

LFP-Projekt B 3.11, B 3.12, B 3.13

Externe Qualitätssicherung der Analytik und Probenahme von Bodenluft

AQS-Fachtagung Bodenluft:
Probenahme und Analytik
Hof, 26./27. März 2015

Dr. Martin Schmid, LfU Referat 71

Externe Qualitätssicherung der Analytik und Probenahme von Bodenluft

Gliederung

- 1 Problematik der QS bei der Ermittlung von Bodenluftwerten
- 2 Gesamtbetrachtung im Rahmen eines Ringversuchsprojekts
- 3 Bewertungsproblematik
- 4 Finanzierung
- 5 Projektziele

1. Problematik der QS bei der Ermittlung von Bodenluftwerten

Grundsätzliche Besonderheiten

- Unsichtbare Probe
Keine visuelle Plausibilisierung (leer, voll, undicht etc.) möglich
- Unterschiedlichste Probenahmetechniken
Anreicherungsverfahren
Verschiedene Direktverfahren
- Wenig Festlegungen bei Laboranalytik
Sorbens, Extraktionsmittel, GC-System, Probenvorbereitung

1. Problematik der QS bei der Ermittlung von Bodenluftwerten

Grundsätzliche Instrumente zur Sicherung der Ergebnisqualität bei der Ermittlung von Analysenwerten

- Verwendung validierter Verfahren

- interne QS-Maßnahmen

Kontrollstandard

Wiederfindung

interne Audits

- externe QS-Maßnahmen

Begutachtung durch kompetente Externe z.B.

Kompetenzüberprüfung durch Akkreditierer / Notifizierer

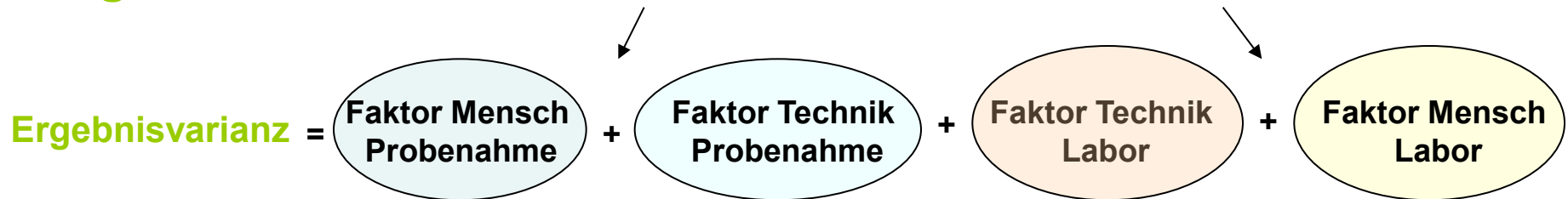
Ringversuche/Vergleichsuntersuchungen




1. Problematik der QS bei der Ermittlung von Bodenluftwerten

- Validiertes Verfahren? ☹️ Validierungsringversuche fehlen
- interne Maßnahmen
- Kontrollstandard? ☹️ kein Matrixstandard verfügbar
- Wiederfindung? ☹️ nicht über Gesamtverfahren,
nur mit Lösemittelstandard
- interne Audits? 😊 für § 18-Stellen verpflichtend
- externe Maßnahmen
- Kompetenzüberprüfung? 😊 für § 18-Stellen verpflichtend
- ☹️ Bodenluftmatrix bei Laboraudits von
untergeordnete Bedeutung
- Ringversuche? ☹️ fehlen

1. Problematik der QS bei der Ermittlung von Bodenluftwerten

Ergebnis: Probenahmeeeinfluss + Laboreinfluss



-  Analytik und Probenahme in verschiedenen Unternehmensteilen / Untersuchungsstellen
-  Quantifizierung des Probenahmeeeinflusses erfordert Laborergebnis
-  unterschiedliche Probengefäße/Entnahmetechniken:
 - unterschiedliche Vor-/Nachteile
 - unterschiedliche Probleme bei Probenahme und Laboranalytik

2. Gesamtbetrachtung der Problematik im Rahmen eines Projekts zur externen Qualitätssicherung der Probenahme und Analytik von Bodenluft

Maxime:

**Externe QS-Maßnahmen werden zur Verbesserung/
Sicherung der Ergebnisqualität durchgeführt**

**Ringversuche haben nicht die Aberkennung einer
Zulassung der Untersuchungsstellen zum Ziel**

Rahmenbedingungen der externen QS-Maßnahmen

 Praxisnahe Prüfgasproben, Stoffauswahl

| Komponente | Siedepunkt | Molare Masse |
|----------------------|------------|--------------|
| Tetrachlorethen | 121,0 ° C | 165,83 g/mol |
| Trichlorethen | 87,0 ° C | 131,39 g/mol |
| cis-1,2-Dichlorethen | 60,3 ° C | 96,94 g/mol |
| Dichlormethan | 40,0 ° C | 84,93 g/mol |
| Vinylchlorid | -13,4 ° C | 62,50 g/mol |
| | | |
| o-Xylol | 144,0 ° C | 106,17 g/mol |
| Ethybenzol | 136,0 ° C | 106,17 g/mol |
| Toluol | 111,0 ° C | 92,14 g/mol |
| Benzol | 80,1 ° C | 78,11 g/mol |

Rahmenbedingungen der externen QS-Maßnahmen

☞ Praxisnahe Prüfgasproben, Stoffkonzentrationen

Vorgaben aus dem Merkblatt 3.8/1 (LfW 2001)

| Summenparameter | LHKW | BTEX |
|-----------------|----------------------|-----------------------|
| Hilfswert 1 | 5 mg/m ³ | 10 mg/m ³ |
| Hilfswert 2 | 50 mg/m ³ | 100 mg/m ³ |

$$\text{Hilfswert 1} \leq \Sigma \text{ Einzelstoffkonzentration} \leq \text{Hilfswert 2}$$

Rahmenbedingungen der externen QS-Maßnahmen

freie Probengefäßwahl

Direktsammelgefäße

- Headspace
- MINICAN
- Gasmaus
- Gasbeutel
- Glaspipette

Anreicherungsverfahren

- Aktivkohleröhrchen

Rahmenbedingungen der externen QS-Maßnahmen

Freie Wahl der zugelassenen Techniken

Probengewinnung

- Vakuum-/ Spülverfahren
- Anreicherungsverfahren

Analyseverfahren

- Probenvorbehandlung
- Extraktion
- Probentransfer
- GC-System

Einschränkung: Probenahme im Packerverfahren

Rahmenbedingungen der externen QS-Maßnahmen

- ☞ Begutachtung der Probenehmer
- ☞ „Referenzlabore“ im Probenehmeringversuch
- ☞ Bewertung über Labor- und Begutachtungsdaten

3 Probleme einer Ringversuchsbewertung bei Bodenluftuntersuchungen

$$\text{Ergebnisvarianz} = \text{Faktor Mensch Probenahme} + \text{Faktor Technik Probenahme} + \text{Faktor Technik Labor} + \text{Faktor Mensch Labor}$$

Ringversuchsergebnisvarianz:

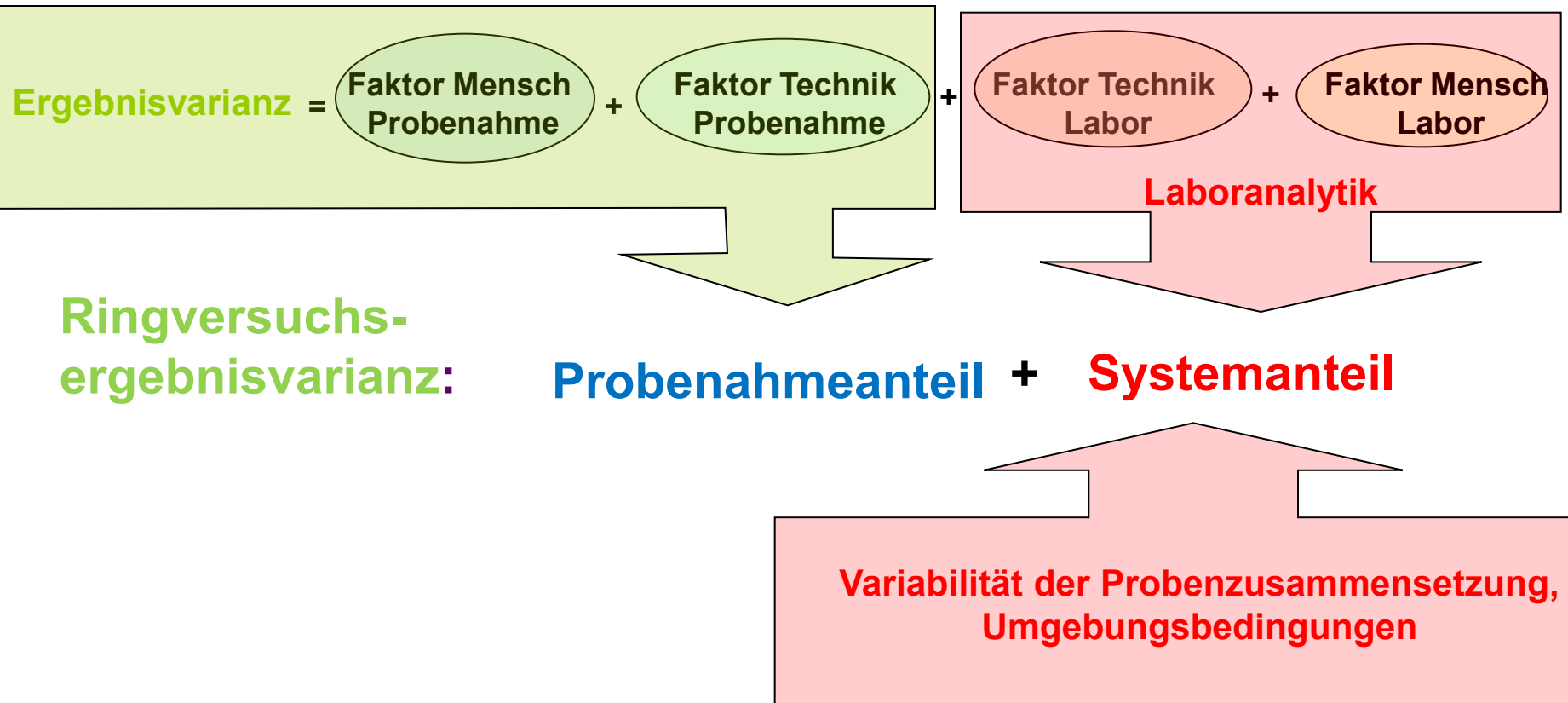
Teilnehmeranteil + **Systemanteil**

Variabilität der Probenzusammensetzung und Umgebungsbedingungen

Für eine valide Teilnehmerbewertung muss der Systemanteil an der Gesamtvarianz möglichst gering sein

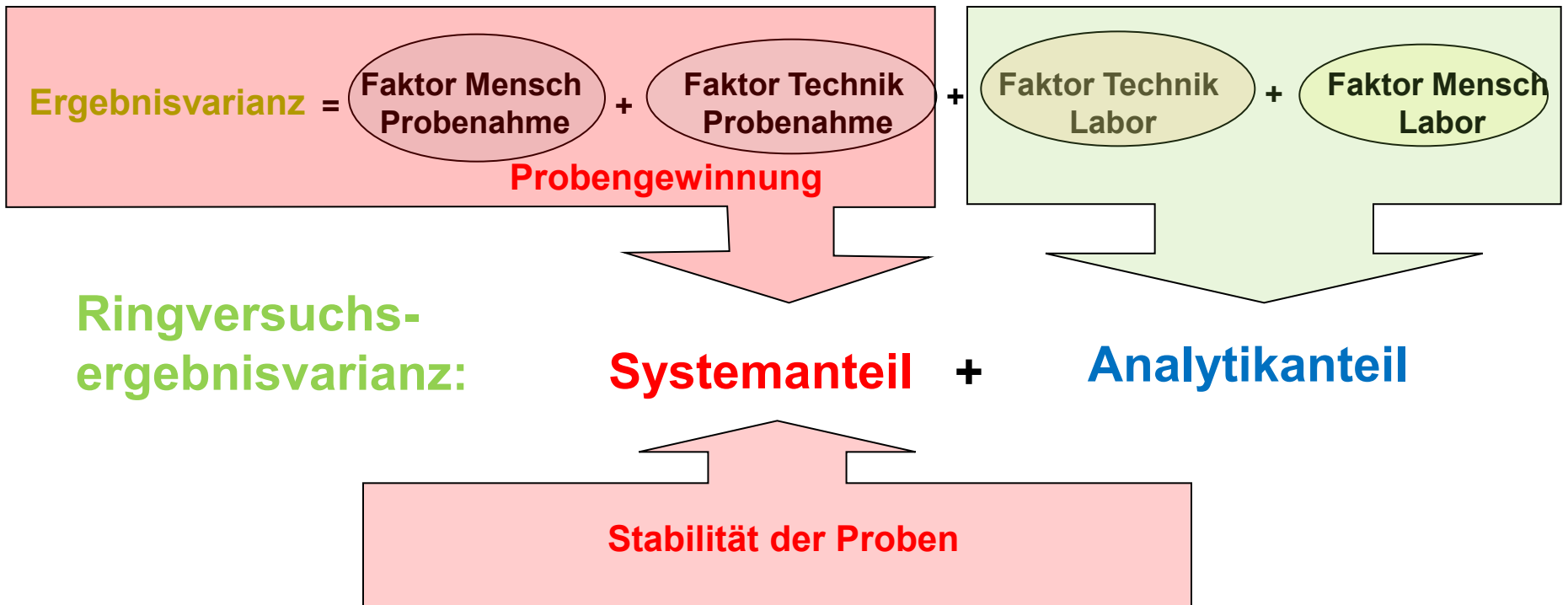
3 Probleme einer Ringversuchsbewertung bei Bodenluftuntersuchungen

Bodenluftprobenahme



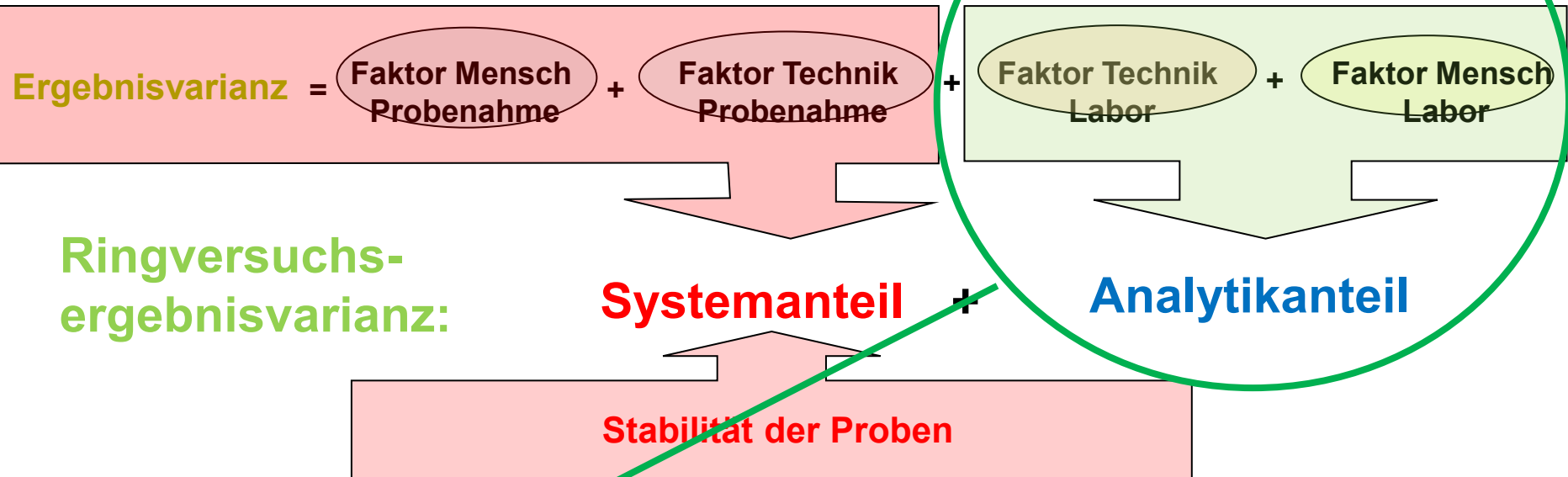
3 Probleme einer Ringversuchsbewertung bei Bodenluftuntersuchungen

Bodenluftanalytik



3 Probleme einer Ringversuchsbewertung bei Bodenluftuntersuchungen

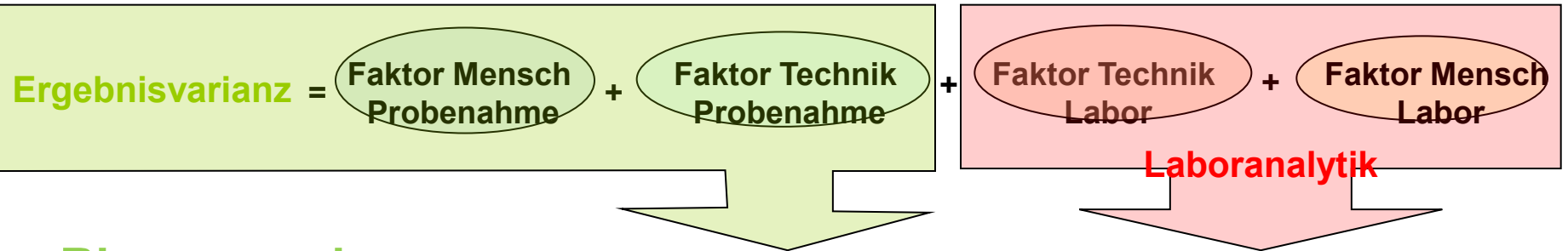
Aufteilung des Projekts in mehrere Stufen:



1. Laborringversuch

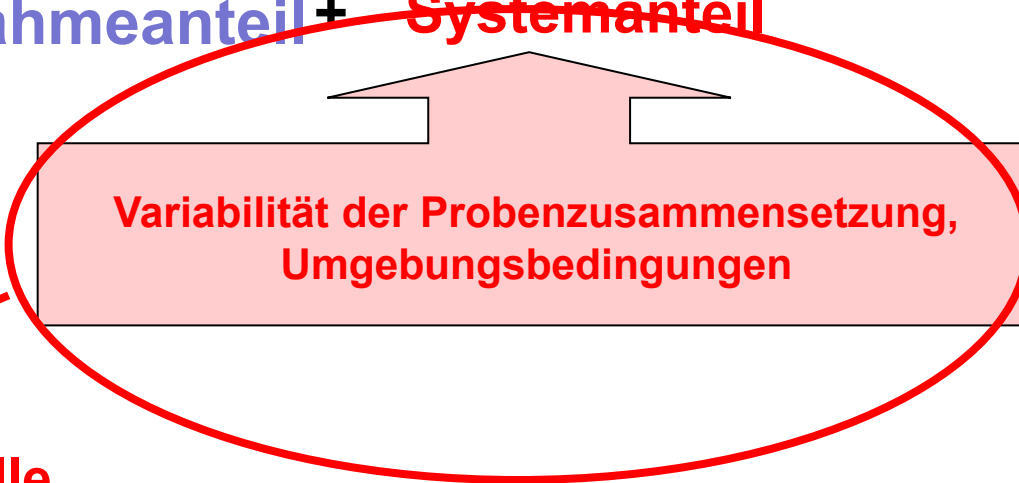
- Welche Techniken werden von den § 18-Laboren wie gut beherrscht?
- Ermittlung gefäßspezifischer „Referenzlabore“ für Probenehmeringversuch
- **Probengewinnung durch Veranstalter**

Aufteilung des Projekts in mehrere Stufen:



Ringversuchs-
ergebnisvarianz:

Probenahmeanteil + **Systemanteil**

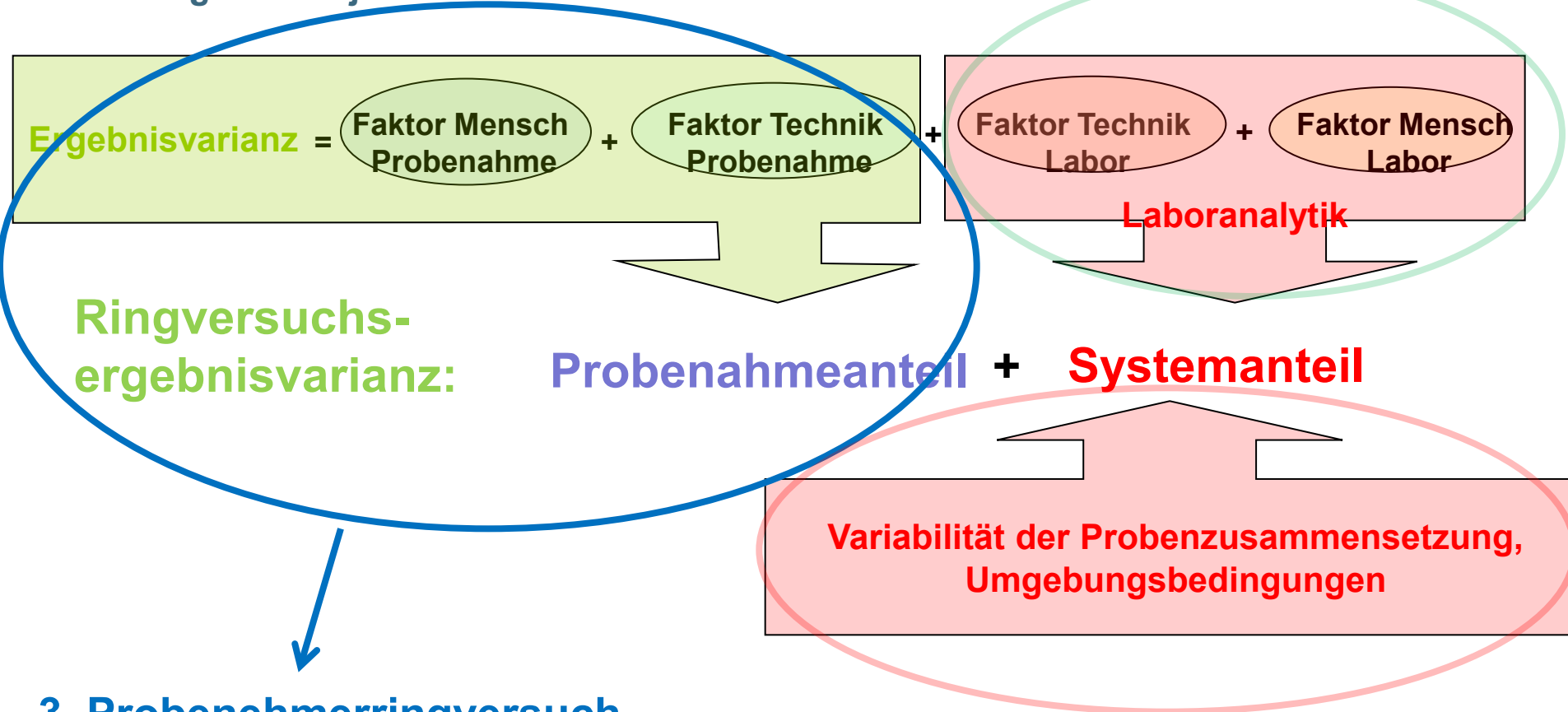


**Variabilität der Probenzusammensetzung,
Umgebungsbedingungen**

2. Bau einer künstlichen Messstelle

- Prüfgasbetriebene Messstelle mit der standortunabhängig alle Probenehmer unter identischen Bedingungen geprüft werden können

Aufteilung des Projekts in mehrere Stufen:



3. Probenehmerringversuch

- Welche Techniken werden von den § 18-Probenehmern wie gut beherrscht?

4. Finanzierung des Projekts

☞ Gesamtkosten: 136.000 €

☞ LFP-Unterstützung: 112.000 € für drei Teilprojekte:

B3.11 Laborringversuch (2011/2012)

B3.12 Bau einer Probenahmemesstelle (2012/2013)

B3.13 Probenehmerringversuch (2013-2015)

☞ Teilnehmergebühren: 24.000 €

| | Labor | Probenehmer |
|-------------|-------|-------------|
| Grundgebühr | 200 € | 225 € |
| Gefäßgebühr | 100 € | 100 € |

5. Projektziele:

- ☞ Überprüfung der Qualität derzeit ermittelter Bodenluftwerte
- ☞ Ermittlung kritischer Arbeitsschritte
- ☞ Handlungsempfehlungen für die Praxis

Wunschprojektergebnis

**Ermittlung des Gesamtverfahrens
mit dem sichersten Ergebnis**

Vielen Dank

- allen Ringversuchsteilnehmern
- den Projektpartnern HPC, ITVA, Linde Gase, AQS-Baden-Württemberg, WWA DON, WWA AB
- dem StMUV für die Anregung des Projekts und die stete Unterstützung
- dem Länderfinanzierungsprogramm Boden für die Bereitstellung der Mittel
- Ihnen für Ihre Aufmerksamkeit

