

Probenahme und Aufbereitung von Abfallproben aus der MBA

Matthias Kühle-Weidemeier, Frank Hohmann

Wasteconsult international, Langenhagen

Sampling and Conditioning of MBT Waste Samples

Abstract

Waste sampling and analysis for MBT process control – at least with regard to the German landfill directive – has to be conducted in regular intervals. For a meaningful determination of the parameter the sampling has to be conducted in a way that is as representative as possible. But this is problematic due to the highly heterogeneous character of waste and residual waste in particular. The present article contains information as well as state of the art guidelines and recommendations concerning a representative sampling and conditioning of waste samples. The sampling of residual waste and MBT treated waste is on focus. Also problems are characterised, which occur in the waste sampling and further processing. On basis of current knowledge a practical approach for an appropriate guideline for sampling and conditioning is presented.

Zusammenfassung

Um die Prozessführung in mechanisch biologischen Abfallbehandlungsanlagen zu überwachen und die von den zuständigen Behörden geforderten Untersuchungs- und Nachweispflichten zu erfüllen, müssen in bestimmten Zeitabständen Abfallproben genommen und mindestens hinsichtlich der in der Abfallablagerversordnung (AbfAbIV) festgelegten Parameter untersucht werden. Als Voraussetzung einer aussagefähigen Bestimmung der Parameter ist eine möglichst repräsentative Probenahme durchzuführen. Durch die Heterogenität von Abfall, insbesondere von Restabfall, ist dies mit besonderen Problemen verbunden. Der folgende Artikel beschreibt Grundlagen sowie aktuelle Grundregeln und Empfehlungen zur repräsentativen Beprobung und Aufbereitung von Abfallproben. Auf Grundlage der PN 98, eines ASA e.V. (Arbeitsgemeinschaft Stoffspezifische Abfallbehandlung e.V.) Probenahmekonzeptes, sowie Empfehlungen der AG Qualitätssicherung werden praxisorientierte Empfehlungen für die Entnahme und Aufbereitung von Abfallproben gegeben.

Keywords

Abfallprobe, Probenahme, Probenaufbereitung, Analytik, Abfallbehandlung, AbfAbIV, LAGA PN 98, ASA Probenahmekonzept, MBA, Arbeitsgruppe Qualitätssicherung

waste sample, sampling, sample conditioning, analytics, waste treatment, AbfAbIV, LAGA PN 98, ASA sampling concept, MBT, working group quality assessment

1 Grundsätzliches zur Probenahme von Restabfällen

1.1 Eigenschaften von Restabfällen und deren Einfluß auf die Probenahme

Nach ZWIESELE (2005) zählt die Probenahme gemischter Abfälle „zu den schwierigsten Aufgabenfeldern in der Probenahme fester Stoffsysteme“. Durch die stark schwankende und sehr mannigfaltige Zusammensetzung und extreme Korngrößenverteilung von Abfallbestandteilen sind vor allem Restabfälle als überaus heterogen zu beurteilen. Frühere Probenahmemethoden, wie beispielsweise die PN 2/78 K der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall, entstammten meist den Fachgebieten der Kohle oder Mineralstoffforschung. Diese Methoden bzw. Grundregeln der Probenahme wurden zwar homogenen Schüttgütern gerecht, für heterogene Abfälle waren sie aber weniger geeignet. Aus diesem Grund wurde 2001 die PN 2/78 K durch die LAGA PN 98 ersetzt.

Die Probenahme ist elementarer Bestandteil einer Abfalluntersuchung und hat einen enormen Einfluss auf die Repräsentativität der Ergebnisse. Verursachte Fehler bei den Probenahmen verfälschen immer, auch bei präzisester Analytik, die Ergebnisse.

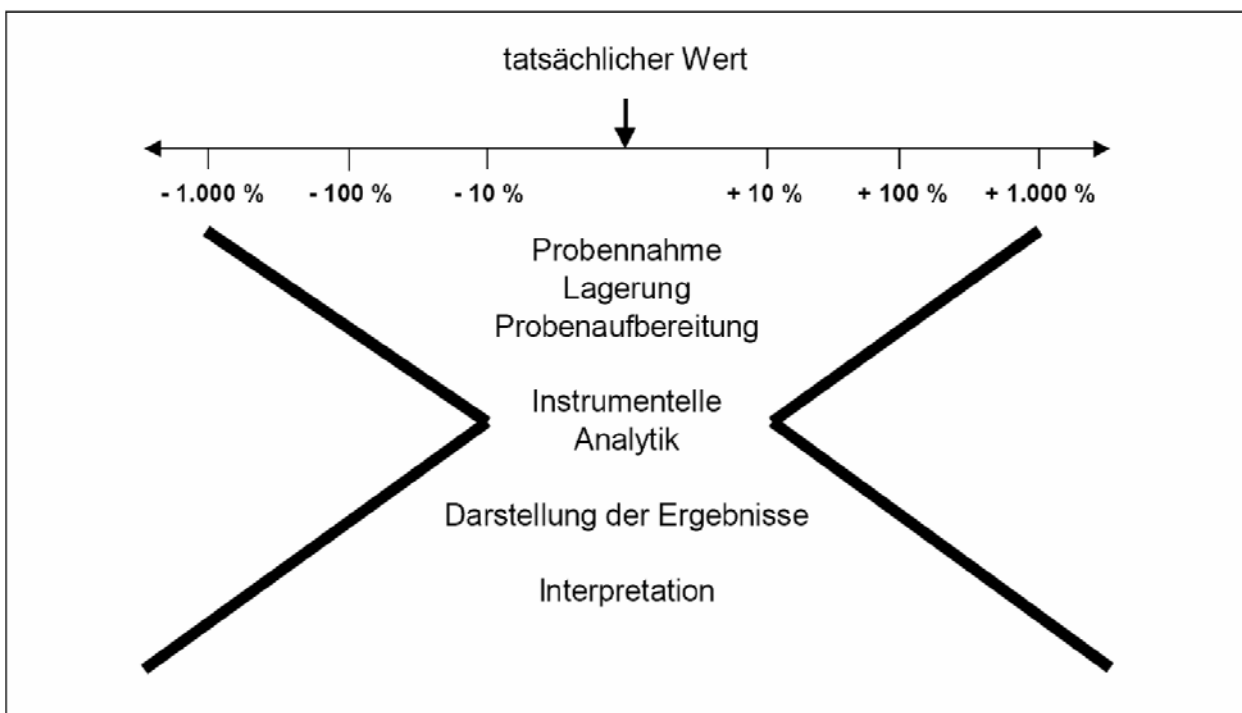


Abbildung 1-1 Einflüsse auf das Ergebnis einer Untersuchung (WICHERT, 1999)

Die Abbildung 1 zeigt sehr anschaulich, inwieweit die Probenahme die Genauigkeit bzw. Richtigkeit der Ergebnisse beeinflussen kann¹. Nur durch Anwendung geeigneter

¹ Bei den relativ neuen biologischen Parametern AT_4 und GB_{21} ist die Schwankungsgröße der instrumentellen Analytik derzeit noch deutlich größer als in der Grafik dargestellt.

Probenahmemethoden, einer statistisch korrekten Probenahmeplanung sowie einer sachgemäßen Durchführung vor Ort können repräsentative und vertrauenswürdige Ergebnisse ermittelt werden. Der durch die Probenahme verursachte zufällige Fehler (Stichprobenfehler) muss durch die statistische Probenahmeplanung minimiert werden. Die Vermeidung systematischer Fehler dagegen obliegt der sachgemäßen Durchführung der Probenahme durch fachkundiges Personal. (ZWISELE, 2001)

Gemessen an den Möglichkeiten der stofflichen Analyse und der Datenauswertung stellt die eigentliche Probenahme nach wie vor eine erhebliche Schwachstelle in der Bewertung der Stoffkenntnis dar (RASEMANN, 1993). Eine nach den gegebenen Möglichkeiten repräsentative Probenahme ist damit erster wichtiger Schritt zu einem belastbaren Ergebnis.

1.2 Allgemeine Anforderungen an die Probenahme

Bei der Probenahme ist eine Ausgangsmenge (Grundgesamtheit) so zu reduzieren, dass aus der gewonnenen Teilmenge (Stichprobe) zuverlässige Aussagen über die Ausgangsmenge gewonnen werden können. Die Probenahme enthält alle Auswahl- und Aufbereitungsschritte von der Entnahme bis zur Übergabe einer Probenmenge für die Analyse.

Nach RASEMANN (1993) gilt eine Probenahme als repräsentativ, wenn die realen stofflichen Verhältnisse richtig, reproduzierbar und zuverlässig beurteilt werden.

- **Richtig:** Die Einschätzung wird mit vorgeschriebener Genauigkeit gegeben und es werden keine systematischen Fehler begangen.
- **Reproduzierbar:** Die Aussage garantiert unter vergleichbaren Bedingungen äquivalente Ergebnisse
- **Zuverlässig:** Die Zielstellung wird unter einem vertretbaren Risiko (z.B. ökonomischer Aufwand, Wahrscheinlichkeit der vorgeschriebenen Genauigkeit der Aussage, Konsequenz einer Fehlentscheidung) erreicht.

Deshalb haben Probenahmen nach einer festgelegten Methodik bzw. Richtlinie zu erfolgen. Im Folgenden soll auf bestimmte Probleme eingegangen werden, welche trotz Festlegungen in einer Vorschrift von Interesse sein können.

1.3 Besondere Probleme und Lösungsansätze bei der Probenahme und Probenaufbereitung von behandelten und unbehandelten Restabfällen

1.3.1 Unterscheidung zwischen Homogenität / Heterogenität

Feste Abfälle weisen hinsichtlich Stoffzusammensetzung, Teilchengröße, Dichte, Teilchenform, Teilchenoberfläche usw. ein sehr großes Spektrum auf. Die Bestandteile können beispielsweise einzeln, verknäuelte, formschlüssig, verklumpt usw. vorliegen. Aufgrund ihrer Beschaffenheit oder auch ihrer Heterogenität werden Abfälle in heterogene und homogene Abfälle unterschieden. Der Übergang hierzu erscheint fließend. Der Heterogenitätsgrad ist maßgebend für die Entscheidung einer geeigneten Probenahmemethode.

Grob unterschieden wird die Heterogenität von Abfallarten hinsichtlich der Teilchengröße. Umso höher die Teilchengröße des Abfalls, desto höher ist die Heterogenität. Nach der Definition im Anhang 4 der AbfAbIV bzw. Anhang B der TA Abfall werden alle flüssigen und pumpfähigen Abfälle, sowie Abfälle, deren Homogenität durch Sichtkontrolle prüfbar ist, wie beispielsweise Staub, Filterstäube aus Verbrennungsanlagen und Reaktionsprodukte aus Rauchgasreinigungsanlagen, als homogen betrachtet. Alle anderen Abfälle gelten als heterogen.

Als Alternative zur gemischten Beprobung von heterogenen Siedlungsabfällen können Sortieranalysen durchgeführt werden. Hierbei werden über eine Sortieranalyse Stoffgruppeneinteilungen (Chargen) vorgenommen und anschließend separat beprobt. Detaillierte Auskunft über eine solche Verfahrensweise gibt z. B. die „Richtlinie zur einheitlichen Abfallanalytik in Sachsen“ (LfUG, 1998).

1.3.2 Zugriffsmöglichkeit bei der Probenahme von Restabfällen

1.3.2.1 Ort der Probenahme

Die Probenahme von festen Abfällen und abgelagerten Materialien erfolgt in der Regel über folgende Zugriffsmöglichkeiten:

- Direkte Anfallstelle (z.B. Produktionsanlage) bzw. aus Sammelbehältnissen (Abfallbehälter, Sammelfahrzeuge,...)
- Manuelle oder automatisierte Probenahmeeinrichtung (Stand der Technik) vom Band (aus bewegten Abfallströmen in entsprechenden Anlagen)
- Manuell aus einem ruhenden Haufwerk (z.B. Kompostmiete) / oder aus Ablagerungen (z.B. Deponien), bei Kontaminationsverdacht auch als „Hot spot“ Beprobung

In dem hier betrachteten Rahmen soll nur auf die Beprobung aus bewegten Abfallströmen und ruhenden Haufwerken in Anlagen eingegangen werden. Aufgrund von Entmischungseffekten kann die Abtrennung von Teilchargen notwendig werden. Diese treten sowohl in ruhenden Abfallhaufwerken, besonders aber beim Transport von festen Abfällen in Fahrzeugen und Behältnissen auf. Durch geeignete Maßnahmen (z. B. Ablagerung auf und Abdeckung mit Folien) ist das Prüfgut gegen Abschwemmungen, Auswaschungen und Verwehungen zu sichern.

1.3.2.2 Probenahme aus bewegten Abfallströmen

Probenahmen aus dem bewegten/frei fallenden Abfallstrom in Anlagen sind zu bevorzugen. Vorteilhaft ist hierbei die Homogenisierung der Stoffströme durch rein mechanische Prozesse (z.B. durch Zerkleinern, Mischen,...), die gute Zugriffsmöglichkeit auf die Grundgesamtheit durch die Entnahme von Proben vom Band und der Verringerung des Aufwandes gegenüber der Probenahme aus Behältern. Die Probenahme erfolgt vorzugsweise an Bandübergabestellen. Eine mögliche Flugbahntmischung ist zu berücksichtigen. Das Zeitintervall der Einzelprobenahme wird je nach Anlage und Menge des Anlagenausstrags reguliert. Die Einzelproben werden nach Abschluss der Probenahme zu einer Mischprobe vereinigt.

Anforderungen an die Probenahme vom Band nach ZWISLE (2005) und PN 98:

- Schnitt des gesamten Materialstroms bei der Probenahme
- Entnahme der Proben nach einem angemessenen Vorlauf
- Entnahme der Einzelproben nach jeweils gleichen Zeiträumen
- Berücksichtigung des gesamten Querschnitts des Bandes bei Probeentnahme

1.3.2.3 Manuelle Probenahme aus Haufwerken

In Haufwerken werden mit Großgeräten wie Bagger oder Radlader Schürfschlitze vorbereitet und dort eine hinreichende Anzahl an Einzelproben entnommen. Bei den Probenahmen von Haufwerken sei besonders auf die Entmischung durch Schüttvorgänge hingewiesen. So ist eine selektive Trennung nach der Korngröße, Kornform, Dichte und dem Wassergehalt von Bedeutung.

Besonders gut bewährt hat sich bei den Autoren alternativ folgende Vorgehensweise: Das Material aus den Schürfschlitzen oder ggf. das ganze Haufwerk wird zu einer 25 cm mächtigen Schicht auseinander gezogen. Aus dieser Schicht können nun mit der Schaufel Einzelproben entnommen werden, die die volle Schichtstärke umfassen.

1.3.3 Aufbereitungsschritte als mögliche Fehlerquellen

1.3.3.1 Zerkleinerung von Abfallproben

Die Zerkleinerung, als wichtiger Aufbereitungsschritt, dient einem verbesserten Aufschluss, auch zufällig formschlüssiger Abfallbestandteile (wie beispielsweise beim Verhaken unterschiedlicher Verpackungen) und einer Homogenisierung der Proben. Durch die Vorzerkleinerung der Abfallprobe soll auch deren Masseverteilung der ursprünglichen Verteilung im Haufwerk entsprechen. Begrenzend ist hierbei das unterschiedliche Zerkleinerungsverhalten von Materialien in Abfallgemischen.

Insbesondere bei der Feinstzerkleinerung ist aufgrund selektiver Zerkleinerungseffekte auf Entmischungerscheinungen zu achten.

1.3.3.2 Manuelles Sichten bzw. Klassieren von Störstoffen

Durch manuelles Sichten oder Klassieren können grobe Störstoffe wie Metalle ausgeschleust werden, um die Zerkleinerungsaggregate zu schützen. Diese müssen jedoch bei der Auswertung der Analyseergebnisse berücksichtigt werden.

1.3.3.3 Kennzeichnung, Verpackung und Lagerung der Proben

Die Probe ist nach erfolgter Aufbereitung eindeutig zu kennzeichnen um Irrtümer zu vermeiden. Im Probenahmeprotokoll sind vom Probenehmer zudem wichtige Daten und Informationen festzuhalten. Die Verpackung sollte weitgehend vor äußeren Einflüssen geschützt und der Transport schnellstmöglich zum Analyselabor bewerkstelligt werden. Die Proben sind innerhalb von Stunden (ohne Einfrieren) zu analysieren um mögliche Veränderungen der Proben (Verflüchtigung, biologischer Abbau, etc.) gering zu halten. Bei Transport und Lagerung ist ein Temperaturbereich zwischen + 4° und + 2 °C anzustreben.

1.4 Arbeitsschutz

Bei Begehung der Abfallbehandlungsanlage sowie bei Probenahme und Aufbereitung sind die Bestimmungen des Arbeitsschutzes und sonstiger Sicherheitsbestimmungen unbedingt zu berücksichtigen. Insbesondere bei den Probenahmen aus Schüttgütern (bei Schürfschlitzern), an Bändern und den Aufbereitungsschritten, beispielsweise der Bedienung und Beschickung der Zerkleinerungsaggregate, muss sorgfältig vorgegangen werden.

2 PN 98 der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA)

2.1 Grundsätzliches zur PN 98

Die Probenahme mechanisch biologisch behandelter Abfälle erfolgt nach AbfAbIV gem. der „LAGA PN 98 – Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen, chemischen und biologischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Verwertung / Beseitigung von Abfällen“. Die PN 98 stellt Grundregeln für die Entnahme von Proben aus festen und stichfesten Abfällen sowie abgelagerten Materialien auf, die der Charakterisierung von Grundmengen dienen. Die Richtlinie enthält Vorgaben zu Probenahmeverfahren und -strategien sowie Anhaltspunkte zur Anzahl und Größe der zu entnehmenden Einzel-, Misch- und Sammelp Proben in Abhängigkeit von Grundmenge, Konsistenz, Teilchen- und Stückgrößenverteilung. Bei den in der PN 98 enthaltenen Vorgaben handelt es sich um grundlegende Anforderungen, die je nach Zielsetzung (z. B. Forschungsvorhaben mit erhöhten Anforderungen an Zuverlässigkeit/Vertrauenswürdigkeit) aber auch höher liegen können.

2.2 Probenahmestrategie

Die Strategie der Probenahme ist von der ausgehenden Fragestellung und Zielsetzung abhängig. Es können zwei Probenahmestrategien voneinander abgegrenzt werden:

- „Hot spot“-Beprobung (unter hot spots sind Kontaminationsschwerpunkte oder anderweitige negative Beeinflussungen zu verstehen)
- Allgemeine Abfallbeprobung (Charakterisierung von Grundgesamtheiten)

Die „hot spot“ Beprobung dient im Sonderfall insbesondere der Gewinnung von Risiko- prognosen sowie zur Beweissicherung bei ungenehmigt abgelagerten oder sonstigen unbekanntem Abfällen.

2.3 Probenahmeplan

Im Vorfeld der Probenahme oder einer Probenahmereihe erfolgen Festlegungen zur Strategie. Dabei stehen folgende Untersuchungspunkte im Vordergrund:

- Ziel und Anlass der Untersuchung (z. B. Deklarations-, Identifikationsanalyse, wertgebende Eigenschaften)
- Herkunft des Abfalls
- erwartetes Schadstoff-/Stoffspektrum
- zu bestimmende Parameter

- örtliche und zeitliche Schwankungen in der Verteilung des Stoffbestandes (falls durch Voruntersuchung bekannt)
- erforderliche Arbeitsschutzmaßnahmen (z. B. gem. E DIN ISO 10 381-3)

Eine korrekte Umsetzung „Vor-Ort“ setzt einen konkreten Plan voraus, der u. a. folgende Gesichtspunkte nach Art, Umfang und Durchführung der Probenahme berücksichtigt:

- Örtliche Gegebenheiten (Zugriffsmöglichkeit der Probe, Anlieferung, Abfallströme, etc.)
- Beurteilung der Homogenität / Heterogenität (Ansprache der Grundmenge)
- Größe und Art der Grundmenge (Volumen- und Massenbestimmung)
- Korn- / Komponenten- / Stückgröße, Stückigkeit (Form)
- Festlegung der zu beurteilenden Grundmenge (ggf. Abtrennung von Teilchargen)
- Probenahmeverfahren / Methoden der Probenahme (systematische, geschichtete, zufällige)
- Ergänzung / Bestätigung der Parameterauswahl
- Verpackung und Versand der Proben²
- Festlegung der Anzahl und Verteilung der Einzelproben über die zu beurteilende Gesamtmenge.
- Proportionale Beprobung zu den vorliegenden Korngrößen-/ Komponentenverteilungen und Stückgrößenbereichen

Bei den Probenahmen nach PN 98 müssen folgende Arbeitsschritte/ Voruntersuchungen, in Abhängigkeit von Grundmenge, Konsistenz, Teilchen- und Stückgrößenverteilung ausgeführt werden:

- Überprüfung der Homogenität / Heterogenität / Inhomogenität
- Volumen- / Massenbestimmung
- Ermittlung der Größtkomponente
- Festlegung der Mindestanzahl und Größe an Einzel-, Misch- und Sammelproben

² Ergänzend zur PN 98 sollte unbedingt in der Vorbereitung eine Systematik der Probenbenennung festgelegt werden.

- Festlegung des Mindestvolumen der Einzelproben
- Verjüngung / Probenteilung der Laborprobe

In der PN 98 wird darauf hingewiesen, dass die Probenahmen durch geschultes, zuverlässiges Fachpersonal, welches über praktische Erfahrungen verfügt und mit der Problemstellung vertraut ist, durchzuführen sind. Die dabei erforderliche Sachkunde muss durch entsprechende Schulungen sichergestellt sein.

2.3.1 Überprüfung der Homogenität/Heterogenität/Inhomogenität

Es muss beachtet werden, dass die in der LAGA PN 98 beschriebenen Probenahmemethoden für heterogen stückige Abfallarten ($d_{95} \geq 120$ mm) nicht geeignet sind (ZWISLE, 2005). Hierfür wird auf entsprechende Methoden in der „Richtlinie zur einheitlichen Abfallanalytik in Sachsen“ verwiesen (LfUG, 1998), die sich aber im Wesentlichen auf die Behälterbeprobung beschränken.

Jede Charge ist grundsätzlich einer Einzelfallprüfung zu unterziehen und gemäß dieser Vorgabe auf Homogenität/Heterogenität zu prüfen. Zur Prüfung der Homogenität können folgende Abfalleigenschaften durch organoleptisch-sensorische Ansprachen bzw. Tests herangezogen werden:

- Änderung in der Farbgebung
- Änderung in der Korn-/Stückformverteilung und Korn-/Stückgrößenverteilung
- Änderung in der Konsistenz (Wassergehalt)
- Geruch
- Gasentwicklung
- Ggf. Fingerprobe (Beachtung des Arbeitsschutzes!)

Sollten Auffälligkeiten innerhalb einer Grundmenge feststellbar sein, wie beispielsweise hot spots, so sind die entsprechenden Teilchargen zu separieren und getrennt zu beproben. Misch- bzw. Sammelproben über die gesamte Grundmenge sind in diesem Fall unzulässig.

2.3.2 Volumen- / Massenbestimmung

Die Anzahl der zu entnehmenden Misch- und Sammelproben richtet sich nach der Menge des zu untersuchenden Prüfgutes. Die Mengenbestimmung kann volumen- und / oder massenbezogen durchgeführt werden, wobei der volumenbezogenen Mengenschätzung der Vorzug zu geben ist, da dies mit einfachen Mitteln und ohne Kenntnis der Schüttdichte durchgeführt werden kann.

2.3.3 Ermittlung der Größtkomponente

Als Größtkomponente wird das überwiegend in einer Grundmenge vorkommende größte Korn bzw. Stück charakterisiert. Eventuell vorhandene einzelne größere Stücke oder in einem geringen Prozentsatz (< 5 Vol.-%) enthaltene gröbere Fraktionen werden nicht zur Bestimmung des Größtkomponentendurchmessers herangezogen. Von solchen Chargen werden im Bedarfsfall Einzelproben entnommen. Die Ermittlung der Größtkomponente kann durch den Einsatz eines geeigneten Siebsatzes objektiviert werden. Derzeit gibt es keine einheitlichen Regelungen zur Größenbestimmung stückiger Güter, so dass die Auswahl mit einer gewissen Unschärfe behaftet ist.

2.3.4 Festlegung der Mindestanzahl und Größe an Einzel-, Misch- und Sammelproben

Die Mindestanzahl an Proben wird aus dem Volumen der Grundmenge bestimmt.

Tabelle 2-1 Mindestanzahl der Einzel-/Misch-/Sammel- und Laborproben in Abhängigkeit vom Prüfvolumen verändert nach (LAGA, 2001)

Volumen der Grundmenge	Anzahl der Einzelproben	Anzahl der Mischproben	Anzahl der Sammelproben	Anzahl der Laborproben*
bis 30 m ³	8	2	Keine	2
bis 60 m ³	12	3	Keine	3
Bis 100 m ³	16	4	Keine	4
Bis 150 m ³	20	5	keine	5
Bis 200 m ³	24	6	keine	6
Bis 300 m ³	28	7	keine	7
Bis 400 m ³	32	8	keine	8
Bis 500 m ³	36	9	keine	9
Bis 600 m ³	40	10	keine	10
... **	... **	... **	... **	... **

ANMERKUNG:

*) Die in Spalte 5 (vgl. Tab. 2) genannte Anzahl von Laborproben stellt den Regelfall dar. Eine Reduzierung der Anzahl der zu analysierenden Proben ist nur im Rahmen von Regelungen für bestimmte Abfallarten (z. B. TR der LAGA) oder im Einzelfall möglich, wenn durch die vorliegenden Kenntnisse über den Abfall eine gleich bleibende Qualität belegt wird.

***) Für die vollständige Tabelle sei auf die LAGA PN 98 verwiesen.

2.3.5 Festlegung des Mindestvolumen der Einzelproben

Das Mindestvolumen der Einzel- bzw. Laborprobe richtet sich nach der maximalen Korngröße der Proben. Aufgrund der Teilchengrößenverteilung abfallwirtschaftlicher Outputströme sind Einzelproben mit Volumina von 0,5l-5l erforderlich. Bei der vorher geltenden LAGA PN 2/78 K wurde das Gewicht der Einzelprobe in Abhängigkeit von der Korngröße des Abfalls festgelegt. Die Einführung des Volumenbezuges in der PN 98 hinsichtlich der Mindestgröße von Einzelproben erscheint praxisnäher.

Tabelle 2-2 Mindestvolumen der Einzel- und Laborprobe in Abhängigkeit von der Korngröße/Stückigkeit (LAGA, 2001)

Maximale Korngröße/ Stückigkeit [mm]	Mindestvolumen der Einzelprobe [in l]	Mindestvolumen der Laborprobe [in l]
≤1	0,5	1
>2 bis ≤20	1	2
>20 bis ≤50	2	4
>50 bis ≤120	5	10
>120	Stück = Einzelprobe	Stück = Einzelprobe

Wie in Tabelle 2-1 dargestellt, ist die Mindestanzahl der Einzel-, Misch- und Sammelproben abhängig von der zu beprobenden Menge (Volumen) des Prüfgutes, dem Durchmischungsgrad und der geforderten Zuverlässigkeit der Aussage. Gemäß PN 98, dargestellt in Tabelle 2-1, kann eine Reduzierung der zu analysierenden Proben (Laborproben- / Mischprobenanzahl) vorgenommen werden, wenn durch vorliegende Kenntnisse über den Abfall eine gleich bleibende Qualität bzw. Homogenität belegt wird (LAGA, 2001).

2.3.6 Aufbereitung der Einzel-, Misch-, oder Sammelprobe zur Laborprobe

Die Einzelproben werden auf einer geeigneten Unterlage (sauberer Untergrund oder besser: Stahlblech, Holzplatte, Kunststoffolie, etc.) vereinigt und durch intensives Durchmischen homogenisiert. Da die verfügbare Menge der Mischprobe im Regelfall größer als benötigt ist, kann sie bereits direkt am Standort durch bestimmte Techniken reduziert, d. h. verjüngt werden. Die zur Homogenisierung und Probenteilung verwendeten Gerätschaften dürfen zu keiner Kontamination des Probenmaterials führen. Eine Probenverjüngung kann mittels folgender Arbeitsgeräte bewerkstelligt werden:

- Fraktionierendes Schaufeln
- Vierteln mittels Probenkreuz

- Teilen mittels Probenstecher
- Riffelteiler/Rotationsteiler (für geeignete rieselfähige Schüttgüter)

Manuelle Verfahren sind nur dann zweckmäßig, wenn Riffelteiler oder Rotationsteiler in entsprechender Größe nicht zur Verfügung stehen und/oder wegen der Materialeigenschaften (z. B. zu große Stückigkeit, Körnung, mangelnde Rieselfähigkeit) nicht einsetzbar sind.

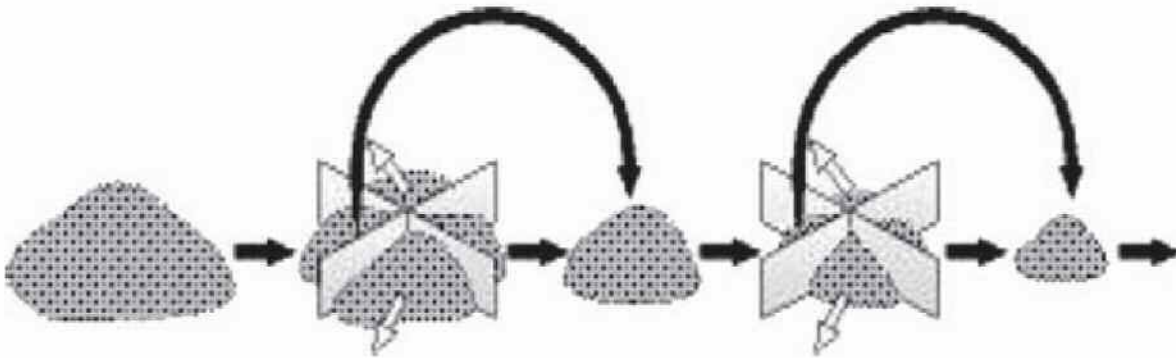


Abbildung 2-1 Reduktion der Probenmenge mithilfe eines Probenkreuzes (PN 98)

Feinkörniges Gut kann mit dem Probenstecher verjüngt werden. Hierbei wird die Ausgangsprobe in einen zylindrischen Behälter (z. B. Eimer) geschüttet, durch Rühren homogenisiert und die Oberfläche geglättet. Die Teilprobe wird durch Herausstechen an 5 bis 7 gleichmäßig verteilten Stellen entnommen. Hierbei ist zu beachten, dass das Mindestvolumen der Teil-/Laborprobe nicht unterschritten wird. Ihre Größe wird letztlich durch die Anzahl der zu analysierenden Parameter, der Korn-/Komponentengröße und Stückigkeit, der benötigten Rückstellprobe und den Transportbedingungen bestimmt. Ein Mindestvolumen gemäß Tabelle 2-1 sollte dabei nicht unterschritten werden.

2.3.7 Konservierung, Kennzeichnung, Verpackung, Versand

Die Proben sind eindeutig zu kennzeichnen und zu beschreiben. Auf eventuelle Konservierungsmaßnahmen ist hinzuweisen. Allgemeine Angaben zu Probenahmezeit, Art und Entnahmeort der Probe, den Zustand, eventuelle Vorbehandlung sind im Probenahmeprotokoll zu vermerken. Wenn möglich, sollte dem Analyselabor eine Kopie beigefügt werden.

2.3.8 Zusammenfassende Darstellung des Konzeptes der PN 98

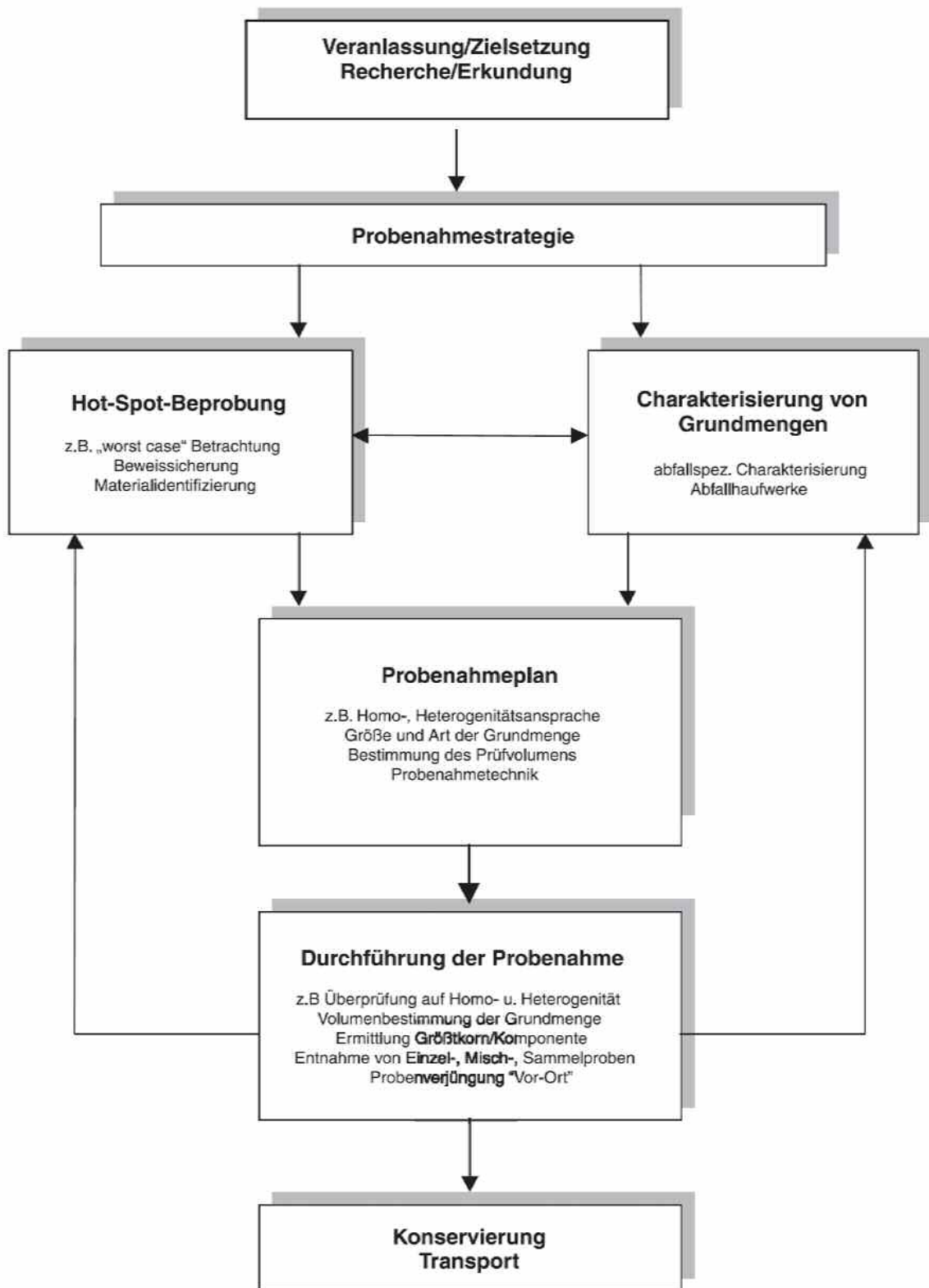


Abbildung 2-2 Konzept zur Durchführung der Probenahme (LAGA, 2001)

3 Probenahmemethodik nach den Güte- und Prüfbestimmungen der Arbeitsgemeinschaft Stoffspezifische Abfallbehandlung (ASA)

3.1 Inhalt und Ziel des ASA-Konzeptes

Um eine bessere Vergleichbarkeit von Analyseergebnissen zu ermöglichen bzw. das Vorgehen bei der Probenahme praxisnah zu vereinheitlichen, wurden seitens der Arbeitsgemeinschaft Stoffspezifische Abfallbehandlung (ASA e.V.) Güte- und Prüfbestimmungen der Probenahme und –vorbereitung für MBA Betreiber und des verantwortlichen technischen Personals gem. den Anforderungen der AbfAbIV erarbeitet (ASA, 2007). Das Konzept soll sowohl als Grundlage für die prozessbegleitende Probenahme, -aufbereitung und Analytik in der MBA (Eigenüberwachung) als auch für die Deklarations- und Kontrollanalytik dienen. Die Probenahme (Festlegung der Anzahl der Einzelproben, usw.) des MBA-Austragsmaterials nach dem ASA Konzept erfolgt entsprechend der „LAGA PN 98. Deshalb wird nachfolgend nur auf besondere Anforderungen des ASA Konzeptes hingewiesen.

3.2 Grundgesamtheit und Anzahl der Proben

Die Anzahl der Proben sowie das Vorgehen bei der Beprobung zur Deklarations- bzw. Kontrollanalyse werden gemäß den gesetzlichen Vorschriften der AbfAbIV beschrieben. Für prozessbegleitende (Eigen-) Analysen oder zu Forschungszwecken kann von der beschriebenen Probenahmestrategie (insb. Anzahl der Einzelproben) abgewichen werden. Zur repräsentativen Beschreibung der Grundgesamtheit wird empfohlen, bei einem Beprobungsvorgang zum Nachweis der Einhaltung der Zuordnungskriterien ein Volumen von 200 m³ zu beproben (vergleichend zu Tabelle 2-1 nach PN 98 ergibt sich daraus eine Mindestanzahl von 24 Einzelproben; im ASA Entwurf steht vermutlich aufgrund eines Schreibfehlers 28). Bei (angelieferten / ausgetragenen) Tagesmengen unter 200 m³ kann die Beprobung auch für eine geringere Grundmenge mit geringerer Einzelprobenanzahl vorgenommen werden.

Nach Argumentation der ASA wird durch mehrfaches Umsetzen und Vermischen des Materials in der biologischen Stufe von MBA-Anlagen und die dabei erfolgende Materialvermischung durch die Anlagentechnik eine ausgeprägte Durchmischung erzielt. Das Probenmaterial aus der mechanisch biologischen Behandlung ist somit ähnlichen oder gleichen Ursprungs und wird über ähnliche oder gleiche Verfahrensschritte (mechanische Aufbereitung und biologische Stufe(n)) behandelt. So kann laut Argumentation der ASA von einer gleich bleibenden oder ähnlichen homogenen Materialqualität im Sinne der PN 98 ausgegangen werden. Daher ist gem. ASA-Konzept aus den Einzelproben

nur eine Mischprobe (statt 6 gem. Tabelle in PN 98) und somit eine Laborprobe herzustellen.

3.3 Mindestvolumen der Proben

Das Mindestvolumen der Einzelproben ist in der PN 98 in Abhängigkeit der Korngröße des Materials festgelegt (Tabelle 2-2 und Tabelle 3-1).

Tabelle 3-1: Mindestvolumen der Einzel- und Laborprobe in Abhängigkeit von der Korngröße / Stückigkeit nach PN 98 mit Ausnahme * (ASA, 2007)

Maximale Korngröße / Stückigkeit in [mm]	Mindestvolumen der Einzelprobe in [l]	Mindestvolumen der Laborprobe in [l]
≤ 2	0,5	1
$> 2 - \leq 20$	1	2
$> 20 - \leq 50$	2	4 (10[*])
$> 50 - \leq 120$	5	10
> 120	Stück = Einzelprobe	Stück = Einzelprobe

Markierter Bereich stellt MBA-übliche Materialstückigkeit dar.

*) Im Gegensatz zur PN 98 wird hier ein Volumen von 10 l für die Laborprobe empfohlen

Die maximale Korngröße des Austragsmaterials etlicher MBA-Anlagen liegt unterhalb 50 mm. Das Volumen der Einzelproben wurde von der ASA daher auf jeweils 2 l festgelegt.

3.4 Herstellen der Mischprobe

Die Einzelproben werden durch Mischen / Vermengen mittels geeigneten Geräts zu einer Mischprobe vereinigt.

3.5 Mindestvolumen der Laborprobe

Nach PN 98 ist das Mindestvolumen der Laborprobe in Abhängigkeit vom Größtkorn festzulegen. Für das Kornspektrum 20 – 50 mm ergibt sich nach PN 98 ein Mindestvolumen von 4 Liter. Auf Grund der Materialspezifikation wird von der ASA ein Volumen von 10 Liter für die Laborprobe empfohlen (Tabelle 3-1). Die Herstellung der Laborprobe aus den Einzelproben findet mittels Verjüngen durch Aufkegeln und Vierteln gem. PN 98 statt. In allen Fällen werden die Probenahmen in einem entsprechenden Probenahmeprotokoll dokumentiert. Die Probenahmen der Outputmaterialien werden entsprechend der Möglichkeiten in den Anlagen gestaltet.

3.6 Konservierung, Kennzeichnung, Verpackung, Transport, Lagerung

Die Laborprobe wird im Regelfall direkt nach der Herstellung an das beauftragte Labor weitergegeben. Kann die Weitergabe nicht direkt innerhalb von 24 h stattfinden, wird die Probe bei ca. 4°C aufbewahrt. Beträgt der Zeitraum zwischen Probenahme und Abschluss der Probenaufbereitung (inkl. Probenversand) mehr als 48 h, werden die Proben innerhalb von 24 h nach der Probenahme bei –18°C bis –20°C eingefroren und im gefrorenen Zustand versendet. Die Proben werden dann schonend innerhalb eines Zeitraums von 24 h aufgetaut. Dabei soll eine Temperatur von 20°C nicht überschritten werden. Die Rückstellproben werden unmittelbar nach der Probenteilung für einen Zeitraum von ca. 4 Wochen bei –18°C bis –20°C eingefroren. Das Einfrieren der Laborproben soll nur in Ausnahmefällen geschehen, der Regelfall beschreibt das zeitnahe Bearbeiten und Versenden der Probe zur Analyse.

3.7 Herstellung der Analysenprobe

Die Herstellung der Analysenproben findet gem. AbfAbIV, Anhang 4 „Vorgaben zur Analytik“, statt.

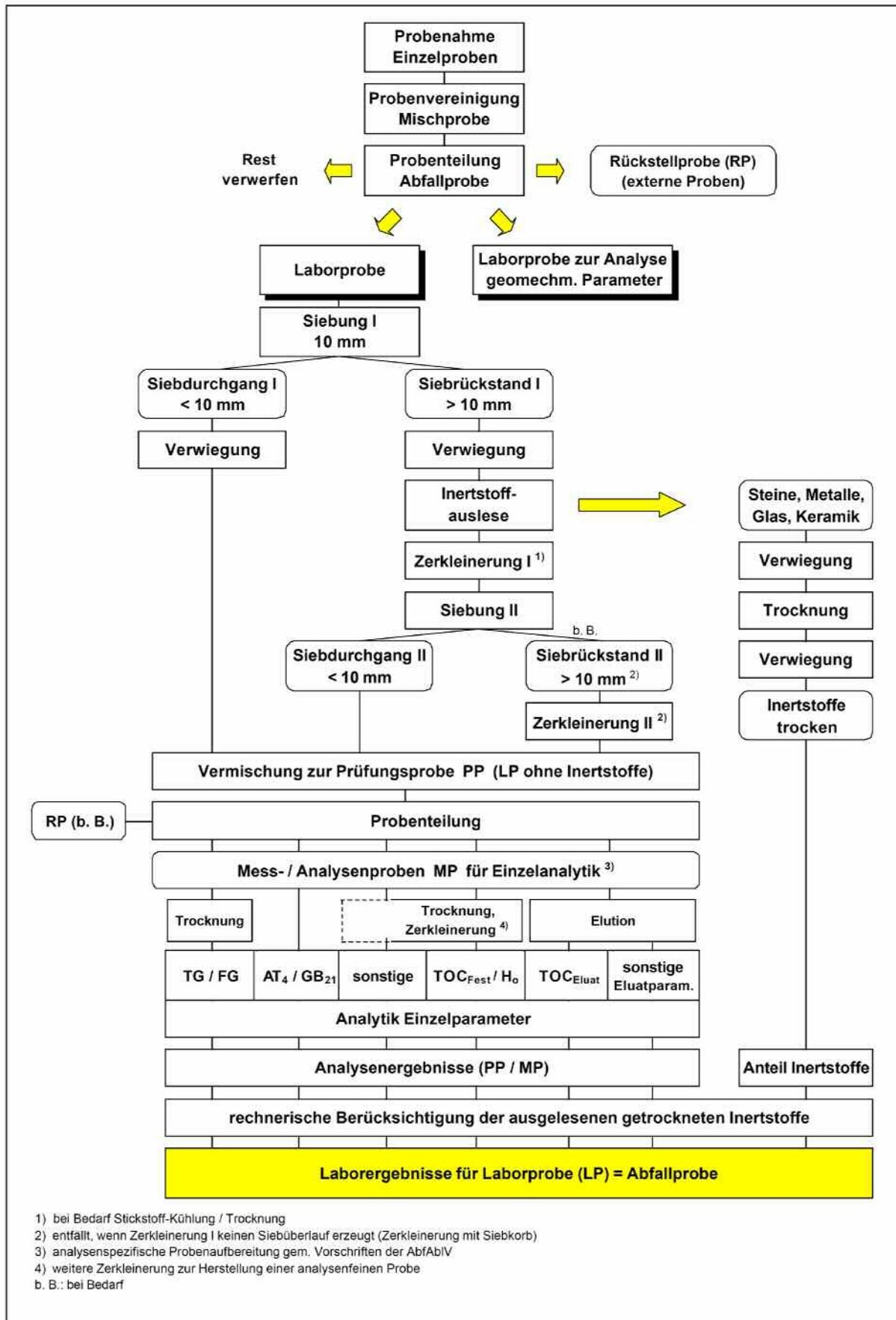


Abbildung 3-1: Ablaufplan für Probenahme und Probenaufbereitung von Abfallproben zur Ablagerung aus MBA (ASA, 2007)

4 Vorschläge der AG Qualitätssicherung

4.1 Die Arbeitsgruppe Qualitätssicherung

Von der Arbeitsgruppe „Qualitätssicherung Methoden“ wurden im Rahmen des BMBF-Verbundvorhabens „Mechanisch-biologische Behandlung von zu deponierenden Abfällen“ Methoden zur Probenahme, Aufbereitung und Analyse von mechanisch-biologisch vorbehandelten Abfällen entwickelt bzw. etablierte Analysemethoden angepasst. Die Ergebnisse sind wesentliche Grundlage der aktuellen gesetzlichen Regelungen. In erweiterter Zusammensetzung hat sich die AG Qualitätssicherung nun mit dem ASA Konzept befasst und Empfehlungen zu dessen Änderung gegeben.³

4.2 Notwendiges Mindestvolumen

Das von der ASA empfohlene Mindestvolumen für Laborproben mit einer Korngröße / Stückigkeit > 20 - < 50 mm von 10 Litern wird als zu gering angesehen. Es wird abhängig von der Stückigkeit folgendes Mindestvolumen für die Laborprobe empfohlen:

< 50 mm 20 Liter

50 – 100 mm 40 Liter

Auch das Volumen der Einzelproben gemäß ASA-Konzept ist als zu niedrig einzustufen.

4.3 Empfehlungen zu Konservierung, Kennzeichnung, Verpackung, Transport, Lagerung

Der von der ASA vorgeschlagene Zeitraum von ca. 4 Wochen nach Probennahme zur Aufbewahrung von Rückstellproben wird (Analysendauer des GB₂₁ dauert 21 Tage) als zu gering erachtet. Rückstellproben müssen direkt nach der Probenteilung für eine ausreichende Zeitspanne zur Durchführung der Analytik, mindestens jedoch bis 4 Wochen nach Mitteilung der Ergebnisse an den Auftraggeber, bei -18°C bis -20°C eingefroren

³ Dipl.-Ing. E. Binner (ABF BOKU, Wien)
Dr. A. Bockreis (TU Darmstadt)
Dipl.-Ing. J. Heerenklage (TU HH-Harburg)
Dr. K. Kleeberg (Dr. Kleeberg Umweltanalytik)
Dr. M. Kühle-Weidemeier (Wasteconsult International)
Dr. K. Münnich (TU Braunschweig)
Prof. Dr. R. Näveke (TU Braunschweig)
Dipl.-Ing. H. Pichler (Linz AG, Linz)
Dr. D. Weichgrebe (Leibniz Universität Hannover)
Dipl.-Umweltwiss. M. Raabe (Uni Duisburg-Essen)

werden. Entsprechend der gesetzlichen Vorgaben in Österreich ist auch in Deutschland ein Aufbewahren der Rückstellproben auf einer MBA Anlage direkt möglich; in diesem Fall soll die Rückstellprobe nach der Probenteilung direkt auf der Anlage bereitgestellt werden.

4.4 Empfehlungen zur Probenaufbereitung

Die von der ASA vorgeschlagene Zerkleinerung von biologisch behandelten Abfallproben unter Einsatz von Stickstoffkühlung bzw. unter Zuhilfenahme einer Trocknung auf einen Wassergehalt = 30 % ist ungeeignet, da verfälschende Auswirkungen auf das Analyseergebnis nicht auszuschließen sind (Minderbefunde). Mit dem heutigen Stand der Aufbereitungstechnik ist es möglich, durch Siebung/Zerkleinerung des Siebüberlaufs bzw. Zerkleinerung der kompletten Probenmenge die Laborprobe auf < 10 mm zu zerkleinern.

Ein Einfrieren der Proben ist zulässig, wenn Analysen nicht zeitnah durchgeführt werden können. Das schonende Auftauen der Probe muss in einem geschlossenen Behälter erfolgen. Um ein schnelles Auftauen bei Zimmertemperatur zu gewährleisten, wird empfohlen, die Masse einer Verpackungseinheit der Gefrierprobe klein zu halten. Für die Bestimmung des TOC im Feststoff wird von der ASA ein Zerkleinerungsgrad auf 1 mm vorgeschlagen, welcher von der AG Qualitätssicherung als nicht ausreichend erachtet wird. Unter Abwägung der Durchführung von Aufbereitungs- und Analyseverfahren wird seitens der AG Qualitätssicherung eine Zerkleinerung auf < 0,5 mm vorgeschlagen. Dazu soll von der < 10 mm aufbereiteten Laborprobe eine Mindestmenge von 500 g Feuchtsubstanz eingewogen und getrocknet werden (ggf. in Kombination mit der Vorbereitung zur Bestimmung des Glühverlustes) und durch schrittweise Zerkleinerung (je nach Zerkleinerungsgrad kann die Probenmenge weiter eingeengt werden) derart aufbereitet werden, dass davon mindestens eine Menge von 50 g Trockensubstanz auf <0,5 mm zur Bestimmung des TOC im Feststoff zur Verfügung steht. Die von der ASA vorgeschlagene Bestimmung des Trockenmassegehaltes des Inert-Anteils wird als nicht notwendig angesehen. So ist eine massenanteilige Berücksichtigung der oben genannten Inertstoffe (Glas, Steine und Metalle) ausreichend, wenn die Inertstoffe ohne anhaftende Fremdstoffe aussortiert werden. Bei der vorgeschlagenen Berechnung des Feuchtegehalts ist anzumerken, dass dort im Gegensatz zu den Gepflogenheiten in der Abfallwirtschaft, die in der Probe enthaltene Wassermasse auf die Trockenmasse der Probe bezogen wird. Es ist daher erforderlich bei der Angabe des Feuchtegehalts den Bezug (Feuchtmasse FS bzw. Trockenmasse TS) anzugeben, um Verwechslungen zu vermeiden. Die Probenaufbereitung, wie beispielsweise die Eluatherstellung, soll nach den Vorgaben der DIN bzw. EN erfolgen. Zur Eluatherstellung wird die aufbereitete Probe < 10 mm verwendet. Aufgrund der Elutionsdauer von 24 h wird die Durchmischung der Proben als ausreichend angesehen, so dass nicht eine komplette Filtration

des gesamten Eluats der Proben erfolgen muss. Für die weitere Analyse muss die letzte Filtration mit einem Filter der Porenweite $<0,45 \mu\text{m}$ durchgeführt werden. Das zu gewinnende Filtratvolumen wird durch die nachfolgende Analytik und die Anzahl der zu analysierenden Parameter bestimmt und ist im Ergebnisprotokoll anzugeben.

Ablaufplan für Probenahme und Probenaufbereitung von Abfallproben zur Ablagerung aus MBA

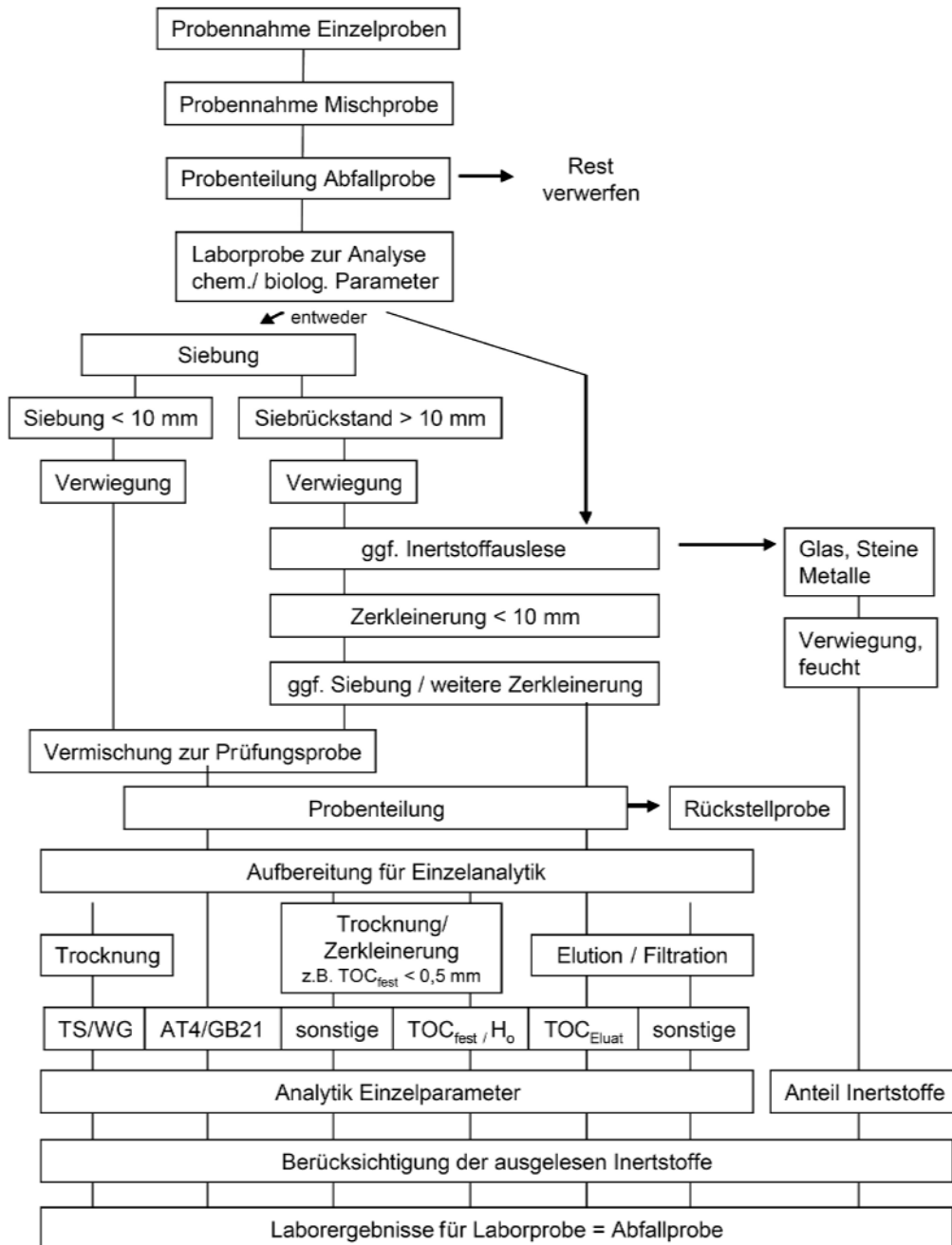


Abbildung 4-1: Ablauf für Probenahme und Probenaufbereitung von Abfallproben (AG Qualitätssicherung, 2006)

5 Praxiserprobte Vorgehensweise zur Probenaufbereitung

Für die Durchführung der meisten Analysen ist eine Zerkleinerung des feuchte Probenmaterials auf einen Durchmesser von $d < 10 \text{ mm}$ notwendig. Zur Zerkleinerung von feuchtem Probenmaterial eignen sich insbesondere langsam laufende Zerkleinerungsaggregate, wie z.B. Zwei- bzw. Dreiwelleyenzerkleinerer. Der Zerkleinerungsgrad wird durch den Abstand der einzelnen Schneideinrichtungen bzw. die Messerbreite bestimmt. Grobe Metallteile sollten vor der Zerkleinerung aussortiert und ggf. bilanziert werden.

Bei den Autoren hat sich über einen sehr langen Zeitraum die Aufbereitung der feuchten Abfallproben mit Hilfe von Zweiwellen-Rotorschern bewährt. Dabei wird im ersten Schritt eine Rotorschere mit einer Messerbreite von 16 mm verwendet. Diese ist verhältnismäßig robust gegenüber Einflüssen grober Abfallbestandteile und übersehener Metallstücke. Nach dieser Zerkleinerung erfolgt eine Probeteilung zur Verjüngung der Mischprobe. Anschließend folgt eine dreimalige Aufbereitung mit einer Rotorschere von 8 mm Messerbreite. Nach dem ersten Durchgang mit 8 mm Messerbreite erfolgt eine weitere Reduktion der verarbeiteten Probemenge. Durch die dreimalige Aufbereitung kann die gewünschte Feinheit erreicht werden. In Abhängigkeit vom zerkleinerten Materials können aber auch weniger oder mehr Durchgänge erforderlich sein. Nach der Zerkleinerung wird die Probe in Verpackungseinheiten für das AnalySELabor aufgeteilt.



Abbildung 5-1 Rotorschern mit 16 und 8 mm Messerbreite

Um Verunreinigungen nachfolgender Proben zu vermeiden, sollten die Rotorscheren zwischendurch freilaufen und mehrmals reversieren. Zusätzlich kann vom folgenden Probematerial zunächst eine Blindcharge aufgegeben werden, die dann verworfen wird.

Die Aufbereitung von Proben mit Zweiwellenzerkleinerern benötigt nach unserer Erfahrung nur einen Bruchteil der Zeit, die für die Aufbereitung in einem Einwellenzerkleinerer mit Siebeinsatz benötigt würde.

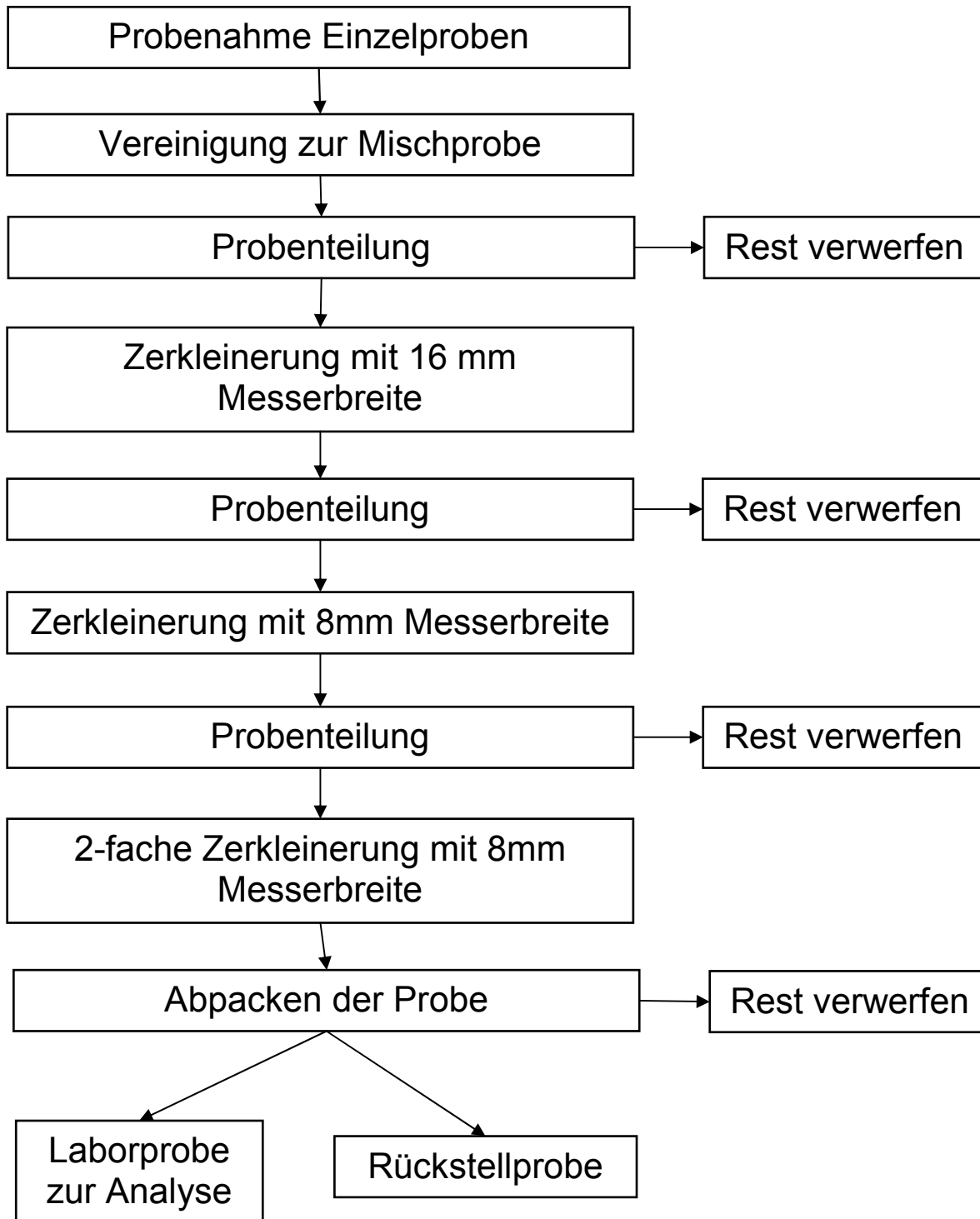


Abbildung 5-2: Ablauf Probenahme und –Probenaufbereitung

6 Literatur

- | | | |
|---|------|--|
| AG Qualitäts-
sicherung | 2006 | Stellungnahme der AG Qualitätssicherung zum ASA-Konzept zur Probenahme, Probenaufbereitung und Analyse von MBA-Austragsmaterial gemäß AbfAbIV vom 28.11.2006 |
| ASA | 2007 | RAL-Registrierung Probenahme, Probenaufbereitung und Analyse von MBA Austragsmaterial gemäß AbfAbIV, Güte- und Prüfbestimmungen –Entwurfsfassung- Stand Januar 2007 |
| Kühle-Weidemeier, M.
(Hrsg.); | 2004 | Abfallforschungstage 2004. Auf dem Weg in eine nachhaltige Abfallwirtschaft. Cuvillier Verlag, Göttingen, ISBN 3-86537-121-3. |
| Länderarbeits-
gemeinschaft Abfall -
LAGA (Hrsg.) | 2001 | LAGA PN 98 Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen, chemischen und biologischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Verwertung/Beseitigung von Abfällen; Grundregeln für die Entnahme von Proben aus festen und stichfesten Abfällen sowie abgelagerten Materialien |
| LfUG | 1998 | Richtlinie zur einheitlichen Abfallanalytik in Sachsen, Sächsisches Landesamt für Umwelt und Geologie
http://www.umwelt.sachsen.de/lfug/Sabfaweb/sabfaweb-nt/print/3_abil/Sortierricht_I.pdf |
| Rasemann W. | 1993 | Brauchen wir eine Probenahmeforschung für die Abfall- und Entsorgungswirtschaft? In: Müll und Abfall Heft 6, Juni 1993, Erich Schmidt Verlag GmbH & Co., ISSN 0027-2957 |
| Wichert, H. -W. | 1999 | In: Wolfertz, R. (Red.) Kontaminierte Betriebsgrundstücke und Unternehmensnachfolge – Haftung und Risikoversorge vor dem Hintergrund des neuen Bodenschutzgesetzes. In: VDI KUT Jahrbuch 1999/2000. VDI Verlag, Düsseldorf, ISBN: 3-18-401635-8 |
| Zwisele B. | 2005 | Probenahmemethoden für die Bestimmung von Menge und Zusammensetzung fester Abfälle,
In: Müll-Handbuch Kennziffer 1661, Erich Schmidt Verlag Berlin ISBN-13: 978 3 503 09778 4 |

Anschrift der Verfasser

Dr.-Ing. Dipl.-Geogr. Matthias Kühle-Weidemeier, Frank Hohmann
 Wasteconsult international
 Robert-Koch-Str. 48 b
 D-30853 Langenhagen
 Telefon +49 511 23 59 383
 E-Mail info@wasteconsult.de
 Website: www.wasteconsult.de