	ISO 6703-2	NaOH, pH 8	Keine, 4 °C				c	a	x		
Cyanid, leicht freisetzbar	EN ISO 14403	NaOH, pH 12	Keine, 4 °C					x	a		x

Parameter	Norm	In der Norm vorgeschriebene Konservierung	Für die Validierung angewendete Konservierung	COS	FFC	SBW	SEW	SYN1	SYN2	SYN3	Durch ISO für Abwasser validiert
Co	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x						x	
Cr	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2		x					x	
Cr(VI)	ISO 11083	Puffer pH 7	Keine, 4 °C		x			x			x
Cu	ISO 8288	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x				x	x		
Cu	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x		x				x	
Elektrische Leitfähigkeit	EN 27888	Keine, 4 °C	Keine, 4 °C	x	x	x	x	x	x		x
F ⁻	EN ISO 10304-1	Keine, 4 °C	Keine, 4 °C		x	x					
F ⁻	ISO 10359-1	Keine, 4 °C	Keine, 4 °C		x	x					
Hg	EN 1483	K ₂ Cr ₂ O ₇ , pH 1	HNO ₃ , pH 2				a		x		x
Mo	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2		x					x	
Ni	ISO 8288	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x				x	x		
Ni	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x			x			x	
NO ₂ ⁻	EN 26777	Keine, 4 °C, innerhalb 24 h	Keine, 4 °C		x		c		x		x
NO ₂ ⁻	EN ISO 10304-1	Keine, 4 °C, sofortige Analyse	Keine, 4 °C		a		a		x		x
NO ₂ ⁻	EN ISO 13395	Keine, 4 °C, sofortige Analyse	Keine, 4 °C		a				x		x
Phenol-index	ISO 6439	H ₃ PO ₄ CuSO ₄ , pH 4	Keine, 4 °C			x			a		
Phenol-index	EN ISO 14402	sofortige Analyse oder H ₂ SO ₄ , pH 2	Keine, 4 °C			a			x		x
Pb	ISO 8288	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x				x	x		
Pb	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x						x	
pH	EN ISO 10523	Keine, sofortige Analyse	Keine, 4 °C	x	x	x	x	x	x		
Gesamt-S	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x			x			x	
SO ₄ ²⁻	EN ISO 10304-1	Keine, 4 °C	Keine, 4 °C		x	x	x				x
DOC/TOC	EN 1484	H ₃ PO ₄ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x			x				x
V	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2							x	
Zn	ISO 8288	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x				x	x		
Zn	EN ISO 11885	HNO ₃ , pH 2	HNO ₃ , pH 2	x	x	x				x	

^a Validierung schlug fehl, da weniger als 6 Laboratorien und/oder 18 gültige Ergebnisse verfügbar waren.

^b Validierung schlug wegen Matrix-Interferenz oder Konservierungsproblemen fehl (EN ISO 11969, siehe Abschnitt 7).

^c Validierung schlug fehl, da die Analyse von gefärbten Lösungen mit diesem Verfahren nicht möglich ist (siehe Abschnitt 6).

A.6 Ergebnisse und Statistik

Die Daten des Ringversuchs wurden nach ISO 5725-2 bewertet. Darüber hinaus wurde eine Filterung der Ergebnisse entsprechend den Annahmekriterien vorgenommen.

Die geprüften Parameter, die zulässigen Kombinationen von Verfahren, Parameter und Probe sowie die Ergebnisse der statistischen Bewertung werden in den Tabelle A.2 bis Tabelle A.8 angegeben.

Die Ergebnisse zurückgewiesener Kombinationen von Verfahren, Parameter und Probe sind nicht in den Ergebnistabellen enthalten.

Die Annahmekriterien waren wie folgt:

- Mindestanzahl der teilnehmenden Laboratorien: 6
- Mindestanzahl der Ergebnisse (Ausreißer ausgeschlossen): 18

Für einen gegebenen Parameter wurde, sofern anwendbar, ein F-Test mit den s_R -Werten und ein t -Test für die Mittelwerte vorgenommen, um alternative Verfahren im 99 %-Vertrauensintervall zu vergleichen. Wenn einer dieser Tests nicht bestanden wurde, ist dies in den Tabellen angegeben.

Tabelle A.2 — Ergebnisse des Ringversuchs zur Validierung der Verfahren für die Eluatanalyse — Eluat eines kontaminierten Bodens (COS)

Parameter	Norm	Einheiten	Anzahl der					Mittelwert	s_r	s_R	CV_r	CV_R	Bemerkungen
			Labore insgesamt	Labore zulässig	Werte insgesamt	Werte zulässig	Ausreißer						
AOX	EN 1485	µg/l	14	13	42	38	4	27,8	2,43	7,73	8,75	27,8	
As – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	12	11	36	33	3	20,6	0,98	5,79	4,76	28,1	
Cd – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	17	17	51	51	—	207	4,72	13,5	2,28	6,5	
Cd – ICP-OES/AAS	ISO 8288	µg/l	8	8	24	24	—	208	7,42	14,6	3,57	7,02	
Co – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	16	14	48	42	6	74,4	1,41	11,8	1,9	15,9	
Cu – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	17	16	51	48	3	358	5,98	28,4	1,67	7,94	
Cu – AAS	ISO 8288	µg/l	8	8	24	23	1	363	2,40	18,2	0,66	5,01	
Elektrische Leitfähigkeit	EN 27888	µS/cm	12	11	36	30	6	2 450	7,35	207,8	0,3	8,48	
Ni – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	16	14	47	41	6	49,3	1,43	4,77	2,91	9,68	F-Test nicht bestanden
Ni – AAS	ISO 8288	µg/l	7	7	21	21	—	49,4	1,55	1,67	3,14	3,38	F-Test nicht bestanden

Parameter	Norm	Einheiten	Anzahl der					Mittelwert	s_r	s_R	CV_r	CV_R	Bemerkungen
			Labore insgesamt	Labore zulässig	Werte insgesamt	Werte zulässig	Ausreißer						
Pb – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	17	16	51	48	3	324	7,00	19,9	2,16	6,13	F-Test nicht bestanden
Pb – AAS	ISO 8288	µg/l	8	8	24	24	—	326	7,79	48,9	2,39	15	F-Test nicht bestanden
pH-Wert – Elektrode	EN ISO 10523	—	13	12	38	32	6	6,14	0,025	0,287	0,41	4,68	
DOC/TOC	EN 1484	mg/l	15	13	45	39	6	16,3	0,30	1,54	1,82	9,42	
Gesamt-S – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	10	8	30	24	6	451 000	8 344	44 649	1,85	9,9	
Zn – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	17	16	51	48	3	49 600	719	4 052	1,45	8,17	
Zn – AAS	ISO 8288	µg/l	8	8	24	24	—	49 500	782	3 569	1,58	7,21	
s_r ist die relative Wiederholpräzision s_R ist die relative Vergleichpräzision CV_r ist der Wiederholvariationskoeffizient CV_R ist der Variationskoeffizient der Wiederholbarkeit													

Tabelle A.3 — Ergebnisse des Ringversuchs zur Validierung der Verfahren für die Eluatanalyse — Eluat eines Klärschlammes (SEW)

Parameter	Norm	Einheiten	Anzahl der					Mittelwert	s_r	s_R	CV_r %	CV_R %	Bemerkungen
			Labore insgesamt	Labore zulässig	Werte insgesamt	Werte zulässig	Aus- reißer						
NH ₄ – FIA/CFA	ISO EN 11732	mg/l	11	11	34	34	—	401	5,77	81,3	1,44	20,28	F-Test nicht bestanden
NH ₄ – Photometrie	ISO 7150-1	mg/l	11	10	33	30	3	360	8,03	152	2,23	42,11	F-Test nicht bestanden
AOX	EN 1485	mg/l	13	11	39	32	7	0,153	0,011	0,061	7,16	39,95	
As – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	13	11	39	33	6	139	10,6	26,9	7,66	19,38	
Cl ⁻ – IC	EN ISO 10304-1	mg/l	13	13	40	40	—	92,2	3,45	18,7	3,75	20,26	
Elektrische Leitfähigkeit	EN 27888	µS/cm	13	10	37	28	9	3530	11,6	469	0,33	13,3	
Ni – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	16	16	48	48	—	117	5,52	11,5	4,72	9,8	
pH-Wert – Elektrode	ISO 10523	—	14	12	40	34	6	6,29	0,048	0,34	0,76	5,34	
SO ₄ ²⁻ – IC	EN ISO 10304-1	mg/l	12	12	37	37	—	53,9	1,61	8,49	2,98	15,75	
DOC/TOC	EN 1484	mg/l	15	13	47	41	6	1 560	40,3	99,7	2,58	6,39	
Gesamt-S – ICP-OES	EN ISO 11885	µg/l	10	7	29	20	9	62 700	552	1 568	0,88	2,5	
s_r ist die relative Wiederholpräzision s_R ist die relative Vergleichpräzision CV_r ist die Wiederholvariationskoeffizient CV_R ist der Variationskoeffizient der Wiederholbarkeit													