Der Fachbeirat Bodenuntersuchungen (FBU) - Aktuelle Arbeiten und Hilfestellungen für den Vollzug

Anhang 1 der BBodSchV enthält den aktuellen Stand ‚fortschrittlicher' Verfahren und Methoden, die ihre praktische Eignung zu den vorstehend genannten Untersuchungen gesichert erscheinen lassen.

(sinngemäß aus Anhang 1)

„Erkenntnisse über solche Verfahren und Methoden und über ihre Anwendung werden durch einen ausgewählten Kreis von Fachleuten aus Bund und Ländern sowie der Betroffenen im Benehmen mit den Ländern zusammengestellt, der vom Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit einberufen wird."

(Fachbeirat für Bodenuntersuchungen)

Dr. Andreas Zeddel, Dipl. Geoökologe (Schwerpunkt Ökologische Chemie und Geochemie)

im Dezernat **Altlasten des LLUR** zuständig für:
Vermittlung und Weiterentwicklung fachlicher Grundlagen bei der Gefährdungsabschätzung altlastverdächtiger Flächen; analytische Fragen und Qualitätssicherung; schädliche Bodenveränderungen und Vorsorge bei Bodenbelastungen mit organischen Stoffen….

Obmann des ALA-Gesprächskreises „Schadstoffbewertung"

Mitglied des FBU seit Mai 2013 als Vertreter der Länder (LABO)

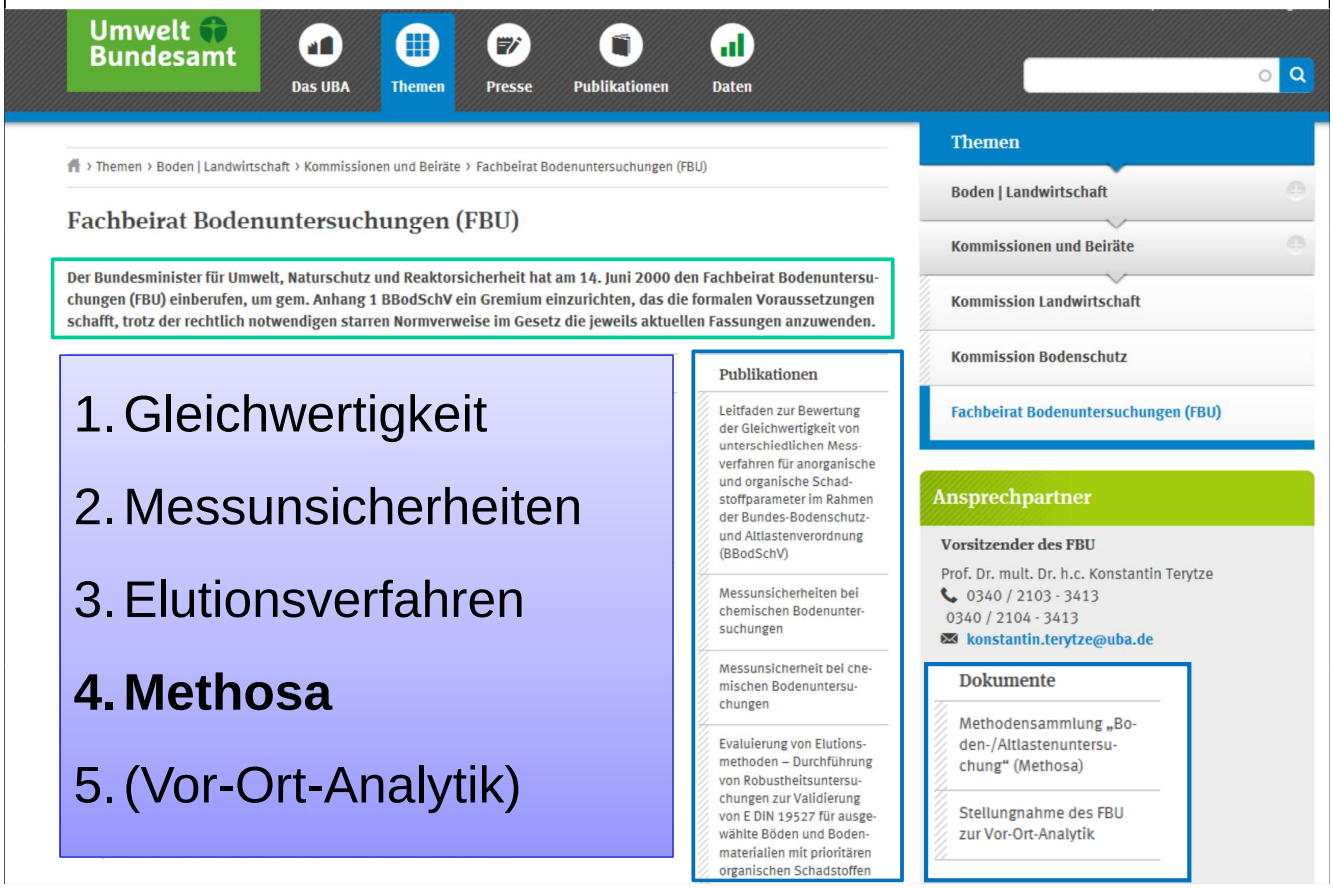
6. Sächsisch-Thüringische Boden-schutztage 18. und 19. Juni 2015, Dresen

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Der Fachbeirat Bodenuntersuchungen (FBU) - Aktuelle Arbeiten und Hilfestellungen für den Vollzug

Die Internetseite des FBU:

www.umweltbundesamt.de/themen/boden-landwirtschaft/kommissionen-beiraete/fachbeirat-bodenuntersuchungen-fbu



1. Gleichwertigkeit
2. Messunsicherheiten
3. Elutionsverfahren
4. **Methosa**
5. (Vor-Ort-Analytik)

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

1. Gleichwertigkeit
2. Messunsicherheiten
3. Elutionsverfahren
4. Methosa
5. (Vor-Ort-Analytik)

BBodSchV, Anhang 1, 3.1.3 Analysenverfahren

„Sollen unter Nennung der Gründe andere Verfahren angewendet werden, **ist nachzuweisen** und zu dokumentieren, daß deren Ergebnisse mit den Ergebnissen der in den Tabellen 3 bis 7 angegebenen Verfahren **gleichwertig** oder vergleichbar sind.“

Die wichtige Aufgaben des FBU

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Feststellung der Gleichwertigkeit von Verfahren und Methoden

⇓

Würdigung unterschiedlicher Traditionen oder Untersuchungsbedingungen über die Zulassung gleichwertiger Methoden und Verfahren in der BBodSchV

ABER:

Zuerst hat die einzelne Untersuchungsstelle die Nachweispflicht der Gleichwertigkeit.

Um Problemen beim Vollzug auszuräumen …

- wie prüft eine zuständige Behörde, ob die Gleichwertigkeit ‚wirklich' erfüllt ist? -

… soll der FBU zur Klärung beitragen.

⇓

Der FBU berücksichtigt die Arbeiten von Verwaltungsgremien und Arbeitskreisen auf dem Gebiet der Analytik von Böden und Altlasten, insbesondere

- der Bund/Länder-Arbeitsgemeinschaft Bodenschutz (LABO),
- der Länder-Arbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA),
- der Länder-Arbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA),
- der Arbeitskreise "Handbuch der Bodenuntersuchungen" sowie
- der "Akkreditierung von Messstellen und Prüflaboratorien im Umweltbereich".

Gleichwertigkeit versus Vergleichbarkeit

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Gleichwertigkeit (Equivalence / Äquivalenz)

Bezieht sich auf <u>ein neues Analysenverfahren</u> im Vergleich zu einem Referenzverfahren und bezieht sich auf die grundsätzlichen Eigenschaften der beiden Verfahren hinsichtlich der Streuungsparameter und Richtigkeit der Analysengehalte

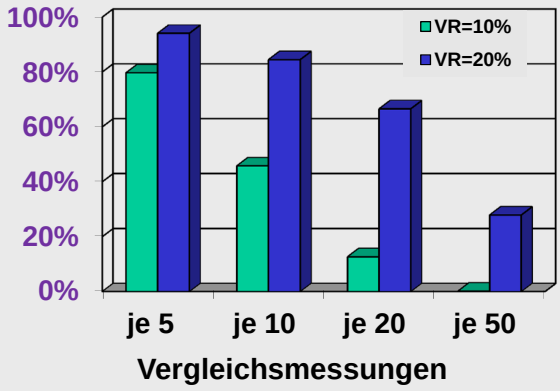
Vergleichbarkeit (Comparability)

Bezieht sich auf <u>dasselbe Analysenverfahren</u> angewendet in verschiedenen Laboratorien, ist also ein verfahrensspezifischer Kennwert, der die typischerweise auftretenden Schwankungen eines Verfahrens charakterisiert

Klassischer Ansatz der Gleichwertigkeit

- Erste Annahme (‚Nullhypothese'): **Die beiden Methoden <u>sind gleichwertig</u>!**
- Es erfolgt eine statistische Prüfung auf signifikante Abweichungen mittels t-Test (Prüfung der Mittelwerte)
  Wenn die Differenz der Mittelwerte einen kritischer Wert überschreitet, sind die Verfahren <u>nicht gleichwertig</u>.
- Die Ergebnisse einer solchen Prüfung sind simmulierbar und hängen von der Anzahl der Vergleichsmessungen und der **Streuung der Methoden (VR)** ab.

Unter den Annahme eines wahren Unterschiedes zwischen den Methoden von 10 % ergibt sich die **Feststellung einer Gleichwertigkeit** (auf dem Signifikanzniveau von 5%) :



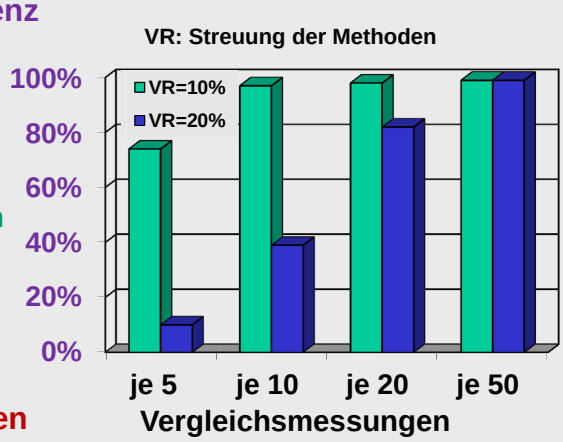
Ergebnis: Je weniger Messungen und je größer die Streuung, desto „wahrscheinlicher" ist ein Nachweis der Gleichwertigkeit!

Widerspruch zu praktischen Anforderungen … und: für ‚sinnvolle' Ergebnisse aufwändiges Verfahren, hohe Probenanzahl

Alternative: Äquivalenzprüfung

- Ursprung bei medizinische Behandlungsverfahren
- **Annahme (Nullhypothese):** es liegt **<u>keine Gleichwertigkeit</u> vor!**
- statistische Prüfung, ob Abweichungen der Wiederfindungsrate eine vorgegebene Schranke signifikant unterschreiten
- Z.B. in DIN EN ISO 17994: (…Gleichwertigkeit mikrobiologischer Verfahren) dort wird unterstellt, dass die WFR mindestens um 10% abweicht und statistisch geprüft, ob der Unterschied geringer ist.

Simuliert man diesmal die **Häufigkeit des Nachweises der Äquvalenz** bei **identischer** wahrer Wiederfindungsrate und einer tolerierten Abweichung von 20 % ergibt sich:



Ergebnis: Je mehr Messungen und je kleiner die Streuung, desto „wahrscheinlicher" ist ein Nachweis der Äquivalenz (Gleichwertigkeit)!

Entspricht den praktischen Anforderungen … und: ggf. sind positive Ergebnisse schon bei geringer Probenanzahl zu erhalten

Ergebnisse aus: „Überprüfung von Methoden des Anhanges 1 der BBodSchV zur Beurteilung der Bodenqualität". Umweltbundesamt Texte 37/2003., Anhang

Publikation ‚Leitfaden Gleichwertigkeit'

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

- Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)
- Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

- Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung" (Methosa)
- Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

quo data Gesellschaft für Qualitätsmanagement und Statistik mbH

Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)

Umweltbundesamt Dessau-Roßlau, März 2008

Inhalt

1. Einführung 1
1.1. Die Einzelkriterien der Äquivalenzprüfung 1
1.2. Die Stufen der Gleichwertigkeitsprüfung 2
Stufe 1: Mittelwerte, Prüfung der Wiederfindungsrate (WFR) 2
Stufe 2: Gleichwertigkeitsteilprüfung 3
Stufe 3: Vollständige In-Haus-Gleichwertigkeitsprüfung 3
Stufe 4: Vollständige laborübergreifende Gleichwertigkeitsprüfung 3
1.3. Definition und Abgrenzung einiger Begriffe 3
Probenmessung (Run): 3
Parallelbestimmungen: 3
Unabhängige Messtage: 4
Referenzverfahren: 4
Alternativverfahren: 4
2. Mindestanforderungen 4
2.1. Mindestanforderungen bezüglich der Wiederfindungsrate 4
2.2. Mindestanforderungen bezüglich der Wiederholstandardabweichung 5
2.3. Mindestanforderungen bezüglich der Intermediate-Standard-abweichung 6
2.4. Zeitliche Abfolge der Messungen 7
3. Auswahl der Proben 10
4. Standardversuchspläne 11
4.1. WFR-Prüfung 11
Systematische Abweichung, WFR-Prüfung mit Referenzverfahren 11
4.2. Gleichwertigkeitsteilprüfung 12
4.3. Vollständige In-Haus-Gleichwertigkeitsprüfung 13
5. Referenzen 14

Publikation ‚Leitfaden Gleichwertigkeit'

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

- Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)
- Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

- Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung" (Methosa)
- Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

Referenzverfahren:
Generell wird bei der Durchführung einer Gleichwertigkeitsprüfung unterstellt, dass eines der beiden Messverfahren genormt, amtlich oder allgemein akzeptiert ist. Dieses Messverfahren wird als Referenzverfahren bezeichnet.

Alternativverfahren:
Jenes Messverfahren, für das der Nachweis der Gleichwertigkeit mit dem Referenzverfahren erbracht werden soll, wird als Alternativverfahren bezeichnet.

2.1. Mindestanforderungen bezüglich der Wiederfindungsrate

… die Überprüfung der Gleichwertigkeit bezüglich der Wiederfindungsrate ist
- sowohl mittels (zertifizierten) Referenzmaterials
- als auch durch Vergleich mit einem Referenzverfahren möglich.

Das Äquivalenzprinzip ermöglicht bei sehr günstig ausgefallenen Vergleichsmessungen u.U. bereits bei einer sehr geringen Anzahl den Nachweis der Gleichwertigkeit.
Der Nachweis bezüglich der Wiederfindung ist erbracht, wenn die tatsächliche relative Abweichung der Wiederfindungsrate statistisch signifikant unterhalb eines vorgegebenen Wertes liegt. **Vorläufig wird diese Toleranzgrenze mit 15% festgelegt**.
Diese Grenze ist eine theoretische Grenze, jedoch keine Entscheidungsgrenze.
Sie markiert jene theoretische, mittlere Abweichung, die bei einem gleichwertigen Messverfahren als noch akzeptabel angesehen wird...

Publikationen ‚Messunsicherheit(en)‘

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

- Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)
- Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

- Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung“ (Methosa)
- Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

Boden | Landwirtschaft

Angabe der Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen für den Vollzug der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung

Fachbeirat Bodenuntersuchungen " Qualitätssicherung und Ergebnisunsicherheit für Bodenuntersuchungsverfahren"

Downloaden

Seitenzahl	17
Erscheinungsjahr	März 2008
Autor(en)	Umweltbundesamt (Hrsg.)

Boden | Landwirtschaft, Abfall | Ressourcen

Beispiele zur Berechnung von laborindividuellen Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen

Seitenzahl	16
Erscheinungsjahr	März 2008

‚Angabe der Messunsicherheit‘

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

- Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)
- Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

- Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung“ (Methosa)
- Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

Messunsicherheit

„Dem Messergebnis zugeordneter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden können“ (VIM-1994)

“Kennwert, der aus Messungen gewonnen wird und zusammen mit dem Messergebnis zur Kennzeichnung eines Wertebereiches für den wahren Wert der Messgröße dient.“ (DIN 1319-1: 1995)

4 Empfehlung des FBU zur Angabe der Messunsicherheit bei Bodenuntersuchungsverfahren

Die in der BBodSchV enthaltene Vorschrift, dass für Analysenergebnisse eine Messunsicherheit angegeben werden muss, findet erfahrungsgemäß in der Praxis bislang wenig Beachtung.

… findet erfahrungsgemäß wenig Beachtung !

chungser

cherheit nicht ausreichend berücksichtigt wird. Dies betrifft selbstverständlich in erster Linie Parameter, für die in der BBodSchV Vorsorge-, Prüf- und/oder Maßnahmenwerte enthalten sind.

Vor diesem Hintergrund empfiehlt der FBU, zukünftig bei der Bewertung von Bodenuntersuchungsergebnissen grundsätzlich die „nach dem aktuellen Stand der Analysentechnik“ im Allgemeinen zu erwartende Parameter-Messunsicherheit anzugeben. Zur Quantifizierung dieser Messunsicherheit wurden die in Abschnitt 3 dargestellten Auswertungen von Ringversuchsdaten herangezogen. Diese wurden teilweise durch fachkundige Schätzungen der Messunsicherheit vereinfacht (z. B. Elemente im Königswasserextrakt und Ammoniumnitratextrakt).

Danach ist von den in Tabelle 1 genannten Messunsicherheiten auszugehen.

Publikationen ‚Messunsicherheit'

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)

Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen

Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen

Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung" (Methosa)

Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

Zur Quantifizierung der Messunsicherheit wurden ... Ringversuchsdaten herangezogen… Danach ist von den in Tabelle 1 genannten Messunsicherheiten auszugehen.

Tabelle 1: Vorschlag zur Angabe der Parameter-Messunsicherheit (*PU*) auf der Basis der zweifachen Vergleichsstandardabweichung aus Ringversuchen (Angaben in %)

Parameter des Anhang 2 BBodSchV	S_R (%)	*PU* in (%)
Elemente, Königswasserextrakt	10 20	20 40*
Elemente, Ammoniumnitratextrakt	15 25	30 50 für As, Pb
Cyanide	20	40
PAK_{16}	20	40
Benzo(a)pyren	25	50
Organochlorpestizide (DDT, Hexachlorcyclohexan, Hexachlorbenzol)	30	60
Pentachlorphenol	35	70
PCB_6	30	60
Dioxine und Furane	30	60

*Bei Cd-Gehalten < 1 mg/kg und Quecksilbergehalten < 0,5 mg/kg

Aktuelle FBU-Arbeiten und UBA-Projekte

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Umgang mit der Messunsicherheit bei der Überschreitung von Prüf- und Maßnahmewerten für den Vollzug der BBodSchV (FKZ: 3715 74 2990, **Laufzeit: 2015–2017**)

Die Unsicherheit eines Messergebnisses ist entscheidend für die Interpretation des Ergebnisses. Ohne eine **quantitative Angabe der Messunsicherheit** kann nicht entschieden werden, ob die Differenzen zwischen den Ergebnissen mehr als die experimentelle Variabilität widerspiegeln und ob gesetzlich geregelte Werte überschritten werden.

U.a. aufgrund der Heterogenität der Bodenproben, der Unsicherheit der Probenahme und dem unvermeidbaren zufälligen Fehler der analytischen Methoden weisen Messergebnisse von Bodenanalysen eine **hohe Spannbreite** auf – insbesondere z.B. bei Elutionsverfahren.

Im Rahmen des geplanten F+E-Vorhabens soll u.a. geklärt werden:

- Statistische Betrachtung von Wiederhol- und Vergleichsvarianz **als Funktion des Konzentrationsniveaus und der Werte der BBodSchV**;
- Einschätzung der Leistungsfähigkeit der Verfahren der BBodSchV und Umgang mit der Messunsicherheit bei der Überschreitung von Maßnahme-, Prüf- und Vorsorgewerten.

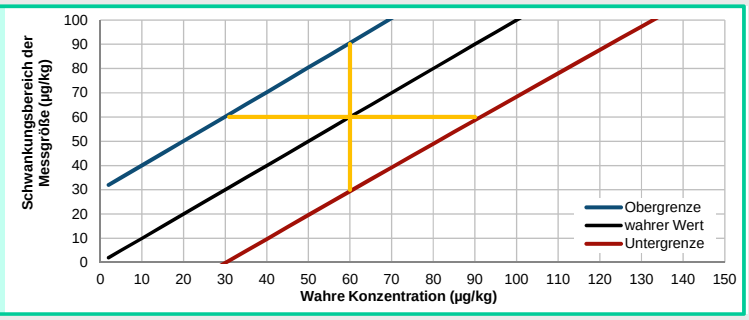
Die Durchführung des Vorhabens erfolgt in enger Zusammenarbeit mit dem Fachbeirat für Bodenuntersuchungen.

Das Problem ‚proportionaler Fehler'

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

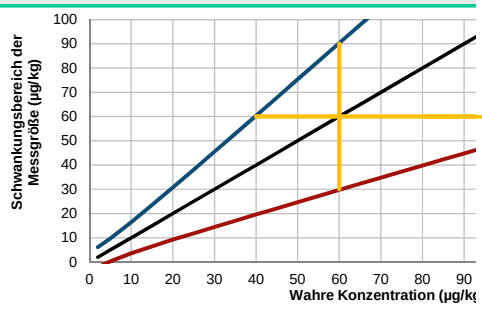
Abbildungen: Fehlerschwankungsbereich der Messgröße in Abhängigkeit von der Konzentration für zwei Szenarien mit konstantem und proportionalem Fehleranteil

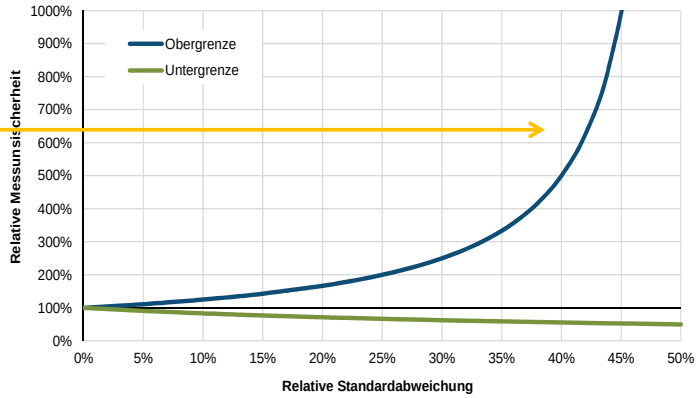
konstanter Fehleranteil dominant



Im Extremfall der Dominanz des proportionalen Fehleranteils kann sich **bei Standardabweichungen oberhalb von 50 %** die Obergrenze des Messunsicherheitsbereiches bis ins **Unendliche** erstrecken, während die Untergrenze 50 % nicht unterschreitet. … abhängig von der vorgegebenen Vertrauenswahrscheinlichkeit (Konfidenzniveau)!

proportionaler Fehleranteil dominant





Publikationen zur DIN 19527

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

FBU

Publikationen

- Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)
- Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

- Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung" (Methosa)
- Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

Boden | Landwirtschaft

Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Ziel des Vorhabens ist es, die Robustheit des Schüttelverfahrens nach E DIN 19527 mit einem Wasser-/Feststoffverhältnis von 2 l/kg für unterschiedliche Bodenarten und Bodenmaterialien zu überprüfen. Gleichzeitig soll bei diesen Untersuchungen das Stoffspektrum auf weitere prioritäre organische Kontaminanten erweitert werden. Dies stellt die Voraussetzung für die Durchführung von Ringversuchen zur Validierung der Norm DIN 19527 dar.

Reihe	Texte | 77/2013
Seitenzahl	138
Erscheinungsjahr	August 2013
Autor(en)	
Sprache	
FKZ	
Verlag	
Dateigröße	5377 KB

Die Ergebnisse fanden Eingang in:

DIN 19527:2012-08:

„Elution von Feststoffen - Schüttelverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von organischen Stoffen mit einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg"

Zentrale Frage:
Wie trennt man repoduzierbar (gut) ?

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Dazu wurde der Einfluss der Schüttel- und Zentrifugationsbedingungen nach dem „Elutionsstandardtest“ (nach E DIN 19528) untersucht:

- Schütteln 24 h im Überkopfschüttler bei 7 U/min
- Zentrifugation bei 20.000g – 0,5 h
- Nach Schütteln 15 min Absetzen, Dekantieren
- Nach Zentrifugation Druckfiltration mit Glasfasermikrofilter

https://stviu.wordpress.com/probenaufbereitung-und-aufschluss/

Variationen: (Jeweils 3-fache Versuchsdurchführung)

Schüttelfrequenz: 3 U/min, 7 U/min, 15 U/min
Schüttelzeit: 2 h, 5 h, 24 h (bei 7 U/min)
Zentrifugation: 20.000g - 0,5 h bei 3; 7; 15 U/min
2.000g - 5 h bei 7 U/min
8.000g - 72 min bei 7 U/min
14.000g - 41 min bei 7 U/min (nur BAM)
Zentrifugation: 20.000g – 30 min, 10 min, 5 min (nur IME)

Messung: **Trübung**, pH, Leitfähigkeit, DOC

Soll: < 20 FNU

‚FNU‘-Einheiten

Auf Grundlage einer Folie von: W. Berger[1], U. Kalbe[1], O. Krüger[1], D. Hennecke[2], W. Kördel[2], S. Hoffe[2]
1 BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung Berlin
2 Fraunhofer Institut für Molekularbiologie und Angewandte Oekologie (IME) Schmallenberg

FBU

DIN 19527 – Elution von Feststoffen

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)

Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen

Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen

Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung“ (Methosa)

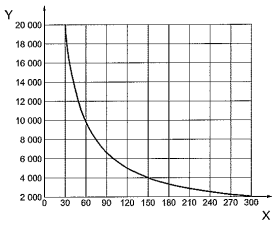
Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

Die Robustheitsuntersuchungen haben gezeigt, **dass es … möglich ist, nach E DIN 19527 reproduzierbare Ergebnisse** bei der Elution von Böden, die mit organischen Schadstoffen belastet sind, **zu erzielen**.

Bei den schwerer löslichen organischen Schadstoffen ist die **Trennung der festen von der flüssigen Phase der entscheidende Schritt der Eluatherstellung**, da diese Stoffe häufig partikulär gebunden sind.

Damit nimmt die Zentrifugation des Eluats die entscheidende Stellung ein.

Bei normgerechtem Vorgehen sind vergleichbare Ergebnisse mit Zentrifugen unterschiedlicher Beschleunigungen zu erzielen.



Legende

X Zentrifugationsdauer t in min
Y Zentrifugalkraft RCF in g

Bild A.1 — Graphische Darstellung der Zentrifugationsdauer t in Beziehung zur Zentrifugalkraft RCF für die vorstehend beschriebenen Rotormaße

DIN 19527:2012-08

Tabelle A.1 — Beispieltabelle für Rotor mit den im Berechnungsbeispiel (A.2) beschriebenen Maßen auf der Basis 20 000 g für 30 min

Rotordrehzahl n $U \cdot min^{-1}$	Zentrifugalkraft RCF g	k-Faktor	Zentrifugationsdauer t_{max} min
17 267	**20 000**	**932,2**	**30,0**
17 000	19 386	961,8	30,9
16 000	17 172	1 085,7	34,9
15 000	15 093	1 235,3	39,8
14 000	13 148	1 418,1	45,6
13 000	11 337	1 644,7	52,9
12 000	9 660	1 930,2	62,1
11 000	8 117	2 297,1	73,9
10 921	**8 000**	**2 330,5**	**75,0**
10 000	6 708	2 779,5	89,4

Die Methodensammlung ‚Methosa‘

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

- Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)
- Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

- Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung“ (Methosa)
- Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

Fachbeirat Bodenuntersuchung

FBU

Vorsitzender: Prof. Dr. mult. Dr. h. c. Konstantin Terytze

Methodensammlung

Boden-/Altlastenuntersuchung

Version 1.0

Stand: 4. Juni 2014

Inhaltsverzeichnis

Vorwort

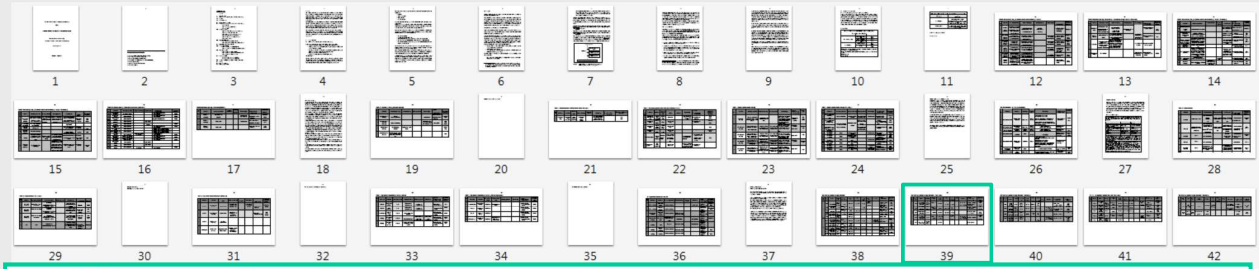
I. Allgemeiner Teil
I.1 Ziel der Methodensammlung Boden-/Altlastenuntersuchung
I.2 Begriffe
I.3 Benutzerhinweise

II. Regelwerksbezogener Teil
II.1 Probenahmeplanung, Probenahme und Probenbeschreibung
II.1.a Feststoffe
II.1.b Grundwasser, Sickerwasser
II.1.c Bodenluft
II.2 Probenvorbereitung
II.2.1 Probenkonservierung, -transport, -lagerung
II.2.2 Probenvorbereitende Techniken
II.2.3 Bestimmung grundlegender Kenngrößen
II.2.4 Mechanische Probenvorbereitung
II.2.5 Extraktions- und Aufschlussverfahren
II.2.6 Elutionsverfahren
II.3 Allgemeine Parameter
II.3.1 Allgemeine Parameter Feststoffe
II.3.2 Allgemeine Parameter Eluate/Perkolate, Wässer
II.4 Physikalische Parameter, Feststoffe
II.5 Anorganische Analytik
II.5.1 Anorganische Analytik, Feststoffe
II.5.2 Anorganische Analytik, Eluate, Perkolate, Wässer
II.6 Organische Analytik
II.6.1 Organische Analytik, Feststoff
II.6.2 Organische Analytik, Eluate, Perkolate, Wässer
II.6.3 Organische Analytik, Bodenluft
II. 7 Summenparameter
II.7.1 Summarische Parameter, chemisch
II.7.2 Summarische Parameter, biologisch
III. Angabe von Analysenergebnissen und Messunsicherheiten
IV. Anhang
IV.1 Literaturverzeichnis
IV.2 Abkürzungsverzeichnis

Hinweis: Die ‚**Methosa**‘ ersetzt die folgende FBU-Publikation aus dem Jahr 2005: "*Vergleichende Bewertung der Verfahren und Methoden des Anhangs 1 der Bundes-Bodenschutz und Altlastenverordnung (BBodSchV) mit aktuellen Fassungen*"

‚Methosa‘ = 99 Seiten mit vielen Tabellen!

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein



Tab. II. 5.1 Anorganische Analytik, Feststoffe - Fortsetzung -

Lfd. Nr.	Parameter	Verfahren	Materialtyp	Probenaufarbeitung:	Kurzbeschreibung	Anwendungsgrenze der Norm	Anwendungsgrenze im Feststoff	Leistungsgrenze	Bemerkung	a) Status b) Sollte ersetzt werden durch	Regelwerk/ Regelung (zitiert in:)
3	Blei	DIN EN ISO 11885 (04/1998) (09/2009)	Wasser, Schlamm, Sediment	Königswasserextrakt	ICP-OES	0,2 mg/l	10 mg/kg		Veralteter Stand von 1998 ist aktuell: (09/2009)	a) Referenzverfahren b) DIN ISO 22036 (06/2009)	BBodSchV FBU HBU FM-BA
	Blei	DIN EN ISO 17294-2 (02/2005)	Wasser, Schlamm, Sediment	Königswasserextrakt	ICP-MS	0,0002 mg/l	< 0,1 mg/kg			a) Referenzverfahren (siehe S. 37)	FBU HBU FM-BA
	Blei	DIN ISO 22036 (06/2009)	Boden	Königswasserextrakt	ICP-OES	< 0,01 mg/l	< 1 mg/kg			a) alternatives Referenzverfahren	FBU HBU FM-BA
	Blei	(E-) DIN ISO 11047 (06/1995) (05/2003)	Boden	Königswasserextrakt	AAS (ET-AAS und Flamme)		ET-AAS: 0,15 mg/kg FL: 15 mg/kg		Veralteter Stand von 1995 ist aktuell: (05/2003)	a) Referenzverfahren	BBodSchV FBU HBU FM-BA
	Blei	CEN/TS 16170 (07/2013)	Bioabfall, Boden, Schlamm		ICP-OES					a) siehe Seite 37	

Die Methodensammlung ‚Methosa'

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

- Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)
- Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

- Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung" (Methosa)
- Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

Fachbeirat Bodenuntersuchung

FBU

Vorsitzender: Prof. Dr. mult. Dr. h. c. Konstantin Terytze

Methodensammlung

Boden-/Altlastenuntersuchung

Version 1.0

Stand: 4. Juni 2014

Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)

BBodSchV

Ausfertigungsdatum: 12.07.1999

Vollzitat:

"Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung vom 12. Juli 1999 (BGBl. I S. 1554), die zuletzt durch Artikel 5 Absatz 31 des Gesetzes vom 24. Februar 2012 (BGBl. I S. 212) geändert worden ist"

Stand: Zuletzt geändert durch Art. 5 Abs. 31 G v. 24.2.2012 I 212

„HBU"

Bund-/Länderarbeitsgemeinschaft Bodenschutz (LABO)

Notifizierung und Kompetenznachweis von Untersuchungsstellen im bodenschutzrechtlich geregelten Umweltbereich

FACHMODUL BODEN UND ALTLASTEN

Stand 16. August 2012

„FM-BA" *

Nennung ggf. weiterer hilfreicher Methoden z.B. zu Wasseruntersuchungen / DEV-Normen / AQS-Merkblätter

* **www.labo-deutschland.de/** documents/2_Anlage_Fachmodul__Boden-Altlasten_f06.pdf

Die Methodensammlung ‚Methosa'…

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

- Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)
- Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

- Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung" (Methosa)
- Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

… stellt eine **Fortschreibung der Untersuchungsverfahren** auf Basis der BBodSchV dar. Sie berücksichtigt die fortschreitende Entwicklung der Analysenverfahren **im Rahmen der nationalen und internationalen Normungsarbeit**. Die Zusammenstellung soll im Laufe der Zeit regelmäßig aktualisiert und ergänzt werden.

Ziel der Methodensammlung Boden-/Altlastenuntersuchung:

Durch die vorliegende Methodensammlung soll eine

- ✓ zeitnahe Fortschreibung des Standes der Technik,
- ✓ Erhöhung der Effizienz durch Methodenharmonisierung,
- ✓ Reduzierung von Kosten und Zeitaufwand für die Bestimmung,
- ✓ Steigerung der Qualität von Bodenuntersuchungen,
- ✓ Verbesserung der Übersicht und der Handhabung in der Praxis

unterstützt werden.

Methosa … für die Praxis

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen

Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)

Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen

Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen

Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente

Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung" (Methosa)

Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

I.2 Begriffe

Referenzverfahren … **in der BBodSchV vorgeschriebenen Verfahren**.

Alternative Referenzverfahren sind den Referenzverfahren gleichwertig und **werden vom FBU für die Vollzugspraxis empfohlen**.

Verfahren für ‚ungeregelte' aber in der Praxis notwendige Parameter, (z. B. leichtflüchtige Verbindungen bei Feststoffuntersuchungen) die vom FBU empfohlen werden, werden entsprechend benannt: „***wird vom FBU als Referenzverfahren angesehen***".

Validierte Verfahren sind in Ringversuchen getestete Verfahren.

Gleichwertige Verfahren: Als gleichwertig gilt ein Verfahren dann, wenn es nach Auffassung des Fachbeirats Bodenuntersuchung die stofflichen Eigenschaften eines Materials in gleicher Qualität darstellt wie das entsprechende Referenzverfahren.

Methosa = ein Nachschlagewerk

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

I.3 Benutzerhinweise

Die Methoden des Anhang I der BBodSchV von 1999 sind hier als „Referenzverfahren" gekennzeichnet. Optisch wird diesem Sachverhalt durch eine **dunkelgraue Hinterlegung** der Parameter in ihren Zeilen Rechnung getragen. Zusätzlich findet sich in der Spalte „Regelwerk/Regelung, (zitiert in:)" das Kürzel „BBodSchV" als weiterer Hinweis.
Nach der durch den FBU durchgeführten vergleichenden Bewertung werden die vom FBU als gleichwertig anerkannten Verfahren als „alternatives Referenzverfahren" bezeichnet (zuletzt veröffentlich siehe [2]) und sind durch **hellgrau unterlegte Zeilen** markiert. Dabei können diese Verfahren aus folgenden Gründen vom FBU als gleichwertig anerkannt werden:

- Formale Angleichung oder Aktualisierung von Normen; vom Entwurf zur Endfassung; Übernahme einer Europäischen als Deutsche Norm;
- Angleichung oder Aktualisierung von Normen mit inhaltlichen Neuerungen / Änderungen jedoch auf gleicher Methodenbasis (z.B. Optimierungen zum Erreichen von verbesserten Nachweisgrenzen oder Verbesserung der Analysen- oder Ergebnisqualität) ohne Notwendigkeit einer erneuten Validierung;
- Bei neuen Normen auf anderer Methodenbasis (z.B. AAS, ICP) oder stark veränderten Normen erfolgte die Anerkennung auf Grundlage der Validierungsergebnisse.
- Aus einem anderen Medienbereich liegt eine vergleichbar Norm vor, die gleichwertige Ergebnisse liefert (Methodenharmonisierung zwischen den Rechtsbereichen)

Ohne farbliche Unterlegung (weiß) sind auch standardisierte leistungsstarke Analysenverfahren für weitere Parameter aufgeführt, für die in der Verordnung keine entsprechende Regelung getroffen worden ist, deren Bedeutung jedoch für einzelfallspezifische Untersuchungen gegeben ist.

Erleichterte Erkennung durch unterschiedliche Ausgrauung der Felder

!

Siehe auch Feld a) Status

Bemerkung	a) Status b) Sollte ersetzt werden durch	Regelwerk/ Regelung (zitiert in:)
Veralteter Stand von 1998 ist aktuell: (09/2009)	a) Referenzverfahren b) DIN ISO 22036 (06/2009)	BBodSchV FBU HBU FM-BA
	a) Referenzverfahren (siehe S. 37)	? FBU HBU FM-BA
	a) alternatives Referenzverfahren	FBU HBU FM-BA
Veralteter Stand von 1995 ist aktuell: (05/2003)	a) Referenzverfahren	BBodSchV FBU HBU FM-BA
	a) siehe Seite 37	

Methosa = aktuellen Stand ‚fortschrittlicher' Verfahren und Methoden

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Erläuterung zur Statusinformation des **ICP-MS-Verfahren DIN EN ISO 17294-2** aus dem Jahr 2005. Die entsprechenden Elementbestimmungen mit dieser Norm sind dunkelgrau hinterlegt und mit dem Status ‚Referenzverfahren' versehen, obwohl dies formal eigentlich nicht möglich ist. Wegen des Erscheinens der Norm erst nach der BBodSchV wird die BBodSchV nicht als Regelwerk in der letzten Spalte zitiert. Der Status ‚Referenzverfahren' ergibt sich jedoch daraus, dass in Tabelle 4 und 6 des Anhang 1 der BBodSchV beim ICP-OES-Verfahren der Klammerzusatz „ICP-MS möglich' eingefügt ist – dies wird durch die DIN EN ISO 17294-2 ausgefüllt.

Erleichterte Erkennung durch unterschiedliche Ausgrauung der Felder

!

Tab. II. 5.1 Anorganische Analytik, Feststoffe - Fortsetzung -

Lfd. Nr.	Parameter	Verfahren	Materialtyp	Probenaufarbeitung:	Kurzbeschreibung	Anwendungsgrenze der Norm	Anwendungsgrenze im Feststoff	Leistungsgrenze	Bemerkung	a) Status b) Sollte ersetzt werden durch	Regelwerk/ Regelung (zitiert in:)
3	Blei	DIN EN ISO 11885 (04/1998) (09/2009)	Wasser, Schlamm, Sediment	Königswasserextrakt	ICP-OES	0,2 mg/l	10 mg/kg		Veralteter Stand von 1998 ist aktuell: (09/2009)	a) Referenzverfahren b) DIN ISO 22036 (06/2009)	BBodSchV FBU HBU FM-BA
	Blei	DIN EN ISO 17294-2 (02/2005)	Wasser, Schlamm, Sediment	Königswasserextrakt	ICP-MS	0,0002 mg/l	< 0,1 mg/kg			a) Referenzverfahren (siehe S. 37)	FBU HBU FM-BA
	Blei	DIN ISO 22036 (06/2009)	Boden	Königswasserextrakt	ICP-OES	< 0,01 mg/l	< 1 mg/kg			a) alternatives Referenzverfahren	FBU HBU FM-BA
	Blei	(E-) DIN ISO 11047 (06/1995) (05/2003)	Boden	Königswasserextrakt	AAS (ET-AAS und Flamme)		ET-AAS: 0,15 mg/kg FL: 15 mg/kg		Veralteter Stand von 1995 ist aktuell: (05/2003)	a) Referenzverfahren	BBodSchV FBU HBU FM-BA
	Blei	CEN/TS 16170 (07/2013)	Bioabfall, Boden, Schlamm		ICP-OES					a) siehe Seite 37	

Methosa = Viele konkrete Eignungs-Hinweise!

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

In der **letzten Spalte** sind diejenigen Verfahren, die nach Auffassung des FBU belastbare Ergebnisse liefern, mit dem Kürzel ‚FBU' gekennzeichnet.
Nicht mit dem Kürzel ‚FBU' gekennzeichnete Verfahren liefern entweder **nicht belastbare Ergebnisse – dies ist dann Feld Bemerkungen dargestellt –** oder sind nicht (oder bisher nicht) vom FBU eingehend behandelt worden.

Tab.II.1a Probenahmeplanung, Probenahme und Probenbeschreibung, Feststoffe – Fortsetzung

Lfd. Nr.	Verfahren	Anwendungsbereich	Kurzbeschreibung	Leistungsgrenzen	Bemerkungen	a) Status b) Sollte ersetzt werden durch	Regelwerk/ Regelungen (zitiert in:)
18	DIN EN ISO 22475-1 (01/2007)	Erkundung und Untersuchung - Probenentnahmeverfahren und GW-Messungen - Teil 1: Techn. Grundlagen der Ausführung	Techn. Grundlagen zur Entnahme von Proben von Boden, Fels, GW; GW-Messungen	Gilt nicht zur Gewinnung von Bodenproben für landwirtschaftliche und umweltbezogene Bodenuntersuchungen.	Ersatz für DIN 4021 und DIN 4022; Hilfreiche Darstellung der Probenahmegeräte; Beschreibung der Einsatzbereiche für Bodenuntersuchungen	a) alternatives Referenzverfahren	FBU HBU FM-BA
19	AQS Merkblatt P8/4 (2002)	PN von Schwebstoffen und Sedimenten			Ggf. hilfreich		
20	DIN 4021 (10/1990)	PN Baugrund			Wurde durch DIN EN ISO 22475-1 ersetzt	a) Referenzverfahren	BBodSchV HBU FBU
21	DIN 52101 (03/1988) (06/2005)	PN Gesteinskörnungen			Alte Fassung wurde durch DIN 52101 (06/2005) ersetzt; ergänzt DIN EN 932-1 (03/1988)	a) Referenzverfahren	BBodSchV HBU
22	DIN EN 932-1 (11/1996)	PN Gesteinskörnungen aus Lieferungen, Lager und Anlagen; Verfahren zur Anwendung im Bauwesen	Entnahme von EP und/oder Bildung von SP;	Ausschließlich geeignet zur Qualitätssicherung bei der Produktionskontrolle; keine grundmengenabhängige PN	Nur zur Produktkontrolle; im Zweifelsfall Schadstoffcharakterisierung durch LAGA PN 98	a) Referenzverfahren b) LAGA PN 98 (lfd. Nr.7)	BBodSchV HBU **!**
23	DIN 18123 (11/1996) (04/2011)	PN Baugrund; KGV-Bestimmung		Zur Ermittlung der erforderlichen Probenmenge bei führt die Anwendung dieser Norm bei grobkörnigem Material zu unpraktikabel großen Mengen. Für diese Fragestellung ist LAGA PN 98 anzuwenden (lfd. Nr.7)	Alte Fassung wurde durch DIN 18123 (04/2011) ersetzt	a) Referenzverfahren	BBodSchV HBU

Nicht ‚FBU' !

Methosa = Hinweise auf Anwendungsgrenzen

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Die untere Anwendungsgrenze (UAG) ist die Bestimmungsgrenze im Anwendungsbereich. Sie gibt die kleinste quantifizierbare Konzentration oder Gehalt eines Stoffes in einer **realen Probe** an, die mit einer Analysenmethode unter Anwendung der vollständigen Arbeitsvorschrift ermittelt werden kann. Sie hängt insbesondere vom Einfluss der Stör- bzw. Begleitkomponenten (Matrix) ab.

Cyanide	3.4.1.31.4d
Datenblatt: DIN ISO 17380	

Gehalts irem eß-	HBU 3.4.1.31.4d
Untere Anwendungsgrenze: ≠	Diese Internationale Norm ist auf alle Bodenarten anwendbar, die einen Cyanidmassenanteil über 1 mg/kg, bezogen auf die Trockenmasse, ausgedrückt als Cyanidion, aufweisen. Der Arbeitsbereich des Verfahrens beträgt 2 µg/l bis 100 µg/l Cyanid.

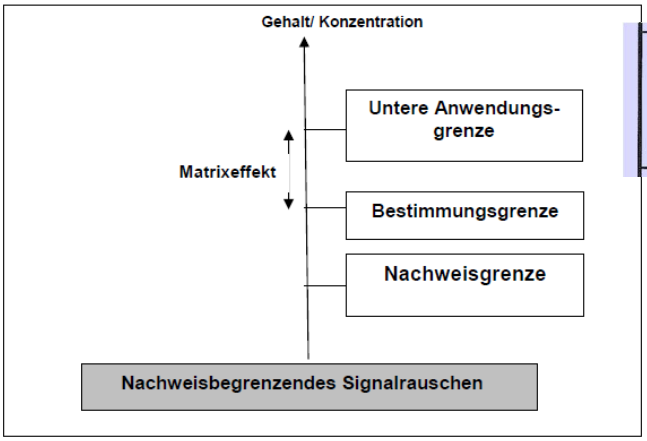


Abb. I.2-1: Graphische Erläuterung der Begrifflichkeiten Nachweisgrenze, Bestimmungsgrenze und untere Anwendungsgrenze

Begriffsproblem „UAG“ ⬍ „Anwendungs-grenze“

In Übereinstimmung mit den Tabellenübersichten des HBU bei den Elementen ist in den Tabellen eine Spalte mit ‚**Anwendungsgrenze**‘ überschrieben – in dieser Spalte werden die jeweiligen Nachweis- oder Bestimmungsgrenzen zitiert.

Methosa = Harmonisierungsempfehlungen

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

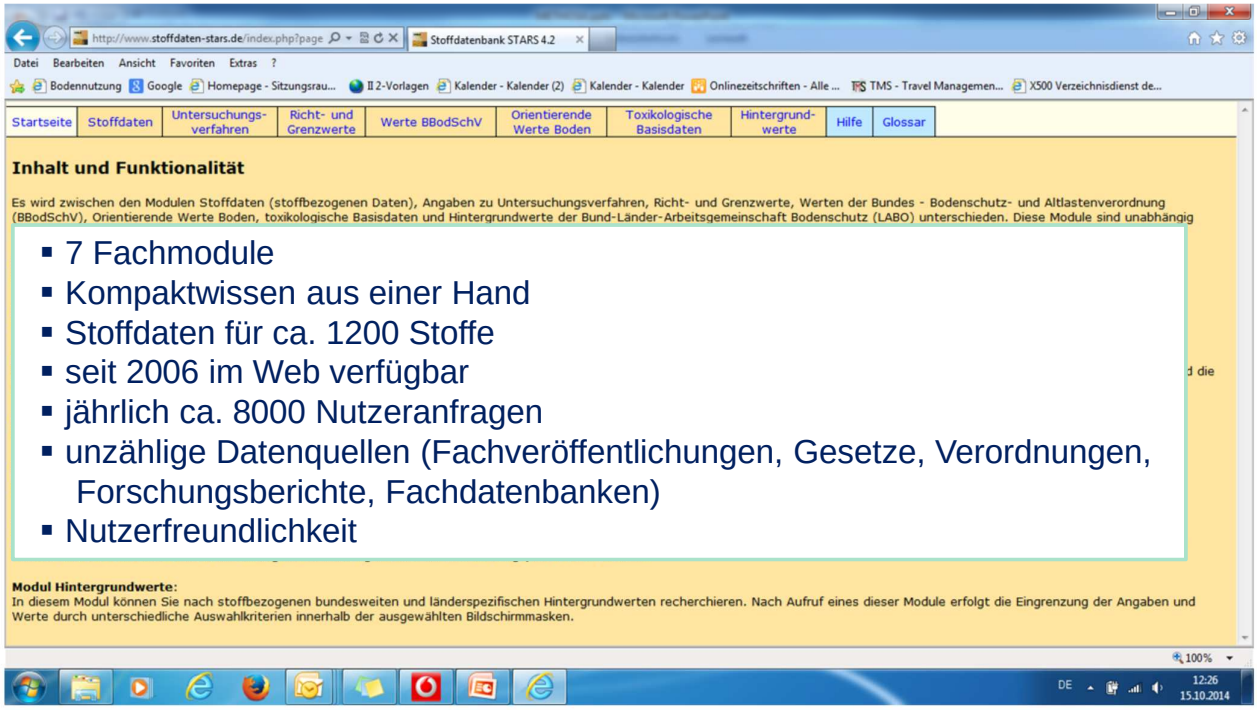
Tab. II.6.1 Organische Analytik, Feststoff - Fortsetzung -

Lfd. Nr.	Parameter	Verfahren	Material-typ	Proben-aufarbeitung	Validierung	Kurzbeschreibung zur Methode	Anwendungs-grenze	Leistungs-grenze	Bemerkung	a) Status b) Sollte ersetzt werden durch:	Regelwerk/ Regelung (zitiert in:)
6	PAK	DIN ISO 18287 (05/2006)	Klärschlamm und Sediment	Extraktion mit Aceton, Wasser, Kochsalz, Petrolether/ Schütteln	ja	GC-MS	0,01 mg/kg TM pro PAK	Keine Abtrennung von MKW beschrieben, daher Störung bei höheren MKW-Konzentrationen möglich	Extraktion: Variante A: Originalsubstanz - Aceton, Schütteln. Variante B: Originalsubstanz - Aceton, Wasser, Kochsalz, Petrolether/Schütteln	a) alternatives Referenzverfahren	FBU HBU FM-BA
	PAK	DIN 38414-21 (02/1996)	Klärschlamm/ Sediment	Gefriertrocknung und Soxletextraktion mit Cyclohexan oder Hexan	ja, aber für Klärschlamm und Sediment	Bestimmung von 6 PAK mittels HPLC-FLD	0,1 mg/kg TM für Einzelverbindungen		Es werden ausschließlich die 6 Einzelverbindungen gem. TrinkwV (alt) bestimmt. Nicht anwendbar für die Untersuchung der 16 EPA PAK. Verfahren nicht anwendbar auf belastete Proben.	b) DIN ISO 18287 (05/2006)	
	PAK	DIN 38414-23 (02/2002)	Klärschlamm und Sediment	Zwei Extraktionsvarianten 1. Originalprobe – Aceton, Wasser, Petrolether/ Schütteln 2. Gefriergetrocknete Probe - Tetrahydrofuran/Ultraschallbad	ja	Bestimmung von 15 PAK durch HPLC-FLD Hinweis: Die Bestimmung von **Acenaphthen** ist mit diesem Detektor **nicht möglich**	0,05 mg/kg TM für Einzelverbindungen		Extraktion 2 (siehe Probenaufarbeitung) kann zu Verlusten leichtflüchtiger PAK führen	b) DIN ISO 18287 (05/2006)	FM-BA

Das Fachmodul Boden-Altlasten (FM-BA) dient der Feststellung **der Kompetenz** eines Labors, Untersuchungen nach § 18 BBodSchG durchführen zu können.
Die Kompetenz kann nicht zurückgewiesen werden, wenn PAK unter Beachtung der Bemerkungen mittels HPLC-Verfahren bestimmt wird – daher Nennung im FM-BA.

Untersuchungsverfahren in der METHOSA - Vom Papier zur anwenderfreundlichen Datenbankrecherche

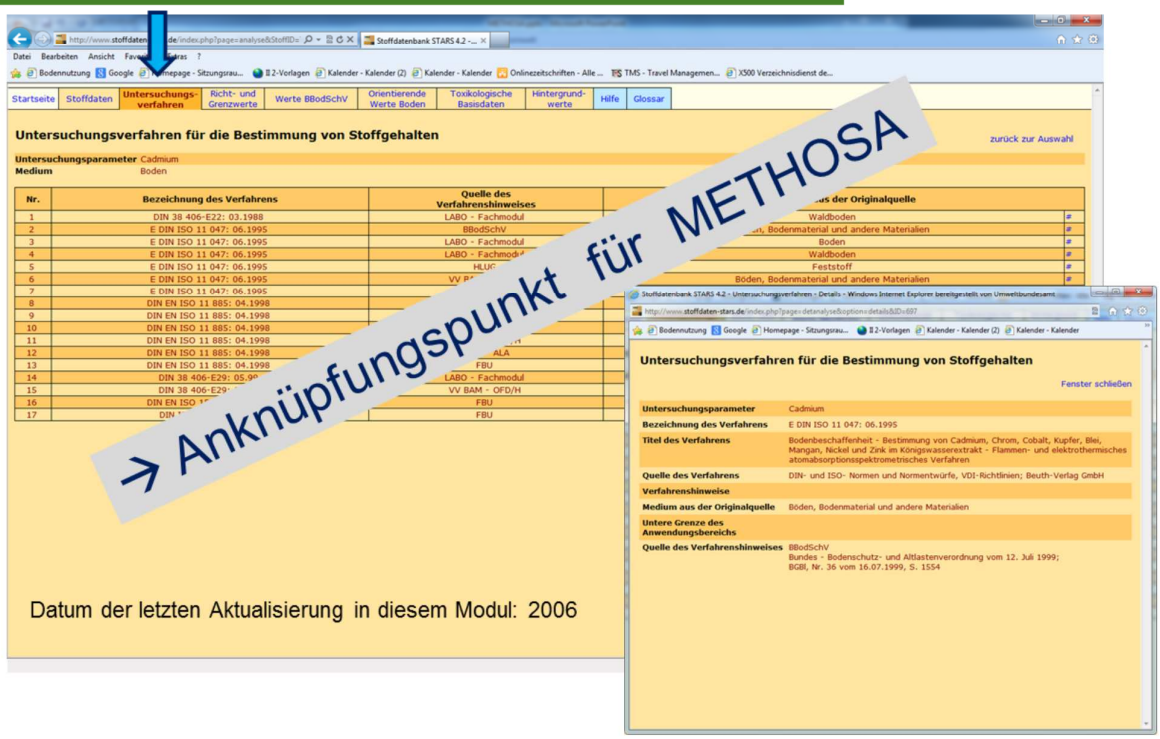
I. Was zeichnet die STARS aus + Was hat sie mit der METHOSA zu tun?



- 7 Fachmodule
- Kompaktwissen aus einer Hand
- Stoffdaten für ca. 1200 Stoffe
- seit 2006 im Web verfügbar
- jährlich ca. 8000 Nutzeranfragen
- unzählige Datenquellen (Fachveröffentlichungen, Gesetze, Verordnungen, Forschungsberichte, Fachdatenbanken)
- Nutzerfreundlichkeit

Untersuchungsverfahren in der METHOSA - Vom Papier zur anwenderfreundlichen Datenbankrecherche

I. Was zeichnet die STARS aus + Was hat sie mit der METHOSA zu tun?



Datum der letzten Aktualisierung in diesem Modul: 2006

Vom UBA wird aktuell projektiert: Eine neue Weboberfläche der STARS (UBA Design)

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Umwelt Bundesamt

Ziel: Alle bisher in der STARS abgebildeten Quellen / Untersuchungsverfahren werden durch die METHOSA ersetzt.

Module
- Stoffdaten
- Untersuchungsverfahren
- Richt- und Grenzwerte
- Bundesbodenschutz-verordnung

Untersuchungsverfahren für die Bestimmung von Stoffgehalten

Untersuchungsparameter	Cadmium
Bezeichnung des Verfahrens	E DIN ISO 11 047: 06.1995
Titel des Verfahrens	Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren
Quelle des Verfahrens	DIN- und ISO- Normen und Normentwürfe, VDI-Richtlinien; Beuth-Verlag GmbH
	Vorbehandlung: Königswasseraufschluss. Angaben sollten in mg/ kg TS bzw. µg/ kg TS erfolgen und müssen dazu über den Königswasseraufschluss umgerechnet werden.
	Feststoff
	HLUG Kurz, R.: Chemische analytische Untersuchungen von Altlasten - Laborverfahren, Version 3.0; HLUG Handbuch Altlasten, Band 3 Teil 4; Wiesbaden 2003

Filter
Medium
Boden

z.B.: Detailangaben in der neuen STARS-Testversion für PC

Umwelt Bundesamt — Umweltbundesamt Hilfe Glossar Datenschutz — Cadmium

Untersuchungsverfahren für die Bestimmung von Stoffgehalten

Tabelle drehen

Untersuchungsparameter	Cadmium
Bezeichnung des Verfahrens	DIN 38 406-E29: 05.99
Quelle des Verfahrenshinweis	Schwermetallprogramm Berlin
Medium aus der Originalquelle	Boden
Verweis	
Untersuchungsparameter	Cadmium
Bezeichnung des Verfahrens	DIN 38 406-E29: 05.99
Quelle des Verfahrenshinweis	Schwermetalluntersuchungen im Rahmen des Bodenmessprogrammes Bremen und der bodenkundlichen Landesaufnahme. Die Daten werden in den Datenbanken des Senators für Bau und Umwelt und dem Fachinformationssystem Boden im Niedersächsischen Bodeninformationssystems (NIBIS) vorgehalten.
Medium aus der Originalquelle	Böden, Bodenmaterial und andere Materialien
Verweis	
Untersuchungsparameter	Cadmium
Bezeichnung des Verfahrens	DIN EN ISO 11 885: 04.1998

Module — Filter

Erweitertes Ziel: STARS in 2016 als App für Tablett PC oder Smart-Phone

FBU Stellungnahme zur Vor-Ort-Analytik

Landesamt für Landwirtschaft, Umwelt und ländliche Räume Schleswig-Holstein

Publikationen
- Leitfaden zur Bewertung der Gleichwertigkeit von unterschiedlichen Messverfahren für anorganische und organische Schadstoffparameter im Rahmen der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)
- Messunsicherheiten bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Messunsicherheit bei chemischen Bodenuntersuchungen
- Evaluierung von Elutionsmethoden – Durchführung von Robustheitsuntersuchungen zur Validierung von E DIN 19527 für ausgewählte Böden und Bodenmaterialien mit prioritären organischen Schadstoffen

Dokumente
- Methodensammlung „Boden-/Altlastenuntersuchung" (Methosa)
- Stellungnahme des FBU zur Vor-Ort-Analytik

Fachbeirat Bodenuntersuchungen — FBU

Vorsitzender: Prof. Drs. Dr. h. c. Konstantin Terytze

Stellungnahme des FBU zum Einsatz von Verfahren der Vor-Ort-Analytik im Anwendungsbereich der Bundesbodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)

Berlin, Juni 2004

FBU — Stellungnahme des FBU zur VO-Analytik — Juni 2004

3.5 Welche Publikationen können im Sinne von Handlungsempfehlungen für VOA vom FBU empfohlen werden?

Bei kritischer Durchsicht der genannten Literatur kann der FBU im Sinne von Handlungsanleitung keine geeignete Publikation empfehlen. Keines der Papiere ist geeignet, den Durchführenden vor Ort direkt praktisch zu unterstützen. Die Publikationen sind bestenfalls geeignet, dem Anwender eine Auswahl an grundsätzlichen Verfahrensalternativen zu geben. Es mangelt allen Publikationen an einer Operationalisierung und Konkretisierung der Arbeitsabläufe mit geeigneten Auswahlkriterien für die Wahl der einzusetzenden Verfahren, Geräte und Bewertungsmaßstäbe.

… Für die Vor-Ort-Analyse-Verfahren bedarf es geeigneter Handlungsempfehlungen. Die **LABO-Arbeitshilfe Qualitätssicherung** (2002, s. www.labo-deutschland.de) ist ein erster Schritt hierzu. Die Verfahren sind – soweit die Voraussetzungen gegeben sind – zu normen.