

DIN EN 17087

ICS 91.100.01

Einsprüche bis 2017-04-17

Entwurf

**Bauprodukte –
Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen –
Herstellung von Prüfmengen aus Laboratoriumsproben zur Analyse von
Eluaten und Aufschlusslösungen;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17087:2017**

Construction products –
Assessment of release of dangerous substances –
Preparation of test portions from the laboratory sample for testing of release and analysis of
content;
German and English version prEN 17087:2017

Produits de construction –
Evaluation de l'émission de substances dangereuses –
Préparation de prises d'essai prélevées dans l'échantillon pour laboratoire, pour l'analyse des
éluats et digestats;
Version allemande et anglaise prEN 17087:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-02-17 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 nabau@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 Bauwesen (NABau), 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 95 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17087:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe aus Bauprodukten“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 005-53 FBR „Fachbereichsbeirat KOA 03 — Hygiene, Gesundheit und Umweltschutz (SpA zu CEN/TC 351, CEN/TC 351/WG 3, CEN/TC 351/WG 4 und CEN/TC 351/WG 5)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 17087 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Herstellung von Prüfmengen aus Laboratoriumsproben zur Analyse von Eluaten und Aufschluslösungen

*Produits de construction — Evaluation de l'émission de substances dangereuses — Préparation de prises d'essai
prélevées dans l'échantillon pour laboratoire, pour l'analyse des éluats et digestats*

*Construction products — Assessment of release of dangerous substances — Preparation of test portions from the
laboratory sample for testing of release and analysis of content*

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	8
5 Einrichtungen	8
6 Störfaktoren und Fehlerquellen	8
7 Durchführung	9
7.1 Schlüsselkonzepte	9
7.2 Abfolge der Behandlungsverfahren	10
8 Prüfbericht	12
Anhang A (normativ) Anleitung zur Auswahl der Verfahren zur Behandlung von Proben	13
A.1 Allgemeines	13
A.2 Trocknung	13
A.3 Reduzierung der Partikelgröße	16
A.4 Homogenisierung	20
A.5 Unterprobenahme	22
A.6 Lagerung	25
Anhang B (informativ) Zusammenhang zwischen der Mindestmenge von Proben bzw. Unterproben und der Partikelgröße	26
B.1 Gleichung für die Schätzung der Mindestmenge von Proben bzw. Unterproben	26
B.2 Empirische Regel	28
Anhang C (informativ) Einrichtungen zur Behandlung von Proben	29
Anhang D (informativ) Beispiele für analytische Verfahren für Gehalte und Auslaugung	30
Anhang E (informativ) Beispiele für die Vorbereitung von Untersuchungsproben	32
E.1 Beispiel 1: Trockenmassegehalt, Auslaugung und Analyse auf pH, Cr, Cu, Mo und Zn	32
E.2 Beispiel 2: Trockenmassegehalt, Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC), Glühverlust, Cd, Hg, Pb, PCB, Auslaugung und Analyse auf pH, Leitfähigkeit, Cd, Hg, Pb, Cl, Sulfat und TOC	36
Literaturhinweise	45

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17087:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe aus Bauprodukten“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

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

Einleitung

In der Laborpraxis müssen oftmals unterschiedliche analytische Verfahren auf eine Laboratoriumsprobe angewendet werden, welche in Übereinstimmung mit einem Probenahmeplan entnommen wurde. Aus diesem Grunde müssen Teilproben so entnommen werden, dass die unterschiedlichen Prüfmengen repräsentativ für die ursprüngliche Laboratoriumsprobe in Bezug auf die zu untersuchenden Verbindungen und die spezifischen analytischen Verfahren sind. Die Sicherstellung, dass die Laboratoriumsprobe und die Prüfmengen repräsentativ sind, ist von großer Wichtigkeit, um die Qualität und Genauigkeit von Analyseergebnissen zu garantieren. Die Repräsentativität der Laboratoriumsprobe wird durch den Probenahmeplan festgelegt. Diese Europäische Norm legt die korrekte Abfolge der Tätigkeiten fest, um die Repräsentativität der Prüfmengen sicherzustellen.

ANMERKUNG Dieses Dokument basiert auf EN 15002, welches durch CEN/TC 292 zur Herstellung von Prüfmengen aus Laboratoriumsproben zur Charakterisierung von Abfällen entwickelt wurde.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm gilt für die Herstellung von repräsentativen Prüfmengen aus einer Laboratoriumsprobe, die in Übereinstimmung mit den jeweiligen Produktnormen und CEN/TR 16620 entnommen wurde, vor der Prüfung der Freisetzung und Analyse der Bestandteile von Bauprodukten.

Diese Europäische Norm soll die Abfolge der Tätigkeiten und Behandlungen festlegen, welche auf die Laboratoriumsprobe angewendet wird, um geeignete Prüfmengen in Übereinstimmung mit den speziellen Anforderungen, welche durch die entsprechenden Prüf- und Analyseverfahren definiert werden, herzustellen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieser Europäischen Norm erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Bauprodukt

Produkt oder Bausatz, das/der hergestellt und in Verkehr gebracht wird, um dauerhaft in Bauwerke oder Teile davon eingebaut zu werden, und dessen Leistung sich auf die Leistung des Bauwerks im Hinblick auf die Grundanforderungen an Bauwerke auswirkt

Anmerkung 1 zum Begriff: Oftmals einfach als „Produkte“ bezeichnet. Bauprodukte dürfen z. B. als flüssige, gleichkörnige, monolithische, blattartige, plattenartige Produkte oder Pulver auf den Markt gebracht werden. Diese Produkte können aus einem einzigen Material bzw. Werkstoff oder aus mehreren Materialien bzw. Werkstoffen bestehen (zusammengesetzte Produkte, komplexe Produkte).

[QUELLE: EN 16687:2015, 2.1.1]

3.2

Aufschlusslösung

Lösung, die beim Säureaufschluss einer Probe entsteht

[QUELLE: CEN/TR 16045:2010, 2.2.1]

3.3

Trocknen

Prozess der Entfernung von Wasser oder Lösungsmittel aus einer Probe

Anmerkung 1 zum Begriff: Zum Zwecke der Vorbereitung der Prüfmenge, kann es nützlich sein, lediglich die Menge an Wasser zu entfernen, welche die anderen beteiligten Prozesse stören könnte (z. B. beim Zerkleinern oder Fräsen). Um die Veränderungen der Probe im Rahmen der Vorbereitung der Prüfmenge auf ein Minimum zu reduzieren, ist die vollständige Entfernung der gesamten Wassermenge in der Probe nicht notwendigerweise erforderlich.

3.4

Homogenisierung

Prozess der Kombination von Komponenten, Partikeln oder Schichten in einen homogenen Zustand der ursprünglichen Proben (im Falle von Mischproben) oder vorbehandelten Fraktionen von Proben, um eine gleichmäßige Verteilung der Stoffe innerhalb der Probe und gleichartige Eigenschaften der Probe sicherzustellen

3.5

Laboratoriumsprobe

Probe, die von einem Laboratorium verschickt oder erhalten wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn die Laboratoriumsprobe durch Aufteilung, Mischung, Schleifen oder eine Kombination dieser Tätigkeiten weiter vorbereitet (reduziert) wird, dann entsteht daraus die Untersuchungsprobe. Wenn keine Vorbereitung der Laboratoriumsprobe erforderlich ist, dann ist die Laboratoriumsprobe auch die Untersuchungsprobe. Eine Messprobe wird aus der Untersuchungsprobe zur Durchführung einer Prüfung oder zur Analyse entnommen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Laboratoriumsprobe ist die letzte Probe aus Sicht der Probenahme, aber die erste Probe aus Sicht des Laboratoriums.

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.2.1]

3.6

mäßig flüchtige organische Verbindungen

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Definition umfasst:

- a) Mineralöl;
- b) die meisten polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAH) (siehe ISO 13859);
- c) Polychlorbiphenyle (PCB) (siehe ISO 10382);
- d) Organochlorpestizide (siehe ISO 10382).

3.7

monolithisches Bauprodukt

Bauprodukt, welches mit bestimmten Mindestmaßen und physikalischen und mechanischen Eigenschaften vorbereitet wurde, um dessen Integrität über einen bestimmten Zeitraum im betrachteten Szenario sicherzustellen

[QUELLE: EN 16687:2015, 2.2.4, modifiziert]

3.8

Reduzierung der Partikelgröße

mechanische Reduzierung der Partikelgröße einer Probe durch Fräsen, Schleifen, Zerkleinern oder Schneiden

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei einem monolithischen Bauprodukt wird im Allgemeinen die Anwendung eines Backenbrechers vorgezogen.

3.9

Probe

Teilmenge eines Materials, die aus einer größeren Materialmenge ausgewählt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Art und Weise der Auswahl der Probe sollte in einem Probenahmeplan beschrieben werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Begriff „Probe“ wird oft von einem Präfix begleitet (z. B. Laboratoriumsprobe, Untersuchungsprobe), welches die Art der Probe und/oder den spezifischen Schritt im Probenahmeprozess, auf welchen sich das entnommene Material bezieht, festlegt.

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.1.5]

3.10

Unterprobe

Probe, welche durch Verfahren gewonnen wird, in welchen die betreffenden Bestandteile zufällig zu Teilen gleicher oder ungleicher Größe verteilt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Unterprobe kann beispielsweise:

- a) ein Anteil einer Probe, gewonnen durch Auswahl oder Aufteilung; oder
- b) die letzte Probe einer mehrstufigen Probenvorbereitung sein.

3.11

Unterprobenahme

Prozess der Auswahl einer oder mehrerer Unterprobe(n) aus einer Probe

3.12

Prüfmenge, Analysemenge

Menge eines Materials einer ausreichenden Größe zur Messung der Konzentration oder anderer zu untersuchender Eigenschaften, die aus der Untersuchungsprobe entnommen wird

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.2.3, modifiziert]

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Prüfmenge darf direkt aus der Laboratoriumsprobe entnommen werden, falls keine Vorbereitung der Probe erforderlich ist (z. B. mit Flüssigkeiten oder Proben ausreichender Homogenität, Größe und Feinheit), wird aber in der Regel aus einer vorbereiteten Untersuchungsprobe entnommen.

3.13

Untersuchungsprobe, Analysenprobe

Probe, die aus der Laboratoriumsprobe vorbereitet wurde, aus welcher die Prüfmengen zur Prüfung oder Analyse entnommen werden

[QUELLE: EN 16687:2015, 3.2.2]

3.14

flüchtige anorganische Verbindungen

anorganische Verbindungen (z. B. Quecksilber, Arsen, Cadmium, Thallium), die bei der Erhitzung im Rahmen der Probenvorbereitung verloren gehen können

3.15

flüchtige organische Verbindungen

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Dies umfasst flüchtige aromatische und flüchtige Halogenkohlenwasserstoffe, wie in Übereinstimmung mit EN ISO 15009 bestimmt. Manche Monochlorphenole und Dichlorphenole und Naphtalin gehören beispielsweise zu dieser Gruppe.

4 Kurzbeschreibung

Die Laboratoriumsprobe des Bauproduktes wird in Unterproben aufgeteilt, um repräsentative Prüfmengen für unterschiedliche Messungen der Stoffe oder Parameter zu erhalten. Zu diesem Zweck werden Verfahren beschrieben für die

- Homogenisierung (manuell, mechanisch);
- Trocknung (Lufttrocknung, Ofentrocknung, Gefriertrocknung, chemische Trocknung);
- Reduzierung der Partikelgröße (Zerkleinerung/Schleifen, Gefrierzerkleinerung, Fräsen, Schneiden, Gefrierschneiden);
- Unterprobenahme (manuell, mechanisch).

Unterschiedliche Verfahren sind in Abhängigkeit der gleichkörnigen oder monolithischen Natur des Bauproduktes anwendbar. Ebenfalls sind unterschiedliche Verfahren in Abhängigkeit der Grundmasse des Bauproduktes (beispielsweise Mineral, Kunststoff, Holz) und der Flüchtigkeit der zu untersuchenden Verbindungen anzuwenden.

5 Einrichtungen

Zum Zwecke der Vorbereitung von Prüfmengen aus Laboratoriumsproben müssen geeignete Einrichtungen in Abhängigkeit der nach Anhang A bestimmten Verfahren gewählt werden.

Eine informative Liste aller geeigneten Einrichtungen für die Verfahren der Behandlung von Proben ist im Anhang C enthalten.

Alle Glaswaren und Einrichtungen, welche in Kontakt mit der Probe kommen, müssen aus einem geeigneten Werkstoff gefertigt und chemisch mit der Probe kompatibel sein sowie so gewählt werden, dass eine Kontaminierung der Proben weitestmöglich verhindert wird (z. B. Kunststoffe für die Analyse anorganischer Elemente, Quartz oder Glas für flüchtige und organische Analyte).

6 Störfaktoren und Fehlerquellen

Bei gleichkörnigem Material muss die Probe bzw. Unterprobe nach jeder Tätigkeit, die möglicherweise zu einer Entmischung der Partikel unterschiedlicher Größe geführt hat, erneut homogenisiert werden.

Ein monolithisches Bauprodukt wird als Monolith geprüft, aber aufgrund der Heterogenität ist eine Prüfmenge unter Umständen nicht vollständig repräsentativ. Hier ist es möglich, mehrere Stücke zur Bildung einer Prüfmenge heranzuziehen.

Es sollte darauf geachtet werden, den Verlust von Material und eine Kontaminierung der Probe durch die Luft, durch Stäube oder durch die Prüfeinrichtung zu verhindern (z. B. durch die Umgebungsatmosphäre im Laboratorium oder zwischen Proben, die nebeneinander gelagert oder verarbeitet werden).

Drei Typen von Kontaminierungen können aufgrund der Prüfeinrichtung auftreten:

- Abrieb;
- Kreuzkontaminierung;
- Freisetzung von Chemikalien.

Es wird empfohlen, die Vorbehandlung eines Bauproduktes in einem separaten Raum vorzunehmen, der nur für diesen Zweck verwendet wird. Dies wird vor allem bei Verfahren wie der Zerkleinerung oder dem Sieben empfohlen.

Wenn die Probe eine staubartige Konsistenz aufweist oder (mäßig) flüchtige Verbindungen enthält, könnte ein Teil der Proben während der Vorbehandlung verloren gehen und dies könnte die physikalischen und/oder chemischen Eigenschaften beeinflussen.

7 Durchführung

7.1 Schlüsselkonzepte

Die Vorbereitung der Prüfmenge kann aufgrund einer Reihe von Faktoren ein komplexer Vorgang sein, beispielsweise aufgrund:

- des Typs der Probe und des physikalischen Zustands der Probe;
- der Menge der Laboratoriumsprobe;
- der Art und Anzahl der durchzuführenden Bestimmungen.

Die vorbereiteten Prüfmengen müssen allen der folgenden Anforderungen entsprechen:

- Jede Prüfmenge muss weitestmöglich repräsentativ für die Laboratoriumsprobe sein.
- Die Menge und der physikalische Zustand (z. B. die Partikelgröße) jeder Prüfmenge müssen den Anforderungen des entsprechenden Analyseverfahrens entsprechen.
- Bei keiner Prüfmenge dürfen Verluste oder Kontaminierungen der zu untersuchenden Analyte auftreten.

Die Vorbereitung der Prüfmengen aus der Laboratoriumsprobe, die entsprechend dem Probenahmeplan entnommen wurde, bezieht sich auf die angefragten analytischen Bestimmungen.

Daher wird eine umfassende Abstimmung zwischen allen beteiligten Parteien in einem frühen Stadium empfohlen, um die Anforderungen der anzuwendenden Normen in Bezug auf die angefragten Bestimmungen zu erfüllen.

Die Vorbereitung der Prüfmengen im Laboratorium besteht häufig aus einer Abfolge von Tätigkeiten, wie der Homogenisierung, Phasentrennung, Trocknung, falls notwendig der Reduzierung der Partikelgröße und der Unterprobenahme. Spezifische Formen dieser Tätigkeiten werden in A.2 bis A.6 jeweils beschrieben. Es muss eine Reihe von Entscheidungen zur spezifischen Abfolge dieser Tätigkeiten für bestimmte Laboratoriumsproben getroffen werden. In manchen Fällen ist die Abfolge der Tätigkeiten eindeutig, aber in komplizierteren Fällen (z. B. wenn mehrere Bestimmungen mit unterschiedlichen Anforderungen auszuführen sind) kann es von kritischer Wichtigkeit sein, die richtige Reihenfolge der Tätigkeiten zu befolgen.

Monolithische Bauprodukte werden als Monolithen geprüft. Um den Gehalt von monolithischen Bauprodukten zu bewerten, muss eine Extraktion oder ein Aufschluss erfolgen. Verfahren, wie Zerkleinerung oder Fräsen, müssen vor einer Extraktion oder einem Aufschluss erfolgen.

Um die Tätigkeiten zu definieren, die auf eine Laboratoriumsprobe angewendet werden müssen, um eine oder mehrere repräsentative Prüfmengen herzustellen, müssen drei Hauptschritte in der folgenden Reihenfolge berücksichtigt werden:

- a) Definition der analytischen Anforderungen (7.1.1);
- b) Definition der Abfolge der Tätigkeiten (7.1.2);
- c) Auswahl der geeigneten Verfahren (7.1.3).

7.1.1 Definition der analytischen Anforderungen

Zuerst müssen die Anforderungen der betreffenden analytischen Verfahren definiert werden:

- welche Parameter müssen analysiert werden;
- welche Verfahren müssen eingesetzt werden;
- wie viele Prüfmengen sind notwendig;
- welche Prüfmengen mit welchen Eigenschaften sind für jedes analytische Verfahren notwendig;
- Anforderungen an die Konservierung (z. B. Zeitdauer, Temperatur, Zugabe von Reagenzien).

Indikative Prüfmengen und spezielle Anforderungen der beteiligten analytischen Verfahren sind im Anhang D aufgeführt. Es wird empfohlen, mindestens das Fünffache der benötigten Mengen als Prüfmengen für die Prüfungen vorzubereiten.

7.1.2 Definition der Abfolge der Tätigkeiten

Zweitens muss die Abfolge der Tätigkeiten dem Ablaufdiagramm im Bild 1 entsprechen. Das Ablaufdiagramm basiert auf den Eigenschaften der Laboratoriumsprobe und den Anforderungen der analytischen Verfahren. Jede einzelne Tätigkeit dieser Abfolge muss als unabhängiges Modul betrachtet werden. Die verfügbaren Module sind:

- Trocknung;
- Reduzierung der Partikelgröße, falls notwendig;
- Homogenisierung;
- Unterprobenahme.

Oftmals müssen unterschiedliche Bestimmungen an den Laboratoriumsproben vorgenommen werden. In diesen Fällen müssen Module kombiniert und/oder wiederholt werden, um Unterproben zu gewinnen, die letztlich zu mehreren Prüfmengen führen.

7.1.3 Auswahl der geeigneten Verfahren

Das geeignete Verfahren zur Behandlung der Proben innerhalb jedes Moduls hängt von den Anforderungen der entsprechenden analytischen Verfahren und den Eigenschaften der Probe ab. Anhang A enthält Anweisungen, wann eine bestimmte Tätigkeit einzusetzen ist. Zur Auswahl der Verfahren werden die Anweisungen im Anhang A befolgt.

7.2 Abfolge der Behandlungsverfahren

Das Ablaufdiagramm im Bild 1 beschreibt die Schritte des Verfahrens für die Vorbehandlung der Laboratoriumsproben. Es ermöglicht das Treffen von Entscheidungen zur spezifischen Abfolge der Tätigkeiten für eine bestimmte Laboratoriumsprobe, um repräsentative Prüfmengen zu erhalten. Das Bild 1 wird mit der anfänglichen Laboratoriumsprobe verwendet und das Verfahren nacheinander an allen während der Vorbereitung gewonnenen Probefractionen oder Unterproben in einem iterativen Zyklus wiederholt, bis alle analytischen Anforderungen erfüllt sind.

Wenn flüchtige Verbindungen oder mäßig flüchtige Verbindungen zu untersuchende Parameter darstellen, dann sollte dies im Probenahmeplan berücksichtigt werden. Dies kann zu separaten Proben führen. Im Falle einer einzelnen Laboratoriumsprobe muss besonders darauf geachtet werden, Verluste durch flüchtige Verbindungen während der Homogenisierung und/oder Reduzierung der Partikelgröße zu verhindern. Eine vorläufige Unterprobenahme ohne jeden Homogenisierungsschritt kann notwendig sein (siehe A.2.4, A.6.4). Eine Unterprobenahme ohne Homogenisierung erfolgt nur dann, wenn die Repräsentativität der verbleibenden Probe nicht maßgeblich verändert wird.

ANMERKUNG In speziellen Fällen führt eine Unterprobenahme ohne Trocknungsschritt nicht zu repräsentativen Unterproben.

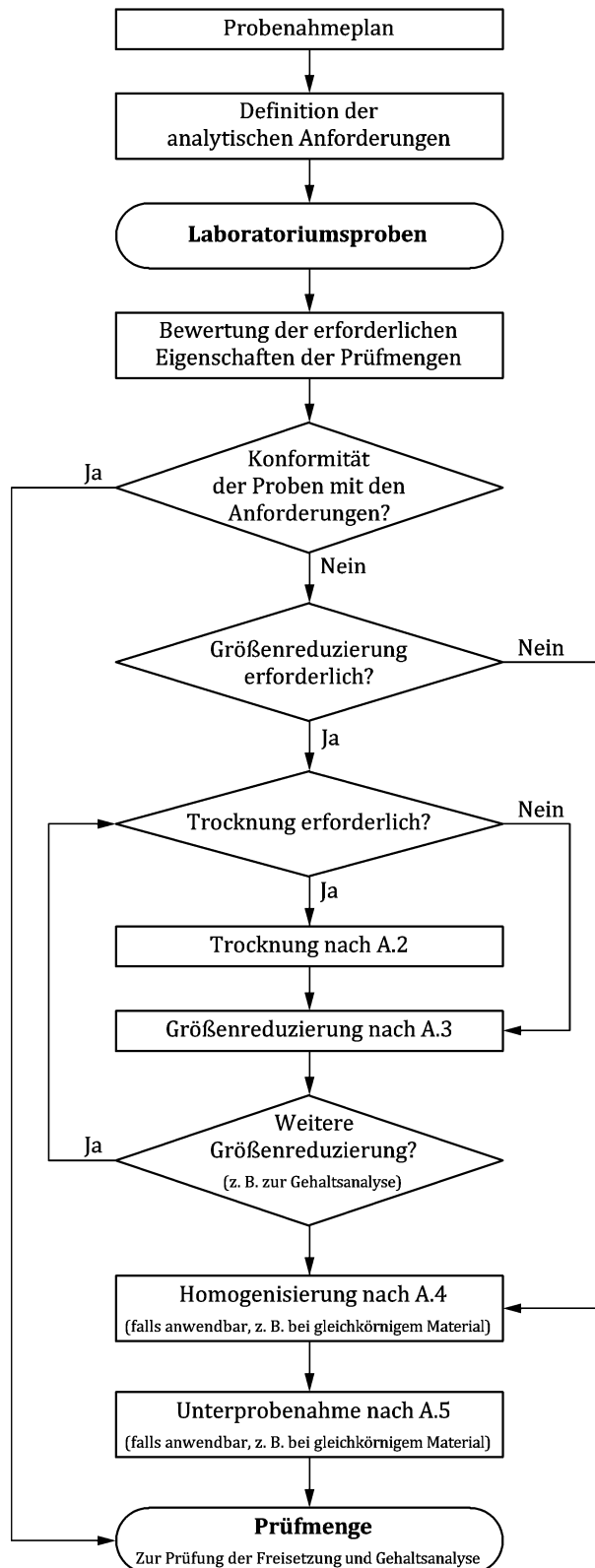


Bild 1 — Abfolge der Tätigkeiten

8 Prüfbericht

Die vom Prüflabor ausgeführte Arbeit muss durch einen Bericht abgedeckt werden, welcher genau, klar und eindeutig alle relevanten Informationen darlegt.

Jeder Bericht muss mindestens die folgenden Informationen enthalten:

- 1) Name, Adresse und Standort jedes Prüflabors, das an der Vorbereitung der Prüfmengen beteiligt ist;
- 2) eindeutige Identifikation des Berichts (beispielsweise als Seriennummer) und jeder Seite und die Gesamtanzahl der Seiten im Bericht;
- 3) Beschreibung und Identifikation der Laboratoriumsprobe, einschließlich der Natur der Probe: gleichkörnig oder monolithisch, blatt- und plattenartig;
- 4) Datum, an welchem die Laboratoriumsprobe erhalten wurde;
- 5) Verweisung auf diese Europäische Norm, d. h. WI 00351027;
- 6) Verweisung auf den Probenahmebericht; wenn ein Probenahmebericht nicht verfügbar ist, muss genau auf das Unternehmen oder die Personen, die für die Probenahme verantwortlich sind, verwiesen werden;
- 7) Abfolge und Betriebsbedingungen (Verfahren und Prüfeinrichtungen), die zur Vorbereitung der Prüfmengen auf die Laboratoriumsprobe angewendet wurden;
- 8) alle Einzelheiten, die nicht in dieser Europäischen Norm aufgeführt werden oder optional sind sowie alle anderen Faktoren, welche die Ergebnisse eventuell beeinflusst haben.

Für die folgende Durchführung der Analysen müssen die Datumsangaben der Vorbereitung der Prüfmengen verfügbar sein.

Anhang A (normativ)

Anleitung zur Auswahl der Verfahren zur Behandlung von Proben

A.1 Allgemeines

Die Vorbereitung der Untersuchungsproben aus Laboratoriumsproben besteht häufig aus einer Abfolge von Tätigkeiten, wie der Homogenisierung, Trocknung, Reduzierung der Partikelgröße und Unterprobenahme. Spezifische Formen dieser Tätigkeiten werden in diesem Anhang jeweils beschrieben. Angaben zu deren Reihenfolge werden im Bild 1 gemacht. Die Verfahren der Behandlung von Proben, die in den Analysestandards vorgesehen sind, müssen in jedem Falle ausgeführt werden.

Wenn flüchtige Verbindungen in der Probe erwartet werden, dann sollte eine Unterprobenahme zur Bestimmung dieser flüchtigen Verbindungen (A.5.4) vorzugsweise den ersten Schritt vor jeglicher anderer Behandlung der Probe bilden.

A.2 Trocknung

A.2.1 Allgemeine Angaben

In Abhängigkeit der Natur der Probe und der speziellen Anforderungen der Prüfmenge kann ein Trocknungsschritt während der Behandlung der Probe im Rahmen der Vorbereitung der Untersuchungsprobe notwendig sein. Für die Zwecke dieser Europäischen Norm kommt die Trocknung lediglich zur Entfernung derjenigen Menge an Wasser zum Einsatz, welche die Vorbereitung der Untersuchungsprobe (z. B. während des Zerkleinerns oder Fräsens) stören könnte. Zur Bestimmung des Wassergehalts kann eine separate Unterprobe notwendig sein.

Bei monolithischen Bauprodukten, die auf hydraulischen Bindemitteln basieren, ist eine Trocknung nicht notwendig. Die Bestimmung des freien Wassergehalts erfolgt mit einer separaten Unterprobe nach der Reduzierung der Größe.

ANMERKUNG Monolithische Bauprodukte, die auf hydraulischen Bindemitteln basieren, enthalten oftmals Hydratphasen. Eine separate Trocknung ist nicht erforderlich, da jegliches Wasser, was zur Unterstützung des Aushärtungsprozesses hinzugegeben wird, durch die Bindungsreaktionen verwendet wird.

Eine Trocknung führt leicht zur Einführung analytischer Fehler bei flüchtigen Verbindungen. Daher wird eine Trocknung vermieden, wenn diese nicht ausdrücklich erforderlich ist. Wenn eine Unterprobe zur Bestimmung von flüchtigen Verbindungen getrocknet werden soll, dann wird ein Trocknungsverfahren gewählt, welches die Verluste der flüchtigen Verbindungen möglichst gering hält. Der Prüfbericht muss die zur Trocknung eingesetzten Verfahren zusammen mit dem Gewicht der Unterproben vor und nach jedem Trocknungsschritt klar angeben (siehe 8).

Es kann sein, dass ein bestimmtes Trocknungsverfahren nicht für alle angefragten Bestimmungen anwendbar ist. In solchen Fällen müssen unterschiedliche Unterproben auf unterschiedliche Art und Weise getrocknet werden, wobei die korrekte Abfolge der Verfahren für jede Unterprobe gewählt wird.

Die Trocknungszeit hängt von dem gewählten Verfahren, der Dicke der Probenschicht, der Natur der Probe, dem Feuchtegehalt der Probe und der Luft und der Belüftungsrate ab.

Der „Trockengrad“, welcher mit dem Trocknungsschritt erreicht werden muss, hängt von den folgenden Behandlungen ab, die auf die Probe angewendet werden. Üblicherweise ist es nicht notwendig, darauf zu warten, dass ein konstantes Gewicht erreicht wird: z. B. muss die Probe lediglich ausreichend getrocknet werden, um eine Zerkleinerung, ein Schleifen usw. möglich zu machen.

A.2.2 Lufttrocknung bei Raumtemperatur

A.2.2.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Die Lufttrocknung bei Raumtemperatur wird angewendet, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- wenn die Trocknung in einem geeigneten Zeitrahmen ohne Veränderungen der zu untersuchenden Analyte erreicht werden kann;
- wenn der Verlust der zu untersuchenden flüchtigen Verbindungen bei Raumtemperatur nicht eintreten kann.

A.2.2.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Die Lufttrocknung bei Raumtemperatur wird nicht angewendet, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- wenn die nötige Zeit von kritischer Wichtigkeit ist und die Eigenschaften der Probe keine ausreichende Trocknung in einem geeigneten Zeitrahmen bei Raumtemperatur ermöglichen und ein Trocknungsschritt bei höherer Temperatur sicher angewendet werden kann;
- wenn eine Degeneration eintreten kann, z. B. aufgrund von Licht, biologischer Aktivität;
- wenn eine Kontaminierung oder Reaktionen mit der Luft eintreten können.

ANMERKUNG Ein geeigneter Zeitrahmen kann eine Dauer von bis zu einer Woche sein.

A.2.2.3 Durchführung

Die Probe wird in einer dünnen Schicht auf den Ablagen ausgebreitet und eine ausreichende Trocknung wird erlaubt. Es muss darauf geachtet werden, mögliche Kontaminierungen zu vermeiden, z. B. durch Stäube und Exposition gegenüber direktem Sonnenlicht oder Lichtquellen. Der Einsatz von Trocknungsmitteln kann den Trocknungsprozess bei kleinen Mengen von Proben und Unterproben beschleunigen.

A.2.3 Ofentrocknung bei 40 °C

A.2.3.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Die Ofentrocknung bei 40 °C wird eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- wenn der Verlust der zu untersuchenden flüchtigen Verbindungen bei 40 °C nicht eintreten kann;
- wenn die nötige Zeit von kritischer Wichtigkeit ist und die Eigenschaften der Probe keine ausreichende Trocknung in einem geeigneten Zeitrahmen bei Raumtemperatur ermöglichen.

A.2.3.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Die Ofentrocknung bei 40 °C wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- die Eigenschaften der Probe ermöglichen keine ausreichende Trocknung in einem geeigneten Zeitrahmen bei dieser Temperatur und ein Trocknungsschritt bei höherer Temperatur kann sicher angewendet werden;
- Verluste der zu untersuchenden flüchtigen Verbindungen werden selbst bei dieser Temperatur vermutet.

ANMERKUNG Ein geeigneter Zeitrahmen kann eine Dauer von bis zu einer Woche sein.

A.2.3.3 Durchführung

Die Probe wird in einer dünnen Schicht auf den Ablagen ausgebreitet und eine ausreichende Trocknung im Ofen bei einer Temperatur von 40 °C erlaubt. Luftwechsel können den Trocknungsprozess beschleunigen. Ein Luftwechsel wird nicht durchgeführt, wenn dadurch der Verlust von staubartigen Partikeln eintreten kann.

Eine Ofentrocknung bei anderen Temperaturen darf eingesetzt werden, wenn diese zu den anzuwendenden analytischen Verfahren passt.

A.2.4 Ofentrocknung bei 105 °C

A.2.4.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Die Ofentrocknung bei 105 °C wird eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- Verlust von flüchtigen Analyten bei 105 °C ist unwahrscheinlich;
- flüchtige Verbindungen werden bei dieser Unterprobe nicht untersucht.

A.2.4.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Die Ofentrocknung bei 105 °C wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- Verluste der zu untersuchenden flüchtigen Verbindungen werden bei dieser Temperatur vermutet;
- eine Selbstentzündung kann erwartet werden.

ANMERKUNG 1 Ein geeigneter Zeitrahmen für die Trocknung kann eine Dauer von bis zu einem Tag sein.

ANMERKUNG 2 Der Verlust unzähliger organischer Verbindungen und sogar einiger anorganischer Bestandteile kann eintreten.

A.2.4.3 Durchführung

Die Probe wird in einer dünnen Schicht auf den Ablagen ausgebreitet und eine ausreichende Trocknung im Ofen bei einer Temperatur von 105 °C erlaubt. Luftwechsel können den Trocknungsprozess beschleunigen. Ein Luftwechsel wird nicht durchgeführt, wenn dadurch der Verlust von staubartigen Partikeln eintreten kann.

A.2.5 Gefriertrocknung

A.2.5.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Die Gefriertrocknung wird eingesetzt, wenn der Verlust flüchtiger Analyte bei anderen Verfahren wahrscheinlich ist.

A.2.5.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Eine Gefriertrocknung wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- ein anderes, einfacheres Trocknungsverfahren kann sicher eingesetzt werden;
- Vakuumbedingungen können zum Verlust der zu untersuchenden Analyte führen.

A.2.5.3 Durchführung

Betrieb in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers des Gefriertrockners.

A.2.6 Chemische Trocknung

A.2.6.1 Allgemeines

Die chemische Trocknung kann nur auf Unterproben zur Bestimmung von organischen Verbindungen angewendet werden. Während der chemischen Trocknung werden wasserlose anorganische Salze (z. B. Natriumsulfat und Magnesiumsilikat) der Probe hinzugegeben, um das Wasser in der Probe zu binden.

A.2.6.2 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Die chemische Trocknung wird eingesetzt, wenn der Verlust flüchtiger Analyte bei anderen Verfahren wahrscheinlich ist.

A.2.6.3 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Eine chemische Trocknung wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- ein anderes, einfacheres Trocknungsverfahren kann sicher eingesetzt werden;
- die Hinzugabe von Salzen kann zu Veränderungen der Analyte oder der zu untersuchenden Eigenschaften führen.

A.2.6.4 Durchführung

Die abgewogene Probe oder Unterprobe wird gründlich mit der abgewogenen Salzmischung vermischt, vorzugsweise in einer kühlen Umgebung und in einer geschlossenen Flasche. Eine ausreichende Trocknungszeit sollte sichergestellt werden (z. B. 12 h bis 16 h). Die Menge der hinzugegebenen Salze muss bei der Berechnung der Konzentrationen berücksichtigt werden. Ein Verfahren zur Trocknung von Proben, welche flüchtige organische Verbindungen enthalten, ist in ISO 14507:2003, 8.3, beschrieben.

A.3 Reduzierung der Partikelgröße

A.3.1 Allgemeine Angaben

Um eine homogene und repräsentative Prüfmenge zu erhalten, können ein oder mehrere Schritt(e) der Reduzierung der Partikelgröße notwendig sein. Die Auswahl des Verfahrens hängt stark von der Natur der Probe und der notwendigen Partikelgröße ab.

Üblicherweise handelt es sich bei der Reduzierung der Partikelgröße um eine mehrstufige Tätigkeit, die auf gleichkörniges Material angewendet wird und die die Anwendung einer Abfolge verschiedener Verfahren impliziert. In manchen Fällen könnte es notwendig sein, einen Schritt solange zu wiederholen, bis die Probe die erforderliche Partikelgröße erreicht hat. Die Reduzierung der Partikelgröße ist aufgrund der folgenden Aspekte ein kritischer Schritt bei der Vorbereitung von Proben:

- möglicher Verlust der flüchtigen Verbindungen aufgrund der Beheizung;
- Verlust von staubartigem Material;
- Kontaminierung durch die Einrichtungen selbst oder durch andere Proben.

Bei der Auswahl der geeigneten Einrichtungen und beim Sauberhalten der Einrichtungen muss mit großer Sorgfalt vorgegangen werden.

Fraktionen, welche nicht zerkleinert werden können, müssen getrennt (nach A.4.1), abgewogen und, falls notwendig, als separate Unterproben analysiert werden.

Monolithische, blatt- und plattenartige Bauprodukte können auch eine Größenreduzierung vor der Prüfung, wie in diesem Abschnitt beschrieben, erfordern, vor allem bei der Gehaltsanalyse.

Der Prüfbericht muss die für die Reduzierung der Partikelgröße eingesetzten Verfahren sowie die Betriebsbedingungen klar angeben.

A.3.2 Schneiden und Kernbohren von monolithischen, blatt- und plattenartigen Bauprodukten

A.3.2.1 Allgemeines

Eine Laboratoriumsprobe, die aus einem oder mehreren Probestück(en) besteht, muss manchmal einer Vorbehandlung unterzogen werden, um eine Prüfmenge für die Analyse zu erhalten. Dies muss zu einer Prüfmenge führen, die repräsentativ für das Bauprodukt ist. Eines der folgenden Verfahren wird für die Reduzierung der Größe eingesetzt:

- Schneiden;
- Gefriertrocknung;
- Kernbohren.

A.3.2.2 Schneiden

A.3.2.2.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Das Schneiden als Verfahren der Größenreduzierung wird eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- eine repräsentative Unterprobe kann nicht entnommen werden, weil die Laboratoriumsprobe zu groß ist;
- das Material der Probe ist nicht hart genug, um eine Zerkleinerung oder ein Fräsen zu ermöglichen, z. B. Kunststoff, Textilien.

A.3.2.2.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Das Schneiden wird nicht als Verfahren der Größenreduzierung eingesetzt, wenn Verluste von flüchtigen Verbindungen oder eine Kontaminierung der zu untersuchenden Verbindungen durch die Einrichtungen eintreten können/kann.

A.3.2.2.3 Durchführung

Die Probe wird in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers der Schneid- oder Bohreinrichtung auf die erwünschten Maße geschnitten, welche die Anforderungen des Analysestandards erfüllen. Um Verluste flüchtiger Analyte zu verhindern, muss darauf geachtet werden, eine übermäßige Erhitzung der Probe beim Schneiden zu verhindern. Es ist notwendig, die Einrichtung zwischen jedem Schneidvorgang abkühlen zu lassen. Um eine Auslaugung der Stoffe während des Schneidens zu verhindern, sollte ein trockener Schneidvorgang vorgezogen werden.

ANMERKUNG Wenn nur ein Nassschneiden möglich ist, dann sollte die Kontaktzeit mit der zu schneidenden Probe so kurz wie möglich sein.

A.3.2.3 Gefrierschneiden

A.3.2.3.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Das Gefrierschneiden als Verfahren der Größenreduzierung wird eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- mäßig flüchtige organische Verbindungen sind die zu untersuchenden Verbindungen und eine Reduzierung der Partikelgröße ist notwendig;
- die Probe weist eine plastische, pastöse oder faserige Konsistenz auf;
- repräsentative Unterproben können aufgrund der großen Partikelgröße nicht entnommen werden;
- die analytischen Anforderungen erfordern eine Partikelgröße in Millimeter-Größenordnung.

A.3.2.3.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Das Gefrierschneiden wird nicht als Verfahren der Größenreduzierung verwendet, wenn Verluste der zu untersuchenden Verbindungen oder eine Kontaminierung durch die Einrichtungen eintreten können/kann.

A.3.2.3.3 Durchführung

Falls notwendig, wird die Probe in ein Polyethylen-Gefäß eingeführt. Ein Dewargefäß wird mit einer ausreichenden Menge Flüssigstickstoff gefüllt und die Probe (im Polyethylen-Gefäß) in den Flüssigstickstoff eingetaucht. Das Gefäß wird stehengelassen, bis der Flüssigstickstoff nicht mehr intensiv siedet. Das Gefäß wird ungefähr 10 min zur Abkühlung belassen. Nach der Abkühlung wird die Probe aus dem Flüssigstickstoff entnommen und auf die erwünschte Partikelgröße, vorzugsweise mit einer gekühlten Schneidmühle, in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers zugeschnitten.

A.3.2.4 Kernbohren

A.3.2.4.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Das Kernbohren wird als Verfahren zur Reduzierung der Größe eingesetzt, wenn repräsentative monolithische Unterproben nicht genommen werden können, weil die Laboratoriumsprobe zu groß ist.

A.3.2.4.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Das Kernbohren wird als Verfahren zur Reduzierung der Größe nicht eingesetzt, wenn Verluste von flüchtigen Verbindungen oder eine Kontaminierung der zu untersuchenden Verbindungen durch die Einrichtung eintreten können/kann.

A.3.2.4.3 Durchführung

Es wird ein Kern der erwünschten Maße, welche die Anforderungen dieser Norm erfüllen, aus der monolithischen Probe in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers der Bohreinrichtung entnommen; um Verluste flüchtiger Analyte zu verhindern, muss darauf geachtet werden, eine übermäßige Erhitzung der Probe beim Schneiden zu verhindern; es ist notwendig, die Einrichtung zwischen jedem Schneidvorgang abkühlen zu lassen.

Falls ein Kernbohren im nassen Zustand die einzige Möglichkeit der Ausführung darstellt, dann sollte die Kontaktzeit mit der zu schneidenden Probe so kurz wie möglich sein.

A.3.3 Größenreduzierung bei gleichkörnigen Bauprodukten

A.3.3.1 Zerkleinerung und Schleifen

A.3.3.1.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Die Zerkleinerung oder das Schleifen als Verfahren der Größenreduzierung wird eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- repräsentative Unterproben können aufgrund der großen Partikelgröße nicht entnommen werden;
- die Partikelgröße der Probe ist größer als die zulässige Eingangspartikelgröße für die Einrichtungen zum Fräsen oder Schleifen;
- die analytischen Anforderungen erfordern eine Partikelgröße in Millimeter-Größenordnung.

A.3.3.1.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Die Zerkleinerung oder das Schleifen als Verfahren der Größenreduzierung wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- eine Anwendung ist aufgrund der Natur der Probe nicht möglich (z. B. weiches oder pastöses Material);
- eine Kontaminierung oder ein Verlust der zu untersuchenden flüchtigen Verbindungen kann aufgrund der Einrichtungen auftreten.

A.3.3.1.3 Durchführung

Große Stücke der Probe werden mit einem Hammer zerbrochen und/oder die Probe wird mit einer geeigneten Einrichtung (z. B. Zerkleinerungsmaschine, Backenbrecher) in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers auf die gewünschte Partikelgröße zerkleinert. Stücke, die nicht zerkleinert werden können, dürfen mit anderen manuellen oder mechanischen Einrichtungen zerschnitten und danach wieder zusammengefügt werden.

A.3.3.2 Gefrierzerkleinerung

A.3.3.2.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Die Gefrierzerkleinerung als Verfahren der Größenreduzierung wird eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- mäßig flüchtige organische Verbindungen sind die zu untersuchenden Verbindungen und eine Reduzierung der Partikelgröße ist notwendig;
- die Probe weist eine plastische oder pastöse Konsistenz auf;
- repräsentative Unterproben können aufgrund der großen Partikelgröße nicht entnommen werden;
- die Partikelgröße der Probe ist größer als die zulässige Eingangspartikelgröße für die Einrichtungen zum Fräsen oder Schleifen;
- die analytischen Anforderungen erfordern eine Partikelgröße in Millimeter-Größenordnung.

A.3.3.2.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Die Gefrierzerkleinerung wird nicht als Verfahren der Größenreduzierung eingesetzt, wenn Verluste von zu untersuchenden Verbindungen oder eine Kontaminierung der zu untersuchenden Verbindungen durch die Einrichtungen eintreten können/kann.

A.3.3.2.3 Durchführung

Die Probe wird mit Polyethylenfolie umwickelt. Ein Dewargefäß wird mit einer ausreichenden Menge Flüssigstickstoff gefüllt und die (umwickelte) Probe in den Flüssigstickstoff eingetaucht. Das Gefäß wird stehengelassen, bis der Flüssigstickstoff nicht mehr intensiv siedet. Das Gefäß wird ungefähr 10 min zur Abkühlung belassen. Nach der Abkühlung wird das Gefäß aus dem Flüssigstickstoff entnommen und große Stücke der Probe werden mit einem Hammer zerbrochen und/oder die Probe wird mit einer geeigneten Einrichtung (z. B. Zerkleinerungsmaschine, Backenbrecher) in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers auf die gewünschte Partikelgröße zerkleinert.

A.3.3.3 Fräsen

A.3.3.3.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Das Fräsen als Verfahren der Größenreduzierung wird eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- repräsentative Unterproben können aufgrund der großen Partikelgröße nicht entnommen werden;
- die angefragte Partikelgröße beträgt weniger als 1 mm.

A.3.3.3.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Das Fräsen als Verfahren der Größenreduzierung wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- die Anfangspartikelgröße ist zu grob: ein Schritt der Zerkleinerung ist in diesen Fällen notwendig;
- es können Verluste der flüchtigen Verbindungen oder eine Kontaminierung der zu untersuchenden Verbindungen durch die Einrichtungen eintreten;
- eine Anwendung ist aufgrund der Natur der Probe nicht möglich (z. B. weiches oder pastöses Material).

A.3.3.3.3 Durchführung

Die Probe wird in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers gefräst, bis diese die erwünschte Partikelgröße erreicht. Um Verluste flüchtiger Analyte zu verhindern, muss darauf geachtet werden, eine übermäßige Erhitzung der Probe beim Fräsen zu verhindern: eine Abfolge kurzer Fräsvorgänge bei niedriger Geschwindigkeit wird einer langen Behandlung und/oder Behandlung mit hoher Geschwindigkeit vorgezogen. Es ist notwendig, die Einrichtung zwischen jedem Fräsvorgang abkühlen zu lassen. Der Einsatz einer Fräse mit gefrorenem Fräskopf kann den Verlust flüchtiger Verbindungen auf ein Minimum reduzieren, falls derartige Bedingungen vermutet werden.

ANMERKUNG Wenn die Probe über eine plastische oder pastöse Konsistenz verfügt, kann ein Herunterkühlen auf Tieftemperaturen (z. B. –20 °C bis –30 °C) den Fräsvorgang vereinfachen.

A.4 Homogenisierung

A.4.1 Allgemeine Angaben

Vor jeder Tätigkeit, welche eine Unterprobenahme von gleichkörnigem Material impliziert, ist ein Homogenisierungsschritt erforderlich, um sicherzustellen, dass alle Unterproben oder Probefractionen dieselben Eigenschaften und dieselbe Zusammensetzung aufweisen. Das einzusetzende Homogenisierungsverfahren wird in Abhängigkeit der Eigenschaften der Probe gewählt.

In vielen Fällen kann vor der Homogenisierung eine Reduzierung der Partikelgröße notwendig sein (siehe A.2).

Wenn die Homogenisierung einer Probe zu schwierig oder sogar praktisch unmöglich ist (z. B. wenn die Probe Kunststoff- oder Metallstücke enthält), müssen diese Teile getrennt und als unterschiedliche Proben behandelt werden.

Bei monolithischen Bauprodukten ist keine Homogenisierung erforderlich.

A.4.2 Manuelle Homogenisierung

A.4.2.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Eine manuelle Homogenisierung ist allgemein anwendbar. Eine manuelle Homogenisierung wird auch in Fällen eingesetzt, in denen eine mechanische Homogenisierung zum Verlust der zu untersuchenden flüchtigen Verbindungen führen könnte.

A.4.2.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Eine manuelle Homogenisierung wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- Proben, die aufgrund des Vorhandenseins von Partikeln unterschiedlicher Dichte zur Schichtenbildung neigen;
- Proben mit Partikeln, die so groß sind, dass eine Homogenisierung durch manuelle Mischung nicht erreicht werden kann.

A.4.2.3 Durchführung

Die Probe wird mit geeigneten Werkzeugen (z. B. Schaufel, Kelle, Stößel und Mörser) durchgemischt. Wenn ein Risiko des Verlusts flüchtiger Stoffe besteht, muss die manuelle Homogenisierung mit großer Vorsicht erfolgen.

A.4.3 Mechanische Homogenisierung

A.4.3.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Eine mechanische Homogenisierung ist allgemein anwendbar, insbesondere in Fällen, in denen eine manuelle Homogenisierung ungeeignet ist. Eine mechanische Homogenisierung wird eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- großer Probenumfang;
- Feststoffproben mit Partikeln ungefähr gleicher Dichte (z. B. bei Material, das nach dem Schütteln keine „Schichten“ bildet).

A.4.3.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Eine mechanische Homogenisierung wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- Proben, die aufgrund des Vorhandenseins von Partikeln unterschiedlicher Dichte zur Schichtenbildung neigen. In diesem Falle wird, falls eine Homogenisierung nicht möglich ist, jede Schicht getrennt und als eigene Probe behandelt;
- die Einrichtung könnte die Probe aufheizen und der Verlust flüchtiger Analyte kann während dieses Prozesses eintreten. In diesem Falle muss eine manuelle Homogenisierung vorgenommen werden.

A.4.3.3 Durchführung

Betrieb in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers.

ANMERKUNG Bei kleinen Probenumfängen kann es auch möglich sein, eine Kugelmühle ohne Kugeln zur Homogenisierung einzusetzen.

A.4.4 Homogenisierung bei flüchtigen Verbindungen

Wenn zu untersuchende flüchtige Verbindungen in der Probe erwartet werden, dann muss eine Homogenisierung sehr vorsichtig und sehr schnell erfolgen, um Verluste zu vermeiden. Wenn Verluste während des Homogenisierungsprozesses nicht vermieden werden können, dann können die Entnahme mehrerer nicht homogenisierter Unterproben zur Analyse der flüchtigen Verbindungen und eine Berechnung des statistischen Mittels zur Schätzung des Gesamtgehalts eine Lösung sein. Dieser Schritt darf nicht zu maßgeblichen Veränderungen der Zusammensetzung und der Repräsentativität der verbleibenden Probe führen. Ein mögliches Verfahren zur Homogenisierung von Proben, welche flüchtige organische Verbindungen enthalten, ist in ISO 14507:2003, 8.2, beschrieben.

Das Vorhandensein flüchtiger Verbindungen sollte im Probenahmeplan berücksichtigt werden.

A.5 Unterprobenahme

A.5.1 Allgemeine Angaben

Die Laboratoriumsprobe muss üblicherweise für die Analysen in mehrere Prüfmengen aufgeteilt werden. Die meisten analytischen Verfahren erlauben lediglich eine Analyse geringer Prüfmengen. Laboratoriumsproben können im Gegensatz dazu oftmals sehr groß sein. Daher muss für die Analysen ein kleiner repräsentativer Anteil dieser Proben genommen werden.

Die Unterprobenahme muss auf eine Art und Weise erfolgen, die ermöglicht, dass die erhaltenen Unterproben so repräsentativ wie möglich sind, wobei die folgenden Punkte berücksichtigt werden:

- die zu analysierende Prüfmenge;
- die Menge der Laboratoriumsprobe;
- die Partikelgröße und Homogenität.

Wenn die Probe nicht homogen genug oder die Partikelgröße zu grob ist, dann kann kein repräsentativer Anteil entnommen werden. In diesem Falle muss/müssen ein oder mehrere Schritt(e) zur Reduzierung der Partikelgröße (A.3) gefolgt von den Schritten zur Homogenisierung (A.4) durchgeführt werden.

Bei monolithischen, blatt- und plattenartigen Bauprodukten darf eine Unterprobe der Laboratoriumsprobe als Prüfmenge verwendet werden oder eine Prüfmenge darf durch Schneiden oder Kernbohren aus einem größeren Prüfstück einer Laboratoriumsprobe vorbereitet werden.

Zur Bestimmung der Mindestmenge der Probe in Bezug auf die Partikelgröße von gleichkörnigen Bauprodukten und der Heterogenität der Probe können die Informationen aus Anhang B berücksichtigt werden.

Aufgrund praktischer Einschränkungen kann es sein, dass in manchen Fällen keine repräsentativen Unterproben gewonnen werden können. In diesen Fällen sollte das Verfahren wiederholt werden.

Der Prüfbericht muss klar darlegen:

- die Art der Bestimmung der Mindestmenge an Unterproben;
- die für die Unterprobenahme eingesetzten Verfahren;
- das Gewicht der analysierten Fraktion.

A.5.2 Manuelle Aufteilung der Feststoffproben durch Vierteln und Kegeln

A.5.2.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Das Vierteln oder Kegeln zur Teilung von Feststoffproben wird eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- gleichkörnige Bauprodukte;
- große Mengen an Laboratoriumsproben;
- die Probe ist trocken genug und Klumpen können einzeln aufgeteilt werden.

A.5.2.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Das Vierteln oder Kegeln zur Teilung von Feststoffproben wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- die Probe enthält Klumpen, die nicht aufgeteilt werden können;
- Verluste flüchtiger Verbindungen können bei Raumtemperatur eintreten;
- bei Schlämmen und Flüssigkeiten.

A.5.2.3 Durchführung

Es werden die folgenden Schritte durchgeführt:

1. Die Probe wird auf einer ebenen Oberfläche ausgebreitet, die mit einem reaktionsträgen Blech in kreisrunder Form ausgelegt ist.
2. Die Probe wird mit einer Schaufel oder einer Kelle durchgemischt und ein Kegel hergestellt.
3. Die Probe wird in vier Stücke derselben Form und Größe aufgeteilt, wie in Bild A.1 gezeigt, beispielsweise mit einem Blechkreuz.
4. Zwei gegenüberliegende Stücke werden verworfen und der verbleibende Teil der Probe wird gut durchmischt.

Diese Abfolge muss wiederholt werden, bis die angefragte Menge der Unterprobe erreicht wird (siehe Anhang B).

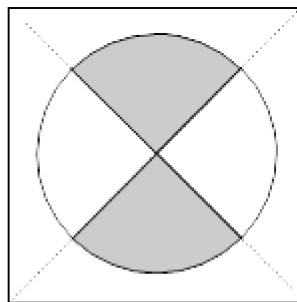


Bild A.1 — Probe mit vier abgeschnittenen Stücken

A.5.3 Mechanische Aufteilung von Feststoffproben

A.5.3.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Eine mechanische Aufteilung von Feststoffproben wird eingesetzt, wenn alle der folgenden Kriterien anwendbar sind:

- gleichkörnige Bauprodukte;
- die Probe ist trocken genug und es befinden sich keine Klumpen in der Probe;
- die Partikelgröße ist klein genug für die eingesetzte Einrichtung.

A.5.3.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Eine mechanische Aufteilung von Feststoffproben wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- die Probe enthält Klumpen, die nicht aufgeteilt werden können;
- Verluste flüchtiger Verbindungen können eintreten;
- monolithische/blattartige/plattenartige Bauprodukte.

A.5.3.3 Durchführung

Die Probe wird mittels eines Probenteilers in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers aufgeteilt.

ANMERKUNG 1 Mechanische Probenteiler können ähnliche oder bessere Ergebnisse als bei der manuellen Aufteilung erzielen.

ANMERKUNG 2 Beispiele für Probenteiler sind Riffel-Teiler oder Tyler-Teiler.

A.5.4 Unterprobenahme zur Bestimmung von flüchtigen Verbindungen

A.5.4.1 Allgemeines

Wenn flüchtige Verbindungen in der Probe erwartet werden, dann sollte eine Unterprobenahme zur Bestimmung dieser flüchtigen Verbindungen vorzugsweise den ersten Schritt vor jeglicher anderer Behandlung der Probe bilden.

A.5.4.2 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Eine Unterprobenahme zur Bestimmung der flüchtigen Verbindungen wird eingesetzt, wenn alle der folgenden Kriterien anwendbar sind:

- gleichkörnige Bauprodukte;
- Verluste flüchtiger Verbindungen können durch andere Verfahren eintreten;
- es ist keine separate Probe für flüchtige Verbindungen verfügbar.

A.5.4.3 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Eine Unterprobenahme zur Bestimmung der flüchtigen Verbindungen wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- ein anderes, einfacheres Verfahren kann sicher eingesetzt werden;
- das Verfahren ist aufgrund der Natur der Probe nicht anwendbar.

A.5.4.4 Durchführung

Eine oder mehrere Kernprobe(n) wird/werden mittels eines Kernschneiders nach ISO 14507:2003, 8.2, entnommen, falls anwendbar.

A.5.5 Unterprobenahme für mäßig flüchtige organische Verbindungen

A.5.5.1 Wann dieses Verfahren zum Einsatz kommt

Eine Unterprobenahme für mäßig flüchtige organische Verbindungen wird eingesetzt, wenn Verluste der mäßig flüchtigen organischen Verbindungen bei anderen Verfahren eintreten können.

A.5.5.2 Wann dieses Verfahren nicht zum Einsatz kommt

Eine Unterprobenahme für mäßig flüchtige organische Verbindungen wird nicht eingesetzt, wenn eine oder mehrere der folgenden Bedingungen anwendbar ist/sind:

- ein anderes, einfacheres Verfahren kann sicher eingesetzt werden;
- das Verfahren ist aufgrund der Natur der Probe nicht anwendbar.

A.5.5.3 Durchführung

Nach Durchführung der Verfahren zur Vorbehandlung nach ISO 14507:2003, 8.3 oder 8.4, (chemische Trocknung und Schleifen nach Abkühlung mit Flüssigstickstoff) werden vorsichtig Unterproben genommen.

A.6 Lagerung

Proben von gleichkörnigen und monolithischen Bauprodukten, die auf hydraulischen Bindemitteln basieren, werden in versiegelten Behältern trocken gelagert. Dies dient der Vermeidung der Karbonatisierung und Oxidation. Karbonatisierung und Oxidation können das Freisetzungsverhalten von Stoffen der Bauprodukte während der Auslaugung ändern.

Anhang B (informativ)

Zusammenhang zwischen der Mindestmenge von Proben bzw. Unterproben und der Partikelgröße

B.1 Gleichung für die Schätzung der Mindestmenge von Proben bzw. Unterproben

B.1.1 Allgemeines

Die Mindestmenge einer Probe bzw. Unterprobe kann durch die folgende Gleichung geschätzt werden (CEN/TR 15310-1):

$$M_{\text{sam}} = \frac{1}{6} \pi \times (D_{95})^3 \times \rho \times g \times \frac{(1-p)}{CV^2 \times P} \quad (\text{B.1})$$

dabei ist (siehe [55])

- M_{sam} die Masse der Probe in g;
- D_{95} die „maximale“ Partikelgröße (definiert als das 95. Perzentil), in cm;
- ρ die durchschnittliche Dichte der Partikel im Material, in g/cm³;

ANMERKUNG 1 Dieser Parameter steht nicht für die Schüttdichte der Probe, sondern die durchschnittliche Dichte aller Partikel. Bei Sand- oder Bodenpartikeln liegt die Dichte bei 2,6 g/cm³.

- g der Korrekturfaktor für die Partikelgrößenverteilung des Materials;

ANMERKUNG 2 Dieser Wert hängt vom Verhältnis zwischen D₀₅/D₉₅ ab und dient als Anzeichen für die Partikelgrößenverteilung. Ein Wert von g , der nah an 1 liegt, steht für eine enge Partikelgrößenverteilung (die meisten Partikel weisen dieselbe Größe auf), ein kleiner Wert von g ($< 0,01$) steht für eine breite Partikelgrößenverteilung. Bei Material wie natürlichen Böden ist 0,25 ein typischer Wert für g . Dieser Wert kann als Standardwert eingesetzt werden, wenn die Größenverteilung eines Materials nicht bekannt ist.

- P die Fraktion der Partikel mit der zu untersuchenden Eigenschaft, in m/m;
- CV der erwünschte Koeffizient der Variationen, die durch den grundlegenden Fehler verursacht werden.

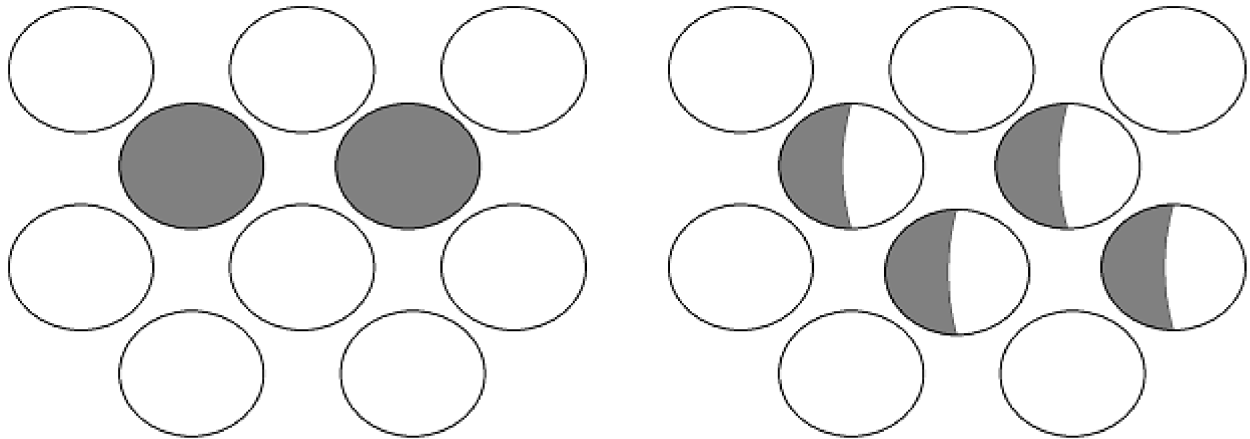
ANMERKUNG 3 Ein typischer Wert für CV ist 0,1. In Abhängigkeit der Natur des Bauproduktes und des Ziels der Analyse kann dieser Wert zwischen 0,1 und 0,3 abweichen.

B.1.2 Beispiel: Bestimmung der Fraktion der Partikel mit der zu untersuchenden Eigenschaft

Wenn jeder einzelne Partikel der Probe dieselbe Menge des zu untersuchenden Parameters trägt, $P = 1$. Bei Parametern, die in großem Maße in der Probe vorhanden sind (z. B. als Trockenmasse oder Glühverlust), kann ein Wert von $P = 0,1$ verwendet werden. Bei Parametern, die in geringem Maße in der Probe vorhanden sind (z. B. als Spurenmetalle), kann ein Wert von $P = 0,001$ verwendet werden. Dies wird in den Bildern B.1 a) und B.1 b) veranschaulicht.

Die Probe im Bild B.1 a) besteht aus zehn Partikeln, wobei zwei dieser Partikel das zu untersuchende Analyt enthalten; $P = 0,2$.

Die Probe im Bild B.1 b) besteht aus Partikeln und vier von diesen enthalten das zu untersuchende Analyt (die Gesamtmenge der Analyten entspricht dem Beispiel 1), $P = 0,4$.



a) Probe, bestehend aus zehn Partikeln, wobei zwei von diesen das zu untersuchende Analyt enthalten

b) Probe, bestehend aus Partikeln, wobei vier von diesen das zu untersuchende Analyt enthalten

Bild B.1 — Beispiele von Fraktionen mit der zu untersuchenden Eigenschaft p

B.1.3 Beispiel: Schätzung der Mindestmenge der Probe

In diesem Beispiel wird die Mindestmenge der Probe, M_{sam} in g, mit den folgenden Annahmen geschätzt:

- $CV = 0,1$
- $g = 0,25$
- $\rho = 2,6 \text{ g/cm}^3$.

Tabelle B.1 zeigt die Mindestmengen der Probe bei schwankender Heterogenität

Tabelle B.1 — Mindestmenge der Probe, M_{sam} in g, in Relation zur Homogenität

	$D_{95} = 4$ [cm]	$D_{95} = 1$ [cm]	$D_{95} = 0,4$ [cm]	$D_{95} = 0,2$ [cm]	$D_{95} = 0,1$ [cm]	$D_{95} = 0,02$ [cm]
sehr heterogen, $P = 0,001$	2 180 000	34 000	2 180	272	34	0,27
heterogen $P = 0,02$	107 000	1 670	110	13	1,7	0,01
eher heterogen $P = 0,1$	19 600	306	20	2,5	0,3	0,002

Die Rate der Heterogenität hängt vom zu untersuchenden Parameter ab und kann bei einer Probe schwanken (z. B. bei Hauptbestandteilen $P \sim 0,1$ und bei Spurenbestandteilen $P \sim 0,001$).