

Teilthema 2.4:

Vor-Ort-Analytik

Beitrag des Sächsischen Landesamtes für Umwelt und Geologie

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1 Einleitung (Aufgaben und Grenzen der Vor-Ort-Analytik)	2
2 Strategie der Vor-Ort-Analytik im Rahmen der Altlastenuntersuchung	4
3 Parameterauswahl und Messprinzipien für die Vor-Ort-Analytik	6
3.1 Mögliche Parameter	6
3.2 Bestimmungsmöglichkeiten für altlastenrelevante Parameter in der orientierenden Untersuchung	7
3.3 Messprinzipien / Methodenerläuterung	12
3.4 Besonderheiten der Probenvorbehandlung	16
4 Handlungsempfehlungen zur Methoden- und Geräteauswahl	20
4.1 Generelle Voraussetzungen / Messtechnik	20
4.2 Systeme im Kostenbereich 1000 DM	22
4.3 Systeme im Kostenbereich bis 30 TDM	22
4.4 Systeme im Kostenbereich > 30 TDM	23
4.5 Anforderungen an peripheres Zubehör	24
4.6 Anforderungen an Transportmittel	25
5 Qualitätssicherungsmaßnahmen	25
6 Probleme der Beurteilung von Messergebnissen	30
7 Literatur	30
8 Abkürzungsverzeichnis	31
9 Glossar / Begriffsbestimmungen	32
Anlagen	37
Anlage A: CMECC-Konzept	38
Anlage B: Hinweise für die Beschaffung von Messtechnik	42

1 Einleitung (Aufgaben und Grenzen der Vor-Ort-Analytik)

Zur Erhöhung der Qualität bei der Probennahme sollen neue Wegen zur Bereitstellung analytischer Informationen für die Gefährdungsabschätzung im Rahmen der Altlastenuntersuchung aufgezeigt werden. Die Verwendung der Vor-Ort-Analytik bedarf der vorherigen Abstimmung mit den zuständigen Behörden, die frühzeitig in die Planungsphase der Untersuchung einzubeziehen sind.

Die Vor-Ort-Analytik ist der methodische Ansatz,

- schneller Informationen über Kontaminationen zu erhalten,
- die Probennahmestrategie durch die schneller vorliegenden Informationen zu den relevanten Stoffen zu qualifizieren,
- besser ausgewähltes Probenmaterial der Laboranalytik zuzuführen und
- vor allem bei der Altlastenuntersuchung Kosten und Zeit einzusparen.

Unter Vor-Ort-Analytik kann man einerseits relativ einfache Feldtechnik verstehen, wie z.B. sensorische Messtechnik ohne stoffspezifische Zuordnung. Solche Systeme werden eingesetzt, um Proben für die Laboranalytik gezielt auszuwählen. Andererseits kann man auch die Standardlaboranalytik in einem Container sozusagen vor Ort einsetzen. Dazwischen angesiedelt sind technisch aufwendige Messergebnisse, die für den Feldeinsatz optimiert wurden. Wenn im folgenden von Vor-Ort-Analytik gesprochen wird, ist der Einsatz von Standardlaboranalytik im Feld gemeint.

Für die Anwendung von Vor-Ort-Analytik, synonym Feldmethoden, gelten die gleichen Grundsätze der analytischen Qualitätssicherung und statistischen Bewertung von Analyseergebnissen wie für die Laboranalytik.

Aufgaben und Grenzen der Anwendbarkeit der Vor-Ort-Analytik lassen sich wie folgt zusammenfassen:

Aufgaben:

- schnelle Information über Kontaminationen
- halbquantitative Analytik bei großer Stichprobenzahl
- Ergänzung bzw. gezielter Einsatz der Laboranalytik
- Mitwirkung des Analytikers interdisziplinär und vor Ort

Grenzen:

- Einhaltung von Normen und Regeln
- Verfügbarkeit, Robustheit und Zuverlässigkeit der Gerätetechnik
- Bedienbarkeit und Umfang mitzuführender Gerätetechnik
- Bestimmbarkeit und finanzieller Aufwand

Die engeren **Auswahlkriterien** sind vorgegeben durch:

- Zeitbedarf und Arbeitsaufwand
- eingeschränkte Probenvorbehandlungsprozeduren
- großer Dynamikbereich
- Zulässigkeit falsch positiver Ergebnisse
- hohe Selektivität und geringe Querempfindlichkeit
- Bedienkomfort und Robustheit des Verfahrens
- minimierte Größe und minimierter Energiebedarf

Die Vor-Ort-Analytik findet im Rahmen der Altlastenuntersuchung vor allem in der orientierenden Untersuchung Anwendung und bedarf der Bestätigung durch qualifizierte Laboranalytik (s. Kap. 5). Neben der orientierenden Untersuchung können die Vor-Ort-Methoden auch als sanierungsbegleitende Analytik eingesetzt werden. Einige Verfahren liefern unter Feldbedingungen analytische Ergebnisse, die denen der Labormethoden entsprechen und an deren Stelle eingesetzt werden können. In Teilbereichen können diese Methoden auch für die Detailuntersuchung verwendet werden.

In der Bundesrepublik Deutschland gibt es zur Zeit nur wenige Regelwerke, Normen oder Vorschriften für die Auswahl und Anwendung von Verfahren der Vor-Ort-Analytik. Das gilt auch für notwendige Verfahren der Probenvorbehandlung. Insofern haben die nachfolgenden Ausführungen den Charakter von Empfehlungen. Dienen die Methoden dem Sachverständigen / Gutachter als schnelles und kostengünstiges innerbetriebliches Hilfsmittel zur Optimierung der Untersuchungsstrategie mit nachfolgender Untersuchung unter Verwendung genormter und gerichtsfester Verfahren, so können feldanalytische Methoden angewandt werden.

Probleme ergeben sich durch die eingeschränkte Verfügbarkeit geeigneter Gerätetechniken und das meist unzureichende Angebot geeigneter Problemlösungen der Geräteanbieter.

Für verschiedene Methoden sind die Bearbeitung der Aufgabenstellung und die Beurteilung der erhaltenen Messergebnisse durch einen analytisch ausgebildeten Mitarbeiter (z.B. bei quantitativen Einzelstoffanalysen) erforderlich. Diese Forderung sowie die Richtigkeit des Ansatzes der Anwendung mobiler Vor-Ort-Analytik als Ergänzung der Laboranalytik wird durch Untersuchungen der LfU Baden-Württemberg bestätigt (LANDESANSTALT FÜR UMWELTSCHUTZ BADEN-WÜRTTEMBERG, 1995 bzw. 1996a, 1996b).

Bei den Betrachtungen und den Auswahlvorschlägen für die Messtechniken werden vorzugsweise Geräte mit einfachen Bedientechniken berücksichtigt. Auf Grund der direkten Wechselwirkung zwischen Vor-Ort-Analytik, Probennahmestrategie und Beurteilung sind hohe Anforderungen an das auf diesem Gebiet tätige Personal zu stellen.

Die wesentlichen Instrumentierungen komplexer Analysetechniken, die einen erheblichen Aufwand bei Bedienung, Methodenentwicklung und Dateninterpretation erfordern und bei der Anschaffung und dem Betrieb einen hohen Kostenaufwand verursachen und damit speziellen Untersuchungsstellen vorbehalten sind, werden mit erwähnt, sind aber nicht der Schwerpunkt der Ausführungen.

2 Strategie der Vor-Ort-Analytik im Rahmen der Altlastenuntersuchung

Im Rahmen der orientierenden Untersuchung können mit Vor-Ort-Methoden insbesondere Aussagen zu Lokalisierungen / Eingrenzungen des Schadensherdes bzw. Hauptkontaminanten getroffen und damit möglichst repräsentative Proben für die Laboranalytik gewonnen werden.

Konzeption und Aufbau der Vor-Ort-Analytik im Rahmen der Altlastenuntersuchung sind abhängig von der analytischen Fragestellung:

- was soll
- wie schnell
- in welchem Medium / Kompartiment
- in welchem Konzentrationsbereich

bestimmt werden.

Darüber hinaus können Informationen über die Schadstoffverteilung, standortspezifischen Gegebenheiten und Anforderungen zur Beprobungsoptimierung gewonnen werden.

Das **Strategiekonzept** mobiler Vor-Ort-Analytik ist festgelegt durch:

- den Untersuchungsstandort
- die zu lösende Fragestellung (Informationsziel)
- den Zeitbedarf
- die Kosten
- die verfügbaren Messtechniken
- die Anforderungen an die Qualifikation des Messpersonals.

Ein weiteres Strategiekonzept enthalten die "Handlungsempfehlung zum Einsatz von Vor-Ort-Analytik" der LfU Baden-Württemberg, der Materialienband Vor-Ort-Analytik (SÄCHSISCHES LANDESAMT FÜR UMWELT UND GEOLOGIE, 1999) und die Vorstellungen des CMECC (California Military Environmental Coordination Committee, s. Anlage A).

Die Entscheidung über den Einsatz mobiler Messtechnik als Methode der Vor-Ort-Analytik enthält die Bestandteile:

- a) Vorgehensweise
- b) Auswahlkriterien
- c) Anwendungen

Wesentlich für die Entscheidung über den Einsatz von Vor-Ort-Analytik sind der Kostenvergleich und die Verfügbarkeit entsprechender Messtechniken. Beide sind vom Zustand des konkreten Standortes abhängig und nicht allgemein verbindlich vorhersagbar.

a) Vorgehensweise:

- Ableitung der Strategie aus den Ergebnissen der Erfassung
- Festlegung des Untersuchungszieles, des Untersuchungsumfanges (Raster, Tiefe, Kompartimente, Anzahl) und der Untersuchungsparameter

b) Auswahlkriterien:

- Festlegung der für den Standort charakteristischen Parameter und Konzentrationsbereiche
- Auswahl der geeigneten Gerätetechnik in der Reihenfolge:
 1. Substanzspezifische Parameter (wie Vor-Ort-Parameter, SAK, Fluoreszenz-, PID-, FID-Signal)
 2. Summenparameter (wie AOX, TOC, TN)
 3. Substanzspezifische Parameter (Stoffklassen wie MKW, PAK, Phenole und Einzelstoffe)
- Auswahl notwendiger Techniken zur Probennahme, Probenaufbewahrung (Rückstellproben und Referenzproben für die Laboranalytik) und -vorbehandlung
- Auswahl und Erprobung des beabsichtigten Analyseverfahrens durch das Einsatzpersonal
- Auswahl und Festlegung von Referenzmaterial und Qualitätssicherungsmaßnahmen
- Festlegen der Aufschlussarbeiten (Eigenleistung oder Fremdleistung)

c) Anwendungen:

- Terminplanung des Feldeinsatzes
- Genehmigungsverfahren für Aufschlussarbeiten
- Schematische Darstellung des Arbeitsablaufes
- Aufstellen eines Arbeitssicherheits- und Entsorgungsplanes
- Abstimmung über Zuständigkeiten für das Festlegen des Rasters, Ausmessen (Rechts-Hoch-Werte) der Probennahmepunkte und der Rasteroptimierung

- Vorbereitung der Messkampagne (Art und Umfang der Messungen, Bereitstellung der erforderlichen Arbeitsmittel, Anzahl der Probennahmegefäße, Gerätschaften, Material, sonstiges Zubehör, Festlegung einer verwechslungsfreien Probenbezeichnung, Vorbereitung wetterfester Etikettierung, Vorkehrungen zur Probenlagerung)
- Festlegung des Messablaufes, der Datensicherung und der Protokollierung, Zuweisung der Arbeitsaufgaben an die Beteiligten, Festlegen der Anzahl an Messproben pro Tag (Abstimmung zwischen Probenanfall und analysierbarer Proben zur Vermeidung von Probenlagerungsproblemen)
- Einsatz von Einwegartikeln zur Vermeidung von Kontaminationseffekten beim Messprozess
- Vorsorgemaßnahmen zur gesonderten Lagerung ausgewählter oder hochbelasteter Proben (Etikettieren mit auffälligen Aufklebern, Gefahrenhinweise, s.a. Teilthema 2.2 „Gewinnung von Boden-, Bodenluft- und Grundwasserproben“)
- Überprüfung und aktuelle Kalibrierung der Messtechnik mit Protokollierung in den Regelkarten
- Auswahl und Konfektionierung von Standards bzw. Aufstocklösungen angepasst an das Schadstoffprofil und die Konzentrationsbereiche am Untersuchungsstandort zur Durchführung von Kontrollmessungen während des Feldeinsatzes
- Durchführung des Messeinsatzes

3 Parameterauswahl und Messprinzipien für die Vor-Ort-Analytik

3.1 Mögliche Parameter

Im Rahmen der Altlastenuntersuchung sind im wesentlichen folgende Parameter für die Vor-Ort-Analytik möglich:

- Schwermetalle (SM)
- Summenparameter (DOC, AOX, MKW)
- ausgewählte Anionen und Kationen (u.a. Fluorid, Cyanid, Nitrat, Nitrit, Ammonium)
- polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK)
- Monoaromaten (BTEX)
- C1-C2-Halogenkohlenwasserstoffe (LHKW)
- ausgewählte weitere organische Parameter (z.B. TNT)

Darüber hinaus können standortbezogen weitere Stoffgruppen oder Einzelstoffe relevant sein, die mit der Vor-Ort-Analytik nicht bestimmbar sind.

Im Rahmen der Parameterauswahl ist jeweils aktuell zu prüfen, ob bereits stoffunspezifische (z.B. PID-Signal) oder summarische Messgrößen als Leitparameter für die Erfassung der räumlichen Verteilung eines Kontaminationsherdes oder die gezielte Überwachung von Sanierungsmaßnahmen ausreichend sind. Die Validierung durch laborbegleitende Analytik an ausgewählten Proben ist für die Erarbeitung weiterreichender Untersuchungsstrategien und für die Entscheidungsfindung notwendig.

Ziel der Vorbereitung von Messeinsätzen ist die Ermittlung und Festlegung der für die Gefährdungs-

abschätzung wichtigen Kontaminanten. Da diese vom Produktions- und Ablagerungsprofil bestimmt werden, ist eine Auswahl der standortbestimmenden Parameter nach den Ergebnissen der Historischen Erkundung vorzunehmen.

Die unmittelbare Anwendung von Vor-Ort-Methoden beschränkt sich aus Zeit- und Personalgründen auf die Bestimmung weniger Leitparameter.

Wegen der aus Zeitgründen eingeschränkten Probenvorbehandlung und der teilweise geringeren Empfindlichkeit ist der Einsatz von Vor-Ort-Methoden nicht zur Bestimmung von Messwerten für den Wasserpfad geeignet, die unterhalb der Sickerwasserprüfwerte nach BBodSchV liegen.

3.2 Bestimmungsmöglichkeiten für altlastenrelevante Parameter in der orientierenden Untersuchung

Anmerkungen:

In den nachfolgenden Ausführungen werden für einige Parameter, wenn verfügbar, mehrere Bestimmungsmethoden angegeben. Angaben zu den realen Kosten für einen Analysenwert werden nicht aufgeführt. Im allgemeinen gilt, dass die Personalkosten die dominierende Kostengröße darstellen.

Im Zeitbedarf sind die Probennahme und die Probenvorbehandlung nicht enthalten. Der Umfang an Messungen pro Tag ist daher nicht aus dem Zeitbedarf direkt ableitbar (mögliche Parallelbearbeitung).

Für die Methodenauswahl wurden entsprechend der orientierenden Untersuchung von altlastverdächtigen Flächen die Parameter für Gewerbe / Industrie (Boden) sowie die Parameter für Bodeneluate (Schnelleluat) zugrundegelegt und um einige Standardparameter aus dem Abfallwirtschaftsbereich ergänzt.

Gelöster organischer Kohlenstoff (DOC)

Matrix:	Wasser
Methode:	Reaktionsküvettest mit photometrischer Auswertung
Bereich:	> 2mg/l bis 500 mg/l in verschiedenen Nachweisbereichen, durch Verdünnung mit Reinwasser auch höhere Konzentrationen bestimmbar
Eignung:	höhermolekulare Stoffe werden nicht oder unvollständig aufgeschlossen, Fehler durch Differenzbildung (Gesamtkohlenstoff - anorganischer Kohlenstoff), Minderbefunde bei leichtflüchtigen organischen Verbindungen
Zeitbedarf:	> 2h (Thermostatenaufschluss)
Probenzahl/d:	> 20
Entsorgung:	über Lieferfirma kostenlos

Adsorbierbare organische Halogenverbindungen (AOX)

Matrix:	Wasser
Methode:	Reaktionsküvettest mit photometrischer Auswertung
Bereich:	> 0.05 mg/l bis 2.00 mg/l in verschiedenen Nachweisbereichen, durch Verdünnung mit Reinwasser auch höhere Konzentrationen bestimmbar
Eignung:	gut geeignet für polare Chlororganika (Chlorphenole), falsch negative Ergebnisse bei flüchtigen und halbflüchtigen CKW, Störungen bei > 3g/l Chlorid
Zeitbedarf:	> 2h (Thermostatenaufschluss)
Probenzahl/d:	> 20
Entsorgung:	über Lieferfirma kostenlos

Metalle / Nichtmetalle (u.a. As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Hg, Pb, Zn)

Matrix:	Boden, Wasser oder Schnelleluat (Bodenluft für Hg)
Methode:	a) Boden: zerstörungsfrei: Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) b) Eluat / Wasser: Teststäbchen halbquantitativ - Einzelelementbestimmung c) Eluat / Wasser: Reaktionsküvetten – Einzelelementbestimmung d) alle Medien: Hg-Monitor (Kaldampftechnik)
Bereich:	a) für alle Metalle > 5 mg/kg (abhängig von Gerätekonfiguration) b) im allgemeinen > 10 mg/l (Pb, Co, Cu, Ni, Zn), As > 0.1 mg/l, Cr > 1mg/l c) meistens > 0.1 mg/l d) > 0.1 µg/m ³

Eignung:	a) beste Methode zur Elementanalytik, Matrixkorrekturen erforderlich, Hg nur eingeschränkt bestimmbar (Verflüchtigung bei Probenvorbehandlung) b) billiges schnelles Verfahren für einzelne Schwermetalle, nicht sehr selektiv c) Einzelelementverfahren mit unterschiedlich umfangreichen Störreaktionen d) empfindliches und selektives Verfahren zur Hg-Bestimmung
Zeitbedarf:	Minutenbereich
Probenzahl/d:	> 30
Entsorgung:	nur für c) über Lieferfirma kostenlos, sonst eigene Entsorgung erforderlich

Anionen (Fluorid, Cyanid, Nitrat, Nitrit) und Ammoniumstickstoff

Matrix:	Wasser und Schnelleluat
Methode:	a) Teststäbchen b) Reaktionsküvettest mit photometrischer Auswertung c) ionenselektive Elektroden
Bereich:	a) Nitrit > 0.1, Cyanid >1.0, Nitrat > 10 mg/l b) Ammonium, Cyanid und Nitrit > 0.02, Fluorid >0.1, Nitrat >1 mg/l c) Ammonium > 0.1 mg/l (NH ₃), Fluorid direkt >0.2 mg/l, Cyanid > 0.05 mg/l, Nitrat >0.5 mg/l, Nitrit > 0.5 mg/l
Eignung:	a) geeignet für Vortests b) unterschiedliche und umfangreiche Störungen durch andere Ionen, sehr selektiver Cyanidtest (wasserlösliche Cyanide) c) umfangreiche Konfektionierung der Messlösungen, Störungen durch Netzmittel, organische Lösemittel, Partikelbeläge Fluorid - sehr selektiv (DIN-38405, T4) mit Störungen durch OH ⁻ -Ionen Nitrat - erhebliche Querempfindlichkeiten durch Chlorid, Karbonat und Hydrogenkarbonat Nitrit > 0.3 mg/l mit Querempfindlichkeit für flüchtige Säuren (gassensitive Elektrode)
Zeitbedarf:	für a), b), c) im Minutenbereich
Probenzahl/d:	> 50
Entsorgung:	nur für b) über Lieferfirma kostenlos, sonst eigene Entsorgung erforderlich

Leicht- und mittelflüchtige Organika (LHKW, BTEX, Chloraromaten)

Matrix:	Boden, Wasser, Bodenluft
Methode:	a) Prüfröhrchen b) tragbare Sensoren (WLD, FID, PID, IMS) c) Gaschromatographen mit Detektoren Gaschromatographen / Massenspektrometer-Kopplungen (GC / MS-Kopplungen)
Bereich:	generell abhängig von der Art des Analyten, der Probenzusammensetzung und Anreicherung a) Wasser > 0.1 mg/l, Bodenluft > 1mg/m ³ b) Bodenluft > 5 mg/m ³ c) Boden > 0.1 mg/kg, Wasser > 0.01 mg/l, Bodenluft > 0.001 mg/m ³
Eignung:	a) Einwegsensoren zur halbquantitativen Einzelstoffbestimmung bei eingeschränkter Analytauswahl, erhebliche Querempfindlichkeiten, Bestimmung schnell und einfach b) summarischer Messeffekt c) laboräquivalente Multiparameteranalytik möglich, GC / MS-Kopplung ist die beste Screeningmethode mit höchstem Informationsgehalt, schnelle GC-Läufe mit kurzen Säulen führen zu Identifizierungsproblemen (schlechte Einzelstofftrennungen-Koelutionen), Schwierigkeiten bei der Analyse sehr leichtflüchtiger Organika (Freone, Vinylchlorid), Gefahr der Säulenüberladung
Zeitbedarf:	a) < 5 min, b) < 2 min, c) < 15 min,
Probenzahl/d:	20-50
Entsorgung:	a) über Lieferfirma kostenlos b) keine Entsorgung erforderlich c) eigene Entsorgung notwendig

Schwerflüchtige und polare Organika (MKW, PAK, PCB, PBSM, Chlorbenzole und -phenole)

Matrix:	Boden, Wasser
Methode:	a) Gaschromatographie mit Detektoren, GC / MS-Kopplungen b) Nichtdispersive Infrarotgeräte (für MKW) c) Fluoreszenzmessgeräte für PAK d) Immunoassays für MKW, PAK, PCB, PCP, TNT, RDX, ausgewählte PBSM
Bereich:	generell abhängig von der Art des Analyten, der Probenzusammensetzung, der Anreicherung und vom Detektortyp die nachfolgenden Angaben beziehen sich auf das Kompartiment Boden a) > 0.1 mg/kg b) > 10 mg/kg c) > 1 mg/kg d) > 10 mg/kg MKW, > 0.1 mg/kg PAK, > 1mg/kg PCB > 0.5 mg/kg PCP, > 0.5 mg/kg TNT, > 0.5 mg/kg RDX, > 0.5 mg/kg PSM (Lindan) Bei Anwendung auf Wasserproben ergeben sich Bestimmungsbereiche > 5 µg/l
Eignung:	a) laboräquivalente Multiparameteranalytik möglich, GC / MS-Kopplung ist beste Screeningmethode mit höchstem Informationsgehalt, schnelle GC-Läufe mit kurzen Säulen führen zu Identifizierungsproblemen, (schlechte Einzelstofftrennungen-Koelutionen), Schwierigkeiten bei der Analyse höhersiedender Komponenten (z.B. schwere Gasöle), Gefahr der Säulenüberladung b) tragbare, für den Feldeinsatz konzipierte Messtechnik zur MKW-Analytik mit einfach handhabbarer Probenvorbehandlung c) transportierbare, einfach handhabbare aber komplexe Messtechnik zur Bestimmung des Summenparameters PAK bei erheblichem Matrixeinfluss d) leicht transportierbare, tragbare und handhabbare nasschemische Messtechnik (teilweise als Feldmesskoffer angeboten) zur halbquantitativen Bestimmung (Angabe eines Messbereiches) für jeweils eine festgelegte Stoffgruppe
Zeitbedarf:	a) < 20 min, b) < 10 min, c) < 5 min, d) < 30 min, Probenvorbehandlung ist zeitbestimmend
Probenzahl/d:	> 15 < 50 (bei paralleler Probenvorbehandlung)
Entsorgung:	a) eigene Entsorgung notwendig b) eigene Entsorgung notwendig c) eigene Entsorgung notwendig (fast abfallfrei) d) eigene Entsorgung notwendig

3.3 Messprinzipien / Methodenerläuterung

Die nachfolgend aufgeführten Messprinzipien beziehen sich auf die derzeit verfügbare Gerätechnik (Stand der Technik). Das im Bereich der Grundlagen- und Vorlaufforschung vorhandene Spektrum möglicher neuer Varianten wird hier nicht betrachtet.

Im Grundsatz werden bei den verfügbaren stofflichen Analysentechniken elektrochemische, atom- und molekülspektroskopische Verfahren mit oder ohne vorgeschalteter physikalischer oder chemischer Operationen verwendet.

Methode:	Visueller Farbvergleich nach Reaktion mit dem Analyten (Kolorimetrie)
Technische Form:	Teststäbchen, Prüfröhrchen
Kompartiment:	Bodenluft, Wasser
Bestimmbare Komponenten:	Einzelstoffanalytik in Wasser (Anionen, Kationen) und in Bodenluft (gasförmige oder flüchtige Verbindungen)
Vorteil:	einfache Handhabung, kostengünstige Analytik (1 Messung < 1 DM), geringe Anforderungen an die Qualifizierung, geringer apparativer Aufwand, schnell durchführbar, großer Probendurchsatz, umfangreich erprobte Verfahren und Verfahrensvorschriften
Nachteil:	Einzelstoffbestimmung, eingeschränkte Selektivität, eingeschränkter Konzentrationsbereich (< 1 Größenordnung), Störreaktionen, Streubereich groß

Methode:	Messung der spektralen Lichtschwächung (Extinktion) nach chemischer Reaktion des Analyten in speziellen Küvetten (Photometrie)
Technische Form:	Gitter- oder Filterphotometer und analytspezifische Reaktionsküvetten
Kompartiment:	Wasser
Bestimmbare Komponenten:	Anionen, Kationen, Summenparameter (AOX, DOC, TN)
Vorteil:	einfache Handhabung (im Messgerät integrierte Kalibrierungen für viele Analyten, barcodegesteuerte Menüführung), Speichern eigener Kalibrierkurven, analytische Grundkenntnisse erforderlich, meist schnelle Bereitstellung des Analyseergebnisses (Ausnahme: Summenparameter), verbesserte Selektivität, gut dokumentierte Arbeitsvorschriften, ausführliche Auflistung von Störreaktionen, Verfügbarkeit von AQS-Maßnahmen

Nachteil:	teilweise nur Einzelstoffbestimmungen, verschiedene Parameter erfordern verschiedene Reaktionsküvetten, linearer Konzentrationsbereich klein (eine Größenordnung), Benutzung mehrerer Reaktionsküvetten mit unterschiedlichem Konzentrationsbereich bei stark schwankenden Analytgehalten in den Proben
-----------	---

Methode:	Messung charakteristischer Absorptionsbanden im Infrarotbereich in Gas- und Flüssigphasen mittels dispersiver (FTIR) oder nichtdispersiver Verfahren (NDIR)
Technische Form:	Verwendung von Gas- oder Flüssigkeitsküvetten und Einsatz von Spektrometern oder nichtenergieaufgelösten Detektoren
Kompartiment:	Bodenluft direkt, Wasser, Boden und Feststoffe nach extraktiver Probenvorbehandlung (Extraktmessung)
Bestimmbare Komponenten:	ausgewählte anorganische Gase (CO ₂ , N ₂), flüchtige organische Schadstoffe, MKW
Vorteil:	schnelle Hauptkomponentenanalytik in der Bodenluft, gut geeignetes Verfahren für die MKW-Feldanalytik
Nachteil:	geringe Empfindlichkeit, geringe Einzelstoffselektivität, Notwendigkeit der Probenvorbehandlung (Extraktion und Extraktreinigung) bei der Analyse von Feststoffproben

Methode:	Messung des Ionenstromes bei der Ionisierung dampf- oder gasförmiger Substanzen durch geeignete Ionisierungsquellen (Flamme, UV-Lampe, Radionuklide)
Technische Form:	tragbare Gerätetechnik (FID, PID, IMS) mit stoffunspezifischer oder nur eingeschränkt stoffspezifischer Signalerfassung
Kompartiment:	Bodenluft und Dampfraum von Wasser- und Bodenproben
Bestimmbare Komponenten:	vorzugsweise leichtflüchtige Schadstoffe
Vorteil:	einfache tragbare Messtechnik, schnelles Analyseverfahren (Responsezeit < 1 min), leicht bedienbar, für Screening-Messungen gut geeignet (Ermittlung des Messsignals als Funktion lateraler und vertikaler Standortparameter)
Nachteil:	keine oder sehr eingeschränkte stoffselektive Bestimmung in Gemischen, nicht alle flüchtigen Kontaminanten sind unter den Messbedingungen ionisierbar, Unterschiede in der Ionisierungsausbeute bei gleicher Konzentration um mehr als eine Größenordnung

Methode:	Messung elektrochemischer Parameter (Strom, Spannung, Redoxpotenzial, Leitfähigkeit) gasförmiger oder wässriger Analy-
-----------------	---

	ten
Technische Form:	stabförmige Messelektroden (z.B. ionenselektive Elektroden) in Verbindung mit tragbaren oder transportablen Messgeräten zur Aufnahme elektrischer Signale, Kombination mehrerer unabhängiger Messelektroden (Multisensormodule) zur gleichzeitigen Bestimmung verschiedener Parameter
Kompartiment:	Bestimmung in wässrigen Medien
Bestimmbare Komponenten:	hauptsächlich Anionen und Kationen, in Einzelfällen Gase
Vorteil:	schnelle und einfach zu beherrschende Messtechnik, in situ anwendbar ohne Probennahme, meist sehr stoffselektiv (z.B. Fluoridbestimmung), Gerätedesign ist feldanalytisch erprobt und robust
Nachteil:	ständige Elektrodenpflege auch bei Nichtbenutzung, empfindliche Matrixstörungen sind möglich (Chloridfehler bei der Nitratbestimmung), vor Messbeginn sind umfangreiche Kalibrierungen notwendig, jeder Analyt bedarf einer anderen Elektrodenkombination

Methode:	Bestimmung biologisch aktiver Stoffe über Antikörper-Antigen Wechselwirkung (Immunoassays)
Technische Form:	konfektionierte Immunoassays, meist in Form von ELISA (enzym linked immunoabsorbent assay)-Tests, bei der die Konkurrenz zwischen Enzymtracer und Hapten (Analyt) bei Anlagerung an den Antikörper (Schloss-Schlüssel-Prinzip) ausgenutzt und der Anteil Hapten über eine nachfolgende Farbreaktion bestimmt wird
Kompartiment:	Wasser, Boden (nach vorhergehender extraktiver Aufarbeitung)
Bestimmbare Komponenten:	auf den Antikörper selektiv abgestimmte Einzelstoffe (z.B. TNT, PCB, PAK, Atrazin)
Vorteil:	einfach zu handhabendes Verfahren (insbesondere für Wasserproben), hohe Selektivität und Empfindlichkeit, zur Bestimmung schwerflüchtiger organischer Schadstoffe
Nachteil:	relativ umständliche Bearbeitungsprozedur insbesondere bei Bodenproben, Angabe von Konzentrationsbereichen, Umfang und Größe möglicher Kreuzreaktionen häufig nicht bekannt, jede Komponente erfordert einen anderen Immuno-Assay-Test, witterungsabhängig

Methode:	Anregung und Messung der charakteristischen Röntgenstrahlung zur Elementanalytik (RFA) unter Verwendung von Radionuklidquellen oder Röntgenröhren
Technische Form:	tragbare oder transportierbare feldtaugliche Gerätetechnik in Form der energiedispersiven Röntgenfluoreszenzanalyse (EDRFA)
Kompartiment:	Feststoffe und Boden sowie Wasser (nach Anreicherung der Analyten in fester Form)
Bestimmbare Komponenten:	ab Kalium bis Uran unter Normaldruck (Spurengleichbestimmung), unter Vakuumbedingungen ab Bor
Vorteil:	schnelle Multiparametermethode, hoher Automatisierungs- und Auswertegrad der Messprozedur
Nachteil:	erhebliche Gerätekosten, hohe Anforderungen an die Methodenentwicklung, Probleme der probenrelevanten Kalibrierung (Matrixprobleme) des Gerätesystems

Methode:	Messung der Wechselwirkungseffekte von UV-Licht mit dem Analyten (Fluoreszenz und Resonanzabsorption)
Technische Form:	tragbare / transportierbare Gerätetechnik
Kompartiment:	Bodenluft, Wasser, Boden
Bestimmbare Komponenten:	fluoreszierende Stoffe, vor allem BTEX und PAK, empfindliche und selektive Quecksilberbestimmung (Kaldampfmethode) über Resonanzabsorption
Vorteil:	sehr schnelle Messverfahren (Fluoreszenzsignal-Screening des Standortes) ohne oder nur geringe Probenvorbereitung, teilweise als in situ Messverfahren anwendbar
Nachteil:	Störungen durch Matrixfluoreszenz oder Quenchingeffekte, sehr eingeschränkte Einzelstoffbestimmung (PAK) bei erheblichem instrumentellen Aufwand (zeitaufgelöste Fluoreszenzspektrometrie)

Methode:	Trennung gasförmiger oder verdampfbarer vorliegender Analyten durch Vielfachverteilung zwischen stationärer und mobiler Phase eines Trennsystems (z.B. GC-Säule) und Nachweis der aufgetrennten Substanzen mittels gekoppeltem Detektor (z.B. WLD, FID, PID, ECD, MS)
Technische Form:	tragbare / transportierbare speziell für den Feldeinsatz konzipierte Gerätesysteme
Kompartiment:	Bodenluft Wasser und Boden nach Probenvorbehandlung
Bestimmbare Komponenten:	verdampfbare organische Schadstoffe
Vorteil:	Multiparameterbestimmungen mit einzelstoffspezifischer Detektion hoher Empfindlichkeit; bei Kopplung mit MS-Detektoren ist die Identifizierung unbekannter Substanzen möglich
Nachteil:	komplexe analytische Systeme, deren Handhabung spezielles Wissen verlangt, im allgemeinen keine automatisierten Messtechniken verfügbar, mehr oder minder umfangreiche Probenvorbehandlungsverfahren erforderlich

3.4 Besonderheiten der Probenvorbehandlung

Der Umfang der Vorbehandlungsschritte ist vom Analysenverfahren und den Parametern abhängig. Nur bei der Bodenluftanalytik, der Schwermetallanalytik in Böden und der Anwendung der Laserfluoreszenz kann auf eine Probenvorbehandlung verzichtet werden. Für die Vor-Ort-Analytik eignen sich weder aufwendige Aufschluss- oder Extraktionsverfahren noch umfangreiche Reinigungsoperationen, weil sie zu zeit- und kostenintensiv und im Gelände kaum praktikabel sind. Kompromisse sind erforderlich, insbesondere für Extraktions- und Elutionsschritte. Die Einschränkungen in der Probenvorbehandlung beeinträchtigen allerdings auch die Selektivität vieler Verfahren.

Schnellextraktion und Schnellelution

Diese Probenvorbehandlung ist zur Bestimmung mittel- und schwerflüchtiger organischer Verbindungen in Böden bzw. von mit Wasser mobilisierbaren Schadstoffanteilen im Boden (analog S4-Eluat) erforderlich. Wegen des möglichen Dispergierens von Partikeln ist eine Druckfiltration erforderlich.

Schnellextraktion:

- Verwendung eines ca. 2 l Ultraschallbades aus Edelstahl, 30 - 50 W Ultraschall-Leistung für leicht-siedende Lösemittel (Verwendung von 100 ml Erlenmeyerkolben mit NS 29 Stopfen)
- Homogenisierung bei schweren und feuchten Böden schwierig
- Schnellextraktor für leichtsiedende organische Lösemittel
- Extrakt ist durch eine Filtriereinrichtung entnehmbar
- geringer Lösemittelverbrauch
- Reinigung der Apparatur unter Feldbedingungen problematisch
- Reagenzglas-Mischer mit kippbaren Drehteller für 10 Reagenzglasgefäße (mit Septen verschraubbar)
 - einfach und kostengünstig, optimale Variante bis 20 g Boden
 - nicht so schnell (20 min) wie Ultraschallextraktion, aber 10 parallele Proben
 - für alle Lösemittel geeignet

Schnellelution:

- Hochgeschwindigkeitsrührwerke
 - technisch gut handhabbare Schnellelution (Boden:Wasser = 1:10) mit Materialzerkleinerung
 - ergibt mit dem S 4-Eluat annähernd vergleichbare Ergebnisse, ist jedoch nicht validiert
 - kleine (< 5 min) Elutionszeiten bis zur Gleichgewichtseinstellung
 - ohne weiteres auch mit anderen Elutionsmitteln durchführbar
 - Gefahr der Emulsionsbildung bei mit schwerflüchtigen organischen Stoffen kontaminierten Böden
 - Gefahr mechanischer Beschädigungen durch Fremdkörper
- Ultraschalldispergierstäbe
 - technisch einfach handhabbare Schnellelution (Boden : Wasser = 1:10)
 - ergibt mit dem S 4-Eluat annähernd vergleichbare Ergebnisse, ist jedoch nicht validiert
 - kleine (< 5 min) Elutionszeiten bis zur Gleichgewichtseinstellung
 - ohne weiteres auch mit anderen Elutionsmittel durchführbar
 - Gefahr der Emulsionsbildung bei mit schwerflüchtigen organischen Stoffen kontaminierten Böden
 - sonochemischer Abbau von Organika möglich

Anreicherung für Wasserproben

Mit VOC kontaminierte Wasserproben, insbesondere gering kontaminierte Proben, bedürfen vor der GC-Analytik einer Analytanreicherung. In der Laboranalytik werden sogenannte Purge & Trap-Verfahren benutzt, bei denen ein in das Wasser eingeleiteter Gasstrom die VOC in die Gasphase transportiert und auf einem Adsorbermedium konzentriert. Beim Spray & Trap-Verfahren wird das Wasser versprüht. Dieser Vorgang ist effektiver und schneller (2min für < ppm - Konzentrationen).

Spray & Trap Verfahren

- Wasser-Sprühextraktor
 - tragbares, kompaktes und batteriebetriebenes Gerät, welches direkt an der Grundwassermessstelle eingesetzt werden kann oder direkt angekoppelt an ein mobiles GC - System betreibbar ist
 - bei Wechsel von hochkontaminiertem Wasser auf gering kontaminierte Wasserproben besteht die Gefahr der Kontaminationsverschleppung

Festphasenextraktion (SPE)

Die Festphasenextraktion (SPE) ist ein bewährtes Verfahren zur Anreicherung von organischen Schadstoffen aus der wässrigen Phase an einen in einer Kartusche befindlichen Feststoff mit nachfolgender Elution in ein organisches Lösemittel. In Form der Mikrofestphasenextraktion (SPME) erfolgt die Anreicherung nach dem Passivsammlerprinzip auf einer Festphasenfaser. Durch direkte Injektion der Festphasenfaser in den Thermodesorptionsport eines Gaschromatographen erfolgt die lösemittelfreie Aufgabe auf die Kapillarsäule.

SPE-Set:

- uneingeschränkt in einem Messfahrzeug einsetzbar
- der Zeitbedarf für die Präparation einer Probe ist erheblich, durch parallele
- Probenbearbeitung ist Zeitersparnis möglich,
- unter Feldbedingungen vorzugsweise für höher kontaminierte Proben einsetzbar

SPME-Set:

- uneingeschränkt in einem Messfahrzeug einsetzbar
- geringe Probenmenge (10 µl) notwendig
- das Verfahren kann auch zur Anreicherung in der Bodenluft genutzt werden
- der Zeitbedarf für die Präparation einer Probe ist erheblich, durch parallele Probenbearbeitung ist Zeitersparnis möglich
- unter Feldbedingungen vorzugsweise für höher kontaminierte Proben einsetzbar

Anreicherung für Bodenluftproben

Zur Analytanreicherung in der Bodenluft kann man dieses über ein Feststoffadsorbens leiten (z.B. Adsorptionsröhrchen gefüllt mit Aktivkohle oder TENAX). Die Bestimmung erfolgt gaschromatographisch. Für die Vor-Ort-Analytik empfiehlt sich das Sammeln auf Adsorptionsröhrchen. Die Auswahl des Röhrchentyps und der Füllung hängt vom Thermodesorber des Gaschromatographen ab. Entscheidend für die Reproduzierbarkeit ist die Qualität der Sammlerpumpe.

Traptechnik

- Sammlerpumpensystem 1
 - Normierung der getrappten Gasmenge auf Normalbedingungen
 - Protokollausdruck aller Sammeldaten
 - sehr schwer, sehr teuer, Batteriekasten extra
 - mit integriertem Probenwechsler (10 Messröhrchen)
 - kein Sammeln in Gasbeuteln möglich

- Sammlerpumpensystem 2
 - klein, handhaltbar, mit Batteriebetrieb
 - geeignet für alle NIOSH / OSHA Luftprobennahme-Methoden
 - Art des Sammelröhrchens frei wählbar
 - Befüllen von Gasbeuteln möglich
 - keine automatische Umrechnung auf Normalbedingungen

4 Handlungsempfehlungen zur Methoden- und Geräteauswahl

4.1 Generelle Voraussetzungen / Messtechnik

Vor der Methoden- und Geräteauswahl ist das Aufgaben- und Handlungsprofil so zu definieren, dass folgende Bedingungen gegeben sind:

- eindeutige Festlegung des Analysenprofils (Parameter, Konzentrationsbereich)
- Reproduzierbarkeit der Methode
- Abstimmung mit der zuständigen Behörde zur Anwendung der Messtechnik
- Zustimmung des Auftraggebers

Die Anforderungen an die Qualifizierung der Mitarbeiter sowie der Umfang und Ausstattungsgrad der Messtechnik bestimmen sich im wesentlichen anhand des Aufgabenprofils bzw. des erwarteten oder geplanten Umfangs der Vor-Ort-Analysen. Bei der Messtechnik sind vor allem die Betriebskosten die entscheidende Größe.

Bei Geräteauswahl und Beschaffung sollten folgende generelle Empfehlungen beachtet werden (eine Untersetzung dieser Empfehlungen erfolgt in Anlage B):

- Einholen mehrerer Angebote
- Vereinbarung der leihweisen Überlassung des Gerätes zur Tauglichkeitsprüfung
- Prüfung der rechentechnischen Anforderungen und der Verträglichkeit mit anderer intern genutzter Software
- Prüfung der Qualität der Bedienungsanleitung (Fehlersuche, Erläuterung des analytischen Prinzips, Hinweise auf Störreaktionen)
- Prüfung der Verfügbarkeit von Applikationsvorschriften (Qualität, Anwendbarkeit, Neuartigkeit)
- Erkundung von Servicequalität, Servicekosten, Bereitstellungszeit von Ersatz- und Verschleißteilen
- Abschätzung der Betriebskosten (Wartung, Verbrauchsmaterial, Entsorgung)

Der Markt an Messtechnik zur Vor-Ort-Analytik ist nicht sehr groß. Vornehmlich werden Gerätetechniken zur Überwachung von Abwasser, Oberflächen- und Grundwasser eingesetzt oder aber im Arbeitsschutz bzw. im Havariefall zur Luftüberwachung (Prüfröhrchen und Sensoren) verwendet.

Als spezielle Auswahlkriterien für die Messtechnik gelten:

- Qualität des Analysenverfahrens und analytische Qualitätssicherung
- Schadstoffspektrum, Dynamikbereich, Selektivität
- Kosten (Anschaffung, Betrieb)
- Anforderungen an das Personal
- Handhabbarkeit (tragbar, transportierbar, leicht bedienbar)
- Anforderungen an die Probenvorbehandlung
- Messdauer
- Datenmanagement und Interpretation

- Verfügbarkeit des Verfahrens
- Anforderungen an die Arbeitssicherheit (insbesondere bei RFA, ECD)

Kommerziell werden folgende erprobte und verfügbare Gerätetechniken angeboten (teilweise mit umfangreichen Applikationsbeispielen und für den Feldeinsatz konzipiert):

- Teststäbchen und Teststreifen
- Prüfröhrchen
- Reaktionsküvettenphotometer
- elektrochemische Sensoren (zur Bestimmung von Feldparameter bzw. Einzelionen)
- evaneszente Sensoren (unspezifische Bestimmung gelöster organischer Verbindungen in Wasser)
- Sensoren, insbesondere Deponiegasmonitore und PID
- tragbare oder transportierbare IR-Geräte, vornehmlich zur MKW-Bestimmung
- tragbare Röntgenfluoreszenzgeräte (Radionuklidquellenanregung) zur Elementanalytik
- tragbare (bedingt) Gaschromatographie-Massenspektrometer
- tragbare (bedingt) Gaschromatographen
- Fluoreszenzspektrometer mit UV- bzw. Laseranregung zur PAK-Analytik

Nicht aufgelistet wurden die eingeführten Messtechniken zur Bestimmung der sogenannten Feldparameter Temperatur, Leitfähigkeit, pH-Wert, Redoxpotenzial, Sauerstoffgehalt.

In einer Reihe von Publikationen und Sachstandsberichten werden die Messtechnik sowie die Erfahrungen verschiedener Anwendungsfälle dargestellt. Im Literaturverzeichnis wird eine Übersicht über entsprechende Veröffentlichungen gegeben (Auswahl).

4.2 Systeme im Kostenbereich 1000 DM

Niedrigkosten-Systeme sind im allgemeinen durch nur halbquantitative Einzelstoffbestimmungen mit erheblichem Störreaktionspotential gekennzeichnet. Typische Vertreter sind Prüfröhrchen und Teststäbchen. Sie können zur Analyse gasförmiger und wässriger Proben verwendet werden.

Die Röhrchen und Stäbchen sind kalibriert. Es sind z.B. über 250 Röhrchentypen zur Bestimmung von über 500 Stoffen verfügbar. Die Bestimmungsvorschriften sind einfach und übersichtlich und liegen als Beipackzettel bei.

Die erforderliche Geräteausstattung liegt im 1.000 DM-Bereich und ist teilweise als Kofferset feldfähig konfektioniert. Die Prüfröhrchen oder -stäbchen können für den Bedarfsfall beschafft werden (24 h-Service). Die Kosten für Teststäbchen liegen im < 1 DM / Stäbchen und bei den Prüfröhrchen im <10 DM-Bereich.

Zur relativ selektiven Bestimmung einiger organischer Kontaminanten oder Stoffgruppen (MKW, PAK, PCB) sind Immunoassay-Sets geeignet. Für wässrige Proben ist die Anwendung unproblematisch. Schwierigkeiten bereitet die Probenvorbehandlung bei Feststoffproben. Die reinen Materialkosten pro Messung betragen mindestens 50 DM.

4.3 Systeme im Kostenbereich bis 30 TDM

In diesem Preissegment sind tragbare Monitore zur Erfassung gasförmiger Komponenten (sensorisch als Einzelstoff oder als Summensignal), gehobene Messtechniken zur photometrischen Bestimmung definierter Parameter in Wasser mit Reaktionsküvetten und die diversen elektrochemischen Messtechniken für Wasser vertreten.

Bestandteil der Vor-Ort-Analytik gasförmiger Schadstoffe:

- Deponiegasmonitore mit UEG-Sensor (Messung von Methan über die Wärmetönung)
- IR-Deponiegasmonitore zur gleichzeitigen Bestimmung von Methan, Kohlendioxid, Sauerstoff, Temperatur und Druck und mit optionalen Sensoren (z.B. H₂S, CO, HCN) aufrüstbar, umfangreich kombinierbar mit vielen Sensoren
- Photoionisationsdetektoren (PID) zur summarischen Bestimmung ionisierbarer Gase mittels UV-Lampe (im allgemeinen 10,6 eV)
(es wird ein Summensignal gebildet, die häufig zitierte Konzentrationsangabe ppm für VOC ist irreführend, weil anorganische Gase auch Signale ergeben und unterschiedliche molare Photoionisationsströme auftreten)

Für die Methanemissionsmessungen werden tragbare FID (Messbereich 1-1000 ppm) angeboten. Üblicherweise sind es „kalte“ 2-Gas-Messgeräte zur Methanmessung. Für die Messung von Gesamtkohlenwasserstoffkonzentrationen, z.B. bei Bodenaushubuntersuchungen an Tankstellen sind 2-Gas-Messgeräte ungeeignet. Hier muss auf 3-Gas-Messgeräte zurückgegriffen werden. Wegen der erforderlichen Messgastemperatur von 190°C ist eine mobile Energieversorgung (>300 W) erforderlich.

Alle Gasmessgeräte müssen ex-geschützt sein. Im Altlastenbereich gehört ein PID zur Standardausrüstung mobiler Analytik. Die Geräteanbieter liefern im allgemeinen umfangreiche Applikationsinformationen mit. Eine spezielle Gerätetechnik zur Messung gas- und dampfförmiger Schadstoffe ist das Ionenmobilitätsspektrometer (IMS, RAID 1). Das ursprünglich zur Detektion von Kampfstoffen auf militärischen Altlasten gebaute tragbare Gerät ist zur empfindlichen und selektiven Detektion ausgewählter Kontaminanten (z.B. Tetra oder andere C1- und C2-HKW, die mit dem PID nicht detektiert werden können) bei niedrigen Konzentrationen gut geeignet.

Für die häufig zu untersuchenden MKW-Kontaminationen im Bodenbereich stehen feldfähige betriebsfähige NDIR-Geräte zur Verfügung. Zur MKW-Extraktion werden entweder höhersiedende FCKW genutzt oder es wird konventionell 1,1,2-Trichlortrifluorethan eingesetzt. Unter Verwendung einer Zirkonia-Zelle sind auch Hexanextraktionen möglich. Vor der Messung wird das Hexan verdampft.

Speziell für die Quecksilber-Analytik im ppm-Bereich stehen feldfähige Kaltdampfanalysengeräte zur Verfügung, bei denen die Resonanzabsorption der Hg-Atome bei Durchstrahlung einer Hg-UV-Lampe gemessen wird. Die Probenvorbereitung besteht in einer Reduktion der Hg-Ionen zu elementarem Quecksilber.

4.4 Systeme im Kostenbereich > 30 TDM

Hierbei handelt es sich im wesentlichen um komplexe Analysensysteme wie tragbare Gaschromatographen, konventionelle Labor GC-Systeme mit hohem Automatisierungsgrad, GC / MS-Kopplungen und energiedispersive Röntgenfluoreszenzgeräte (EDRFA), die in Messwagen integriert sind oder im Einzelfall in kleineren Transportfahrzeugen mit entsprechender Energieversorgung betrieben werden. Die Benutzung solcher Systeme setzt gehobene analytische Kenntnisse voraus.

Der Einsatz von High Tech Messtechnik in der Vor-Ort-Analytik ist nur dann sinnvoll, wenn genügend qualifiziertes Personal für die Methodenentwicklung und -pflege vorhanden und eine ausreichende Auftragslage für Vor-Ort-Analytik gegeben ist. Eine allgemein verbindliche Angabe über die Kosten ist nicht möglich, weil die Kosten für die Einzelmessung in erheblichem Maße vom Probenumfang abhängen.

4.5 Anforderungen an peripheres Zubehör

In wenigen Fällen ist eine Messung ohne Probenvorbehandlung möglich (z.B. PID-Summensignal). Sieht man von der eigentlichen Sondier- bzw. Probennahmetechnik ab, ist für die meisten Analyseverfahren eine mehr oder weniger aufwendige Vorbehandlung besonders von Bodenproben erforderlich. Diese muss entweder sehr schnell durchführbar oder bei verlängerter Aufarbeitungszeit durch parallele Probenbearbeitung zeitsparend sein. Die Zeitdifferenz zwischen Probenvorbehandlung und Messung sollte im Feldeinsatz 1 Stunde nicht überschreiten. Die Anzahl durchgeführter Messungen sollte bei mindestens 10 pro Einsatztag liegen.

Der Umfang an peripherem Zubehör ist funktionell abhängig von Art und Umfang der analytischen Aufgabenstellung und den verfügbaren Transportmitteln.

Im allgemeinen kann nicht auf eine in sich geschlossene Ausrüstungskonzeption zurückgegriffen werden. Ausnahmen sind Sets zur Bodenluftanalyse mittels Gasprüfröhrchen und tragbaren Gasmonitoren sowie Sets zur kolorimetrischen oder photometrischen Ionenanalytik im Wasser. Darüber hinaus fehlen standardisierte, genormte und akzeptierte Vorschriften und Ausrüstungen für die schnelle Probenvorbehandlung insbesondere zur Bearbeitung von Bodenproben altlastverdächtigter Flächen.

Die meisten Geräteanbieter offerieren Geräte, aber keine anwenderfreundlichen Problemlösungen. Insofern ist für die Ausrüstungsberatung und methodische Betreuung chemisch-analytisch geschultes Personal zwingend erforderlich.

Wesentliche Ausrüstungselemente sind:

- Energieversorgungseinheit (Notstromaggregat möglichst als Leiseläufer mit mindestens 30% Leistungsreserven, Spannungswandler, Kabeltrommeln, Verteilersteckdosen, bei einem mit Diesel etc. betriebenen Notstromaggregat muss darauf geachtet werden, dass dies nicht als Kontaminationsquelle wirkt)
- Medienversorgung (Waschwasser, destilliertes Wasser, Abwasserbehälter, Kleinkompressor zur Druckluftversorgung, eventuell Druckgasflaschen)
- Probennahmetechnik für Bodenluft, Wasser und Feststoffproben
- Wägetechnik (transportable Kleinwaage)
- Kühltechnik (Taschen, Kühlschränke, Kleingefriertruhen)
- Mischtechnik (Homogenisierung von Feststoffproben)
- Extraktions- und Schnelleluattechnik (schnelllaufende Rührwerke, Ultraschallbäder)
- Separationstechnik (Druckfiltration)
- Transportzubehör (Gerätetransportkisten, möglichst stapelbar, Lösemittel-, Chemikalien- und Abfalltransportbehälter)

Die Anforderungen an die häufig für Laborarbeit konzipierten Gerätschaften leiten sich aus der Feldtauglichkeit, der selbsterklärenden und einfachen Bedienbarkeit, der Robustheit gegen mechanische

und klimatische Belastungen und einen minimierten Energiebedarf ab. Im allgemeinen ist das labor-äquivalente Zubehör ohne Probleme transportfähig.

Umfangreiche Angebote sind in den Lieferkatalogen der Laborgeräteherstellers und Laborgerätehandelsfirmen enthalten.

4.6 Anforderungen an Transportmittel

Die Anforderungen an Transportmittel resultieren aus der Anwendungszielstellung, dem Umfang geplanter Arbeiten und der geplanten Intensität des Einsatzes von Vor-Ort-Analytik-Messtechnik.

Es gelten folgende allgemeine Anforderungen:

- Ausrüstung mit Allradantrieb und nach Möglichkeit Ausrüstung mit Differentialsperren
- Trennung von Messtechnik, Probenvorbereitung, Probennahmetechnik, Energieversorgung
- nach Möglichkeit Anhänger- oder Aufbauten für die Mitnahme von Notstromausrüstung und einfacher Probennahmetechnik
- Hecktüren bei PKW und Transporter nach oben klappbar (Regenschutz)
- Keine Unterbringung von Bohrtechnik im Messfahrzeug (Kontaminationsgefahr)
- großzügigere Auswahl und Ausrüstung des Fahrzeugs als für die geplante Aufgabe notwendig
- Ausrüstung von Messfahrzeugen durch erfahrene Ausrüsterfirmen

5 Qualitätssicherungsmaßnahmen

Für die Vor-Ort-Analytik ist ein Qualitätsmanagement-System für die ausführende Einrichtung erforderlich.

Ausführliche Informationen zu Definitionen, Verfahrensschritten und Gewährleistung von AQS-Maßnahmen sind bei FUNK et al. (1992) zu entnehmen.

Grundsätzliche Voraussetzung für die Qualitätssicherung ist die Führung eines Qualitätssicherungshandbuchs.

Alle Prüfmethode müssen vollständig dokumentiert sein. Dazu gehören Angaben zum Anwendungsbereich, zur Qualitätskontrolle, zur Kalibrierung und zur Validierung. Prüfmittel sind regelmäßig zu überwachen, zu kalibrieren und instandzuhalten. Die Untersuchung ist zu planen und zu dokumentieren. Die Messunsicherheit muss bekannt sein und angegeben werden. Die Arbeitsschritte der Prüfverfahren sind in Standardarbeitsanweisungen zu beschreiben.

Dazu gehören:

- die Bezeichnung der Analysenmethode
- der Anwendungsbereich und die Anwendungsgrenzen
- die Gerätebeschreibung
- das Aufzeigen von Störungen und Fehlerquellen
- die Probenvorbehandlung
- benötigte Chemikalien, Referenzmaterialien und Kalibrierungsmaßnahmen
- Durchführung von Messungen und Qualitätssicherungsmaßnahmen (z.B. das Führen von Kontrollkarten)

Die unterschiedliche Qualität von Feldmesstechnik, Eingriffsmöglichkeiten in die Geräteeichung, angewendeten Analysenverfahren, bestimmbar messbaren Messgrößen und wählbaren Parametern lässt eine allgemein verbindliche Übertragungsstrategie der für die Laboranalytik entwickelten Maßnahmen nicht zu. Die nachfolgenden Ausführungen beziehen sich deshalb auf ein Minimalprogramm für die Einhaltung der Empfehlungen zur Analytischen Qualitätssicherung.

Im allgemeinen gelten folgende **Empfehlungen**:

- Vorgabe des Entscheidungsbereiches der stofflichen Konzentration oder des Messsignals (Messung im Bereich des Hintergrundwertes oder des Prüfwertes bzw. Maßnahmewertes)
- Kalibrierung des Messgerätes unmittelbar vor dem Feldeinsatz mit bekannten Standards der zu bestimmenden Analyten oder Parameter
- Kalibrierung im linearen Bereich des Messsystems
- eigene Standards müssen unmittelbar vor dem Feldeinsatz hergestellt werden, für käufliche Standards, Chemikalien in gelöster Form, Prüfsets (z.B. Röhrchen, Teststäbchen, Reaktionsküvetten, Immunoassays) gelten die Haltbarkeitsfristen
- die Verwendung von Standards und Sets unterschiedlichen Herstellungs- und / oder unterschiedlicher Haltbarkeitsfristen ist zu dokumentieren und die Übereinstimmung des analytischen Ergebnisses zu prüfen

Die Bandbreite des Vor-Ort-Einsatzes analytischer Methoden reicht von der einfachen Erfassung physikalischer und stofflicher Parameter bis zur laboräquivalenten Messtechnik (RFA, GC / MS) zur Bestimmung komplexer Stoffgemische. Wegen der unterschiedlichen Wertigkeit von Gerätetechniken und Analysenverfahren der Vor-Ort-Analytik ist gegenwärtig eine Vereinheitlichung von Maßnahmen der analytischen Qualitätssicherung nicht möglich.

Eine Kontrolle der Messwerte durch Laboranalytik ist insbesondere dann erforderlich, wenn:

- Analysenwerte abgesichert werden sollen, die im Bereich der jeweiligen Entscheidungswerte liegen,
- neben Messbereichsangaben bestimmte Werte, z.B. Maximal- oder Minimalwerte, quantifiziert werden sollen,
- Verfahrenskenndaten für das Analysensystem eine große Messunsicherheit besitzen,
- äußere Einflüsse wie Temperatur, Luftfeuchtigkeit sowie
- Einflüsse der Bodenmatrix zu beurteilen sind.

Der Umfang und die Kriterien, nach denen Vergleichsproben zu entnehmen und analytisch abzuschließen sind, richten sich nach:

- dem Bezug der Messwerte zu den vorgegebenen Entscheidungswerten: Grundsätzlich sollten um so mehr Vergleichsproben untersucht werden, je näher die Messwerte dem Entscheidungswert kommen.
- der Aufgabenstellung und den Qualitätszielen: z.B. genügen wenige Vergleichsproben, wenn über das Vorhandensein einer schädlichen Verunreinigung (orientierende Untersuchung) entschieden werden soll. Dagegen sind mehr Vergleichsuntersuchungen erforderlich, wenn eine Bodenkontamination lagemäßig eingegrenzt (Detailuntersuchung) werden soll.
- dem Messfehler des Analysensystems: Grundsätzlich werden um so mehr Vergleichsproben benötigt, je höher der Messfehler des Systems ist.

In Anlehnung an eine Studie der CMECC werden für die Entnahme von Vergleichsproben folgende Kriterien vorgeschlagen:

Messergebnisse im Vergleich zu den im Einzelfall festgelegten Entscheidungswerten	prozentualer Anteil an Vergleichsproben	Entnahmekriterien
Messergebnisse < Nachweisgrenze	5 %	statistisch verteilt
Messergebnisse < Entscheidungswerte	10 %	statistisch verteilt
Messergebnisse im Bereich der Entscheidungswerte	10-20 %	gezielte Entnahme von Vergleichsproben im Konzentrationsbereich der Entscheidungswerte
Messergebnisse > Entscheidungswerte	5 %	statistisch verteilt

Die hier vorgestellten Kriterien sind bei Analysenverfahren, die identisch mit Verfahren aus der Laboranalytik sind und deren Anwendung durch Standardarbeitsvorschriften oder sonstige Normen geregelt wird, nicht anzuwenden. Für diese Fälle gelten die in den jeweiligen Normen vorgegebenen Qualitätssicherungsmaßnahmen.

In vielen Fällen ist die Methode im Gerät integriert und von den Geräteanbietern werden (z.B. für Prüfröhrchen oder Reaktionsküvetten) komplette Applikationsvorschriften mit Angabe von Störreaktionen und Vertrauensbereichen zur Verfügung gestellt sowie herstellerspezifische Manipulationssets und Reagenzien (z.B. Reaktionsküvettentests) vorgeschrieben. Die Messergebnisse werden manuell notiert, über Datalogger temporär gespeichert oder AQS-gerecht im Geräterechner einschließlich der Messparameter eineindeutig festgehalten. Methodenentwicklung und Nutzung komplexer Analysetechniken erfordern im Regelfall entsprechend fachkundiges Personal. Dies gilt zumindest für die Bereitstellung der Verfahrensvorschriften. Im allgemeinen sollte der Anwender mobiler Vor-Ort-Analytik kommerziell angebotene Geräte und vorgegebene Methoden ohne eigene Methodenentwicklung (z.B. Prüfröhrchen, Teststäbchen, Reaktionsküvetten) benutzen.

Die Probennahme- und Probenvorbehandlungskonzeption für den speziellen Feldeinsatz muss feststehen und erprobt sein. Ziel aller AQS-Maßnahmen ist die Verbesserung der Präzision und Richtigkeit des analytischen Verfahrens. Deshalb müssen auch bei der Probennahme und Probenvorbehandlung Qualitätssicherungsmaßnahmen durchgeführt werden. Grundsätzlich sollten nur Proben analysiert werden, deren Ursprung bekannt und dokumentiert ist.

Es muss nachprüfbar sein:

- wo, wie und wann die Proben gewonnen wurden
- welche Probennahmebedingungen herrschten (meteorologische Daten)
- wer die Proben genommen hat
- wo und wie sie gelagert wurden
- welcher Zeitraum zwischen Probenentnahme und Analyse verstrichen ist
- welche Probenvorbehandlungen durchgeführt wurden

Minimalforderung der analytischen Qualitätssicherung für die Vor-Ort-Analytik sind das Führen eines Gerätebuches für jedes Gerät und eines Einsatzbuches. An die Führung des Buches (gebunden in Form eines DIN A4-Laborjournals) sind folgende Anforderungen zu stellen:

Vor Benutzung des Buches:

- Anlegen einer durchgehenden Seitennummerierung, Angabe des Gerätes, des Einrichtungsdatums und der Seitenzahl auf dem Buchetikett, Angabe der Firma und des Geräteverantwortlichen
- alle Eintragungen sind handschriftlich zu führen
- jede Eintragung ist mit Ort, Datum und Namen des Eintragenden zu versehen
- Verweise auf Gerätebeschreibungen, Arbeitsanweisungen und externe Protokolle (Kalibrierungs- und Reparaturberichte) sind erforderlich (Standortangabe und Zugriffsberechtigung)

Im **Gerätebuch** sind aufzuführen:

- Durchführung von Wartungsarbeiten und Reparaturen (intern und extern)
- aufgetretene Störungen
- Benutzung (wer, wann, wo)
- durchgeführte Kalibrierungen (wann, wer, wo), Verweis auf die Kalibriervorschrift
- Art der Kalibrierung (Einpunkt- oder Mehrpunktkalibrierung), Verweis auf Arbeitsvorschrift zur Geräteeichung, Kalibrierung im angestrebten Arbeitsbereich
- Angaben zum verwendeten Standardmaterial (eigene Standards oder Referenzmaterial)
- Herstellungsdatum des Standards und Zusammensetzung

Im **Einsatzbuch** sind aufzuführen:

- Datum, Standortbezeichnung, datenbankgerechte Code-Nr., Einsatzverantwortlicher
- Auftraggeber, Problemstellung, Zielsetzung, Standortbeschreibung und Besonderheiten
- Parameterauswahl, Schwellenwertvorgaben und Toleranzgrenzen, Festlegen von Leitparameter
- Lösungsweg, Auswahl des Messverfahrens und eingesetzte Messtechnik
- Messeinsätze am Standort (wann, wo)
- Lageplan, primäres Rasternetz, Rasterkoordinaten, Messung der Hoch-Rechts-Werte (wer, wie)
- Probennahmeplan, Probencodierung, Angabe zur Probennahme, meteorologische Bedingungen
- (Probennahme selbst oder durch Fremdfirma, verwendete Technik, aufgetretene Probleme)
- Angaben zur Ablage der Probennahmeprotokolle
- durchgeführte Kalibrierkontrollen am Einsatzort
- Angaben zum Standard (Referenzmaterial, hauseigene Standards, Direktmessung oder Standardaddition)
- Angaben zur Probennahmezeit, Probenlagerung und Zeitdifferenz zwischen Probennahme und Analyseergebnis
- Angaben zu Drifterscheinungen und zur Nachkalibrierung
- Angaben zu Störungen an Messtechnik und Versuchsablauf

Kontrollmessungen sollten zu Beginn und im dritten Zeitdrittel des jeweiligen Messkampagnetages sowie nach Überschreitung des oberen Messbereiches erfolgen. Dabei genügt eine einfache Messung im Konzentrationsbereich der Entscheidungsfindung. Als zusätzliche Dokumentationshilfsmittel sind Sofortbildkamera oder Digitalkamera und Diktaphon zu empfehlen.

6 Probleme der Beurteilung von Messergebnissen

Die **Probleme der statistischen Beurteilung der Vor-Ort-Analytik** sind:

- unmittelbare Verknüpfung von Probennahme, vereinfachter Probenvorbehandlung und Analytik
- Heterogenität der untersuchten Proben durch eingeschränkte Probenvorbehandlung
- Messung stoffunspezifischer Größen (z.B. PID-Signal) unterschiedlicher Responsefaktoren für die Einzelsubstanzen im Gemisch
- fehlender definierter Massenbezug bei einer probennahmefreien Messung

7 Literatur

FUNK, W.; DAMMAN, V. & G. DONNEVERT (1992): Qualitätssicherung in der Analytischen Chemie, VCH-Verlag Weinheim, ISBN 3-527-28291-2.

LANDESANSTALT FÜR UMWELTSCHUTZ BADEN-WÜRTTEMBERG (1995): Vergleichende Prüfung von Vor-Ort-Analytik-Geräten in Sinsheim. Texte und Berichte zur Altlastenbearbeitung 23/95.

LANDESANSTALT FÜR UMWELTSCHUTZ BADEN-WÜRTTEMBERG (1996a): Vergleichende Prüfung von Vor-Ort-Analytik-Geräten in Rastatt bei der MVG. Texte und Berichte zur Altlastenbearbeitung 27/96.

LANDESANSTALT FÜR UMWELTSCHUTZ BADEN-WÜRTTEMBERG (1996b): Literaturstudie Vor-Ort-Analytik. Texte und Berichte zur Altlastenbearbeitung 28/96.

NAUMER, H. & M. ADELHELM (1997): Untersuchungsmethoden in der Chemie. Georg-Thieme-Verlag Stuttgart.

SÄCHSISCHES LANDESAMT FÜR UMWELT UND GEOLOGIE (1999): Vor-Ort-Analytik. Materialien zur Altlastenbearbeitung in Sachsen, Dresden.

Übersicht über Veröffentlichungen zur Messtechnik bzw. zu Anwendungsfällen der Vor-Ort-Methoden:
Analytiker-Taschenbücher (18 Bände).des Springer-Verlages Berlin-Heidelberg 1998.

AWMA (Hrsg.) (1997): Field Analytical Methods for Hazardous Wastes and Toxic Chemicals, Proceedingsband VIP-71, Air & Waste Management Association, Pittsburgh.

Flachowsky, J. (1998): Mobile Umweltanalytik, in Analytiker-Taschenbuch Bd. 18, Springer-Verlag Berlin.

GOTTLIEB, J.; HÖTZL, H.; HUCK, K. & R. NIESSNER (HRSG., 1997): Field Screening Europe, Proceedings, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.

HEIN, H. & W. KUNZE (1994): Umweltanalytik, VCH-Verlag Weinheim.

LANDESANSTALT FÜR UMWELTSCHUTZ BADEN-WÜRTTEMBERG (1995): Vergleichende Prüfung von Vor-Ort-Analytik-Geräten in Sinsheim. Texte und Berichte zur Altlastenbearbeitung 23/95.

LANDESANSTALT FÜR UMWELTSCHUTZ BADEN-WÜRTTEMBERG (1996a): Vergleichende Prüfung von Vor-Ort-Analytik-Geräten in Rastatt bei der MVG. Texte und Berichte zur Altlastenbearbeitung 27/96.

LANDESANSTALT FÜR UMWELTSCHUTZ BADEN-WÜRTTEMBERG (1996b): Literaturstudie Vor-Ort-Analytik. Texte und Berichte zur Altlastenbearbeitung 28/96.

LEWANDOWSKI, J.; LEITSCHUH, S. & V. KOß (1997): Schadstoffe im Boden, Springer-Verlag Berlin.

NIEDERSÄCHSISCHES LANDESAMTES FÜR ÖKOLOGIE HILDESHEIM (1992): Untersuchungen der Altablage-

zung Kuhstedt im Landkreis Rotenburg/Wümme - Vergleich der technischen Ausstattung der eingesetzten Laborfahrzeuge.

SÄCHSISCHES LANDESAMT FÜR UMWELT UND GEOLOGIE (1999): Vor-Ort-Analytik. Materialien zur Altlastenbehandlung in Sachsen, Dresden.

SCHWEDT, G. (1995): Mobile Umweltanalytik, Vogel Buchverlag Würzburg.

VDI-BILDUNGSWERK (HRSG., 1991): Analytik bei Abfallentsorgung und Altlasten, VDI-Verlag Düsseldorf.

8 Abkürzungsverzeichnis

ALA	Altlastenausschuss der LABO
AOX	Adsorbierbare organische Halogenverbindungen
AQS	Analytische Qualitätssicherung
AWMA	Air & Waste Management Association
CMECC	California Military Environmental Coordination Committee
DOC	Gelöster organischer Kohlenstoff / dissolved organic carbon
ECD	Elektroneneinfangdetektor / electron capture detektor
EDRFA	Energiedispersive Röntgenfluoreszenzanalyse
ELISA	Enzym-Immuno-Assay (enzym linked immunoabsorbent assay)
EPA	Amerikanische Umweltbehörde / Environmental Protection Agency
FID	Flammenionisationsdetektor
FTIR	Fouriertransformations-Infrarotspektrometrie
GC	Gaschromatographie
HKW	Halogenkohlenwasserstoffe
IMS	Ionenmobilitätsspektrometrie
IR	Infrarotspektrometrie
LABO	Länderarbeitsgemeinschaft Boden
LHKW	Leichtflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe (C1, C2)
LIF	Laser Induced Fluorescence
MDL	Minimum Detection Limit
MKW	Mineralölkohlenwasserstoffe
MS	Massenspektrometrie / Massenspektrometer
NDIR	Nichtdispersive Infrarotspektrometrie
NIOSH	National Institut of Occupation, Safety and Health
NPL	National Priority List
OSHA	Occupational Safety and Health Administration
PAK	Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe
PBSM	Pflanzenbehandlungs- und Schädlingsbekämpfungsmittel
PCB	Polychlorierte Biphenyle
PCP	Pentachlorphenol
PID	Photoionisationsdetektor

RDX	Hexogen
RFA	Röntgenfluoreszenzanalyse
SAK	Spektraler Absorptionskoeffizient
SM	Schwermetalle
SPE	Festphasenextraktion / solid phase extraction
SPME	Mikrofestphasenextraktion / solid phase micro extraction
TN	Gesamtstickstoff
TNT	Trinitrotoluol
TOC	Gesamter organischer Kohlenstoff / total organic carbon
TPH	total petroleum hydrocarbons
UEG	Untere Explosionsgrenze
VOC	Flüchtige organische Kohlenwasserstoffe / volatile organic compounds
WLD	Wärmeleitfähigkeitsdetektor

9 Glossar / Begriffsbestimmungen

Analysemethode	/1/: Summe aus Probenvorbereitung, Analysenprinzip und Auswertung
Analyseverfahren	/1/ geändert: Summe aus Probenahme und Analysemethode
Analyseprinzip	/1/: Messung des Analyten
Analytische Qualitätssicherung	/3/: Überwachung der Richtigkeit und Genauigkeit von Analyseergebnissen. Eine zentrale Rolle nehmen hierbei die Probenahme, -konservierung, -vorbereitung, Verfahrensauswahl, personelle Voraussetzungen, Messung und Auswertung ein.
Bestimmungsgrenze	/1, 2/, geändert: Kleinste Analytmenge bzw. -konzentration, die mit einem bestimmten Analyseverfahren quantitativ nachgewiesen werden kann.
Beurteilung	Auswertung der z.B. erhaltenen Messergebnisse durch einen Sachverständigen
Bewertung	Auswertung / Diskussion der durch den Sachverständigen vorgelegten Ergebnisse durch die Behörde
Bodeneluat	Zugabe von Elutionsmittel (i.d.R. Wasser) zu einer Bodenprobe, um den mobilisierbaren Schadstoffanteil zu bestimmen.

Entscheidungswert	/2/: Sammelbegriff für Prüf-, Maßnahmen-, Vorsorge- und Orientierungswerte. Sie geben diskrete Konzentrationsangaben vor und werden auf der Grundlage von gesetzlichen, technischen und sonstigen Vorgaben zur Beurteilung von Analyseergebnissen herangezogen.
falsch positiv	ist ein Ergebnis, wenn ein Positivnachweis erfolgt, die Probe jedoch eine Analytkonzentration von weniger als dem 0,5 fachen des MDL (Minimum Detection Limit, niedrigste Konzentration, die ein positives Testergebnis liefert) der Methode enthält.
falsch negativ	ist ein Ergebnis, wenn ein Negativnachweis erfolgt, die Probe jedoch eine Analytkonzentration von mehr als dem zweifachen des MDL der Methode enthält.
Genauigkeit	/1/: Summe aus Präzision und Richtigkeit
Historische Erkundung	/7/: Kenntnisstandsanalyse durch Recherche und Auswertung von verfügbaren Informationen und Unterlagen (Akten, Kartenmaterial, Personenbefragungen)
Kalibrierung / Kalibration	/8/: Exakte Ermittlung der Abhängigkeit zwischen dem jeweiligen Messwert y und dem Analysenwert x. (Der Begriff <i>Eichung</i> steht mit einem amtlichen Zertifikat in Verbindung.)
Laboranalytik	Durchführung der analytischen Untersuchung in einem chemischen Laboratorium mit i.d.R. standardisierten Verfahren. Räumliche und zeitliche Trennung von Probennahme, Probenvorbehandlung und Analytik.
Leitparameter	/3/: Bestimmung eines Einzelstoffes als repräsentative Substanz für die betreffende Stoffklasse.
Matrizeinfluss	Störung der analytischen Untersuchung bzw. Verfälschung des Analyseergebnisses durch das Probenmaterial.
Messprinzip	/1/: Der zur Messung genutzte physikalische Effekt.
Messverfahren	/1/: Praktische Umsetzung des Messprinzips.
Nachweisgrenze	/1, 2/, geändert: Kleinste Analytmenge bzw. –konzentration, die mit einem bestimmten Analyseverfahren qualitativ (enthalten / nicht enthalten) nachgewiesen werden kann.
Präzision	/2/: Bezeichnung für zufällige Abweichungen.

Probennahme	<p>/6/: Entnahme von Teilmengen aus relevanten Umweltmedien.</p> <p>/5/ Probennahme: Die Probennahme wird in zwei Stufen unterschieden:</p> <ul style="list-style-type: none">• Festlegung und Ausbau der Probennahmestellen (Probennahmestrategie und Probennahmetechnik) und• Entnahme der Probe für die analytische Untersuchung (Probennahme im engeren Sinne).
Probennahmestrategie	nach /5/: Umfasst die begründete Auswahl bzw. Festlegung über den zu untersuchenden Raum sowie die Anordnung der Probennahmepunkte bzw. Messstellen.
Probenvorbehandlung	/3/: Überführung einer Originalprobe in eine für die Analytik messbare Probe
Qualitätsmanagement	aus /8/ mit Verweis auf DIN 55 350 TI. 11, DIN EN ISO 8402: Alle Tätigkeiten der Gesamtführungsaufgabe, welche die Qualitätspolitik, Ziele und Verantwortungen festlegen sowie diese durch Mittel wie Qualitätsplanung, Qualitätssicherung und Qualitätsverbesserung –im Rahmen des Qualitätsmanagement-Systems verwirklichen.
Qualitätspolitik	<i>aus /8/ mit Verweis auf DIN 55 350 TI. 11, DIN EN ISO 8402: Die grundlegenden Absichten und Zielsetzungen einer Organisation zur Qualität, wie sie von ihrer Leistung formell erklärt werden.</i>
Qualitätsplanung	<i>aus /8/ mit Verweis auf DIN 55 350 TI. 11, DIN EN ISO 8402: Auswählen, Klassifizieren und Gewichten der Qualitätsmerkmale sowie schrittweises Konkretisieren aller Einzelforderungen an die Beschaffenheit zu Realisierungsspezifikationen.</i>
Qualitätssicherung	aus /8/ mit Verweis auf DIN 55 350 TI. 11, DIN EN ISO 8402: Alle geplanten und systematischen Tätigkeiten, die innerhalb des Qualitätsmanagement-Systems verwirklicht sind, und die wie erforderlich dargelegt werden, um angemessenes Vertrauen zu schaffen, dass eine Einheit die Qualitätsforderung erfüllen wird.
Referenz (-proben, -material)	/6, 8/ geändert: Materialien mit definierten Masseanteilen zur Bestimmung von Analytmengen, -konzentrationen.
Reproduzierbarkeit	nach /6/: Wiederholbarkeit von Messungen mit möglichst geringer Abweichung der Einzelergebnisse. In der Analytik wird statt der Reproduzierbarkeit von Messergebnissen bevorzugt der Begriff der Präzision verwandt.
Richtigkeit	Bezeichnung für die systematische Abweichung vom wahren Wert.
Rückstellproben	Aufbewahren von Proben für evtl. notwendig werdende zusätzli-

	che Analysen.
Sachverständige	nach § 18 S. 1 BBodSchG: Sachverständige müssen die für diese Aufgaben erforderliche Sachkunde und Zuverlässigkeit besitzen sowie über die erforderliche gerätetechnische Ausstattung verfügen.
Schnelleluat	Elutionsverfahren mit kurzer Einwirkungszeit.
Screeningmethode	nach /6/: Methode, mit denen aus einer Vielzahl von Proben eine bestimmter Stoff bzw. Mikroorganismus identifiziert wird.
Standard (-proben, material)	nach /6/, geändert: Feststehende Bezugsgröße zum Vergleich und zur Bestimmung von Analytmengen, -konzentrationen.
Validierung	/8/ Inhalt aller Dokumente über die Validierung analytischer Verfahren ist: <ul style="list-style-type: none">• schriftliche Dokumentation der Verfahren• Brauchbarkeit in der Routine: Robustheit des Verfahrens• Verlässlichkeit des Verfahrens, nachgewiesen an realen Proben• Nachweisliche Beherrschung der Methodik im eigenen Labor• statistische Absicherung der Verfahrenskenngrößen.
Vor-Ort-Analytik	bzw.: Rechtsgültigkeitserklärung einer Analysenmethode /1, 2/: Analysenverfahren, die am Standort der altlastverdächtigen Fläche außerhalb eines chemischen Laboratoriums schnell Informationen über stoffliche Belastungen liefern, zur Optimierung der Probennahmestrategie aufgrund der unmittelbar vorliegenden stofflichen Informationen beitragen, richtig ausgewählte Proben der Laboranalytik zuführen und somit zur Kostenreduzierung innerhalb der Altlastenuntersuchung beitragen.
/1/:	Sächsisches Landesamt für Umwelt und Geologie (1999): "Vor-Ort-Analytik", Materialien zur Altlastenbehandlung in Sachsen.
/2/	Landesanstalt für Umweltschutz (2000): Handlungsempfehlung zum Einsatz der Vor-Ort-Analytik (Entwurf).
/3/	Fachgruppe Wasserchemie der GDCh (Hrsg., 1997): Chemie und Biologie der Altlasten. VCH Verlagsgesellschaft Weinheim.
/4/	Doerffel, K. (1990): Statistik in der analytischen Chemie.
/5/	Sächsisches Landesamt für Umwelt und Geologie (1998): "Probenahme bei der Technischen Erkundung von Altlasten", Materialien zur Altlastenbehandlung in Sachsen.
/6/	Römpp Chemie Lexikon (1995)
/7/	Sächsisches Landesamt für Umwelt und Geologie (1995): "Grundsätze der Altlastenbehandlung in Sachsen", Anlage 1, Terminologie, Handbuch zur Altlastenbehandlung.

/8/ Günzler, H. (Hrsg., 1994): Akkreditierung und Qualitätssicherung in der Analytischen Chemie.

Anlagen

Anlage A: CMECC-Konzept

Unter dem CMECC-Konzept werden Methoden zur Auswahl und Anwendung der Vor-Ort-Analytikverfahren für militärische Altlasten verstanden. Es wurde vom California Military Environmental Coordination Committee (CMECC) zur Altlastenbewertung in den USA entwickelt.

Die EPA validiert und zertifiziert mobile Vor-Ort-Methoden für den Einsatz im Feld als Ersatz der Laboranalytik. Das vorliegende, im April 1996 vom Chemical Data Quality/Cost Reduction Process Action Team (PAT) veröffentlichte Papier („Field Analytical Measurement Technologies, Applications, and Selection“) kann über Mr. Alan Hurt (U.S. Navy Southwest Division; 1220 Pacific Highway, San Diego, CA 92132) bezogen werden.

Grundsätzliche Auswahlkriterien für den Einsatz der Vor-Ort-Analytik sind:

- Kosten, Zeitbedarf, Datenqualität
- Realisierbarkeit projektspezifischer Qualitätssicherungskonzepte
- Standorterkundung zur Gefährdungsabschätzung nach Art, Umfang und Verteilung der Kontamination
- Planung und Vorbereitung von Sanierungsmaßnahmen
- Sanierungsbegleitende Analytik

Die zuständigen Behörden sind möglichst frühzeitig in die Planungsphase einzubeziehen, um die Akzeptanz der Vor-Ort-Analytik abzusichern. Ausgewählte Proben von Standorten mit unbekanntem Schadstoffprofil müssen zunächst unter Festlegen eines breiten Untersuchungsspektrums an Schadstoffen (NPL-Liste) mittels laboranalytischer Verfahren bestimmt werden, um die standortspezifisch dominierenden Schadstoffe zu erkennen.

Stichwortartig wird darauf verwiesen, in einem Qualitätssicherungsplan nach EPA QA/R-5, Draft; January 19, 1992 (EPA Requirements for Quality Assurance Plans for Environmental Data Operations) die Vorgehensweisen bei Probennahme und -vorbehandlung, Messgeräteausswahl, Kalibrierverfahren, Messverfahren, statistischer Bewertung festzulegen. Der Kalibrierstandard soll im Belastungsbereich des Standortes liegen und alle Maßnahmen zur Kalibrierung standortspezifisch durchgeführt und protokolliert werden.

Fortsetzung Anlage A:

CMECC-Konzept

Zur Durchführung von Standortuntersuchungen wird in verbaler Form ein siebenstufiges Qualitätssicherungskonzept für die Bereitstellung von Messdaten festgelegt.

- Problembeschreibung (Stufe 1)
- Zusammenstellung notwendiger Entscheidungen (Stufe 2)
- Auswahl erforderlicher Messdaten (Stufe 3)
- Festlegung der unterschiedlichen Untersuchungsphasen (Stufe 4)
- Vorgabe von Bewertungskriterien (Stufe 5)
- Vorgabe zulässiger Fehlergrenzen (Stufe 6)
- Ableitung einer optimierten Vorgehensstrategie zur Ermittlung des Datenmaterials (Stufe 7)

Feldmesstechniken werden nur für einige ausgewählte Parameter beschrieben (s. Tabelle A 1)

Methode	Parameter
Immunoassays	MKW (TPH - bis Gasöle)
Immunoassays	PAK
Immunoassays	BTEX
Immunoassays	Sprengstoffe (TNT / RDX)
Immunoassays	PCB
Immunoassays	Quecksilber
Röntgenfluoreszenzanalyse	Schwermetalle
Conepenetrometer-LIF (Drucksondiereinrichtung)	TPH / PAK

Tab. A 1: Gegenüberstellung von Feldmesstechniken und bestimmaren Parametern

Die üblichen Feldparameter (u.a. pH-Wert, Leitfähigkeit, Redoxpotenzial, gelöster Sauerstoff, Temperatur, Trübung) sind wegen der möglichen Verfälschungen durch Lagerung und Transport unmittelbar während der Probennahme zu bestimmen. Wegen des breiten Spektrums von Treibstoffen und Schmiermitteln gibt es kein analytisches Verfahren, das Gesamtspektrum abdeckt. Auf die Bodenluftprobennahme (Aktiv- und Passivsammler) und die Kombination mit Gaschromatographie / Massenspektrometrie-Messeinrichtungen (GC / MS) in Messfahrzeugen wird verwiesen als vom Standort abhängige kostengünstige Alternative zur Laboranalytik, aber nicht in Anlage A beschrieben.

Fortsetzung Anlage A:

CMECC-Konzept

Nach EPA wird streng zwischen „screening data“ und „definitive data“ unterschieden (s. Tabelle A 2). Zur Sicherung der „screening data“ wird gefordert, dass 10 % der so gewonnenen Daten mittels Methoden, die „definitive data“ erzeugen, überprüft werden. Dies kann unter Feldbedingungen (mobiles Labor) oder in einem Analysenlabor erfolgen. Das ist dann ein wenig sinnvolles Anliegen, wenn durch Feldmethoden eine deutlich höhere Zahl an Proben gewonnen und untersucht wird, da dadurch der Kostenvorteil der Vor-Ort-Analytik zunichte gemacht wird.

screening data	definitive data
schnelle Bereitstellung	Anwendung genormter Methoden (EPA)
geringere Genauigkeit	Analytspezifische Daten (was und wieviel)
vereinfachte Probenvorbehandlung	dokumentensichere Rohdaten
Analytidentifikation	Anwendung von AQS-Methoden
schlechte Reproduzierbarkeit	statistische Bewertung der Daten

Tab. A 2: Charakterisierung von screening und definitive data

Zur Qualitätssicherung der Vor-Ort-Analytik werden je nach gemessener Konzentration und Arbeitsbereich der Methode 10-20% der Proben als Kontrollproben für die Laboranalytik zurückgestellt. 5% der Proben oder 1 Probe pro täglichem Probendurchsatz von 20 Messproben müssen als Leerproben gemessen werden.

Die zu bestimmenden Konzentrationen in den Proben sollen in der Mitte des Arbeitsbereiches der ausgewählten Feldmethode liegen. Bei Bestimmung flüchtiger organischer Kohlenwasserstoffe (VOC) ist eine Probenteilung im Feld für die Laboranalytik nicht zulässig. Hier können nur aufbereitete Proben (Extrakte) geteilt werden. Für homogene geteilte Proben wird ein Faktor <10 zwischen Feldmessung und Laborergebnis zugelassen. Der Laborwert eine Feldmessung mit einer Ergebnisbreite von 10-1000 mg/kg muss danach bei 100 mg/kg liegen.

Beim Vergleich parallel gesammelter Proben an der gleichen Probennahmestelle wird wegen der Bodenheterogenität eine Differenz bis zu zwei Größenordnungen zugelassen. Zum Probennahmeplan und zum Analysenplan werden nur wenig hilfreiche verbale Aussagen zu notwendigen Aktivitäten angeführt.

Wesentlicher Bestandteil des CMECC-Konzeptes ist die dortige Anlage A mit umfassender tabellarischer Darstellung der Leistungsdaten, Kosten und Anwendungsproblemen.

Fortsetzung Anlage A:

CMECC-Konzept

Anzahl und Art der Radionuklidquellen unterscheiden sich bei den einzelnen Geräten. Die Si(Li)-Detektoren müssen mit flüssigem Stickstoff gekühlt werden. Die Zahl gleichzeitig bestimmbarer Elemente unterscheidet sich. Die realen Nachweisgrenzen sind von der Matrix und dem zu bestimmenden Element abhängig. Die Kosten pro Analysenprobe liegen unter 50 US \$ und sind abhängig von der Anzahl der Proben und der Geräteauslastung. Für präzise Messungen müssen die Proben getrocknet, aufgemahlen und notfalls gesiebt werden.

Die Immunoassays sind von der EPA validiert (Solid Waste SW-846 Method 4030) und damit als Prüfmittel bei der Altlastenuntersuchung in den USA zugelassen.

Anlage B: Hinweise für die Beschaffung von Messtechnik

Beschaffung einer Anbieterübersicht

1. Messebesuche
2. Zeitschriften- und Katalogliteratur, z.B.
 - LaborPraxis (Data M-Services GmbH Laborpraxis, Fichtestr. 9, 97104 Würzburg; <http://www.vogel-medien.de>)
 - Umweltmarkt von A-Z '99 (Katalog + CD-ROM; e-mail: UmweltMagazin@vogel-medien.de)
 - GIT Labor-Fachzeitschrift (GIT Verlag GmbH, Rößlerstr. 90, 64293 Darmstadt)
 - LABO Magazin für Labortechnik (kostenlos, Verlag Hoppenstedt GmbH, Havelstr. 9, 64295 Darmstadt, <http://www.hoppenstedt.com>)
 - LabTops (LabTops, Labor Produkte- Hersteller e.V., Aldegundisstr. 20, 51371 Leverkusen, info@LabTops.de, <http://www.LabTops.de>)
 - Labor 2000 (Jahresmarktüberblicke der Zeitschrift LaborPraxis- u.a. mit Messenübersichten)
 - MERCK eurolab Katalog „Verbrauchsmaterialien und Geräte“ (Merck Eurolab GmbH, Großenhainer Str. 99, 01127 Dresden, e-mail vzod@merckeurolab.de)
3. Internet - Adressen
 - www.analytik.de
 - www.messweb.de
 - www.laborprodukte.de
 - www.laboratorien.de

Auflisten eines Forderungskataloges

1. Messparameter, Bestimmungsbereich, Bestimmungsgrenze
2. Störreaktionen, Matrixeffekte, Zeitbedarf
3. Probenvorbehandlungsaufwand und Chemikalienbedarf (Entsorgungsprobleme)
4. Garantieleistungen und up date - Verpflichtungen
5. Kosten für Verbrauchs- und Verschleißmaterialien, Kosten für Reparatur und Service
6. Liste der Lieferfirmen für Verbrauchsmaterial und Zubehör
7. Rechnerkonfiguration, Betriebssystem, Softwarezustand, Qualitätssicherungsmaßnahmen
8. Bedienhandbuch (verständlich, übersichtlich, Beschreibung des Analysenprinzips)
9. Applikationsbeispiele, Testmethoden und Standardarbeitsanweisungen

Fortsetzung Anlage B:

Hinweise für die Beschaffung von Messtechnik

Handlungsempfehlungen

1. Bereitstellung eines Leihgerätes
2. Methodenerprobung laut Bedienhandbuch
3. Bearbeitung ausgewählter eigener Problemstellungen
4. Kontrolle der Richtigkeit von Applikationsbeispielen und Arbeitsanweisungen
5. Kontrolle der Betriebssicherheit der Software
6. Kontrolle der Funktionssicherheit der Messtechnik
7. Ermittlung des tatsächlichen Material- und Zeitbedarfes
8. Bestimmung des Zeit- und Kostenaufwandes