

DIN 19659



ICS 13.030.10

Einsprüche bis 2022-01-19

Ersatz für

E DIN 19659:2018-04

Entwurf

**Untersuchung von Feststoffen –
Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle –
Rückübertragbarkeit von Messergebnissen der Prüfmerkmale im
Hinblick auf deren Ausprägung und Verteilung in der Grundmenge**

Characterization of solids –

Quality assurance and quality control –

Re-transferability of measurement results of the test characteristics with regard to their distinctness and distribution in the population

Caractérisation des solides –

Assurance et contrôle de qualité –

Rétrotransférabilité des résultats de mesure des caractéristiques de contrôle en ce qui concerne leur expression et leur distribution dans l'ensemble de base

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-11-19 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

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

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

Gesamtumfang 96 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Inhalt

	Seite
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	9
4 Qualitätssicherung auf dem Weg von der Feldprobe zur Messprobe	12
4.1 Allgemeines	12
4.2 Faktoren, die die Qualität von Messergebnissen beeinflussen können	14
4.2.1 Merkmalsverteilung in der Grundmenge	14
4.2.2 Inhomogenität der Prüfmerkmalsträger	16
4.3 Qualitätssichernde Maßnahmen in Bezug auf die Prozessschritte	21
4.3.1 Veranlassung/Fragestellung/Untersuchungsgegenstand/Untersuchungsziel/ Qualitätsziel	21
4.3.2 Untersuchungsplan	22
4.3.3 Probenahme	22
4.4 Qualitätssichernde Maßgaben für biologische Prüfverfahren (siehe auch Anhang A)	27
5 Personalqualifikation	29
6 Hinweise zur Ergebnisinterpretation	31
6.1 Begutachtung	31
6.2 Konvention zum Umgang mit probenahme- und materialbedingten Streuungen von Prüfmerkmalen bei der Darstellung von Messergebnissen	31
6.2.1 Berechnung der statistischen Streuung	32
7 Qualitätskontrolle	32
7.1 Überprüfung der Vollständigkeit, Plausibilität und Validität der Dokumentation	32
7.2 Überprüfung des Erhalts der Merkmalsverteilung	34
7.2.1 Grundsätze	34
8 Angabe von Untersuchungs-/Analyseergebnissen	37
8.1 Grundlagen zur Angabe von Analyseergebnissen	37
8.1.1 Allgemeines	37
8.1.2 Angaben zum Untersuchungs-/Analyseergebnis	37
8.1.3 Prüfbericht	37
8.1.4 Angabe von Analyseergebnissen an bzw. unterhalb der Bestimmungsgrenze	38
8.1.5 Besondere Angaben bei verschiedenen Stoffgruppen	39
8.2 Abschlussbericht	40
Anhang A (informativ) Anwendbarkeit, Nutzen und Grenzen biologischer Prüfverfahren	41
A.1 Einleitung	41
A.2 Anwendbarkeit	41
A.2.1 Verwendung biologisch gewonnener Wirkungsdaten	41
A.2.2 Festlegung des Untersuchungsgegenstandes	42
A.3 Nutzen biologischer Prüfverfahren bei der Bewertung kontaminierter Standorte (siehe DIN ISO 15799 und DIN ISO 17616)	42
A.4 Grenzen biologischer Prüfverfahren:	43
A.4.1 Grundsätzliche Überlegungen	43
Anhang B (normativ) Beurteilung der Vollständigkeit und Qualität von Prüfberichten und Gutachten (Methosa Feststoff Untersuchung V1.1 2018)	45
B.1 Allgemeines	45
B.2 Qualitätsstufen für Gutachten	45
B.3 Einflussfaktoren auf die Ergebnisse und die Bewertung	46
B.3.1 Einleitung: Veranlassung/Fragestellung/Untersuchungsziel	46
B.3.2 Vorerkundungen	46
B.3.3 Probenahmestrategie	47

B.3.4	Probenahmeplan	47
B.3.5	Probenahmeprotokoll	47
B.3.6	Laborprotokoll (Laborprobenbegleitprotokoll nach DIN 19747, Anhang A)	47
B.3.7	Stabilisierung und Lagerung von Proben	48
B.3.8	Laborprüfberichte	48
B.3.9	Bewertung der Messergebnisse	48
Anhang C (informativ)	Prüfliste zum Untersuchungsplan	53
Anhang D (informativ)	Fallbeispiel zur Beurteilung der Probenahme und -materialbedingten Streuung von Prüfmerkmalen	55
Anhang E (informativ)	Stoffgruppen, Konzentrationsangaben, Faktoren, Verhältniszahlen und toxikologische Äquivalente	57
E.1	Einheiten	57
E.2	Analytik	58
E.2.1	Quantifizierung mittels ausgewählter Indikatorkongenerer	58
E.3	Polychlorierte Biphenyle (PCB)	62
E.3.1	Allgemeines zur Stoffgruppe der PCB's	62
Anhang F (informativ)	Angabe der Ergebnisse bei der PCB-Bestimmung in Abfällen	67
F.1	PCB-Bestimmung und Gesamtgehaltsermittlung	67
F.2	Berechnungsbeispiel zur Ermittlung des Ergebnisses der PCB-Gesamtgehalte	68
Anhang G (informativ)	Angabe der Ergebnisse bei der PAK-Bestimmung von Abfällen	70
G.1	Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK)	70
Anhang H (informativ)	Zusammensetzung definierter organischer Stoffgruppen	72
H.1	Phenole	72
H.2	Chlorbenzole	72
H.3	Chlorphenole	73
H.4	HCH (Hexachlorcyclohexan)	74
H.5	PBDE	74
H.6	BTXE	74
H.7	LHKW	75
H.8	NSO-Heterocyclen	75
H.9	STV (Sprengstofftypische Verbindungen)	76
H.10	PFC (Per- und polyfluorierte Chemikalien)	77
Anhang I (informativ)	Prüflisten	78
I.1	Allgemeines	78
I.2	Prüflisten	78
I.2.1	Prüfliste 1: Dokumentation der Feststoffprobenpräparation (nach DIN 19747)	78
I.2.2	Prüfliste 2: Dokumentation der Laborprobenbearbeitung (nach DIN 19747)	79
I.2.3	Prüfliste 3: Ergänzende Angaben zur Dokumentation von Untersuchungsergebnissen	80
Anhang J (informativ)	Ausgangszustandsbericht (siehe LABO-AZB-Arbeitshilfe)	82
J.1	Allgemeines	82
J.2	Einflussfaktoren	82
J.2.1	Veranlassung/Fragestellung/Untersuchungsziel	82
J.2.2	Untersuchungsplan	82
J.2.3	Ergebnisangabe und Prüfberichterstattung	83
J.2.4	Analysentoolbox für den AZB mit Mustertabelle zur Erarbeitung einer Hausmethode	85
J.2.5	Laboranalytik	86
Literaturhinweise		93

Bilder

Bild 1 — Prozessorientierte Darstellung ergebnisprägender Arbeits- und QS-Schritte zwecks Rückübertragung von Ergebnissen auf die Prüfmerkmalsverteilung in einer zu charakterisierenden Grundmenge	13
Bild 2 — Idealisierte Materialreduzierung	18

Bild 3 — Einfluss der Aliquotierung auf die Streubreite in Abhängigkeit von der erforderlichen Analysen- oder Untersuchungsprobenmasse	20
Bild 4 — Einwaageabhängige und prüfmerkmalsbedingte Streuungen bei Elutionsversuchen	20
Bild 5 — Schritte des Merkmalstransfers (Informationstrichter)	34
Bild E.1 — Allgemeine Strukturformel der PCDD (links) und PCDF (rechts)	58
Bild E.2 — PCB	62
Bild J.1 — Ermittlung der Stoffrelevanz für den AZB	84

Tabellen

Tabelle 1 — Absolute und relative Materialreduzierung	27
Tabelle 2 — Plausibilitätsprüfung des Erfolges des Merkmalstransfers	36
Tabelle 3 — Beispiel zur Angabe des Ergebnisses bei der MKW-Bestimmung in Abfällen zur Beurteilung der Ablagerungsfähigkeit	38
Tabelle 4 — Angabe von Ergebnissen an bzw. unterhalb der Bestimmungsgrenze (BG)	39
Tabelle 5 — Summarische Ergebnisangabe bei organischen Stoffgruppen am Fallbeispiel PCB	39
Tabelle B.1 — Checkliste zur Qualitätseinstufung von Gutachten zur Bewertung von Standorten	49
Tabelle B.2 — Checkliste zur Qualitätseinstufung von Feststoffuntersuchungen	50
Tabelle D.1 — Einhaltung eines Grenzwertes von 50 für je neun Laborproben (LP) aus sieben Haufwerken mit einer Grundmenge von 500 m³ (LAGA Methosa V 3.0 2016)	55
Tabelle D.2 — Prüfergebnisse mit Kommentaren für die Fallbeispiele „Haufwerk 1 bis 7“	56
Tabelle E.1 — Gängige Faktoren und Vorsatzzeichen zur dezimalen Multiplikation von Einheiten am Beispiel der Masse	57
Tabelle E.2 — Beispiele für Verhältniszahlen und adäquate Konzentrationen	57
Tabelle E.3 — Toxizitätsäquivalente von Dioxinen, Furanen und Dioxinähnlichen PCBs (sog. Coplanare PCBs)	59
Tabelle E.4 — Dioxingehalte in unterschiedlichen Matrices mit WHO-Toxizitätsäquivalenten	60
Tabelle E.5 — Die 12 dioxinähnlichen PCBs, sowie die Faktoren der Toxizitätsäquivalente nach WHO-TEF	61
Tabelle E.6 — PCB-Bezeichnung nach Ballschmiter und ihre IUPAC-Nomenklatur	62
Tabelle E.7 — Die Ballschmiter-PCBs plus 1 (PCB 118) und ihre IUPAC-Nomenklatur	65
Tabelle F.1 — PCB-Gehalte mit c > UAWG (Beispiel)	68
Tabelle F.2 — Berechnungsbeispiel für PCB-Gehalte mit c < UAWG	69
Tabelle G.1 — Die 16 EPA-PAK mit Strukturformel und Summenformel	70
Tabelle H.1 — Phenole — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	72
Tabelle H.2 — Chlorbenzole — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	72
Tabelle H.3 — Chlorphenole — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	73
Tabelle H.4 — Hexachlorcyclohexan — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	74
Tabelle H.5 — Polybromierte Diphenylether — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	74
Tabelle H.6 — BTXE — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	74
Tabelle H.7 — LHKW — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	75
Tabelle H.8 — NSO-Heterocyclen — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	75
Tabelle H.9 — Sprengstofftypische Verbindungen — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	76
Tabelle H.10 — PFC — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	77
Tabelle J.1 — Kriterien zur Erarbeitung einer Analysentoolbox (siehe Arbeitsblatt zur Erstellung einer Analysentoolbox für den Ausgangszustandsbericht (AZB) Version 5.3 LANUV-NRW 13.08.2018)	85
Tabelle J.2 — Mustertabelle zur Erarbeitung einer Analysentoolbox für den AZB (Beispieleintragungen)	88
Tabelle J.3 — Mustertabelle zur Angabe von Qualitätskriterien zur Analyse von rgS bei Anwendung von Hausmethoden im Rahmen der Erarbeitung einer Analysentoolbox für den AZB	91

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitskreis NA 119-01-02-01-02 AK „PPM“ im Unterausschuss NA 119-01-02-01 UA „Probenahme“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung (Koordinierung ISO/TC 190; ISO/TC 275, CEN/TC 308, CEN/TC 444, CEN/SABE/ENV)“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

Aus der Untersuchung von Feststoffen gewonnene Ergebnisse sind von einer Vielzahl von Faktoren abhängig. Entscheidend für ihre Belastbarkeit ist, ob die für die einzelnen Untersuchungsziele gewonnenen Daten möglichst repräsentativ die Grundgesamtheit der zu beprobenden Feststoffe abbilden. Die sich aus der jeweiligen Fragestellung ergebende Vorgehensweise zur Datenermittlung und deren Bewertung setzt breites Fachwissen voraus. Einzelne Standards, die sich nur auf einzelne Anwendungsbereiche beschränken, können dies nicht leisten. Mit diesem Dokument werden für einen breiten Fächer von Anwendungsgebieten grundsätzliche und statistisch begründete Hinweise gegeben, die einerseits zur Sicherung der Repräsentativität der Stichprobe im Verlauf des Probenahmeprozesses beitragen und andererseits eine Qualitätskontrolle dieses Prozesses ermöglichen. Ein wichtiges Anliegen ist es, Problembewusstsein zu wecken, um sowohl bei der Ergebniserstellung als auch bei seiner Interpretation statistisch begründete Unsicherheiten ausreichend zu würdigen.

Bei diesem Dokument handelt es sich um einen zweiten Entwurf, da die Anzahl der Einsprüche zu umfangreichen Änderungen des Inhalts geführt haben.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Einleitung

Jedes Jahr wird in Deutschland eine Vielzahl von Untersuchungen an festen Abfällen, Boden und Materialien aus dem Altlastenbereich durchgeführt, die unterschiedlichen Regelungsbereichen unterliegen. So werden allein hunderte Mio. t mineralischer Abfälle (z. B. Bauabfälle, Bodenmaterial, Schlacken) beprobt, untersucht und beurteilt mit dem Ziel, sie umzulagern, zu verwerten oder zu beseitigen. Auch die Umsetzung der Industrieemissionsrichtlinie erfordert Feststoffuntersuchungen zur Bestimmung der Boden- und Untergrundbeschaffenheit, die in Ausgangszustandsberichten (AZB) langfristig zu dokumentieren sind.

Die zu bestimmenden Eigenschaften (Kenngrößen) der Feststoffe (chemische Stoffgehalte, physikalische Eigenschaften, biologische Parameter, Farben, Formen, Gefügeeigenschaften und vieles mehr) werden in diesem Dokument zusammenfassend als „Prüfmerkmale“ bezeichnet. Ihre Intensität, also die Höhe der Gehalte oder weitere Messwerte ist dann die Prüfmerkmalsausprägung (der bestimmte Stoffgehalt, die identifizierte Farbe, die Anzahl von Komponenten oder Strukturen usw.).

Diese wird bei Feststoffen maßgeblich beeinflusst von Partikeln, die verschiedene Stoffe in unterschiedlicher Menge enthalten, und sonstigen Bestandteilen (Anhaftungen an Kornoberflächen, der Feststoffmatrix fremde Bestandteile und/oder flüssigen oder gasförmigen Bestandteilen in Kornzwischenräumen usw.). Diese werden zusammenfassend und allgemein als „Merkmalsträger“ bezeichnet. Sie haben aufgrund ihrer Entstehung konkrete räumliche Ausdehnungen (z. B. Korngrößen, Porengrößen, Tropfengrößen) und sind in den Feststoffen mehr oder weniger unregelmäßig verteilt. In einer Feststoffprobe ist eine Vielzahl von Merkmalsträgern enthalten, je größer die Probe desto mehr bei gleicher Größe der Merkmalsträger, je kleiner die Merkmalsträger, desto mehr in einer Probe gleicher Größe.

Da Proben nur einen sehr kleinen Anteil der zu untersuchenden Grundgesamtheit erfassen und zudem die bis zur Messung durchzuführenden Bearbeitungsschritte in der Regel mit einer Reduktion der Materialmenge der Probe verbunden sind, ist besonders darauf zu achten, dass dabei die Merkmalsträger selbst in ihren relativen Anteilen idealerweise nicht verändert werden bzw. alternativ deren Veränderung nachvollziehbar bleibt. Nur dann kann ein Messergebnis zutreffende Informationen über die beprobte Grundgesamtheit liefern (Qualität der Rückübertragbarkeit).

Die Ergebnisse von Feststoffuntersuchungen sind daher von der Probenahmeplanung, der Art der Durchführung der Probenahme und sämtlichen Bearbeitungsschritten des Probenmaterials außerhalb und im Labor abhängig. Unterschiedliche Materialeigenschaften und -beschaffenheiten erfordern angepasste Arbeitsschritte um von der Feld- über die Labor-, Prüf- bis zur Messprobe zu gelangen und dabei möglichst wenige der in der vor Ort entnommenen Probe enthaltenen Informationen/Merkmalsträger zu verlieren. Jeder dieser Schritte ist mit systematischen und/oder zufälligen Fehlern behaftet, die chemische, physikalische oder biologische Prüfergebnisse in ihrer Aussagekraft einschränken und zu Fehlbeurteilungen führen können. Es ist deshalb sicherzustellen, dass die anzuwendenden Arbeitsschritte und Techniken über alle Prozessstufen die zu charakterisierende Grundmenge mit den bestimmenden Merkmalen möglichst unverfälscht abbilden.

Aufgrund nicht einheitlicher qualitätssichernder Anforderungen ist die Aussagekraft des erzeugten Messergebnisses oft nicht einschätzbar und das Ergebnis somit nicht belastbar. Dadurch wird eine verlässliche Beurteilung der Messwerte für eine repräsentative Charakterisierung der beprobten Grundmenge erschwert.

Dieses Dokument schließt die bislang bestehende Lücke im Hinblick auf eine übergreifende Darstellung qualitätssichernder Maßnahmen von der Probenahmeplanung/-strategie bis hin zur Messwertbeurteilung. Diese Maßnahmen sind einerseits Prozessoptimierung und andererseits lückenlose Dokumentation der entsprechenden Arbeitsschritte während des gesamten Prozesses von der Verjüngung der Feldprobe zur Laborprobe bis zur qualifizierten Validierung des Analysenergebnisses. Sie tragen zu einer größeren Aussagesicherheit für die Abbildung des Stoffinventars der Grundmenge durch den Messwert bei.

Mit Hilfe dieses Dokuments, ist die Belastbarkeit von Analysenergebnissen in Abhängigkeit von der geforderten Aussagekraft zur Charakterisierung von Grundmengen (z. B. Schüttkörper, Flächen) für Prüfberichte und Gutachten einzuschätzen.

Dieses Dokument untersetzt auch die DIN EN ISO/IEC 17025 fachlich für die Erfordernisse der Feststoffuntersuchung, um zu gewährleisten, dass die von zahlreichen Faktoren abhängende Ergebnisqualität den geforderten Qualitätsstandards gerecht wird.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument stellt sach- und handlungsübergreifend Grundlagen in der Feststoffuntersuchung bereit. Diese sind für eine Vielzahl an Aufgabenstellungen heranzuziehen. Hierzu gehören insbesondere Hinweise zum Erhalt der Merkmalsausprägung unter Berücksichtigung der Verteilung von der Feldprobe zur Analysen-/Messprobe und zur Qualitätskontrolle der Messergebnisse im Hinblick auf ihre Repräsentativität. Die Qualität dieser Ergebnisse hängt maßgeblich von der Güte des Prüfmerkmalstransfers in die entsprechende Teilmenge der Prüfprobe und zuletzt der Analysen-/Messprobe ab. Insofern ist dieses Dokument dazu geeignet, Risiken für den Erhalt von Prüfmerkmalsträgern auf dem Weg von der Probenahme bis zum Analysenergebnis zu erkennen und ggf. zu minimieren und die im Prüfbericht dargestellten Untersuchungsergebnisse auf Belastbarkeit und Aussagekraft in Abhängigkeit von der Aufgabenstellung zu prüfen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 19529:2015-12, *Elution von Feststoffen — Schüttelverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen mit einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg*

DIN 19698-1, *Untersuchung von Feststoffen — Probenahme von festen und stichfesten Materialien — Teil 1: Anleitung für die segmentorientierte Entnahme von Proben aus Haufwerken*

DIN 19747:2009-07, *Untersuchung von Feststoffen — Probenvorbehandlung, -vorbereitung und -aufarbeitung für chemische, biologische und physikalische Untersuchungen*

DIN 38402-1:2011-09, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 1: Angabe von Analysenergebnissen (A 1)*

DIN EN 12260:2003-12, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Stickstoff — Bestimmung von gebundenem Stickstoff (TN_b) nach Oxidation zu Stickstoffoxiden; Deutsche Fassung EN 12260:2003*

DIN EN ISO 10304-1:2009-07, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von gelösten Anionen mittels Flüssigkeits-Ionenchromatographie — Teil 1: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Phosphat und Sulfat (ISO 10304-1:2007); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:2009*

DIN EN ISO 11074, *Bodenbeschaffenheit — Wörterbuch*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025)*

DIN ISO 13878:1998-11, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung des Gesamt-Stickstoffs durch trockene Verbrennung (Elementaranalyse) (ISO 13878:1998)*

DIN ISO 14255:1998-11, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Nitrat-Stickstoff, Ammonium-Stickstoff und löslichem Gesamt-Stickstoff in luftgetrockneten Böden nach Extraktion mit Calciumchloridlösung (ISO 14255:1998)*

DIN ISO 18512, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung für die Lang- und Kurzzeitlagerung von Bodenproben*

BBodSchG, Gesetz zum Schutz des Bodens (Artikel 1 Gesetz zum Schutz vor schädlichen Bodenveränderungen und zur Sanierung von Altlasten (Bundes-Bodenschutzgesetz — BBodSchG))

BBodSchV, Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV)

LAGA PN 98, Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen, chemischen und biologischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Verwertung/Beseitigung von Abfällen

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN EN ISO 11074, DIN 19747 und die folgenden Begriffe.

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

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>

— DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

Analyse

Ermittlung von Einzelbestandteilen von Stoffgemischen mittels chemischer oder physikalischer Messmethoden

3.2

Analysenergebnis

Resultat der Ermittlung von Einzelbestandteilen von Stoffgemischen mittels chemischer oder physikalischer Methoden

3.3

Analysenverfahren

Summe sämtlicher detaillierter Arbeitsschritte zur Ermittlung eines Analysenergebnisses für einen definierten Analyten in einem ebenso definierten Probematerial, die unter Anwendung einer analytischen Methode vollständig vollzogen werden müssen

3.4

Beurteilungsschwelle

Übergeordneter Begriff für die jeweils vorzunehmende Beurteilung herangezogenen Wertmaßstäbe (z. B. Orientierungswerte, Grenzwerte, Prüfwerte, Maßnahmenwerte)

3.5

Ergebnisunsicherheit

Kennwert, der aus Analysen ermittelt wird und zusammen mit dem Analysenergebnis zur Kennzeichnung eines Wertebereichs für den wahren Wert der Analysenprobe dient

3.6

Fachkundiger

Person, die durch qualifizierte Ausbildung (z. B. einschlägiges Studium) oder langjährige praktische Erfahrung sowie durch eine erfolgreiche Prüfung ihre Kenntnis nachgewiesen hat

3.7

Fundamentalvariabilität

Variabilität, die sich daraus ergibt, dass ein Stoffgehalt von Partikel zu Partikel variiert und die Anzahl stoffbeladener Partikel selbst bei perfekter Durchmischung eines Materials stets zufälligen Schwankungen unterliegt

3.8

Gehalt

Oberbegriff für Anteil eines Stoffes an oder Konzentration eines Stoffes in einem Stoffgemisch

3.9

Grundgesamtheit

Der eigentliche, durch Messungen zu charakterisierende Untersuchungsgegenstand

3.10

Grundmenge

konkrete zur Untersuchung anstehende Materialmenge, die räumlich und/oder zeitlich abgrenzbar ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Im statistischen Sinn entspricht Grundmenge der Grundgesamtheit.

3.11

Gutachten

Bewertung eines Sachverhalts auf Basis relevanter Informationen wie Prüfberichten

3.12

Haufwerk

Materialaufschüttung

3.13

Konzentration

Masse des Prüfmerkmals je Masse an Feststoff

3.14

Messergebnis

Durch ein Messgerät oder eine Messeinrichtung bereitgestellte und in der vorgegebenen Form ausgegebene Information über den Wert einer Messgröße

[QUELLE: DIN 1319-1:1995-01]

3.15

Messung

Ausführen von geplanten Tätigkeiten zum quantitativen Vergleich der Messgröße mit einer Einheit

[QUELLE: DIN 1319-1:1995-01]

3.16

Messunsicherheit

Kennwert, der aus Messungen gewonnen wird und zusammen mit dem Messergebnis zur Kennzeichnung eines Wertebereiches für den wahren Wert der Messgröße dient.

Anmerkung 1 zum Begriff: Sofern Missverständnisse nicht zu erwarten sind, darf die Messunsicherheit auch kurz „Unsicherheit“ genannt werden.

[QUELLE: DIN 1319-1:1995-01]

3.17

Prüfmerkmalsverteilung

Räumliche Verteilung einer Prüfmerkmalsausprägung in der zu charakterisierenden Grundmenge

3.18

Probenahmestrategie

Vorgehensweise, nach der ein Probenahmeprogramm durchzuführen ist

[QUELLE: DIN EN ISO 11074, 4.1.27 — modifiziert]

3.19

Probenahmeplan

vorher festgelegte Vorgehensweise zur Umsetzung der Probenahmestrategie

[QUELLE: DIN EN ISO 11074, 4.1.24]

3.20

Prüfbericht

fachspezifische Zusammenstellung von Mess-/Analysenergebnissen oder Erhebungsdaten

3.21

Prüfmerkmal

biologische, chemische oder physikalische Kenngröße

3.22

Prüfparameter

Parameter, die zum Erhalt des Prüfergebnisses festgelegt werden müssen

Anmerkung 1 zum Begriff: Biologische, chemische oder physikalische Kenngrößen, die analysiert bzw. bestimmt werden.

3.23

Qualitätskontrolle

Arbeitstechniken und Maßnahmen zur Prüfung der Erfüllung der Qualitätsanforderungen

3.24

Qualitätssicherung

Arbeitstechniken und Maßnahmen zur Erfüllung der Qualitätsanforderungen

3.25

Repräsentativität

Hinreichendes Ausmaß, in welchem die Zusammensetzung der Probe die Bedingungen in der interessierenden Grundmenge wiedergibt

3.26

Rückübertragbarkeit

Projektion der Prüfmerkmalsausprägung auf eine zu charakterisierende Grundmenge durch ein Messergebnis

Anmerkung 1 zum Begriff: Setzt repräsentative Untersuchungsergebnisse voraus.

3.27

Sachkundiger

Person, die hinreichend ausgebildet, durch Kenntnisse und Erfahrung qualifiziert und mit den notwendigen Anweisungen ausgestattet ist, um sicherzustellen, dass die geforderten Verfahrensschritte korrekt ausgeführt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine entsprechende Schulung zu Inhalten von anzuwendenden Normen und Vorgehensweisen mit Nachweis/Zertifikat ist für den Sachkundigenachweis erforderlich.

[QUELLE: DIN EN 13411-4:2011-06, 3.9, modifiziert — „beauftragte“ wurde gestrichen]

3.28

Schwellenwert

konkrete Angabe einer Merkmalsausprägung, die als Beurteilungshilfe für weitere Entscheidungen dient

3.29

Standort

definierter Bereich (außer Haufwerke), der Gegenstand einer Feststoffuntersuchung ist

3.30

Unsicherheit

Maß an Validität (s.a. Messunsicherheit)

3.31

Untersuchung

Charakterisierung einer Grundmenge unter Einbeziehung aller erforderlichen Schritte, wie Probenahme, Probenvorbereitung und Analyse

3.32

Untersuchungsgegenstand

durch Fragestellung vorgegebenes Objekt der Prüfung

3.33

Untersuchungsziel

Fragestellung, die mittels der Untersuchung beantwortet werden soll

4 Qualitätssicherung auf dem Weg von der Feldprobe zur Messprobe

4.1 Allgemeines

Qualitätssicherung im Sinne dieses Dokuments ist ein Steuerungs- und Ausführungssystem mit der Zielsetzung, mögliche Fehler von der Fragestellung bis zum Prüfbericht zu erkennen und zu minimieren. Bisher war der technische Fortschritt überwiegend auf die Erhöhung der Analysenqualität beschränkt. Im Gegensatz dazu sind die Bemühungen zur Reduzierung des Gesamtfehlers von der Feld-, Labor-, Prüf- und Analysenproben bis zum Analysenergebnis vernachlässigt worden. Insbesondere diese Schritte sind mit einer fortlaufenden Reduzierung der Materialmenge durch Zerkleinerung der Prüfmerkmalsträger und der dort anhaftenden Prüfmerkmalsanteile verbunden. Dies kann zu Fehlbeurteilungen der Feststoffeigenschaften, insbesondere bei komplex zusammengesetzten Feststoffen (Abfällen, Materialien von Altstandorten) führen. Aus diesem Grund ist die Grundvoraussetzung für belastbare Charakterisierungen von Grundmengen eine möglichst unverfälschte Probenvor- und -aufbereitung der Prüfmerkmalsträger und deren anhaftenden Prüfmerkmalen für ein belastbares Untersuchungsergebnis zwingend erforderlich.

ANMERKUNG Es wird vorausgesetzt, dass die Vorgaben der DIN EN ISO/IEC 17025 eingehalten werden.

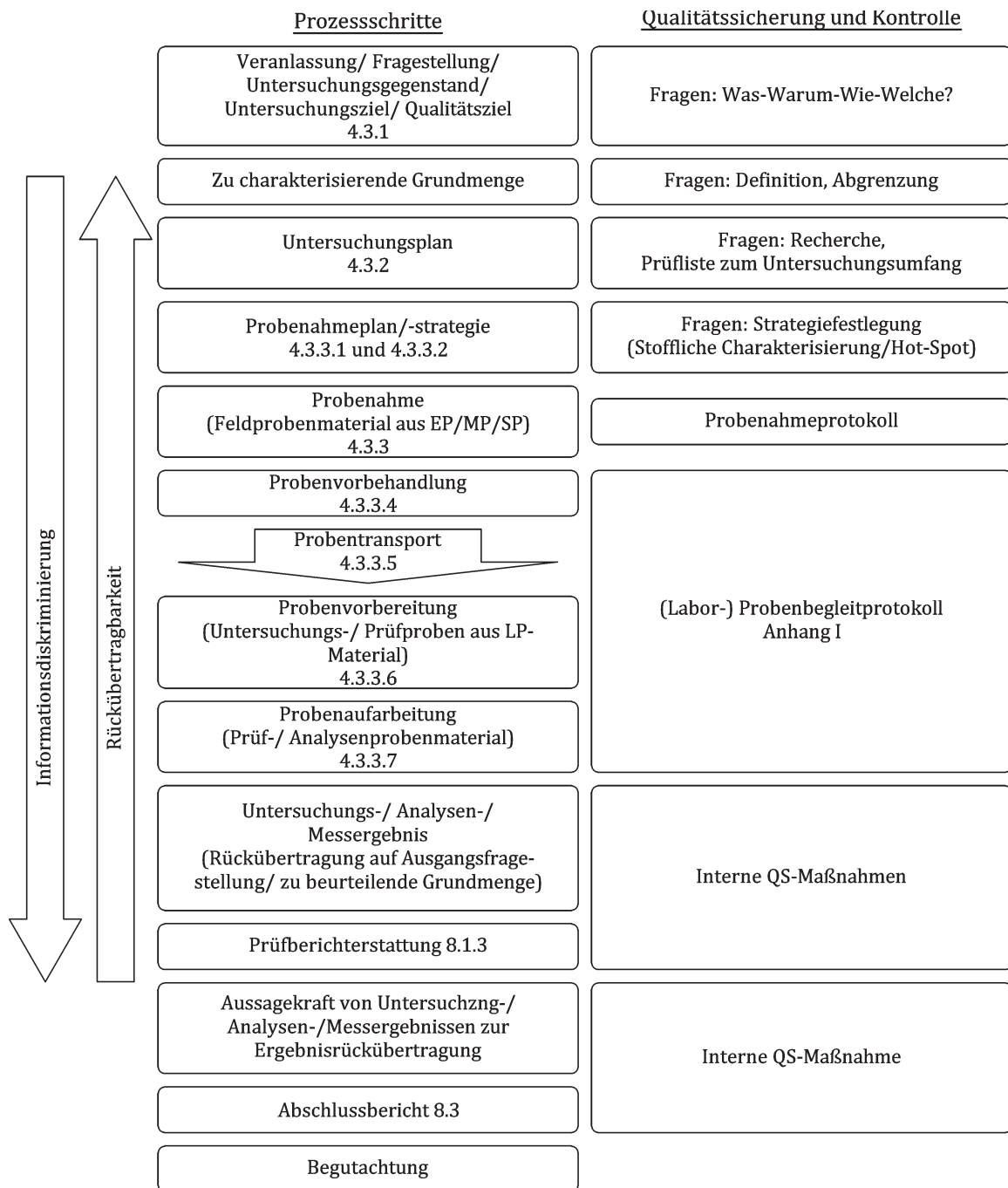


Bild 1 — Prozessorientierte Darstellung ergebnisprägender Arbeits- und QS-Schritte zwecks Rückübertragung von Ergebnissen auf die Prüfmerkmalsverteilung in einer zu charakterisierenden Grundmenge

Nur wenn die o. g. Voraussetzungen berücksichtigt, und mögliche Abweichungen dokumentiert wurden, ist eine qualifizierte Beurteilung hinsichtlich der Validität und Aussagekraft der Messergebnisse möglich, um zu einem späteren Zeitpunkt für Entscheidungen in den jeweiligen Rechtsbereichen herangezogen zu werden.

Sollen biologische Prüfverfahren (siehe Anhang A) zur Bewertung im Sinne einer grundsätzlichen Eigenschaftscharakterisierung oder einer standortspezifischen Situation eingesetzt werden, so ist grundsätzlich zu berücksichtigen, dass die individuelle Empfindlichkeit von Tier- und Pflanzengemeinschaften von Art zu Art signifikant verschieden sein kann. Idealerweise sollte daher zur ökotoxikologischen Charakterisierung eine Batterie von Tests, bestehend aus mehreren Arten unterschiedlicher taxonomischer Gruppen und/oder

Trophiestufen eingesetzt werden. Unabhängig von diesen wissenschaftlich ökologischen Überlegungen beeinflussen auch regulatorische Vorgaben (z. B. Schutzziele) die Auswahl der Testsysteme.

Der Vergleich gemessener Gehalte von Verunreinigungen in Böden (Bodensubstraten) mit Wirkungsdaten aus standortspezifischen biologischen Prüfungen (z. B. Einzelspezies Toxizitätstests, mikrobiologische Funktions-tests) liefert eine umfassende und genaue Schätzung standortspezifischer Risiken eines belasteten Bodens gegenüber bodenlebenden Organismen, weil die inhärente Toxizität der Bodenverunreinigungen unter den spezifischen, die Bioverfügbarkeit bestimmenden Standortbedingungen an relevanten Indikatororganismen dargestellt wird. Biologische Prüfungen integrieren die Wirkungen aller toxischen Kontaminanten, auch solcher, die nicht analytisch bestimmt wurden.

4.2 Faktoren, die die Qualität von Messergebnissen beeinflussen können

4.2.1 Merkmalsverteilung in der Grundmenge

4.2.1.1 Allgemeines

Ein grundsätzliches Problem aller stichprobenbasierten Untersuchungen liegt in der meist nicht vorhandenen Kenntnis der Merkmalsverteilung in der Grundmenge. Ohne Hinweise auf die Merkmalsverteilung wird die für die Repräsentativität der Messprobe unabdingbare realistische Abbildung aller im Haufwerk oder im Feld angetroffenen Verhältnisse nicht erfolgen können, da die Feldprobe möglichst alle im Gelände angetroffenen Fraktionen und Bestandteile der zu untersuchenden Grundgesamtheit in deren Zusammensetzung enthalten sollte. Diesem Anspruch zu genügen stellt allerdings häufig eher einen Idealfall dar. Vielfach ist durch die Probenahme ein Abbild der lokalen Gegebenheiten kaum möglich, da ein Vergleich von anzutreffenden Gegebenheiten z. B. durch Zweitsondierungen vielfach nicht gegeben ist. Ggf. kann ein anderes Probenahmeverfahren z. B. durch Anlegen eines Baggerschurfes erforderlich sein. Sinnvoll ist es häufig, gestuft vorzugehen und das Instrument der orientierenden Untersuchung auch zur Auswahl von Probenahmerastern zu nutzen. Im Ergebnis ist so viel wie möglich über die Merkmalsverteilung in Erfahrung zu bringen, um die notwendigen prozessualen, nachfolgend unter 4.2.2 beschriebenen Maßnahmen zu ergreifen, damit Repräsentativität und Aussagekraft der Mess-/Analysenprobe eine verlässliche Entscheidungsgrundlage bilden.

Auf industriell genutzten Flächen, Altstandorten und Altablagerungen können Schadstoffe (Prüfmerkmale) an Phasen gebunden vorliegen. Diese sind i.d.R. inhomogen verteilt, der Grad ist aber material- und parameterabhängig oftmals nicht ohne weiteres feststellbar, da sich Schadstoffbelastungen verschiedener Herkunft überlagern können. Dabei kann es sich um Leckagen aus unterschiedlichen Epochen oder um Gebäudeabbruchmaterialien handeln. Produktionsbedingte Tätigkeiten mit kontaminationsrelevanten Stoffen verursachen nur in den wenigsten Fällen flächige Verunreinigungen.

4.2.1.2 Möglichkeiten der Feststellung der Merkmalsverteilung in der Grundmenge

Die in der Praxis häufig vorzufindenden Belastungsschwerpunkte, im Verhältnis zur Größe der Gesamtfläche meist nur kleinräumige Bereiche, sind auch durch noch so vertiefte Erkundungen zur Altlasthistorie und punktuelle Untersuchungen nicht mit letzter Sicherheit zu lokalisieren. Es muss deshalb angestrebt werden, das Restrisiko durch eine geeignete Untersuchungsstrategie zu minimieren.

Zu berücksichtigende Eigenschaften und deren genaue Beschreibungen sind anhand der gültigen Kartieranleitung (KA) zu erstellen, darunter fallen z. B.:

- Horizontaufbau des Profils (Tiefe, Mächtigkeit), gewachsen/gestört bzw. innerhalb eines Haufwerkes;
- Zusammensetzung, Anteile und Verteilung des Materials (Art, Fremdmaterialien) innerhalb eines Haufwerkes/der Fläche;
- Färbung (Munsell-Farbtabelle) der Bodenhorizonte und ggf. der Fläche;
- Humusgehalt/Durchwurzelung;
- Körnung/Struktur/Stückigkeit;

— Durchlässigkeit/Verdichtung/Wassergehalt.

Durch den kombinierten Einsatz von Geophysikalischen Untersuchungsverfahren können Informationen zu den Untergrundverhältnissen ermittelt werden, dazu gehören:

- Geoelektrik;
- Georadar;
- Geomagnetik;
- Geoelektromagnetik.

Diese Verfahren liefern Hinweise zu Anomalien und können zur lokalen Festlegung von Rammkernsondierungen oder Drucksondierungen (direct push) beitragen.

Hinweise über die Schadstoffverteilung die z. B. durch die geophysikalischen Untersuchungen gefunden wurden, können durch können Verfahren der Vor-Ort-Analytik näher untersucht werden. Zu diesen gehören:

- handhaltbare mobile Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA);
- Laser induzierte breakdown Spektroskopie (LIBS);
- Nahinfrarotspektroskopie (NIR);
- Fourier Transformations-Infrarot (FTIR);
- Ramanspektroskopie (RAMAN);
- Spektroskopie (Colorimetrie) (UV-VIS);
- mobile Gaschromatographie (GC);
- Polymerase-Kettenreaktion (PCR).

Sie können zur Optimierung der Aussagekraft von Ergebnissen und zur Minimierung des Kostenaufwandes beitragen und Hinweise über die Schadstoffverteilung geben. Die Ergebnisse der angewandten Vor-Ort-Verfahren, ergänzt um die der konventionellen Laboranalytik und der biologischen Tests, können daher aussagekräftigere Erkenntnisse über die Schadstoffverteilung einer Grundmenge liefern.

4.2.1.3 Biologische Screeningverfahren

Biologische Labortests im Sinne einer biologischen Charakterisierung eignen sich nicht zum Zweck einer chemischen Charakterisierung. Das Testsystem (Organismus) wird mit Ausnahme der mikrobiellen Funktionstests der Prüfprobe hinzugefügt, gleichsam der Anwendung eines chemischen Detektionsverfahrens.

Sollen biologische Freilandhebungen z. B. zur Validierung von Laborergebnissen und darauf fußender Schlussfolgerungen durchgeführt werden, können bei völligem Fehlen von Vorwissen über eine Merkmalsverteilung solcher Merkmale wie z. B. Abundanz oder Diversität, Vorproben entnommen werden, die in der Probenzahl reduziert sind. Alternativ können unter Berücksichtigung der Zielsetzung weniger aufwändige und Geld sparende biologische Screeningverfahren wie z. B. der Köderstreifentest (Bait Lamina Test) eingesetzt werden. Hinweise zur Durchführung solcher Untersuchungen mit Verweisen auf beispielhaft herangezogene Projekte finden sich in DIN ISO 23611-6.

Wegen aktiver Meidungsreaktionen von Organismen kann das Ausmaß der Inhomogenität einer Merkmalsverteilung einen entscheidenden Einfluss für Bodenpopulationen relevanter Organismen darstellen und sollte insofern in die Beurteilung einbezogen werden.

4.2.2 Inhomogenität der Prüfmerkmalsträger

Abfälle, Boden- und Altlastenmaterialien werden durch partikelgetragene stoffliche Inhomogenitäten gekennzeichnet. Durch Entnahme großer Probenmengen mit anschließender Zerkleinerung wird eine Verbesserung der stofflichen Homogenität erreicht, was eine notwendige Voraussetzung bei der Materialverjüngung ohne Verlust von Merkmalsträgern darstellt. Ein weiteres probates Mittel ist die Erhöhung der Anzahl der Einzelproben und die Erhöhung der Probenmasse.

Bild 2 zeigt eine mögliche Schadstoffverteilung in einer zu charakterisierenden Grundmenge mit einem individuellen Verteilungsmuster der Prüfmerkmale. Zum Erhalt einer repräsentativen Merkmalsverteilung bei gleichzeitiger Materialreduzierung, d. h. auf dem Weg von der Feld- bis zur Prüfprobe, ist das Abbild dieser individuellen Stoffverteilung zu bewahren. Voraussetzung hierfür ist eine ausreichend große Materialmenge, die einen hohen Homogenisierungsgrad für die notwendigen Verjüngungsschritte zulässt.

Die Prüfprobe und damit die Repräsentativität des Messwertes soll am Ende idealisiert die Merkmalsverteilung der Grundmenge darstellen, d. h. sie entspricht in ihrer reduzierten Form qualitativ und quantitativ der Ausgangsverteilung.

- Entwurf -

Grundmenge						Feldprobe		
Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal
Cd	Cd	Cd	Cd	Cd	Cd	Cd	Cd	Cd
Cd	Cd	Pb	Pb	Cd	Cd	Cd	Cd	Pb
Pb	Cd	PAK	PAK	Cd	Pb	Pb	Cd	PAK
Pb	Pb	PAK	PAK	Pb	Pb	Pb	Pb	PAK
Pb	Pb	PAK	PAK	Pb	Pb	Pb	Pb	PAK
PAK	PAK	MKW	MKW	PAK	PAK	PAK	PAK	MKW
PAK	MKW	MKW	MKW	MKW	PAK	PAK	MKW	MKW
MKW	MKW	MKW	MKW	MKW	MKW	MKW	MKW	MKW

- a) Idealisierte Materialreduzierung von der Grundmenge zur Feldprobe unter Beibehaltung der Ausprägung der Prüfmerkmale

- Entwurf -

Feldprobe (homogenisiert)			Laborprobe (homogenisiert)		Prüfprobe
Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal	Prüf-merkmal
Cd	Cd	Cd	Cd	Cd	Cd
Cd	Cd	Cd	Cd	Cd	Cd
Pb	Pb	Pb	Pb	Pb	Pb
Pb	Pb	Pb	Pb	Pb	Pb
PAK	PAK	PAK	PAK	PAK	PAK
PAK	PAK	PAK	PAK	PAK	PAK
MKW	MKW	MKW	MKW	MKW	MKW
MKW	MKW	MKW	MKW	MKW	MKW

b) Idealisierte Materialreduzierung von der homogenisierten Feldprobe zur homogenisierten Laborprobe bis zur Prüfprobe unter Beibehaltung der Ausprägung der Prüfmerkmale

Bild 2 — Idealisierte Materialreduzierung

Eine geringe Anzahl von Prüfmerkmalsträgern in Proben führen zu großen Variationskoeffizienten ($CV = s/\bar{x}$). So bedeutet z. B. ein CV von 0,5 (50 %) bei einfacher Standardabweichung (s) und dem Mittelwert ($\bar{x}$) eine Abweichung von ± 50 % und somit eine Spannweite von 100 %. Diese Größenordnung wird in der Realität oft beobachtet. Diese Ergebnisse belegen die Problematik von Stoffcharakterisierungen und somit der Beurteilung der Grundmenge.

Bild 3 zeigt beispielhaft die Auswirkungen inhomogener Merkmalsverteilungen von Analysenprobeneinwaagen von z. B.:

- 0,1 g für die Bestimmung des Feststoff-TOC;
- 3 g zur Bestimmung der königswasserlöslichen Anteile sowie
- 20 g für die Bestimmung der org. Gesamtgehalte (MKW) und
- 100 g zur Ermittlung der mobilisierbaren Stoffanteile (Eluate)

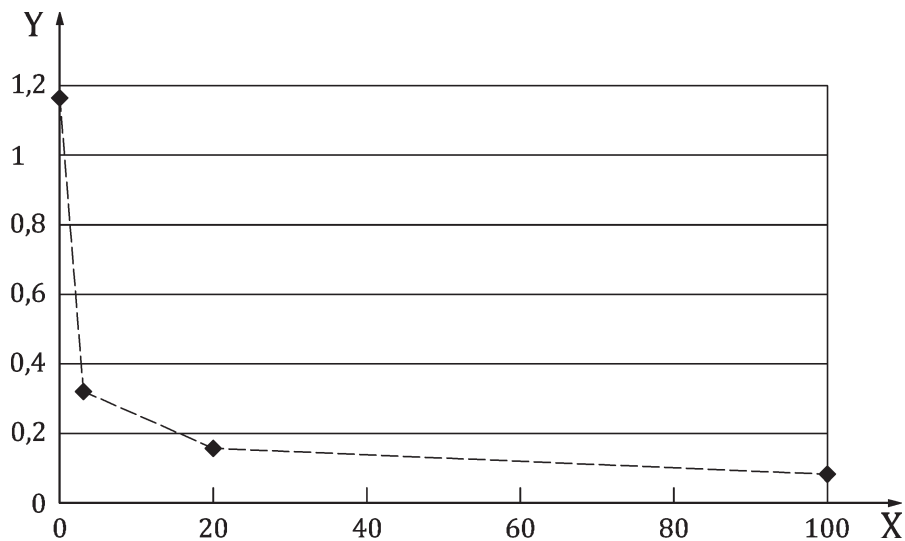
von einer Prüfprobenmasse von 400 g auf den Variationskoeffizienten des jeweiligen Merkmals.

Erfahrungsgemäß können folgende Faktoren für die Streuung verantwortlich sein:

- Inhomogenität der Verteilung des Prüfmerkmals in der Prüfprobenmasse und
- Masse der Einwaage (methodenspezifisch).

Da Reproduzierbarkeiten durch parameter-, verfahrens- und matrixabhängige Einwaagen bestimmt werden, ist erfahrungsgemäß z. B. beim Feststoff-TOC mit einem CV von größer 1 (± 100 %) zu rechnen. Bei der Einwaage zur Ermittlung der königswasserlöslichen Anteile ist mit einem CV von ca. 0,32 % (± 32 %) zu rechnen und für die typische Masse zur Bestimmung der org. Gesamtgehalte hingegen mit einem CV von 0,18 % (± 18 %). Die für Eluate gängige Probeneinwaage von 100 g ist in diesem Beispiel mit einem CV von 0,12 % (± 12 %) behaftet.

Im Ergebnis wird erkennbar, dass belastbare Ergebnisse stark von einer „robusten“ Einwaage als Mess- oder Analysenprobe abhängig sind. Wird diese „kritische Einwaage“ unterschritten, erfolgt wegen mangelnder Homogenität ein Verlust an Aussagekraft zur Beurteilung eines der Analysenwerte. Der Zustand einer idealen homogenen Merkmalsverteilung ist in der Praxis nicht erreichbar. Eine Erhöhung der Einwaage wäre hilfreich, ist aber aufgrund der anzuwendenden Methoden und Techniken vielfach nicht möglich. Um dieses zu kompensieren kann das Arbeiten mit einer höheren Anzahl an Parallelproben angezeigt sein.



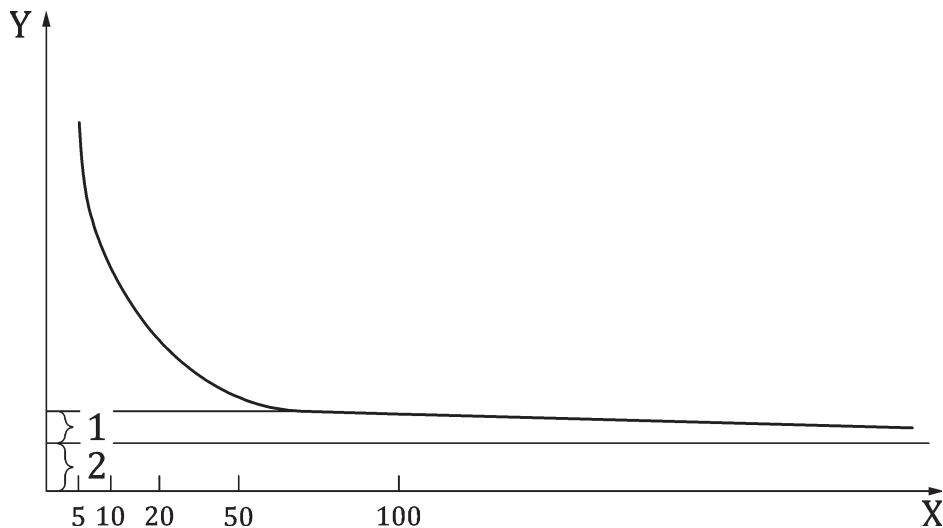
Legende

X Variationskoeffizient (CV)

Y Analysen- oder Untersuchungsprobeneinwaage, in g

Bild 3 — Einfluss der Aliquotierung auf die Streubreite in Abhängigkeit von der erforderlichen Analysen- oder Untersuchungsprobenmasse

Vergleichbare Zusammenhänge zwischen Probenmasse und Variabilität sind auch bei Elutionsversuchen zu beobachten.



Legende

Y Variationskoeffizient (CV)

X Untersuchungsprobenmasse, in g

1 Analytische Streubreite

2 Fundamentalvariabilität

Bild 4 — Einwaageabhängige und prüfmerkmalsbedingte Streuungen bei Elutionsversuchen

Bild 4 zeigt die Bedeutung unterschiedlicher Einwaagen (Untersuchungsprobenmasse) für die Reproduzierbarkeit am Beispiel von Elutionsversuchen mit gleichbleibendem Feststoff-Flüssigkeitsverhältnis. Der Verlauf des in Bild 4 dargestellten Graphen konvergiert gegen eine Grenze (2), die durch die Fundamentalvariabilität bestimmt wird. Sie resultiert daraus, dass ein Stoffgehalt von Partikel zu Partikel variiert und die Anzahl stoff-

beladener Partikel selbst bei perfekter Durchmischung eines Materials stets zufälligen Schwankungen unterliegt. Daraus resultiert ein Verteilungsmuster.

Kleine Untersuchungsprobenmassen führen erfahrungsgemäß zu einem exponentiellen Anstieg der Ergebnissunsicherheit (≤ 50 g) aufgrund des zunehmenden Einflusses der sich auswirkenden Fundamentalvariabilität.

Die dargestellten Zusammenhänge lassen in ihrer regulativen Konsequenz die Problematik erkennen, die Ansprüche aus der Verordnungs- und Gesetzgebung sowie den normativen Vorgaben mit den realen fachtechnischen Grundlagen in Einklang zu bringen. Weiterhin wird deutlich, dass sich dem Ziel, Szenarien „repräsentativ“ anhand von richtigen Analysenergebnissen zu beurteilen nur mit entsprechend großem Aufwand genähert werden kann.

4.3 Qualitätssichernde Maßnahmen in Bezug auf die Prozessschritte

4.3.1 Veranlassung/Fragestellung/Untersuchungsgegenstand/Untersuchungsziel/Qualitätsziel

Ausgehend von der Veranlassung bis zum Qualitätsziel sind grundsätzlich immer konkrete Fragestellungen zu formulieren. Hierfür ist es unerlässlich, bestehende Informationen wie allgemeine Stoffinformationen, vorliegende Messergebnisse oder Standortinformationen in die Vorbereitungen einfließen zu lassen, dazu gehört auch die Entsorgungsproblematik.

Folgende Maßgaben sind zu beachten:

- Welche Fragen sollen beantwortet werden?
- Die zu beantwortenden Fragen müssen klar formuliert sein;
- Welche Daten/Prüfmerkmale/Sachdaten/Informationen sind geeignet/werden benötigt um diese Fragen zu beantworten?
- Welche Hintergrundinformationen (aktuelle und frühere Nutzungen, z. B. Abfallhistorie) gibt es?
- Sind die benötigten Datenanforderungen klar definiert?
- Ist geklärt, ob und wie die mit den Prüf-/Messverfahren erzeugten Daten zur Beantwortung der Fragen beitragen?
- Ist der Bewertungshintergrund, in dem die Daten Verwendung finden, bekannt?
- Ist im Vorfeld die Möglichkeit schrittweiser Prüfungen in Betracht gezogen worden?
- Ist das erforderliche Qualitätsniveau der Analysen oder Tests festgelegt worden?
- Wurde im Hinblick auf die Belastbarkeit der Ergebnisse eine Entscheidungsregel entwickelt, welche Unsicherheiten aus Sicht des Entscheidungsträgers tolerabel sind
- Gibt es Regeln für Abweichungen vom Probenplan und deren Dokumentation?
- Welche Schwierigkeiten bei der Probenahme sind zu erwarten?
- Welches Maß an Aussagekraft des Untersuchungsergebnisses (Grad der Repräsentativität, Qualitätsstufe) ist erforderlich?

Wenn die Fragestellung formuliert ist, werden mit den Qualitätszielen alle Bedingungen wie Beprobungsort, Anzahl der Proben, Größe der Proben und das Ausmaß der Analysen bzw. biologischen Tests sowie Umfang und Kosten der Untersuchung festgelegt, die für die Planung und Ausarbeitung der Untersuchung benötigt werden. Hierzu gehören auch Festlegungen zum noch tolerierbaren Gesamtfehler bei regulativen Entscheidungen.

Die Festlegung der Grundmenge und des Untersuchungsziels markieren einen der wichtigsten Schritte bei der Entwicklung eines Untersuchungsplanes und sollten im Einvernehmen mit allen Beteiligten (Entscheidungs-trägern, Bewertern usw.) frühzeitig festgelegt werden. Mit dem Untersuchungsgegenstand sind weitere Festlegungen zu treffen:

- Prüfparameter (biologisch: Prüfpunkt z. B. Bodenfruchtbarkeit, chemisch: z. B. Elemente)
- Klärung welche Hintergrunddaten zum Beprobungsort, unter Berücksichtigung der Qualität bisheriger Untersuchungsergebnisse (z. B. Dokumentation, Methoden, hohe Bestimmungsgrenzen) zur Verfügung stehen und ggf. nicht erneut erhoben werden müssen;
- Beprobungsstrategie zur Optimierung der Aussage über die Stoffverteilung (z. B. Sortenreinheit);
- Abstimmung der Prüf-/Messverfahren bzw. Tests und Testorganismen zur Charakterisierung der Grundmenge zwecks Erreichung des Prüfziels;
- Lage, Umfang, Art und Eigenschaften sowie zeitlicher Verlauf der Kontamination z. B. durch Vor- ortunter-suchungen.

4.3.2 Untersuchungsplan

Der Untersuchungsplan soll die im Anhang C gelisteten Mindestinformationen enthalten. Abweichungen bei begrenzten Fragestellungen (z. B. Abfalldeklaration) sind zu begründen und zu dokumentieren.

4.3.3 Probenahme

4.3.3.1 Probenahmeplanung

Die Probenahme ist ein wesentlicher Gesichtspunkt der Qualitätssicherung im Hinblick auf die repräsentative Erfassung der Merkmalsträger. Im Probenahmeplan wird, ausgehend von der Merkmalsverteilung in der Grundmenge, die durch geeignete Vorortverfahren ermittelt wurden, die Anzahl und Verteilung der Einzelproben über die zu beurteilende Grundmenge festgelegt. Ist nach Prüfung der Eigenschaften zu erkennen, dass die zu beprobende Grundmenge aus abgrenzbaren Teilchargen besteht, die z. B. Auffälligkeiten in Größe, Form, Stoffbestand zeigen, sind diese ggf. abzutrennen und getrennt zu untersuchen. Gleiche Materialien unterschiedlicher Herkunft müssen ebenfalls getrennt charakterisiert werden.

Das Material ist im Hinblick auf die angestrebte Verwertung/Beseitigung proportional zu den vorliegenden Korngrößen-/Komponentenverteilungen/Stückgrößenbereichen zu beproben.

Im Vorfeld der Probenahme erfolgen Recherchen und Strategiefestlegungen, die u. a. die folgenden Themenkomplexe berücksichtigen:

- Anlass und Ziel der Untersuchung;
- Herkunft des zu beprobenden Materials;
- erwartetes Schadstoff-/Stoffspektrum, das auch durch Vor-Ort-Analytik weiter spezifiziert werden kann;
- örtliche und zeitliche Schwankungen in der Verteilung des Stoffbestandes (falls durch Voruntersuchung bekannt);
- zu bestimmende Parameter;
- anzuwendende Probenahmetechnik;
- erforderliche Arbeitsschutzmaßnahmen.

Die Umsetzung „vor Ort“ setzt voraus, dass Art, Umfang und Durchführung der Probenahme nach einem konkreten Plan erfolgen, der u. a. folgende Gesichtspunkte berücksichtigt:

- örtliche Gegebenheiten (z. B. freilagernde Haufwerke, Abfallströme, Anlieferung in Behältnissen oder Transportfahrzeugen, ggf. Lage von z. B. Ver-/Entsorgungsleitungen);
- für biologische und gewisse chemische Parameter ist zu berücksichtigen, dass die Feldprobe identisch mit der Labor/Prüfprobe ist;
- Homogenitäts-/Heterogenitäts-Ansprache der Grundmenge;
- Größe und Art der Grundmenge (Bestimmung des Volumens/der Masse);
- Korn-/Komponenten-/Stückgröße, Stückigkeit (Form);
- Festlegung der zu beurteilenden Grundmenge (ggf. Abtrennung von Teilchargen);
- ggf. Änderung/Ergänzung der Probenahmestrategie;
- Probenahmeverfahren;
- Methoden der Probenahme entsprechend der Strategiefestlegung (systematische, geschichtete, zufällige);
- Probenahmetechnik;
- Verpackung und Versand der Proben.

4.3.3.2 Probenahmestrategie

4.3.3.2.1 Allgemein

Es gibt zwei Hauptkategorien von Probenahmestrategien, die sich dahingehend unterscheiden, dass die einen Stichproben zufällig (probabilistisch) und die anderen nicht zufällig (nicht-probabilistisch) entnommen werden. Die Entscheidung für die gewählte Probenahmestrategie ist zu begründen.

Bei probabilistischen Strategien folgt die Stichprobenahme den Regeln statistischer Theorien und der Anwendung des Zufallsprinzips (Randomisierung). Bei nicht-probabilistischen Probenahmestrategien werden die Stichproben nach Expertenwissen über den Standort oder nach Fach- und Sachkunde ausgewählt. Für die genauere Differenzierung von Probenahmestrategien siehe DIN ISO 18400-104. Nicht-probabilistische Stichprobenahmen können weniger kostenintensiv und effizienter sein und ebenfalls verwertbare Daten liefern. Im Vergleich zu probabilistischen Strategien hängen sie jedoch in hohem Maße vom Fachwissen ab, bieten keine Möglichkeit zur Bestimmung der Genauigkeit der Schätzung der Parameter, und die erfassten Parameter können nicht statistisch interpretiert werden. Im Gegenzug sind probabilistische Strategien schwieriger in der Ausführung und erfordern häufig die Einbindung statistischen Sachverständes, liefern aber Einschätzungen der Datenunsicherheit und es können Kriterien der schließenden Statistik (z. B. Konfidenzgrenzen) festgelegt werden.

Die Wahl der Probenahmestrategie sollte die nachfolgenden Faktoren berücksichtigen:

- das Untersuchungsziel;
- die Standortbedingungen (z. B. Nutzung, Flurabstand, Zugänglichkeit);
- die Probenahmeverfahren;
- pragmatische Überlegungen (z. B. Belastbarkeit, Zeitrahmen, Kosten).

ANMERKUNG Untersuchungsstrategie und breite stoffliche Variabilität in der Materialzusammensetzung bedingen, dass bereits zur Herstellung der Feldprobe Behandlungsschritte wie das Sortieren, Klassieren und Zerkleinern zum Einsatz kommen. Als Grundsatz gilt, dass Veränderungen am „Grundmengenmaterial“ auf das nötigste beschränkt bleiben, d. h. die Probe mit ihrer darin enthaltenen Merkmalsverteilung möglichst unverändert zur Laborprobe überführt wird. Entscheidend dafür sind Kenntnisse zu wichtigen Einflussgrößen, zum Erkennen und Erhalt der Merkmalsverteilung und wie deren Überprüfung sichergestellt werden kann.

Werden während dieser Behandlungsschritte signifikante Auffälligkeiten innerhalb einer Grundmenge erkannt, sind die entsprechenden Teilchargen zu separieren und getrennt zu beproben. Mischproben über die gesamte Grundmenge sind in diesem Fall unzulässig.

4.3.3.2.2 Probenahmestrategie für Haufwerke

Üblicherweise bestehen Haufwerke aus einer Vielzahl von Einzelkomponenten (diskrete Merkmale z. B. Holz-, Metall-, Kunststoff- und/oder mineralischen Anteile). Trotz der stofflichen Heterogenität des Materials wird die Gesamtheit aller Anteile als Grundmenge definiert. Die Probenahme erfolgt hier aus pragmatischen Gründen nicht durch die Entnahme einzelner Komponenten zwecks Gewinnung von sortenreinem Feldprobenmaterial. Diskrete Merkmale sind innerhalb des Segments nicht auszuwählen. Zur Beprobung wird daher auch eine Stelle innerhalb des Segments herangezogen. Für die Durchführung biologischer Tests wird das biologisch zu charakterisierende Material (z. B. abgeschobenes Substrat) als Grundmenge angesehen.

4.3.3.2.3 Probenahmestrategie für Flächen (Standorte)

Für die Durchführung von Tests (auch biologischer) wird die zu charakterisierende Fläche als Grundmenge angesehen.

Von Bedeutung für die Probenahmestrategien von Flächen sind:

— Zufällige Entnahme von Stichproben (probabilistisch):

Probabilistische Beprobungen eignen sich in Fällen, in denen bekannt ist, dass alle Faktoren, die z. B. die Bodentoxizität beeinflussen können, zufällig über den Standort verteilt sind. Falls hierüber Zweifel bestehen, sollte eine andere Strategie gewählt werden. Bei einer einfachen probabilistischen Beprobung hat jede mögliche Probe am Beprobungsort die gleiche Wahrscheinlichkeit gezogen zu werden.

Zu den probabilistischen Beprobungen gehört die Unterkategorie der geschichteten (stratifizierten) Zufallsstichprobenahme, und dabei werden die Proben innerhalb einer Schicht (Stratum) zufällig gezogen. Bei Bodenbeprobungen könnte z. B. nach Textur, Schichttiefe und Bodenhorizont stratifiziert werden.

ANMERKUNG Stratifizierung meint die statistische Differenzierung einer Grundmenge und nicht die bodenkundliche Einteilung von Bodenschichten.

— Entnahme von systematischen Stichproben:

Bei systematischen Beprobungen wird eine Beprobungsstelle zufällig bestimmt und die weiteren Probenahmen folgen einem zuvor definierten Intervall. Typisches Beispiel ist eine Diagonale. Eine systematische Rasterbeprobung ist dann zu empfehlen, wenn die Beprobungsfläche als heterogen gilt und wenig Hintergrundwissen zu Verfügung steht, eine Abgrenzung von Merkmalen gewünscht wird und zu beantworten ist, wie die Merkmale über die Fläche variieren.

— Entnahme von nicht-probabilistischen Proben:

Bei nicht-probabilistischen Probenahmestrategien werden die Stichproben nach Expertenwissen über den Standort ausgewählt. Dies können Proben mit besonders hohen (Hot-Spots), mit geringen oder aber auch mit wahrscheinlich durchschnittlichen Werten sein.

4.3.3.2.4 Probenahmestrategie für Hot-Spots

Hot-Spots definieren sich durch punktuell oder sektoriell auftretende Komponenten (z. B. Bahnschwellen, Teerbrocken, TNT-Brocken, fette Schmierstoffe) oder Komponenten erhöhter Merkmalskonzentration, aus deren Zusammensetzung sich die parameterspezifischen Erfordernisse ergeben. Da das Antreffen von Hot-Spots manchmal erst bei der Probenahme festgestellt werden kann, sind sie als fakultativ in die Festlegung der Qualitätsziele miteinzubeziehen. Die Probenahmestrategie muss entsprechend flexibel in Verbindung mit den Möglichkeiten der „vor-Ort-Analytik“ ausgestaltet werden (siehe 5.4.2) und sollte ggf. eine Stratifizierung einbeziehen. Parameter- und materialspezifische Belange gilt es in die Planungen mit einzubeziehen. Für weitere Hinweise zur Hot-Spot-Beprobung siehe DIN 19698-5.

4.3.3.3 Probentypen

Typische Probentypen sind: Einzel-, Misch- und Sammelproben. Bei der Probenahme sind die in Regelwerken (z. B. DIN ISO 18400-102, DIN 19698-1) gemachten Vorgaben einzuhalten. Aus regulatorischer Sicht besteht bei Mischproben die Gefahr eines weniger konservativen Bewertungsansatzes.

Mischproben liefern den Mittelwert aus mindestens vier Einzelproben, um der kombinatorischen Parameter- und Materialvielfalt Rechnung zu tragen. Sie eignen sich besonders dort gut, wo der Mittelwert der Grundmenge für die Bewertung relevant ist (z. B. Deponierung, Recyclingmaterialien, Wiedereinbau).

Sie eignen sich nicht für:

- die Abschätzung der Streuung eines Messwertes (z. B. Toxizität);
- die Bestimmung des Einflusses von Matrixparametern auf die Merkmalsausprägung;
- ungestörte Proben für Tests (z. B. Mikrokosmosstudien);
- die Erkennung von Extremwerten, diese bleiben unerkannt.

Bei heterogener Materialzusammensetzung trägt die Erhöhung der Anzahl der Einzelproben pro Mischprobe nicht zur Verbesserung der Aussagekraft über die Streubreite der stofflichen Zusammensetzung der Grundmenge bei. Diese kann nur durch eine Erhöhung der Anzahl der Mischproben erfolgen, ansonsten führt dies ausschließlich zu einer Nivellierung der Stoffgehalte in der Mischprobe.

Bei Hinweisen auf kleinräumige Konzentrationsschwerpunkte mit relevanten Stoffgehalten müssen diese bei der Probenahme entsprechend berücksichtigt werden (siehe DIN 19698-5) z. B. durch die Untersuchung von zusätzlichen Einzelproben. Die Mischprobenbildung kann zu einer unzulässigen Nivellierung von Schadstoffbelastungen und somit zu einer Fehlbeurteilung führen.

4.3.3.4 Probenvorbehandlung

Die Probenvorbehandlung im Feld bildet einen wesentlichen Schritt der Qualitätssicherung nach DIN 19747 auf dem Weg von der Feld- über die Labor- bis zur Prüf- bzw. Messprobe. Für biologisch terrestrische Untersuchungen sind die Vorgaben der spezifischen Prüfverfahren einzuhalten.

Bei der Feldprobenahme und allen weiteren Probenpräparationsschritten ist das Erkennen und ggf. Separieren von Fremdanteilen bedeutsam um die Homogenität des Probenmaterials zu optimieren und damit die Streuung des Messergebnisses zu reduzieren. In Abhängigkeit von der Zielfragestellung können Fremdanteile z. B. sein: auffällige Materialien, Fraktionen außerhalb der Körnungsspektrums. Ziel ist es, die Ergebnisunsicherheit zu reduzieren und die Ergebnisvariabilität zu verringern.

Das Feldprobenmaterial stellt die Teilmenge der Grundmenge dar, die in Form einer oder mehrerer Probe(n) entstanden ist. Bei der Probenvorbehandlung werden große Mengen des Feldprobenmaterials reduziert. Eine heterogene Materialzusammensetzung erschwert den erforderlichen Erhalt der Merkmalsverteilung. Dem ist durch Herstellung von sortenreinen Feldprobenmaterial entgegen zu wirken, wobei bereits hier die Notwendigkeit der Bildung von Rückstellproben (RSP) zu überprüfen ist.

Diese spezifischen Schritte bedürfen zwingend einer sorgfältigen schriftlichen Dokumentation (siehe I.2.1).

4.3.3.5 Transport, Lagerung und Rückstellung

Im Stadium der Probenvorbereitung ist die Rückstellung von Probenmaterialien am sinnvollsten, da durch Probenvorbehandlung und -vorbereitung ein hoher Homogenisierungsgrad erreicht wurde. In Abhängigkeit von der Fragestellung ist eine Rückstellung auch zu einem früheren Zeitpunkt möglich. Eine besondere Bedeutung kommt der Probenlagerung zu, da i. d. R. davon auszugehen ist, dass das Prüfprobenmaterial nicht ohne Zwischenlagerung analysiert wird. Von entscheidender Bedeutung sind die Probenlagerungsbedingungen für Rückstellproben, da neben der Lagerungsdauer die Art des Materials (getrocknet/ungetrocknet) und die interessierenden Parameter sowie die zu verwendenden Gefäßmaterialien zu berücksichtigen sind (siehe auch DIN 19747).

Im Hinblick auf mikrobiologische Prüfverfahren sind Einschränkungen der Lagerungsbedingungen frühzeitig bei der Durchführungsplanung zu berücksichtigen. Die Lagerungsbedingungen sind so zu gestalten, dass Materialveränderungen so gering wie möglich gehalten werden, um eine Verfälschung ökotoxikologischer und anderer Parameter zu vermeiden.

ANMERKUNG Bei mikrobiell aktiven Materialien müssen darüber hinaus besondere Vorsichtsmaßnahmen ergriffen werden, da verwendete Behälter durch Gasentstehung unter Überdruck geraten und Explosionen zur Folge haben können.

4.3.3.6 Probenvorbereitung

Die Laborprobe entstammt der Feldprobe. Zur Abtrennung von Fremdbestandteilen ist eine matrixspezifische Vorsiebung und ggf. eine Separierung zur Gewinnung von sortenreinem Material geboten. Dieses führt dann zur Bildung von Fraktionen, die jeweils eigene Rückstellproben erfordern. In der Regel liefern die Schritte der Probenvorbereitung ein sortenreines Material aus dem bei der weiteren Probenpräparation (siehe Probenaufarbeitung, DIN 19747) Prüfprobenmaterial für die Analytik generiert wird.

Führt die Probenvorbereitung zur Aufteilung des Probenmaterials in Matrixanteile und Fraktionen, sind zwingend alle der weiteren Untersuchung zu zuführen, um eine Rückübertragbarkeit von Messergebnissen auf die Grundmenge zu gewährleisten. Ein häufiger Fehler ist das Verwerfen von Matrixanteilen und Fraktionen (z. B. durch Siebschnitt separierte Korngrößen, die ohne weitere Zerkleinerung nicht als Laborprobe verarbeitbar sind). Sind im Anschluss biologische Prüfverfahren vorgesehen, sind einschränkend die Anforderungen des jeweiligen Prüfsubstrates zu berücksichtigen.

Diese spezifischen Schritte bedürfen zwingend einer sorgfältigen schriftlichen Dokumentation.

ANMERKUNG Werden im Labor Einzelproben homogenisiert und daraus Unterproben für Wiederholungen gebildet, lassen sich bei nur einer Probe je Standort keine Rückschlüsse auf die Variabilität der Messgröße am Standort ziehen. Statistische Vergleiche zwischen den Belastungen unterschiedlicher Standorte sind daher nicht möglich. Es ist daher günstiger, mehrere Einzelproben zu nehmen und diese als echte Wiederholung beispielsweise für einen biologischen Test heranzuziehen.

4.3.3.7 Probenaufarbeitung

In der Regel ist eine Prüfprobenmasse von 400 g für das gängige Ensemble der zu analysierenden chemischen Parameter und die Rückstellprobe ausreichend (siehe 4.2.2). Bei Einbindung biologischer Prüfverfahren kann die Mindestprüfprobenmasse jedoch deutlich höher liegen (siehe 4.3.3.4).

Die Aufarbeitung des Laborprobenmaterials, d. h. die Herstellung von Prüfprobenmaterial durch Zerkleinerung und Kontrollsiebung auf eine Endfeinheit von $< 250 \mu\text{m}$ (siehe DIN 19747), ist von maßgeblicher Bedeutung für die Qualität des Analysenergebnisses. Die Belastbarkeit des Ergebnisses hängt hier wesentlich von der Gesamtmasse des aufgearbeiteten Prüfprobenmaterials ab.

Die Qualität mechanischer Probenteilungen hängt maßgeblich von der Anzahl und Größe der Teilungsschritte ab. Als Beispiel ist die Teilprobenbildung mittels Rotationsteiler (ROT) und Riffelteiler (RT) genannt. Tabelle 1 zeigt die absolute und relative Materialreduzierung beider Teilungstechniken. Angesichts der unterschiedli-

chen Effektivität der in Tabelle 1 dargestellten Materialreduzierungsverfahren ist die Homogenität des Probenmaterials im Hinblick auf den Erhalt der Merkmalsverteilung ausschlaggebend. Untersuchungen zeigen [siehe Bund/Länderarbeitsgemeinschaft Abfall: LFP Vorhaben L1.12 und L1.13], dass in komplex zusammengesetzten Matrices dieses zu Verlusten von bis zu 45 % von einzelnen Prüfmerkmalsträgern führen kann. Erfahrungsgemäß liefert die Anwendung des RT bei Materialien < 250 µm Ergebnisse mit geringerer Streuung. Ein Unterschreiten von einer Analysen-/Untersuchungsprobenmasse von 50 g führt erfahrungsgemäß zu einem exponentiellen Anstieg der Ergebnisunsicherheit (siehe Bild 4) unabhängig von der angewendeten Teilungstechnik.

Tabelle 1 — Absolute und relative Materialreduzierung

Teilungsschritt Nr.	RT g	%	ROT g	%
0	2 000	—	2 000	—
1	1 000	50	250	12,5
2	500	25	31,3	1,5
3	250	12,5	3,91	0,2

Die Schritte der Probenaufarbeitung und die generierten Prüfprobenmassen sind nach DIN 19747, Anhang A zu dokumentieren.

4.4 Qualitätssichernde Maßgaben für biologische Prüfverfahren (siehe auch Anhang A)

Erfordert der Untersuchungsplan die Einbindung biologischer Prüfverfahren, dann sollten für jeden durchzuführenden biologischen Test bestimmte Maßgaben beachtet werden. Die Möglichkeit Schrittweiser Prüfungen sollte ins Auge gefasst werden und das erforderliche Qualitätsniveau der Tests sollte festgelegt werden bevor Tests durchgeführt werden, und die zu beantwortenden Fragen müssen klar formuliert sein.

ANMERKUNG Die Maßgaben im Hinblick auf alle prozessualen Schritte von der Feldprobe bis zum Mess-/Zählwert des biologischen Prüfparameters decken sich weitgehend mit den bereits beschriebenen Maßgaben zur Beschreibung von Prüfmerkmalen mittels chemisch-physikalischer Prüfverfahren, werden aber unter Berücksichtigung der Besonderheiten dieses Prüfbereiches nachfolgend zusammengefasst.

Folgende Maßgaben sind zu beachten:

- die für die Beantwortung der Fragen benötigten Daten müssen bekannt sein,
- es sollte ein gründliches Verständnis darüber vorliegen wie die mit den Prüfverfahren erzeugten Daten zur Beantwortung der Fragen beitragen,
- der Bewertungshintergrund, in dem die Daten Verwendung finden, sollte bekannt sein.

Die Festlegung des Untersuchungsgegenstandes und der Zielsetzung markieren einen der wichtigsten Schritte bei der Entwicklung eines Untersuchungsplanes, der biologische Prüfungen einbezieht. Zur Festlegung der Untersuchungsgegenstände müssen zwei kritische Fragen gestellt werden:

- Welche Fragen sollen beantwortet werden?
- Welche Daten werden benötigt, um diese Fragen zu beantworten?

Es ist ratsam, die Untersuchungsgegenstände im Einvernehmen mit allen Beteiligten (Entscheidungsträgern, Bewertern usw.) frühzeitig festzulegen. Die Beantwortung dieser Fragen verhilft dazu:

- die richtigen Tests und Testorganismen zur Erreichung des Prüfziels zu wählen;

- die richtige Beprobungsstrategie zur Optimierung der Datennutzung und -interpretation festzulegen;
- sich darüber klar zu werden, welche Hintergrunddaten zum Beprobungsort bereits zur Verfügung stehen und nicht erneut erhoben werden müssen;
- ergänzende Informationen zu identifizieren, die für die Dateninterpretation benötigt werden; und das Kosten-Nutzenverhältnis zu optimieren.

Die Festlegung der Untersuchungsgegenstände sollte von der Festlegung von Prüfendpunkten und Messendpunkten begleitet werden. Prüfendpunkte (z. B. Bodenfruchtbarkeit) werden durch Schutzziele definiert. Messendpunkte zeigen durch die jeweilige Ausprägung des Merkmals den Einfluss des Untersuchungsgegenstandes auf den Prüfendpunkt (Bodenfruchtbarkeit kann durch Prüfparameter mikrobieller Art wie N- und C-Transformation oder faunistische Parameter wie Fraßaktivität oder durch pflanzliches Wachstum, Ertrag bestimmt werden).

Beispiele biologischer Prüfziele:

- Ableitung von Schwellenwertkonzentrationen,
- Identifizierung des am meisten gefährdeten biologischen Rezeptors,
- Charakterisierung der toxischen Eigenschaften,
- Bewertung von Sanierungsmaßnahmen,
- Bereitstellung von Langzeitmonitoringdaten.

Die Probennahmestrategien werden wie bereits unter 4.3.3.2 erläutert in die zwei Hauptkategorien der probabilistischen und nicht-probabilistischen Probenahme unterschieden und bedingen die erwähnten statistischen Konsequenzen. Die Wahl der Strategie hängt von verschiedenen Faktoren ab:

- von der Art und Weise des zu beprobenden Standortes;
- welche Folgerungen aus den erhobenen Daten gezogen werden sollen;
- von pragmatischen Überlegungen wie Kosten, Standortzugänglichkeit usw.

Der Untersuchungsplan beinhaltet Hinweise auf die Methoden und Strategien der Probenahme und die Verfahren, die notwendig sind, um allen Qualitätsanforderungen zu genügen.

Mit den Qualitätszielen werden alle Bedingungen festgelegt, die für die Planung und Ausarbeitung einer Studie benötigt werden. Hierzu gehören Festlegungen zum noch tolerierbaren Stichprobenfehler oder zum duldbaren Gesamtfehler bei regulativen Entscheidungen. Qualitätsziele können qualitativer Art sein (z. B. wie zu verfahren ist, wenn am vorgegebenen Probenort nicht beprobt werden kann) oder quantitativer Art (z. B. gewünschte höchste Standardabweichung des Messwertes). Die Festlegung solcher Qualitätsziele bestimmt mit Beprobungsort, Anzahl der Proben, Größe der Proben und dem Ausmaß der biologischen Tests, Umfang und Kosten der Untersuchung.

Bei der Festlegung der Qualitätsziele gelten folgende grundsätzliche Schritte:

- Benennung der Fragestellung;
- Klärung der zu treffenden Entscheidung;
- Klärung der dafür benötigten Grundlagen;
- Abgrenzung der Untersuchung;

- Entwicklung einer Entscheidungsregel;
- Entwicklung von Unsicherheitsgrenzen;
- Optimierung der Datenerhebung.

Zu berücksichtigen bei der Entwicklung der Qualitätsziele sind ferner:

- die zur Verfügung stehende Zeit;
- Finanzrahmen;
- Standortzugänglichkeit;
- Klima, Wetter;
- Aktivitäten am Standort (Menschen, Umwelt);
- Verfügbarkeit von Hintergrunddaten;
- zu treffende Entscheidungen;
- Entscheidungsgrundlagen;
- aus Sicht des Entscheidungsträgers duldbare Unsicherheit;
- aus Sicht des Entscheidungsträgers erforderliche Schätzgenauigkeit;
- Regeln für Abweichungen vom Probenplan;
- gesetzliche begründete Datenanforderungen;
- zu erwartende Schwierigkeiten bei der Probenahme.

5 Personalqualifikation

Die einzelnen Schritte der Feststoffuntersuchung (siehe Bild 1) erfordern unterschiedliche Qualifikationen: Berufsausbildung und/oder Weiter- und Fortbildungen, Fähigkeiten und Erfahrungen. Hierbei lassen sich im Wesentlichen drei Bereiche unterscheiden:

Die ersten drei Schritte

- Veranlassung/Zielsetzung/Fragestellung,
- Untersuchungsplan und
- Probenahmestrategie/-plan

erfordern fachkundiges Personal mit Hintergrundwissen über die Bedeutung der Auswirkungen der Planung auf die Ergebnisse der Analytik.

Für die folgenden Schritte:

- Probenahme,
- Probenvorbehandlung und