



SGS **INSTITUT FRESENIUS**

SGS GERMANY DATEN & FAKTEN



SGS - SOCIÉTÉ GÉNÉRALE DE SURVEILLANCE

- 1878 in Rouen / Frankreich gegründet
- 1919 Umzug nach Genf
- Weltweit mehr als 59.000 Mitarbeiter
- Globales Netzwerk aus mehr als 1.000 Niederlassungen und Laboratorien in über 140 Ländern
- Umsatz 2009: 4,7 Milliarden CHF
- Gewinn vor Steuern: 791 Millionen CHF

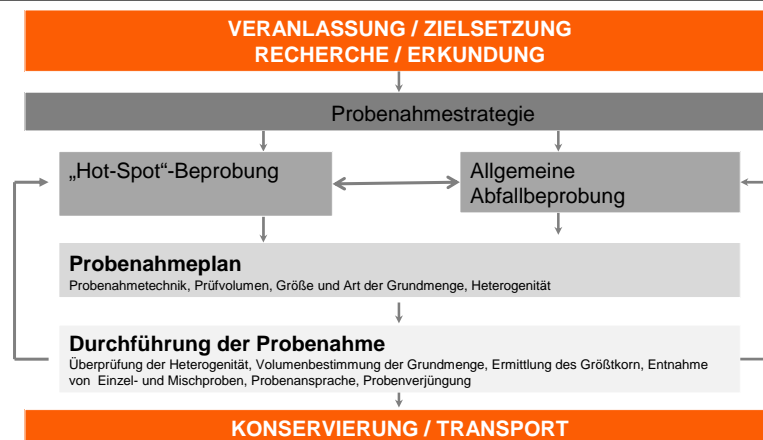
2

DEFINITION – CHEMISCHE ANALYTIK



Die chemische Analytik ist die Wissenschaft von der Gewinnung und verwertungsbezogenen Interpretation von Informationen über stoffliche Systeme mit Hilfe naturwissenschaftlicher Methoden. (FG Analytische Chemie GDCh)

- Dienstleistungsfunktion in allen Natur- und Ingenieurwissenschaften
- Eigenständige Teildisziplin in Verknüpfung Physik, Messtechnik, Informatik
- Basis grundlegender technischer, juristischer und medizinischer Entscheidungen – hohe Verantwortung

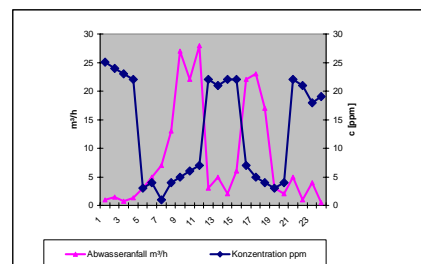


INHALT DES PROBENAHMEPLANS



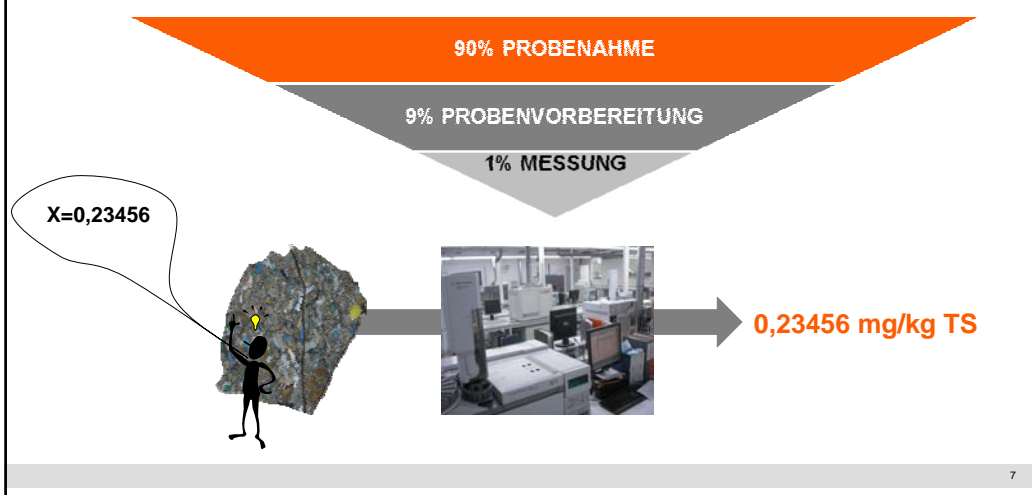
- Ziel und Anlass der Untersuchung
- Herkunft des Abfalls
- erwartetes Schadstoff-/Stoffspektrum
- örtliche und zeitliche Schwankungen in der Verteilung des Stoffbestandes
- zu bestimmende Parameter
- Anzahl und Verteilung der Einzelproben über die zu beurteilende Gesamtmenge
- erforderliche Arbeitsschutzmassnahmen

PROBENAHMEPLAN BEI DISKONTINUIERLICHEN ABFALLANFALL



- Stichprobe ?
- 2 h Mischprobe ?
- zeitproportionale Probenahme ?
- mengenproportionale Probenahme ?

ANALYSENFehler



NOTWENDIGER STICHPROBENUMFANG



Die Mindestprobenzahl ergibt sich aus folgender Gleichung:

$$N = [t \cdot x \cdot s / |U|]^2$$

N = Mindestprobenzahl

t = Studentfaktor für eine statistische Sicherheit ca. von 95 %.

s = Standardabweichung Voruntersuchung

|U| = Genauigkeit mit der die gesuchte Komponente bezogen auf das Gesamtmaterial bestimmt werden soll.

Beispiel einer Berechnung des notwendigen Stichprobenumfanges für den Parameter PAK (Voruntersuchung s = 1,5 mg/kg).

Gegeben: Genauigkeit ± 5 % vom Grenzwert RSD (25 mg/kg)

$$N = [2 \times 1,5 / 1,25]^2$$

► N = 6 Proben

PROBENAHE VON ABFÄLLEN

Tab. 2: Mindestanzahl der Einzel- / Misch- / Sammel- und Laborproben in Abhängigkeit vom Prüfvolumen

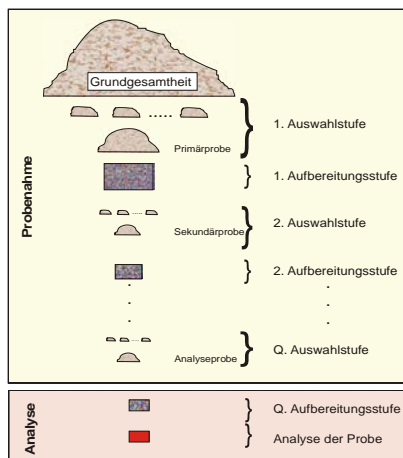
Volumen der Grundmenge	Anzahl der Einzelproben	Anzahl der Mischproben	Anzahl der Sammelproben	Anzahl ^{*)} der Laborproben
bis 30 m ³	8	2	keine	2
bis 60 m ³	12	3	keine	3
bis 100 m ³	16	4	keine	4
bis 150 m ³	20	5	keine	5
bis 200 m ³	24	6	keine	6
bis 300 m ³	28	7	keine	7
bis 400 m ³	32	8	keine	8
bis 500 m ³	36	9	keine	9
bis 600 m ³	40	10	keine	10
bis 700 m ³	44	10 + (1)	1	11
bis 800 m ³	48	10 + (2)	1	11
bis 900 m ³	52	10 + (3)	1	11
bis 1000 m ³	56	10 + (4)	2	12
bis 1100 m ³	60	10 + (5)	2	12
bis 1200 m ³	64	10 + (6)	2	12
		je angefangene 100 m ³ je eine Mischprobe	je angefangene 300 m ³ je eine Sammelprobe	je angefang. 300 m ³ je eine Laborprobe

MAXIMALE KORNGRÖSSE [CM]	MINIMALE PROBENMENGE [KG]
10	100
5	30
2	5
1	1,5

Literatur: PN 98 BAFU-Richtlinie 12/08

9

PROBLEMATIK ZUR REPRÄSENTATIVITÄT



- Voraussetzung einer jeglichen Probenteilung ist eine Grössenreduzierung
- Typische Einsatzmengen im Labor:
 - Schwermetalle 0,5 – 3 g
 - TOC 0,05 g
 - PAK 10 – 50 g
 - o. Heizwert 0,5 g
 - Chlor, Schwefel, Fluor 0,5 g
- Spezielle Probleme:
 - Heterogene Stoffgemische
 - Kunststoffe, Gummi
 - Metalle

10

PROBENVORBEREITUNG INHOMOGENER STOFFGEMISCHE



VORRAUSSETZUNG VON QUALITÄTSANALYTIK:

- sach- und normgerechte Probenvorbereitung auch bei Problemabfällen und Volumen im m³-Bereich



11

LABORANALYTIK ODER VOR-ORT-ANALYTIK?



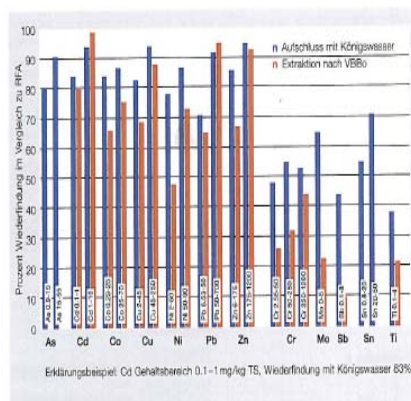
- Beide Analysenstrategien sind komplementär
- Fragestellung: „Was soll, wie schnell, in welchem Kompartiment, in welchem Konzentrationsbereich gemessen werden“
- Vorteile Vor-Ort-Analytik:
 - repräsentative Teilprobe ist bei heterogenen Stoffablagerungen nicht realisierbar (höchstens abfallcharakterisierende Probe)
 - Probenvorbereitung kann Verluste bedingen (Leichtflüchter)
 - Instrument der schnellen Entscheidungsfindung, Arbeitsschutz, Produktionssteuerung
 - Breites Preis-Leistungs-Spektrum
- Ideal geeignet zur Voruntersuchung und Eingrenzung Laboruntersuchung auf relevante Fragestellungen
- „Nachteile“ Vor-Ort-Analytik:
 - Geringe Akzeptanz bei Anwendern und Behörden
 - Fehlende behördlich anerkannte Validierungen der Methodiken
 - Einschränkungen bei Probenvorbehandlung

12

KONVENTIONSMETHODE VERSUS „WAHRER GEHALT“

ISO 14869	Boden	HF-HClO4 bzw. alk. Schmelzaufschluss
SN 13656	Boden	HF-HNO3
SN 13650	Kultursubstrate, Bodenverbesserungsmittel	HNO3-HCl
SN 13657	Abfall	HNO3-HCl
ISO 11466	Boden	HNO3-HCl
CEN/TS 15297	Biogene Brennstoffe	HNO3-H2O2-HF
RFA	Boden	

- Unterschiedliche Methoden für unterschiedliche Matrices
- Unterschiedliche „Wiederfindung“ der Totalgehalte (RFA)
- Entscheidend analytische Fragestellung:
 - Totalgehalte / mobilisierbarer Anteil
 - Bezugsbasis von Grenz- / Richtwerten
 - Vergleichbarkeit der Analytik



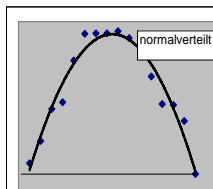
Ringversuchsdaten ISE, NL aus Bachema 08/10

QUALITÄT VON RESULTATEN

Ergebnisse eines PN-Versuches in Kolliken (Real-HW kontaminiertes Material)

PAK [mg/kg TR]

13,68
16,03
19,4
20,1
24,51
27,33
27,38
27,38
27,59
30,35
31,15
34,39
37,3
37,39
39,09
44,66



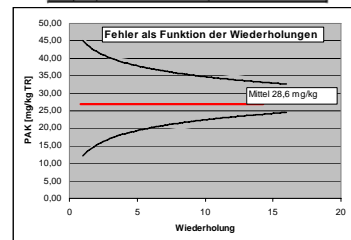
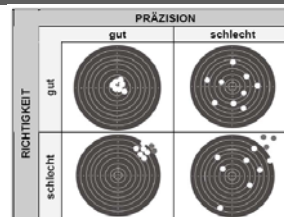
Vertrauensintervalle (Messunsicherheit), P 0,95 in mg PAK/kg		
16	2	1
24,28	16,37	11,30
32,94	40,85	45,92

alternativ Vorgabe zulässige Abweichung
z.B. 10 % Grenzwert (GW PAK IST = 25 mg/kg)

$$N = \left(t \times s / |U| \right)^2$$

N = 48 Proben

Mittelwert 28,61 mg/kg TR
 Stabw. 8,66 mg/kg TR
 Messunsicherheit (N 16) 4,33 mg/kg TR
 Messunsicherheit (N 2) 12,24 mg/kg TR
 Messunsicherheit (N 1) 17,31 mg/kg TR



ZUSAMMENFASSUNG



- Grundlage einer jeglichen Untersuchung ist eine Probenahme-strategie.
- Der Probenahmeplan wird massgeblich durch die Aufgabenstellung des Auftraggebers bestimmt.
- Diskrepanzen zwischen notwendiger Probenanzahl und wirtschaftlichen Erwägungen können die Aussagekraft von Ergebnissen entwerten.
- Der Fehler im Labor wird durch die Probenvorbereitung bestimmt.
- Laboranalytik und Vor-Ort-Analysen schliessen sich nicht aus sondern ergänzen sich und können zur Untersuchungsoptimierung eingesetzt werden.
- Die einzusetzenden Analysenverfahren sind auf die Fragestellung abzustimmen.
- Messwerte sollten nur unter Angabe von Untersuchungsverfahren, Bestimmungsgrenzen und Messunsicherheiten bewertet werden.

FAZIT

- **Schau Dir Dein Labor immer vorher an.**
- **Bei Risiken und Nebenwirkungen kontaktiere Deinen Chemiker und Labordienstleister.**

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

SGS
SGS INSTITUT FRESENIUS GmbH
Niederlassung Kölliken

Dr. Lutz Zabel

Mobil: +41 764485822

tel: +41 627383864

Internet: www.institut-fresenius.de

E-Mail: lutz.zabel@sgs.com