

Teilthema 2.5:

Chemische analytische Untersuchungen von Altlastenproben - Laborverfahren -

Beitrag der Hessischen Landesanstalt für Umwelt

Vorwort

Zeitgleich mit der Erarbeitung des Teilthemas 2.5 wurde die Anlage 1 der BBodSchV erstellt. Zwischen beiden Unterlagen bestehen einige Unterschiede, die im Folgenden kurz dargestellt werden.

Das Teilthema 2.5 „Chemische analytische Untersuchungen von Altlastenproben - Laborverfahren“ wurde mit einer anderen Zielrichtung als die BBodSchV erstellt. Daraus erklären sich die Hauptunterschiede.

Das Teilthema 2.5 ist ausschließlich für die Altlastenbelange erarbeitet worden. Die in der BBodSchV zusätzlich enthaltenen Vorgaben für den Bodenschutz fehlen hier.

Dieses Teilthema soll zur Qualitätssicherung beitragen, daher enthält es neben einer ausführlichen Heranführung an die Problemstellung umfangreiche Vorschläge zur Qualitätssicherung bei der chemisch analytischen Untersuchung von Altlastenproben.

Da die Altlastenbearbeitung ein multimediales Problem darstellt, werden auch Verfahren zur Untersuchung von Wasser angegeben.

Im Allgemeinen werden für die einzelnen Parameter mehr als ein Bestimmungsverfahren zugelassen, um es dem sachkundigen Bearbeiter zu ermöglichen, ein dem Problem angepasstes Verfahren auswählen zu können bzw. unterschiedlich empfindliche Verfahren zur Verfügung zu haben.

Das Teilthema 2.5 soll dazu beitragen, eine höhere Qualität bei der Altlastenbearbeitung zu erreichen, daher wurden nur Analysenverfahren aufgenommen, die für die Fragestellung der Altlastenuntersuchung etabliert und validiert sind. Dies führt zu zwei wesentlichen Unterschieden zur BBodSchV:

1. Es werden keine Verfahren für die Bestimmung von organischen Schadstoffen aus Feststoffen angegeben (siehe 2.5.1 Einleitung).
2. Bei den Elutionsverfahren wird im Teilthema 2.5 nur das Elutionsverfahren der LAGA zur Untersuchung von Abfällen, verunreinigten Böden und Materialien aus dem Altlastenbereich, Teil A: „Herstellung und Untersuchung von wässrigen Eluaten EW 98“¹ vorgeschlagen. Hierbei handelt es sich um ein Elutionsverfahren in Anlehnung an das Verfahren nach DEV S4, wobei der Abtrennschritt fest-flüssig konkretisiert wurde (siehe BBodSchV, Anhang 1, 3.1.2).

Die Laborverfahren bei der Altlastenuntersuchung unterliegen einer stetigen Fortentwicklung und müssen daher fortgeschrieben und aktualisiert werden².

¹ Mitteilungen der Länderarbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA) 28, Erich Schmidt Verlag, 1999.

² Chemisch analytische Untersuchungen von Altlasten – Laborverfahren – Stoffsammlung, Schriftenreihe „Umweltplanung, Arbeits- und Umweltschutz“, Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie, Wiesbaden 2000

2.5 Chemische analytische Untersuchungen von Altlastenproben - Laborverfahren -

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	1
Inhaltsverzeichnis	2
2.5.1 Einleitung	3
2.5.2 Probenübergabe	4
2.5.3 Probenvorbereitung	4
2.5.4 Analysenverfahren für die Altlastenanalytik	6
2.5.5 Wasseruntersuchung	8
2.5.5.1 Allgemeine Parameter für die Wasseruntersuchung	8
2.5.5.2 Bestimmung von Kationen	8
2.5.5.3 Bestimmung von Metallen und Metalloiden	9
2.5.5.4 Bestimmung der Anionen im Wasser	15
2.5.5.5 Organische Summenparameter	17
2.5.5.6 Organische Einzelstoffe	20
2.5.6 Feststoffuntersuchungen	22
2.5.6.1 Allgemeine Parameter für die Feststoffuntersuchung	22
2.5.6.2 Bestimmung von Metallen und Metalloiden im Feststoff	22
2.5.6.3 Bestimmung der eluierbaren Stoffanteile	24
2.5.6.4 Organische Summenparameter	24
2.5.6.5 Organische Einzelparameter	25
2.5.7 Bodenluftuntersuchungen	25
2.5.8 Analytische Qualitätssicherung	26
2.5.8.1 Einleitung	26
2.5.8.2 Grundlagen der Qualitätssicherung	27
2.5.8.3 Validierung eines Analysenverfahrens	28
2.5.8.4 Qualitätssicherungsplan	30
2.5.8.5 Kalibrierung	33
Weiterführende Literatur:	34
Anhang 1: Zusammenstellung der zitierten DIN – Normen mit Ausgabedatum	35
Abkürzungsverzeichnis	37

2.5.1 Einleitung

Die Feststellung, dass ein kontaminierter Standort eine Altlast ist, führt häufig zu sehr kostenintensiven Sanierungsmaßnahmen. Diese Altlastenfeststellung wird von der Altlastenbehörde immer auf der Basis von Analysenwerten aus Boden-, Wasser- oder (Boden-) Luftproben vom kontaminierten Standort getroffen.

Bei der analytischen Untersuchung von Proben aus dem Altlastenbereich tritt das Problem auf, dass es für diesen Teilbereich noch keine genormten oder standardisierten Analysenverfahren gibt. Dies führt dazu, dass eine Vielfalt von unterschiedlichen laborinternen Verfahren angewandt wird. Die Ergebnisse, die mit diesen unterschiedlichen Verfahren erhalten werden, sind jedoch nicht vergleichbar, da z.B. unterschiedliche Probenvorbereitungen, Extraktionstechniken oder Mengenverhältnisse angewandt werden. Die daraus resultierenden Analysenwerte können daher, abhängig von der angewandten Methode, voneinander abweichen und eine Entscheidungsfindung erschweren oder gar verhindern. Die dadurch notwendig werdende Mehrfach- und Kontrollanalytik führt zu Zusatzkosten und zu Zeitverzögerungen in der Entscheidungsfindung.

In letzter Konsequenz sind behördliche Entscheidungen, die auf solchen Analysenwerten beruhen, fachlich nicht tragfähig, leicht angreifbar und nicht gerichtsfest.

In Ermangelung von genormten Analysenverfahren für die Altlastenanalytik wird allgemein versucht, wenigstens für den eigentlichen Messschritt auf genormte Verfahren aus anderen Bereichen (Wasseranalytik) zurückzugreifen. Dies erfolgt jedoch ohne konkrete Anpassung der Probenvorbereitungen. Primär wird geprüft, wie weit diese Vorgehensweise - Verfahren, die für andere Zwecke definiert sind, zu übernehmen - für die jeweiligen Teilbereiche der Altlastenanalytik sinnvoll ist.

Für die Umweltkompartimente **GRUND-, OBERFLÄCHEN- UND SICKERWASSER** kann auf die DIN-Verfahren der Wasseranalytik zurückgegriffen werden. Dabei ist zu beachten, dass die Verfahren der Wasseranalytik immer für einen klar definierten Anwendungsbereich bestimmt sind und nicht außerhalb dieses Anwendungsbereichs verwendet werden können (Ziff. 5. Wasseruntersuchungen).

Für die Untersuchung von **ANORGANISCHEN VERBINDUNGEN IM FESTSTOFF** ist es notwendig, die anorganischen Verbindungen durch ein Aufschlussverfahren der Analytik zugänglich zu machen, um anschließend die genormten passenden Teilschritte der Wasserverfahren anwenden zu können. Hierzu wird hier der Königswasseraufschluss nach DIN ISO 11466 vorgeschlagen (Ziff. 6.2 Bestimmung von Metallen und Metalloiden im Feststoff).

Das Hauptproblem bei der Altlastenanalytik stellen die **ORGANISCHEN VERBINDUNGEN IM FESTSTOFF** dar. Die Probenvorbereitung erfolgt, anders als bei den anorganischen Verbindungen, nicht mit den klassischen Aufschlussmethoden. Die organischen Verbindungen müssen unzerstört aus dem Probengut isoliert werden. Daher gibt es für diesen Teilbereich eine große Vielfalt von Probenvorbereitungsmethoden und Verfahrensvarianten zur Analytik einzelner Verbindungen und Verbindungsklassen.

Da in diesem Bereich noch die größten Defizite vorliegen, werden in der nachfolgenden Aufzählung keine Analysenverfahren für diesen Bereich vorgeschlagen, sondern auf eine ständig zu aktualisierende Sammlung von angewandten Verfahren verwiesen („Laboranalytik bei Altlasten - Stoffsammlung“, Umweltplanung, Arbeits- und Umweltschutz, Heft 217, Hessische Landesanstalt für Umwelt, Wiesbaden 1996)².

2.5.2 Probenübergabe

Sehr häufig werden die Proben nicht direkt vom Laboratorium genommen, das die Analytik durchführt, sondern von einem Ingenieurbüro. In diesen Fällen ist wichtig, dass sichergestellt wird, dass das Laboratorium alle für die Analytik relevanten Informationen wie Herkunft der Proben, Gewinnung der Proben, Probenstabilisierung, Probentransport und Lagerung erhält. Die notwendigen Informationen sind dem Laboratorium bei der Probenübergabe mitzuteilen. Diese Mitteilung ist zu dokumentieren.

2.5.3 Probenvorbereitung

Bereits vor Ort bei der Probennahme werden einzelne Proben einer Behandlung unterworfen. Um Reaktionen der Proben zu verhindern, die den Gehalt an Analyten verändern, werden Proben stabilisiert oder filtriert. Nachfolgend werden einige gängige Verfahren beschrieben.

Wasserproben

Bei Wasserproben sind die Probenvorbereitungsschritte bereits in den einzelnen DIN-Normen beschrieben.

Wasserproben können routinemäßig durch folgende Verfahren vorbereitet werden:

1. Phasentrennung fest/flüssig

Im allgemeinen wird zur Abtrennung einer Feststoffphase (Schwebstoffe, Sediment) über Glasfaser- oder Papierfilter filtriert, in Ausnahmefällen auch über Membranfilter. Als Porenweite werden konventionell 0,45 µm verwendet. Je nachdem, ob eine Filtration durchgeführt wurde oder nicht, sind die späteren Analysenergebnisse auf den gelösten Gehalt oder den Gesamtgehalt der Probe zu beziehen. In einigen Fällen ist eine Filtration der Probe nicht sinnvoll, da die zu untersuchende Substanz am Filtermedium adsorbiert wird (z. B.: PAK). Eine weitere Möglichkeit um Schwebstoffe abzutrennen ist die Zentrifugation.

2. Phasentrennung flüssig/flüssig:

Sind in einer flüssigen Probe zwei flüssige Phasen vorhanden, wird die nicht-wässrige Phase z. B.: im Scheidetrichter abgetrennt und getrennt untersucht.

3. Homogenisierung (Vergleichmäßigung):

Sollen Proben geteilt oder getrübe Proben als Suspension untersucht werden, so ist eine Homogenisierung notwendig (DIN 38402, Teil 30).

² Chemisch analytische Untersuchungen von Altlasten – Laborverfahren – Stoffsammlung, Schriftenreihe „Umweltplanung, Arbeits- und Umweltschutz“, Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie, Wiesbaden 2000

4. Stabilisierung:

Um eine Veränderung der Probenzusammensetzung bis zur Untersuchung möglichst zu verhindern, wird die Probe stabilisiert (DIN EN ISO 5667, Teil 3).

Chemische Redox-Reaktionen (z. B.: $\text{Fe}^{\text{II}} \rightarrow \text{Fe}^{\text{III}}$) werden durch Absenkung des pH-Wertes auf 1 bis 2 unterdrückt. Eine Absenkung des pH-Wertes dient auch dazu, gelöste Schwermetalle in Lösung zu halten. Um eine Verschiebung von Salz / Säure-Gleichgewichten zu verhindern (Z. B.: $\text{CN}^- \rightarrow \text{HCN}$) wird der pH-Wert erhöht.

Die dabei ggf. zu beobachtenden Veränderungen der Probe wie z. B.: Ausfällungen, Farbänderungen und Gasbildung sind zu beachten und zu dokumentieren.

Die mikrobiologische Aktivität einer Probe wird in der Regel durch Kühlen unterbunden. Falls dies nicht möglich ist kann der pH-Wert erniedrigt werden (pH=2) oder auch Biozide wie Quecksilbersalze oder Azide zugesetzt werden.

5. Extraktion:

Unpolare in Wasser gelöste Stoffe werden durch Zugabe eines unpolaren mit Wasser nicht mischbaren Lösungsmittels aus der wässrigen Phase extrahiert.

Die detaillierte Vorgehensweise ist in den einzelnen DIN-Normen für die einzelnen Parameter festgelegt.

Feststoffproben

Die Probenvorbereitung für Böden ist zum Teil in ISO-Normen festgelegt. Häufig erfolgt ein Homogenisierungsschritt, um die Inhomogenitäten der Matrix auszugleichen. Dazu wird die Probe getrocknet und durch Sieben homogenisiert.

Sollen Metalle und Metalloide nach Königswasseraufschluss bestimmt werden, wird die Probe aufgemahlen.

Zur Bestimmung von Organischen Verbindungen ist oftmals eine Trocknung notwendig, um mit einem unpolaren Extraktionsmittel die heterogene Feststoffphase benetzen zu können. Sind leichtflüchtigen Bestandteile in der Probe vorhanden, werden die Proben mit einem Trocknungsmittel (Na_2SO_4) verrieben oder evtl. aus der Originalsubstanz bestimmt, um ein Verlust dieser Bestandteile zu vermeiden.

Um aus der originalfeuchten Probe extrahieren zu können, sind Lösungsmittel notwendig, die mit Wasser mischbar sind.

Zur Extraktion werden daher unterschiedliche Lösungsmittel oder auch Lösungsmittelsysteme eingesetzt. Für den eigentlichen Extraktionsschritt lassen sich zwei Grundverfahren unterscheiden:

1. Extraktion bei Raumtemperatur (Kaltextraktion)

Die Probe wird mit Lösungsmittel versetzt und bei Raumtemperatur geschüttelt, gerollt oder über Kopf gedreht, um eine intensive Durchmischung des Feststoffes mit dem Lösungsmittel zu erreichen. Eine weitere Möglichkeit, um eine Durchmischung sicherzustellen, besteht durch Energieeintrag durch Ultraschall. Dabei tritt eine Erwärmung der Probe auf.

2. Extraktion bei Siedehitze (Heißextraktion)

Bei dieser Extraktion wird die Probe in der Siedehitze des jeweiligen Lösungsmittels durch einen Lösungsmittelstrom extrahiert, der durch permanente Verdampfung und Kondensation im Kreislauf geführt wird. Prinzipielle Varianten hierbei sind die Durchlaufextraktion (Probe wird permanent von durchlaufendem Lösungsmittel durchströmt) und die Soxhlet-

Extraktion (Probe wird in einer definierten Anzahl von Extraktionszyklen durch periodisch ausgetauschtes Extraktionsmittel extrahiert).

2.5.4 Analysenverfahren für die Altlastenanalytik

In diesem Beitrag werden nur Analysenverfahren für die konventionellen Parameter für die Laboruntersuchungen angegeben. Die Vor-Ort-Analytik und die biologischen Testverfahren werden in anderen Beiträgen behandelt (Teilthema 2.4 Vor-Ort-Analytik und 2.5a Biologische Verfahren in der Laboranalytik bei Altlasten).

In den nachfolgenden Tabellen sind für die beiden Bereiche Wasseruntersuchungen und Feststoffuntersuchungen Verfahren angegeben, die für die Untersuchung von Proben aus dem Altlastenbereich geeignet sind.

Wasseruntersuchungen

Bei den Wasseruntersuchungen wird auf die DIN-Verfahren zurückgegriffen, die zwar für einen anderen Anwendungsbereich entwickelt wurden (Untersuchung von Grundwasser, Oberflächenwasser und teilweise auch für die Untersuchung von Abwasser), jedoch auch, unter Beachtung der Anwendungsbereiche und Störungen der einzelnen Verfahren, für die Fragestellung bei der Untersuchung von Altlasten geeignet sind.

In den Tabellen werden neben dem Parameter die entsprechende DIN-Norm, eine kurze Beschreibung der Methode, die untere Grenze des Anwendungsbereichs, Wiederhol- und Vergleichsvariationskoeffizienten sowie Störungen aufgeführt. Die in den Wassernormen teilweise definierten oberen Anwendungsgrenzen (Konzentration des Analyten, bzw. der Matrix) können bei Altlastenuntersuchungen überschritten werden. Diese zusätzlichen Angaben sind den entsprechenden DIN-Normen entnommen und wurden im Rahmen der Methodvalidierung für den entsprechenden Anwendungsbereich ermittelt. Für die Fragestellung der Altlastenanalytik geben diese Angaben einen Anhaltspunkt für die Störungen und die Präzision der Verfahren. Bei den schwierigeren Matrices, die bei Altlastenuntersuchungen häufig auftreten, sind größere Störungen und eine geringere Präzision der Verfahren zu erwarten.

Feststoffuntersuchungen

Bei den Feststoffuntersuchungen wird neben einigen allgemeinen Parametern für die anorganischen Stoffe der Aufschluss zur Überführung der Metalle in eine messfähige Lösung definiert.

Die eluierbaren Stoffanteile können nach einer wässrigen Elution (LAGA-Arbeitsblatt für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen von Abfällen, verunreinigten Böden und Materialien aus dem Altlastenbereich, Teil A, Herstellung und Untersuchung von wässrigen Eluat, EW 98 S) nach den Verfahren der Wasseranalytik bestimmt werden.

Für die organischen Stoffe in Feststoffen werden aus den in der Einleitung genannten Gründen keine konkreten Verfahren angegeben. Jedoch ist auf diesem Gebiet z. Z. eine schnelle Entwicklung zu verzeichnen, sodass in den nächsten Jahren mit einer Reihe von genormten Verfahren für diesen Bereich zu rechnen ist.

In den nachfolgenden Tabellen sind teilweise für einen Parameter mehrere Verfahren angegeben, da nicht für alle Problemstellungen ausschließlich ein Verfahren geeignet ist. Das für den Einzelfall geeignete Verfahren ist durch Fachpersonal auszuwählen.

Im Einzelfall können andere als die hier angegebenen Verfahren angewandt werden, wenn sie für die jeweilige Fragestellung geeignet sind und ihre Gleichwertigkeit (DIN 38402, Teil 71) mit den angegebenen Verfahren belegt wurde.

2.5.5 Wasseruntersuchung

Die nachfolgend aufgeführten Verfahren wurden für die Wasseranalytik zur Analytik von Grundwasser (GW), Abwasser (AW), Sickerwasser (SiW) und Oberflächenwasser (OW) entwickelt. Unter Beachtung der Anwendungsbereiche, Arbeitsbereiche, Störungen usw. sind sie auch für die Analytik im Altlastenbereich anwendbar.

2.5.5.1 Allgemeine Parameter für die Wasseruntersuchung

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Temperatur	DIN 38404 Teil 4	Bestimmung der Temperatur	-			
pH-Wert	DIN 38404 Teil 5	Bestimmung des pH-Wertes	-			
Redox-Spannung	DIN 38404 Teil 6	Bestimmung der Redox-Spannung	-			
elektrische Leitfähigkeit	DIN EN 27888	Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit	-			
Sauerstoff	DIN EN 25814	Bestimmung des gelösten Sauerstoffs, Elektrochemisches Verfahren	0,1			

2.5.5.2 Bestimmung von Kationen

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Ammonium-N	DIN 38406 Teil 5-1	Bestimmung des Ammonium-Stickstoffs	0,03			> 1mg/l 2-Aminoethanol und/oder Anilin bei 40 ml Probenvolumen
	DIN EN ISO 11732 (1997)	Bestimmung von Ammonium-Stickstoff mit Fließanalysenverfahren	0,1	1,5-4 %	3,1 - 9,8 %	- flüchtige Amine → Überbefunde hohe Konz. Metallionen → schlecht reproduzierbare Ergebnisse

2.5.5.3 Bestimmung von Metallen und Metalloiden

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Aluminium	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,05	3,0 %	7,7 %	308,215 nm - Mn, V 396,152 nm - Mo
	DIN EN ISO 12020	Bestimmung von Aluminium – Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie	0,01		1,0 - 8,3 %	keine Überprüfung
Antimon	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,1			206,833 nm - Cr, Mo 217,581 nm - keine
	DIN EN ISO 11969 (D18)	Bestimmung analog Arsen mittels AAS (Hydridverfahren)	0,001			org. Stoffe
Arsen	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,1	2,1 - 2,3 %	6,8 - 7,4 %	193,696 nm - keine 197,197 nm - keine
	DIN EN ISO 11969 (D18)	Bestimmung von Arsen mittels AAS (Hydridverfahren)	0,001	3,9 bis 7,1 %	12 bis 19 %	org. Stoffe
Barium	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,002	2,3 - 3,3 %	6,7 - 7,3 %	233,527 nm - Fe, V 455,403 nm - keine 493,409 nm - keine
	DIN EN ISO 5961 (E19) Abschn. 3	Bestimmung analog Cadmium mittels AAS	0,5			Gesamtsalz-Massenanteil der Messlösung > 15g/l ; elektr. Leitfähigkeit > 2000 mS/m

- 1) Sind in einer DIN-Norm unterschiedliche Bestimmungsverfahren vorgesehen, wird als untere Grenze der Anwendungsbereiche der Methode mit der niedrigeren Nachweisgrenze aufgeführt, um das Potenzial der Methode aufzuzeigen.
- 2) Die Probenvorbereitung erfolgt analog der ICP-OES-Bestimmung. Dadurch ist die Bestimmung aus einer einheitlichen Lösung möglich.

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholungs-koeffizien-ten	Vergleichsvara-tionskoeffizien-ten	Störungen
Beryllium	DIN EN ISO 11885 LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,002	1,8 - 2,0 %	5,9 - 6,4 %	313,042 nm - keine 234,861 nm - keine
	DIN EN ISO 5961 (E19) Abschn. 3	Bestimmung analog Cadmium mittels AAS				Gesamtsalz-Massenanteil der Messlösung > 15g/l ; elektr. Leit-fähigkeit > 2000mS/m
Blei	DIN EN ISO 11885, LAW Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,1	1,6 - 6,0 %	2,6 - 11,1 %	220,353 nm - Al
	DIN 38406 Teil 6	Bestimmung von Blei mittels AAS	0,005 ¹⁾			Gesamtsalz-Massenanteil der Messlösung > 15g/l; elektr. Leitfähigkeit > 2000 mS/m ³⁾
Bor	DIN EN ISO 11885, LAW Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,01	2,1 %	11,1 %	208,959 nm - keine 249,678 nm - Fe 249,773 nm - Fe
Cadmium	DIN EN ISO 11885, LAW Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,01	AW: 1,9 %	AW: 6,2 %	214,438 nm - Fe 226,502 nm - Fe 228,802 nm - As
	DIN EN ISO 5961 (E19) Abschn. 3	Bestimmung von Cadmium mittels AAS	0,003			Gesamtsalz-Massenanteil der Messlösung > 15g/l; elektr. Leitfähigkeit > 2000mS/m
Calcium	DIN EN ISO 11885, LAW Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES +	0,001			315,887 nm - Co 317,933 nm - Fe 393,366 nm - keine
	DIN 38406 Teil 3-1	Bestimmung von Calcium und Magnesium mittels AAS	0,2		3,5 - 4,6	geringere Empfindlichkeit durch Silikate, Aluminium, Fluorid, Phosphat,Sulfat

1) Sind in einer DIN-Norm unterschiedliche Bestimmungsverfahren vorgesehen, wird als untere Grenze der Anwendungsbereiche der Methode mit der niedrigeren Nachweisgrenze aufgeführt, um das Potenzial der Methode aufzuzeigen.

3) Exemplarisch sind die Störungen der empfindlicheren Methode aufgeführt.

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Chrom	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,01	1,6 - 4,1 %	4,2 - 10,2 %	205,552 nm - Fe, Mo 267,716 nm - Mn, V 283,563 nm - Fe, Mo 284,325 nm - keine
	DIN EN 1233 (E10) Abschn. 4	Bestimmung von Chrom mittels AAS	0,005	DIN 38406 Teil 10	DIN 38406 Teil 10	höhere Konz. an: Sulfat, Chlorid, Natrium, Kalium, Magnesium, Calcium, Eisen, Nickel, Kupfer, Kobalt, Aluminium, Zink
Eisen	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,02	1,4 - 15,8 %	5,0 - 25,2 %	259,940 nm - keine
	DIN 38406 Teil 1	Bestimmung von Eisen (Probenvorbereitung erfolgt analog DIN EN ISO 5961 (E19)) ²⁾	0,01		2,5 - 24,4 %	keine Überprüfung
Kalium	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	1	2,7 - 3,8 %	7,8 - 8,8 %	766,490 nm - keine
	DIN 38406 Teil 13	Bestimmung von Kalium mittels AAS mit der Luft-Acetylen-Flamme (Probenvorbereitung erfolgt analog DIN EN ISO 5961 (E19)) ²⁾	1	1,7 - 4,2 %	3,6 - 5,9 %	höhere Konz. an: Sulfat, Phosphat, Natrium, Magnesium, Calcium (> 1000mg/l) ; Eisen, Nickel, Kobalt, Cadmium, Blei (>100mg/l)
Kobalt	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,01	1,7 - 2,3 %	2,9 - 4,2 %	228,616 nm - Ti
	DIN 38406 Teil 24	Bestimmung von Kobalt mittels AAS (Probenvorbereitung erfolgt analog DIN EN ISO 5961 (E19)) ²⁾	0,005	0,6 - 2,6 %	5,5 - 10,6 %	Gesamtsalz-Massenanteil der Messlösung > 15g/l; elektr. Leitfähigkeit > 2000mS/m
Kupfer	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,01	1,7 %	4,4 - 5,4 %	324,754 nm - keine 327,396 nm - keine
	DIN 38406 Teil 7	Bestimmung von Kupfer mittels AAS	0,002		6,0 - 18,9 %	keine Überprüfung

2) Die Probenvorbereitung erfolgt analog der ICP-OES-Bestimmung. Dadurch ist die Bestimmung aus einer einheitlichen Lösung möglich.

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Magnesium	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,0005	S: 1,6 %	S: 4,4 %	279,079 nm - keine 279,553 nm - keine
	DIN 38406 Teil 3-1	Bestimmung von Calcium und Magnesium mittels AAS	0,05		2,9 - 6,9 %	niedrigere Empfindlichkeit durch Silikate, Aluminium, Fluorid, Phosphat, Sulfat
Mangan	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,002	1,3 - 2,2 %	4,4 - 5,9 %	257,610 nm - Fe 293,306 nm - keine
	DIN EN ISO 5961 (E19)	Bestimmung analog Cadmium mittels AAS	0,006			Gesamtsalz-Massenanteil der Messlösung > 15g/l; elektr. Leitfähigkeit > 2000mS/m
Molybdän	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,03	4,4 %	10,1 %	202,030 nm - keine 204,598 nm - keine
	DIN EN ISO 5961 (E19)	Bestimmung analog Cadmium mittels AAS				Gesamtsalz-Massenanteil der Messlösung > 15g/l; elektr. Leitfähigkeit > 2000mS/m
Natrium	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,1			589,592 nm - keine
	DIN 38406 Teil 14	Bestimmung von Natrium mittels AAS mit der Luft-Acetylen-Flamme (Probenvorbereitung erfolgt analog DIN EN ISO 5961 (E19)) ²⁾	5	0,8 - 1,8 %	3,5 - 3,8 %	Sulfat, Phosphat, Kalium, Magnesium, Calcium, > 1.000 mg/l; Chlorid >10.000 mg/l; Eisen, Nickel, Kobalt, Cadmium, Blei > 100mg/l
Nickel	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,02	AW: 2,4 % S: 8,3 %	AW: 5,2 % S: 19,7 %	231,604 nm - Co
	DIN 38406 Teil 11	Bestimmung von Nickel mittels AAS	0,005		5,0 - 21,3 %	

2) Die Probenvorbereitung erfolgt analog der ICP-OES-Bestimmung. Dadurch ist die Bestimmung aus einer einheitlichen Lösung möglich.

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Quecksilber	DIN EN 12338 (1998)	Bestimmung von Quecksilber Verfahren nach Anreicherung durch amalgamieren	0,0001	8,4 – 17,2%	18,9 – 38,8%	
	DIN EN 1483 (1997)	Bestimmung des Quecksilbers mittels AAS nach Reduktion mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat ohne Anreicherung	0,0001	DIN 38406 Teil 12	DIN 38406 Teil 12	keine Überprüfung
Selen	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,1	AW: 2,0 %	AW: 3,7 %	196,026 nm - keine 203,985 nm - keine
	DIN 38405 Teil 23 - 2	Bestimmung von Selen mittels AAS	0,001 ¹⁾	2,2 - 9,6 %	6,4 - 23,6 %	Pb,Cd,Cr,Cu,Ni,Zn,Fe,Co > 100 mg/l Kombination von Metallionen
Thallium	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	analog der Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES				keine Angabe
	DIN 38406 Teil 26	Bestimmung von Thallium mittels AAS im Graphitrohrföfen (Probenvorbereitung erfolgt analog DIN EN ISO 5961 (E19)) ³⁾	0,002	6,4 - 23,6 %	2,2 - 9,6 %	keine Überprüfung
Vanadium	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,01	1,7 - 3,5 %	4,5 - 7,9 %	290,882 nm - Fe, Mo 292,402 nm - Fe, Mo 310,230 nm - keine 311,071 nm - Fe, Mn, Ti
	DIN EN ISO 5961 (E19)	Bestimmung analog Cadmium mittels AAS				Gesamtsalz-Massenanteil der Messlösung > 15g/l ; elektr. Leitfähigkeit > 2000 mS/m

1) Sind in einer DIN-Norm unterschiedliche Bestimmungsverfahren vorgesehen, wird als untere Grenze der Anwendungsbereiche der Methode mit der niedrigeren Nachweisgrenze aufgeführt, um das Potenzial der Methode aufzuzeigen.

2) Die Probenvorbereitung erfolgt analog der ICP-OES-Bestimmung. Dadurch ist die Bestimmung aus einer einheitlichen Lösung möglich.

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Zink	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES +	0,01	1,6 - 7,4 %	5,6 - 28,0 %	206,191 nm - keine 213,856 nm - Cu, Ni
	DIN 38406 Teil 8 - 1	Direkte Bestimmung von Zink mittels AAS	0,05			Sulfat, Chlorid, Natrium, Kalium (> 9.000mg/l); Magnesium (>4.500 mg/l) Calcium (> 1.000mg/l); Eisen (> 4.000mg/l); Nickel, Kobalt, Chrom, Kupfer (> 10mg/l)
Zinn	DIN EN ISO 11885, LAWA Merkblatt P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,1			235,848 nm - keine 189,980 nm - keine
	DIN EN ISO 11969 (D18)	Bestimmung analog Arsen mittels AAS (Hydridverfahren)				Sulfat, Chlorid, Phosphat, Natrium, Kalium, Magnesium, Calcium

2.5.5.4 Bestimmung der Anionen im Wasser

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Chlorid	DIN 38405 Teil 1 - 2	Potenziometrische Bestimmung	7	0 - 1,3 %	0 - 2,0 %	Br ⁻ , Fe ³⁺ , Cl ⁻
	DIN EN ISO 10304-2, LAWA Merkblatt P 11	Bestimmung der gelösten Anionen Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, o-Phosphat und Sulfat in Abwasser mit der Ionenchromatographie	0,1	0,98 - 2,5 %	3,15 - 8,31 %	hohe Konz. an Fluorid; org. Säuren; große Konzentrationsunterschiede zwischen Cl ⁻ , Br ⁻ , NO ₃ ⁻ , NO ₂ ⁻ , PO ₄ ³⁻ , SO ₄ ²⁻ (Querempfindlichkeit)
Chrom (VI)	DIN 38405 - 24	Fotometrische Bestimmung von Chrom (VI) mittels 1,5-Diphenylcarbazid	0,05	1,4 - 3,9 %	5,5 - 19,7 %	Nitrit > 20mg/l; Ammonium-Stickstoff > 500mg/l; Chloramine
	DIN EN ISO 10304-3	Bestimmung mit IC, UV Detektion, 365 nm	0,025	3,3 - 9 %	2,8 - 6,3 %	keine
Cyanid	DIN 38405 D 13 - 1	Bestimmung des Gesamtcyanids	0,05			Sulfid, Thiosulfat, Thiocyanat, Carbonat (> 1.000mg/l); Sulfid, Nitrat, Nitrit (> 500mg/l); Chlor (> 250mg/l); Wasserstoffperoxid, Perborat (> 10mg/l)
	DIN 38405 D 13 - 2	Bestimmung des leichtfreisetzbaren Cyanids	0,02			
	DIN 38405 D 13 - 3	Bestimmung des Chlorcyans	0,05			Siehe DIN 38405 Teil 13-2
	E DIN EN ISO 14403	Bestimmung des Gesamtcyanids mit Fließanalytik	0,01			
	E DIN EN ISO 14403	Bestimmung des leichtfreisetzbaren Cyanids mit Fließanalytik	0,01			
Fluorid	DIN 38405-4	Bestimmung von Fluorid mit ISE	0,2	1 - 2,4 %	2,8 - 7,4 %	Kationen, die stabile F-Komplexe bilden
	DIN EN ISO 10304-1	Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, o-Phosphat und Sulfat in Abwasser mit der IC	0,05	2,7 - 4,1 %	6,7 - 9,1 %	Querempfindlichkeit durch andere Inhaltsstoffe, wenn Auflösung R < 1,3

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Nitrat	DIN EN ISO 10304-2 LAWA Merkblatt P 11	Bestimmung der gelösten Anionen Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, o-Phosphat und Sulfat in Abwasser mit der Ionenchromatographie	0,1 (als NO ₃)	1,0 -9,82 %	2,3 - 43,8 %	Querempfindlichkeit durch andere Inhaltsstoffe , wenn Auflösung R < 1,3
	DIN EN ISO 13395	Bestimmung von Nitrat und Nitrit mittels Fließanalytik	0,2 (als N)			
Nitrit	DIN EN ISO 10304-2	Bestimmung von Nitrit mittels IC und UV-Detektion	0,1 (als NO ₂)			Querempfindlichkeit durch andere Inhaltsstoffe , wenn Auflösung R < 1,3
	DIN EN ISO 13395	Bestimmung von Nitrat und Nitrit mittels Fließanalytik	0,01 (als N)			
Phosphat	DIN EN 1189	Bestimmung von ortho-Phosphat	0,02 als P	1,5 - 5,7 %	10,4 - 21,8 %	zu hohe Konz. an: Silicat-, Arsen-Ionen und Vanadium verstärken die Farbreaktion; Fluorid, Nitrit und Schwermetalle verringern die Farbreaktion
	DIN EN ISO 10304-2 LAWA Merkblatt P 11	Bestimmung der gelösten Anionen Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, o-Phosphat und Sulfat in Abwasser mit der Ionenchromatographie	0,1 (PO ₄ ³⁻)	1,0 -9,82 %	2,3 - 43,8 %	Querempfindlichkeit durch andere Inhaltsstoffe , wenn Auflösung R < 1,3
Phosphor	DIN EN ISO 11885 LAWA Merkblatt P13 und P3/1	Bestimmung von 33 Elementen mittels ICP/OES	0,1	1,8 - 3,2 %	5,2 - 5,8 %	178,287 nm - keine 213,618 nm - Cu, Fe, Mo, Zn 214,914 nm - Cu

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Säure- und Basenkapazität	DIN 38409 Teil 7	Bestimmung der Säure- und Basenkapazität				Aufnahme/Verlust von CO ₂ bzw. Ausfällung von CaCO ₃ bei der Probennahme
Sulfat	DIN EN ISO 10304-2 (D20) und LAWA Merkblatt P 11	Bestimmung der gelösten Anionen Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, o-Phosphat und Sulfat in Abwasser mit der Ionenchromatographie	0,1	1,15-2,55%	2,84 - 6,1 %	Querempfindlichkeit durch andere Inhaltsstoffe, wenn Auflösung R < 1,3.
Sulfid	DIN 38405 - 26	Fotometrische Bestimmung des gelösten Sulfids	0,04	1,8 %	1,8 %	Cyanid (> 2mg/l); Jodid (> 20mg/l); Thiosulfat, Thiocyanat (> 900mg/l); Sulfid (> 700mg/l); Kohlenstoffdisulid (> 10mg/l)
	DIN 38405 - 27	Bestimmung von leicht freisetzbarem Sulfid	0,04	1,9 - 2,9 %	4,9 - 5,3 %	Cyanid (> 2mg/l); Jodid (> 20mg/l); Thiosulfat, Thiocyanat (> 900mg/l); Sulfid (> 700mg/l); Kohlenstoffdisulid (> 10mg/l); Ethylmercaptan (> 1mg/l)
Thiocyanat	DIN EN ISO 10304-3	Bestimmung von Jodid, Sulfid, Thiocyanat und Thiosulfat mit der IC	0,1	2,9 - 5,6 %	1,8 - 2,7 %	Querempfindlichkeit durch andere Inhaltsstoffe, wenn Auflösung R < 1,3

2.5.5.5 Organische Summenparameter

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
TOC, DOC	DIN EN 1484 und LAWA Merkblatt P 14	Bestimmung des gesamten organisch gebundenen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)	0,1			
AOX	DIN EN 1485 und LAWA Merkblatt P 5 (wird derzeit	Bestimmung der adsorbierbaren organisch gebundenen Halogene	0,01	3,1 - 11,7 %	12,8 - 20,3 %	aktives Chlor; unlösliche anorg. Halogenide; Proben mit Lebendzellen Chloridgehalte > 1g/l in Analysenprobe

	aktualisiert)					
--	---------------	--	--	--	--	--

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in mg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Mineralölkohlenwasserstoffe	E DIN EN ISO 9377 - 1 (2000)	Bestimmung des Kohlenwasserstoffindex, Teil 1: Verfahren nach Lösungsmittlextraktion und Gravimetrie				
	E DIN EN ISO 9377 - 4	Bestimmung des Kohlenwasserstoffindex, Teil 4: Verfahren nach Lösungsmittlextraktion und Gaschromatographie	0,1	11,1 – 17,7 %	17,3 – 44,9 %	
	DIN 38409 – 18 ³	Bestimmung von Kohlenwasserstoffen mittels der Infrarot-Spektroskopie				
Phenolindex	DIN 38409 Teil 16 - 1	Bestimmung des Phenolindex nach Farbstoffextraktion	0,01	13,2 %	64,3 %	Cyanide (> 1mg/l), oxidativ kuppelnde Verbindungen, reduzierende Verbindungen, farbige Wasserinhaltsstoffe führen zu Überbefunden
	DIN 38409 Teil 16 - 2	Bestimmung des Phenolindex nach Destillation und Farbstoffextraktion	0,01	4,4 – 8,0 %	11,4 - 17,3 %	farbige Wasserinhaltsstoffe führen zu Überbefunden
	DIN 38409 Teil 16 - 3	Bestimmung des Phenolindex nach Destillation	0,1	3,4 - 4,6 %	7,0 - 10,5 %	farbige Wasserinhaltsstoffe führen zu Überbefunden
	DIN EN ISO 14402 (1999)	Bestimmung des Phenolindex mittels Fließanalytik nach Extraktion oder nach Destillation	0,01	1,2 - 10,8 %	3,3 – 80,8 %	

³ Aufgrund der Verwendung des ozonschädigenden Extraktionsmittels 1,1,2-Trichlortrifluormethan (R113) wird empfohlen diese Norm **nicht** weiter anzuwenden.

2.5.5.6 Organische Einzelstoffe

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in µg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Leichtflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe	DIN EN ISO 10301	Bestimmung von leichtflüchtigen halogenierten Kohlenwasserstoffen (LHKW)	je nach Substanz: 0,1 bis 5	1,06 – 17,59%	13,9 – 55,7%	
	ISO 15680, DIN 38407 Teil 19	Gaschromatographische Bestimmung von ausblasbaren organischen Verbindungen (AOV) nach vorheriger Anreicherung in einer Falle	je nach Substanz: 0,1 bis 0,5			
Leichtflüchtige Aromatische Kohlenwasserstoffe	DIN 38407 Teil 9 - 1	Gaschromatographische Bestimmung von Benzol und einigen Derivaten durch Dampfdruckanalyse	5		10,1 - 49,6 %	
	DIN 38407 Teil 9 - 2	Gaschromatographische Bestimmung von Benzol und einigen Derivaten nach Extraktion	1		15,0 - 47,0 %	
	ISO 15680, DIN 38407 Teil 19	Gaschromatographische Bestimmung von ausblasbaren organischen Verbindungen (AOV) nach vorheriger Anreicherung in einer Falle	je nach Substanz: 0,1 bis 0,5			

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Untere Grenze des Anwendungsbereichs in µg/l	Wiederholvariationskoeffizienten	Vergleichsvariationskoeffizienten	Störungen
Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe	DIN 38407 Teil 18	Bestimmung von 15 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) durch Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) mit Fluoreszenzdetektion	0,01			
Schwerflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe	DIN 38407 Teil 2	Gaschromatographische Bestimmung von schwerflüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen	0,05	7 - 43 %	15,1 – 78,7 %	
Polychlorierte Biphenyle	DIN 38407 Teil 3	Gaschromatographische Bestimmung von polychlorierten Biphenylen	0,01	7,1 – 43,3 %	15,5 – 60,4 %	
Phenole	DIN EN 12673	Gaschromatographische Bestimmung einiger ausgewählter Chlorphenole in Wasser	0,1 - 1000	21 – 121 %	22 – 128 %	
	DIN 38407 Teil 10	Bestimmung ausgewählter einwertiger Phenole nach Anreicherung durch Extraktion und Gaschromatographie	1			

2.5.6 Feststoffuntersuchungen

2.5.6.1 Allgemeine Parameter für die Feststoffuntersuchung

Bestimmungsmethoden für einige Parameter in Feststoffen

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode
pH-Wert	DIN ISO 10390	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung des pH-Wertes (Wasser, KCl, CaCl ₂)
elektrische Leitfähigkeit	DIN ISO 11 265	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit (Leitfähigkeit im Extrakt)

2.5.6.2 Bestimmung von Metallen und Metalloiden im Feststoff

Um Metalle in Feststoffen bestimmen zu können, ist es notwendig, einen Aufschluss durchzuführen. Da im Altlastenbereich der Eintrag von Schadstoffen durch anthropogene Aktivitäten im Vordergrund steht, ist in der Regel kein Totalaufschluss erforderlich.

Als Standardaufschluss zum Überführen der Metalle in eine messfähige Lösung ist der Königswasseraufschluss nach DIN ISO 11466 durchzuführen. Bei der anschließenden analytischen Bestimmung sind Störungen durch hohe Säure- und Matrixkonzentrationen zu beachten. Für spezielle Fragestellungen kann es sinnvoll sein, einen anderen Aufschluss durchzuführen, dies ist in jedem Einzelfall zu begründen.

Aufbereitungs- und Aufschlussverfahren für Feststoffe

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode
Trockensubstanz	DIN ISO 11465	
Homogenisierung, Mahlen	DIN ISO 11464	Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
Extraktion in Königswasser löslicher Spurenelemente	DIN ISO 11466	Aufschluss mit Königswasser zur nachfolgenden Bestimmung des säurelöslichen Anteils

Analysenmethoden zur Bestimmung der Metallgehalte in Feststoffen*

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Vorbehandlung	Bestimmungs- grenze
Blei	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	E DIN ISO 11047-7	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung von Blei	Königswasseraufschluss	
Cadmium	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	E DIN ISO 11047-1	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung von Cadmium	Königswasseraufschluss	
Chrom	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	E DIN ISO 11047-3	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung von Chrom	Königswasseraufschluss	
Kobalt	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	E DIN ISO 11047-2	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung von Kobalt	Königswasseraufschluss	
Kupfer	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	E DIN ISO 11047-4	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung von Kupfer	Königswasseraufschluss	
Mangan	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	E DIN ISO 11047-5	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung von Mangan	Königswasseraufschluss	
Nickel	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	E DIN ISO 11047-6	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung von Nickel	Königswasseraufschluss	
Zink	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	E DIN ISO 11047-8	Bodenbeschaffenheit, Bestimmung von Zink	Königswasseraufschluss	
Thallium	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	DIN 38 406 E26	Bestimmung von Thallium mittels AAS	Königswasseraufschluss	

^x Analytisches Grundverfahren nach Aufschluss

*Angaben sollten in mg/kg bzw. µg/kg erfolgen und müssen dazu über den Königswasseraufschluss umgerechnet werden.

Parameter	Methode	Beschreibung der Methode	Vorbehandlung	Bestimmungsgrenze
Arsen	DIN EN ISO 11885 ^x	Bestimmung von 33 Elementen mit ICP-OES	Königswasseraufschluss	
	DIN EN ISO 11 969 ^x	Bestimmung von Arsen mittels AAS	Königswasseraufschluss	0,001 mg/l
Quecksilber	DIN EN 1483 ^x	Bestimmung von Quecksilber mittels AAS	Königswasseraufschluss	0,1 µg/l
	DIN EN 12338	Bestimmung von Quecksilber Verfahren nach Anreicherung durch Amalgamierung	Königswasseraufschluss	
Antimon	DIN EN ISO 11 969 ^x	Bestimmung analog Arsen mittels AAS	Königswasseraufschluss	0,001 mg/l

^x Analytisches Grundverfahren nach Aufschluss

2.5.6.3 Bestimmung der eluierbaren Stoffanteile

Zur Bestimmung der eluierbaren Stoffanteile aus dem Feststoff wird eine Elution nach EW 98 S durchgeführt und die im Eluat enthaltenen Anionen und Kationen werden mit den Verfahren der Wasseranalytik bestimmt (siehe 5.2 Bestimmung von Kationen, 5.3 Bestimmung von Metallen und Metalloiden, 5.4 Bestimmung von Anionen).

2.5.6.4 Organische Summenparameter

Parameter	Methode	Beschreibung der Vorbehandlung bzw. der Methode	Bestimmungsmethode	Bestimmungsgrenze
EOX	DIN 38414 Teil 17	Schlamm und Sedimente: Bestimmung von ausblasbaren und extrahierbaren, organisch gebundenen Halogenen		1 mg/kg

2.5.6.5 Organische Einzelparameter

Für die Untersuchung von organischen Parametern im Feststoff erfolgt keine Festlegung von Untersuchungsverfahren, da z.Z. keine validierten und genormten Verfahren für die Untersuchung von Altlasten zur Verfügung stehen.

Eine Sammlung von nicht validierten Untersuchungsverfahren liegt mit dem Heft 217 der Schriftenreihe der HLFU „Laboranalytik bei Altlasten - Stoffsammlung“ vor und wird fortgeschrieben².

2.5.7 Bodenluftuntersuchungen

Für die Untersuchung von Bodenluft wird auf die VDI-Richtlinienreihe 3865 „Messen organischer Bodenverunreinigungen“ verwiesen.

^{2 4} Chemisch analytische Untersuchungen von Altlasten – Laborverfahren – Stoffsammlung, Schriftenreihe „Umweltplanung, Arbeits- und Umweltschutz“, Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie, Wiesbaden 2000

2.5.8 Analytische Qualitätssicherung

2.5.8.1 Einleitung

Die Länderarbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA) hat einen verbindlichen Rahmen für die Absicherung der analytischen Qualität von Untersuchungsergebnissen erstellt.

Im Sinne dieses Rahmens und in Anlehnung an DIN 58936 Teil 1 ist die

Analytische Qualitätssicherung

ein Sammelbegriff für alle Maßnahmen, die vorgenommen werden, um Aussagen über die Qualität und Fehler von Untersuchungsbefunden zu ermöglichen. Dazu gehören auch alle Bemühungen bei der Probennahme und im analytischen Labor, Messergebnisse zuverlässiger und rückführbar zu gestalten.

Deshalb umfasst die analytische Qualitätssicherung (AQS) alle Schritte des analytischen Verfahrens. Diese sind

- Probennahme
- Probenkonservierung
- Probentransport/Probenlagerung
- Probenvorbereitung/Probenaufbereitung
- Messung
- Auswertung/Beurteilung/Ergebnisberichterstattung

Um sicherzustellen, dass eine analytische Qualitätssicherung in einem Labor auch erfolgen kann, müssen die

- personellen Voraussetzungen
- apparativen Voraussetzungen
- räumlichen Voraussetzungen
- organisatorische Voraussetzungen

vorhanden sein.

Die personellen Voraussetzungen bedingen, dass das Untersuchungspersonal von einer fachlich qualifizierten Person mit ausreichender Erfahrung hauptberuflich verantwortlich geleitet wird und ein(e) Stellvertreter(in) mit ausreichender Qualifikation vorhanden ist.

Auch für die Tätigkeiten im Labor sind je nach Aufgabenstellung ausreichend ausgebildete Fachkräfte (z.B. Diplomchemiker/innen, Chemotechniker/innen, Chemielaboranten/innen) einzusetzen.

Die Mitarbeiter müssen in den gesamten Themenkomplex analytische Qualitätssicherung eingewiesen sein.

Eine ausreichende und regelmäßige, zielorientierte Fortbildung des Laborleiters und des Personals muss sichergestellt werden.

Die Untersuchungsstelle muss neben der allgemeinen Grundausstattung für die Probennahme und für ein analytisches Labor eine gerätetechnische Ausstattung vorhalten, die eine einwandfreie Durchführung der jeweiligen Untersuchungsaufgaben unter Einschluss einer qualifizierten Qualitätssicherung ermöglicht.

2.5.8.2 Grundlagen der Qualitätssicherung

Die grundlegenden Abschnitte der verfahrensbezogenen Qualitätssicherung sind:

- I. Vorbereitungsphase
- II. Interne Qualitätssicherung
- III. Externe Qualitätssicherung
- IV. Auswertung und Dokumentation

Die einzelnen Abschnitte enthalten folgende Unterpunkte:

Abschnitt I: Vorbereitungsphase

1. Auswahl und Benennung des verantwortlichen Personenkreises
2. Festlegung der Qualitätsziele
3. Auswahl geeigneter Untersuchungsverfahren
4. Eindeutige Beschreibung der angewandten Untersuchungsverfahren
5. Bestimmung von (internen) Verfahrenskenndaten, insbesondere von Präzision und Richtigkeit

Abschnitt II: Interne Qualitätssicherung

1. Prüfung der aktuell gegebenen Voraussetzungen bezüglich Personal, Probennahme, Labor, Geräte, Instrumente und Analysenverfahren
2. Durchführung einer problemorientierten Kalibrierung
3. Überprüfung des Blindwerts
4. Überprüfung der Wiederfindung
5. Kontrolle mit zertifizierten Standards
6. Führung von Kontrollkarten
7. Mehrfachbestimmungen
8. Plausibilitätskontrollen

Abschnitt III: Externe Qualitätssicherung

1. Ringversuche mit Standardlösungen
2. Ringversuche mit problemorientierten und/oder dem realen Untersuchungsfall angepassten Proben
3. Vergleichsuntersuchungen mit eingeschränkter statistischer Aussagekraft im Falle besonderer Fragestellungen

Abschnitt IV: Auswertung und Dokumentation

1. Kontrollierte Auswertung
2. Angabe des vollständigen Untersuchungsergebnisses
3. Vollständige Dokumentation des gesamten Probenlaufes, sowie Angabe aller Umstände, die ggf. das Ergebnis beeinflusst haben.

Zur Angabe des vollständigen Untersuchungsergebnisses gehören

- die Informationen über Präzision, Richtigkeit, statistische Sicherheit der Aussage
- die Informationen über Störungen, Selektivität, Spezifität
- ggf. das zu Grunde liegende Chromatogramm oder relevante Messkurven
- die Information über das tatsächlich angewandte Untersuchungsverfahren
- die Information über den qualitätsbezogenen Mindestaufwand
- ggf. weitere verfahrenstypische Informationen, insbesondere bei Biotests

2.5.8.3 Validierung eines Analysenverfahrens

In den LAWA AQS- Merkblättern⁵ wird ausführlich über notwendige Maßnahmen berichtet, wie z.B. die Führung von Kontrollkarten für Mittelwerte, Blindwerte, Wiederfindung und Spannweiten von Messergebnissen. Verfahrenskenndaten sollen mindestens einmal jährlich bestimmt werden, bei Personalwechsel sind diese ebenfalls neu zu bestimmen.

Da für Boden derzeit nur wenige genormte Analysenverfahren zur Verfügung stehen, müssen für Bodenuntersuchungen von dem jeweiligen Labor für die entsprechenden Untersuchungen Analysenverfahren neu erarbeitet und validiert werden.

Zur Validierung eines Analysenverfahrens gehören folgende Einzelschritte:⁶

1. Beschreibung der vollständigen Analysenmethode incl. der eingesetzten Chemikalien und Geräte
2. Durchführung von Messungen zur Bestimmung der Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze gemäß DIN 32645
3. Erstellung einer Kalibriergeraden zur Ermittlung der Linearität des Detektors
4. Untersuchung von aufgestockten und nicht aufgestockten, nicht belasteten Böden bei unterschiedlichen Konzentrationen zur Bestimmung der Wiederfindungsraten, wobei eine Konzentration im Bereich der Bestimmungsgrenze und eine im Bereich der relevanten

⁵ AQS- Merkblätter für die Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung herausgegeben von der Länderarbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA), Erich Schmidt Verlag GmbH & Co., Berlin 1991

⁶ Generell ist festzustellen, dass die Validierungsmaßnahmen von Punkt 2 bis 8 auch bei der Einführung einer genormten Methode durchzuführen sind, da nur so sichergestellt bzw. geprüft werden kann, dass das Laborpersonal die Methode beherrscht. Die gefundenen Kenngrößen sind mit den im Ringversuch ermittelten Kenngrößen zu vergleichen.

Orientierungswerte liegen muss. Ermittlung der Wiederfindungsraten über den gewählten Konzentrationsbereich

5. Untersuchung von realen, belasteten Bodenproben mit Angabe der Schwankungsbreite des Untersuchungsergebnisses und der Wiederfindungsraten bei den aufgestockten Proben
6. Aussagen zur Genauigkeit des Messergebnisses auf Grund von z. B.: mindestens Dreifachbestimmungen der Aufstockungen und der realen Böden
7. Untersuchung eines zertifizierten Standardbodens, falls vorhanden
8. Untersuchung von externen Ringversuchsproben mit der jeweils entwickelten Methode

Zu 1

Die Beschreibung des Analysenverfahrens soll sich an den Aufbau einer vorhandenen Norm anlehnen, z. B. an den DIN-Normen. In dieser Beschreibung muss enthalten sein, welche Probenvorbereitungsmaßnahmen, z. B. Trocknung, Mahlen, Homogenisierung, durchgeführt werden. Ferner ist anzugeben, welches Aufschluss- oder Extraktionsverfahren angewandt wird. Bei der organischen Analytik sind die Reinigungsschritte zu definieren. Die chromatographischen Bedingungen sind anzugeben, d. h. welche Trennsäule, welcher Injektor, welcher Detektor, welche mobile Phase usw. ist festzulegen. Das Chromatogramm mit der Zuordnung der Einzelnen zu untersuchenden Komponenten ist als Anlage beizufügen.

zu 2

Die Nachweis- bzw. Bestimmungsgrenze wird nach einer der in der DIN 32645 aufgeführten Methoden („Direkte Methode“ (Schätzwert) aus der Unsicherheit des Leerwerts, bzw. „Indirekte Methode“ über die Extrapolation von Regressionsdaten einer Kalibriergeraden in der unmittelbaren Nachbarschaft der Nachweisgrenze) bestimmt.

Die Nachweis- und Bestimmungsgrenzen können matrixspezifisch variieren.

zu 3

Die Kalibrierfunktion und die Linearität des Detektors wird über eine Kalibrierreihe mit mindestens 5 Messpunkten ermittelt. Die Kalibrierfunktion muss im linearen Bereich des Detektors liegen. Der unterste Kalibrierpunkt sollte die Bestimmungsgrenze sein und sollte gesehen werden. Bei Messwerten oberhalb des obersten Kalibrierpunktes müssen die Extrakte verdünnt oder die Originalprobe in anderen Mengenverhältnissen aufgearbeitet werden, sodass die Messwerte innerhalb der Kalibrierreihe liegen.

zu 4

Unterschiedliche Bodenproben müssen für diese Untersuchung aufgestockt werden. Es kann nicht aus einer guten Wiederfindungsrate bei Sandboden darauf geschlossen werden, dass diese auch in lehmhaltigen oder stark humosen Böden in gleicher Weise auftreten. Deshalb sind unterschiedliche Bodenarten wie z. B. Lehm, Sand oder humoser Boden mit Konzentrationen aufzustocken, die in realen Bodenproben erwartet werden. Zur Absicherung der Bestimmungsgrenze/ des Orientierungswertes sind diese Böden z. B. mit der doppelten und fünffachen Konzentration der Bestimmungsgrenze / des Orientierungswertes aufzustocken.

Sämtliche Aufstockversuche, d. h. je Boden und je Konzentration, sollten drei Mal durchgeführt werden. Entsprechende Blindwertbestimmungen incl. Aufstockungen von blindwertfreien Proben sind ebenfalls notwendig, da damit überprüft werden kann, ob nicht bereits das gesamte Verfahren ohne Boden schon geringe positive Befunde aufweist.

Die Wiederfindungsraten und ihre Schwankungsbreite werden für die einzelnen Konzentrationen angegeben.

zu 5 und 6

Nach der Untersuchung von aufgestockten nicht belasteten Bodenproben sollten auch reale Bodenproben untersucht werden, um Aussagen über die Schwankungsbreite der Messergebnisse bei realen Proben zu erhalten. Durch Aufstockversuche ist auch die Schwankungsbreite der Wiederfindung zu ermitteln. Aus diesen Daten lassen sich Aussagen zur Präzision des Messverfahrens innerhalb eines Labors gewinnen (DIN 1319 – 3, DIN 1319 – 4).

Eine Validierung des gesamten Verfahrens sollte möglichst über einen Ringversuch zusammen mit anderen Laboratorien abgeschlossen werden, damit Aussagen über die Stabilität des Verfahrens gewonnen werden können.

zu 7

Steht ein zertifizierter Standardboden für die zu untersuchenden Parameter zur Verfügung, so ist dieser Boden nach der aufgestellten Analysenvorschrift zu analysieren. Die Wiederfindungen der einzelnen Parameter sind zu dokumentieren. Bei der Untersuchung von realen Proben sollte ein zertifizierter Standardboden oder ein Boden mit bekanntem Gehalt (Referenzboden) ebenfalls mitgemessen werden. Diese Untersuchungsergebnisse sind auf einer Kontrollkarte festzuhalten.

2.5.8.4 Qualitätssicherungsplan

Um sicherzustellen, dass die gesamten notwendigen Qualitätssicherungsmaßnahmen für die Untersuchung einer Altlast auch erfüllt werden, müsste vor Beginn der Probennahme ein Plan mit folgenden Punkten aufgestellt werden:

1. Organisation

Lage der Altlast
Auftraggeber
Verantwortlicher für das Gesamtgutachten
Verantwortlicher für Probennahme (Ingenieurbüro)⁷
Verantwortlicher für die Untersuchung (Labor)

2. Historie, Ziele und Gründe für die Untersuchung

Bisherige Aktivitäten auf dem Gelände

⁷ Für eine qualifizierte Probennahme durch ein Ingenieurbüro ist durch eine vorherige Abstimmung sicherzustellen, daß die Probe sachgerecht genommen und dem Labor zugestellt wird und daß mit dem Labor die Übergabe der Proben abgesprochen wird.

Gründe für die Untersuchung
Zielsetzung der Untersuchung

3. Vorbereitungsphase

Probennahmeplan
Probennahmepunkte
Art der Probennahme
Häufigkeit
Herstellung von Mischproben
Probenvorbereitungsverfahren für die einzelnen Parameter
Untersuchungsparameter mit notwendigen Bestimmungsgrenzen
anzuwendenden Methoden
analytischer Mindesaufwand

4. Qualitätssicherung

Reinigungsvorschrift für das Probennahmegerät
Qualitätssicherungproben
– Blindwert der Umgebung der Probennahmestelle
– Blindwert zur Überprüfung für den Transport
– Doppelbestimmungen
– Aufstockproben
Probenbeschriftung (Vorbereitete Etiketten)
Festlegung der zu füllenden Flaschen und Art und Weise der Füllung
Vorort-Aufbereitung (Filtration, Homogenisierung)
Stabilisierung der Proben Vor-Ort mit Kennzeichnung
Lagerung der Proben bis zum Abtransport
Lagerbedingungen
Festlegung der erlaubten Lagerzeiten von der Probennahme bis zur Messung
Transport und Transportbedingungen für die Proben

5. Dokumentationen der Probennahme und des Transportes

Notwendige Dokumentationen bei der Probennahme
– Dokumentation der exakten Probennahmepunkte
– Anzahl der Teilproben
– Aussehen der Proben, sensorische Merkmale (z. B.: Geruch)
– Probenbeschreibung (Ansprache der Bodenproben)
– Wetterbedingungen (Wind, Regen, Temperatur)
– Chronologie der Probennahme mit der Probennummer
Probenlaufprotokoll (wer hatte wann welche Proben)

6. Dokumentation des Labors

Probeneingang

- Zustand der Proben
- Temperatur
- Stabilisierung

Probenlagerung

- Bedingungen
- Dauer

Analyse

- Dokumentation der Probenvorbereitung für die einzelnen Parameter
- Genaue Beschreibung des eingesetzten Verfahrens, bei genormten Verfahren müssen die Abweichungen dokumentiert werden
- Chronologie der Messungen an einem Gerät
- Messergebnisse
- Überprüfung des Geräts
- Kalibrierungen mit Überprüfung der Bestimmungsgrenze
- Überprüfen der Kalibrierung mit einem Kontrollstandard
- Ergebnisse der
 - Blindwertfreien Proben über das Gesamtverfahren
 - aufgestockten blindwertfreien Proben (Doppelbestimmungen übers Gesamtverfahren)
 - Doppelbestimmungen
 - aufgestockten Proben (Doppelbestimmungen)

7. Bericht

Probenidentität

Alle Daten der Probennahme

Messergebnisse und Messunsicherheit incl. Qualitätssicherungsproben

Beurteilung

Für die Durchführung sollten entsprechende Formblätter sowohl für die Probennahme als auch für die Messung im Labor vorhanden sein, da damit die Dokumentation der einzelnen Teilschritte erleichtert wird.

Durch die Probenbeschreibung, die mit in das Labor gegeben werden sollte, können bei der Überprüfung der Proben beim Probeneingang mögliche Verwechslungen erkannt werden. Die Dokumentation wie Zustand der Proben, Temperatur usw. sollte später Hinweise geben, ob die Ergebnisse dadurch nicht beeinflusst wurden, so z. B. die halb volle Probenflasche für die Bestimmung der leichtflüchtigen Substanzen.

Der Blindwert der Umgebung der Probennahmestellen (leichtflüchtige Verbindungen), der Blindwert zur Reinheit der Probennahmegeräte und der Blindwerte zum Transport zeigen, ob es Einflüsse während der Probennahme und des Transports auf die Proben gegeben hat, die das Ergebnis negativ beeinflussen können.

Die Qualitätssicherungsdaten sind zur Beurteilung der Messergebnisse notwendig. So können über die Doppelbestimmungen bei den aufgestockten blindwertfreien Proben Aussagen über die Qualität des Verfahrens gemacht werden. Die Doppelbestimmung von Proben dient dazu, den Homogenisierungsgrad und die Qualität des Verfahrens bei realen Proben zu beurteilen. Die Aufstockungen direkt auf das Probenmaterial und nicht in einen Extrakt lassen eingeschränkt Aussagen zur Effektivität der Aufbereitung zu, da sich Aufstockungen der zu untersuchenden Substanzen häufig anders verhalten als die bereits im Boden vorhandenen Substanzen.

Die ausführliche Dokumentation der einzelnen Teilschritte im Untersuchungsbericht hat den Vorteil, dass bei späteren Überprüfungen leichter festgestellt werden kann, inwieweit man sich auf die Daten für weitere Maßnahmen wirklich verlassen kann.

2.5.8.5 Kalibrierung

In Deutschland wird bei vielen Analysenverfahren für organische Einzelparameter zweckmässigerweise eine Kalibrierung über das Gesamtverfahren vor allem im Wasserbereich vorgenommen, sodass z. T. keine aktuellen Daten zur Wiederfindung der einzelnen Substanzen vorliegen, da diese bei der Methodvalidierung vor einiger Zeit gemessen wurden. Über interne Standards werden Verluste bei der Probenaufbereitung (Extraktion, Reinigung) und Veränderungen des Analysengeräts kompensiert.

Für den Bereich der Bodenuntersuchungen ist eine Kalibrierung über das Gesamtverfahren nicht möglich. Hier müssen andere Maßnahmen ergriffen werden, um die Qualität der Untersuchungen sicherzustellen.

Vorzustellen ist hier die Methode der U.S.-EPA zu allen Proben bei Beginn der Extraktion interne Standards (bei der U.S.-EPA Surrogates), die ähnlicher Natur wie die zu untersuchenden Substanzen sind, zuzusetzen, die alle Aufbereitungsschritte durchlaufen. Vor Beginn der chromatographischen Bestimmung werden Einspritzstandards (Internal Standards bei der U.S.-EPA) zugesetzt. Die Einspritzstandards werden zur Korrektur des Endvolumens, der Empfindlichkeitsänderung bei Detektoren und des Einspritzvolumens benutzt. Für die internen Standards müssen Wiederfindungsraten parameterspezifisch und matrixabhängig festgelegt werden, innerhalb deren ein Analyseergebnis bei Boden noch akzeptiert werden kann. Damit ist bei den Proben, die nicht aufgestockt wurden, eine gewisse Sicherheit zu erhalten, dass die Ergebnisse richtig sind. Eine Fehlerabschätzung ist über diese Substanzen ebenfalls möglich. Falls gewünscht, kann über diese internen Standards auch das Ergebnis korrigiert werden, wie es in der Dioxinanalytik und in der Wasseranalytik beim Arbeiten mit internen Standards üblich ist.

In diesem Teil wurde nicht behandelt, wie die eingesetzten Geräte im Einzelnen zu überprüfen sind, wie z. B. die Messung der spektralen Interferenzen beim ICP-OES oder die Bestimmung der Nachweisgrenzen der Geräte. Hier soll nochmals auf die AQS-Merkblätter der LAWA hingewiesen werden.

Ferner wurde nicht behandelt, wie eine Kalibrierkurve aufzunehmen ist, welche Abweichungen der Kontrollstandards maximal erlaubt sind und so weiter. Hier liegen entsprechende DIN-Normen vor, nach denen vorgegangen werden kann.

Die hier dargestellten Maßnahmen dienen nur dazu, das Analysenergebnis besser beurteilen zu können. Die Durchführung der gesamten Maßnahmen erhöht jedoch die Untersuchungskosten, aber gleichzeitig auch die Qualität.

Qualitätssicherung bedeutet nicht, dass keine Fehler gemacht werden können. Sie soll jedoch sicherstellen, dass möglichst viele Fehlerquellen erkannt und falsche Messungen vermieden werden.

Weiterführende Literatur:

1. Wasserbeschaffenheit - Richtlinie zur analytischen Qualitätssicherung in der Wasseranalytik (ISO TR 13530: 1997), ENV ISO 13530, (1999).
2. Validierung analytischer Verfahren, W. Wegscheider, in Akkreditierung und Qualitätssicherung in der Analytischen Chemie, Hrsg.: H. Günzler, Springer Verlag Berlin 1994.
3. Methodvalidierung im analytischen Labor, S. Kromidas, Nachr. Chem. Tech. Lab. 44 (1996).
4. In-house-Validierung in der Spurenanalytik, P. Gowik, B. Jülicher, S. Uhlig, Nachr. Chem. Tech. Lab. 46 (1998).

Anhang 1: Zusammenstellung der zitierten DIN – Normen mit Ausgabedatum

DIN Norm	Ausgabedatum
DIN 38404 - 4	Dezember 1976
DIN 38404 - 5	Januar 1984
DIN 38404 - 6	Mai 1984
DIN 38405 - 1 - 2	Dezember 1985
DIN 38405 - 4	Juli 1985
DIN 38405 - 13	Februar 1981
DIN 38405 - 23	Oktober 1994
DIN 38405 - 24	Mai 1987
DIN 38405 - 26	April 1989
DIN 38405 - 27	Juli 1992
DIN 38406 - 1	Mai 1983
DIN 38406 - 3 ⁸	September 1982
DIN 38406 - 5	Oktober 1983
DIN 38406 - 6	Juli 1998
DIN 38406 - 7	September 1991
DIN 38406 - 8-1	Oktober 1980
DIN 38406 - 11	September 1991
DIN 38406 - 12-3	Ausgabe 1980
DIN 38406 - 13	Juli 1992
DIN 38406 - 14	Juli 1992
DIN 38406 - 24	März 1993
DIN 38406 - 26	Juli 1997
DIN 38407 - 2	Februar 1993
DIN 38407 - 3	Juli 1998
DIN 38407 - 9	Mai 1991
DIN 38407 - 10	Dezember 1990
DIN 38407 - 18	Januar 1996
DIN 38407 - 19	Januar 1996
DIN 38409 - 7	Mai 1979
DIN 38409 - 16	Juni 1984
DIN 38409 - 18	Februar 1981
DIN 38414 - 17	November 1989
DIN 38414 - 18	November 1989
DIN EN 1189	Dezember 1996
DIN EN 1233	August 1996
DIN EN 1483	August 1997
DIN EN 1484	August 1994
DIN EN 1485	November 1996
DIN EN 10301	August 1997
DIN EN 12338	Oktober 1998
DIN EN 12673	Mai 1999
DIN EN 25814	November 1992
DIN EN 27888	November 1993
DIN EN ISO 5667 - 3	April 1996
DIN EN ISO 5961	Mai 1995

⁸ Wird im Juli 2000 ersetzt durch DIN EN ISO 7980

DIN Norm	Ausgabedatum
DIN EN ISO 10301	August 1997
DIN EN ISO 10304 - 1	April 1995
DIN EN ISO 10304 - 2	November 1996
DIN EN ISO 10304 - 3	November 1997
DIN EN ISO 11732	September 1997
DIN EN ISO 11885	April 1998
DIN EN ISO 11969	November 1996
DIN EN ISO 12020	Mai 2000
DIN EN ISO 13395	Dezember 1996
DIN EN ISO 14402	Dezember 1999
DIN ISO 10390	Mai 1997
DIN ISO 11265	Juni 1997
DIN ISO 11464	Dezember 1996
DIN ISO 11465	Dezember 1996
DIN ISO 11466	Juni 1997
E DIN EN ISO 9377 - 1	Mai 2000
E DIN EN ISO 9377 - 4	Juli 1999
E DIN EN ISO 14403	Mai 1998
E DIN ISO 11047	Juni 1995
E DIN ISO 14507	Februar 1996
E ISO/DIS 16017 - 1	Oktober 1998
E ISO/DIS 16017 - 2	Juli 1999
ISO 15680	Entwurf 1999
LAWA Merkblatt P3/1	
LAWA Merkblatt P5	
LAWA Merkblatt P11	
LAWA Merkblatt P13	
LAWA Merkblatt P14	
VDI 3865 Blatt 2	Januar 1998

Hinweis:

Unabhängig vom vorstehend angegebenen Ausgabedatum ist immer die aktuelle Ausgabe (neuestes Datum) der zitierten DIN-Norm, ISO-Norm, LAW A Merkblatt und VDI-Richtlinie anzuwenden.

Abkürzungsverzeichnis

Gerätespezifische Abkürzungen

GC	Gaschromatographie
HRGC	Hochauflösende Gaschromatographie
MS	Massenspektrometrie
HRMS	Hochauflösende Massenspektrometrie
FID	Flammenionisationsdetektor
WLD	Wärmeleitfähigkeitsdetektor
NPD/TSD	Stickstoff-/Phosphor-spezifischer Detektor
ECD	Electron Einfang Detektor
HPLC	Hochdruckflüssigkeitschromatographie
DAD	Diodenarray-Detektor
FLD	Fluoreszenzdetektor
ICP/OES	Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Abkürzungen für Parameter

AOS	Adsorbierbare organisch gebundener Schwefel
AOX	Adsorbierbare organisch gebundene Halogene (X= J, Br, Cl)
CSB	Chemischer Sauerstoffbedarf
DOC	Gelöster organischer Kohlenstoff (Dissolved Organic Carbon)
EOX	Extrahierbare organisch gebundene Halogene (X= J, Br, Cl)
PAK	Polycyclische Aromatische Kohlenwasserstoffe
PCB	Polychlorierte Biphenyle
PCDD/F	Polychlorierte Dibenzodioxine und Dibenzofurane
POX	Ausblasbare (Purgable) organisch gebundene Halogene
TOC	gesamter organisch gebundener Kohlenstoff (Total Organic Carbon)

Sonstige Abkürzungen

BIA	Berufsgenossenschaftliches Institut für Arbeitssicherheit des Hauptverbandes der gewerblichen Berufsgenossenschaften e. V.
NIOSH	U. S. National Institute of Occupational Safety and Health