

Factsheet über die Massnahmen zur Verminderung von Fehlerquellen bei Probenahme und Messung von CKW-Feststoffproben

Untersuchungen von belasteten Standorten auf flüchtige Schadstoffe wie chlorierte Kohlenwasserstoffe (CKW) sind eine grosse Herausforderung. Manipulationen an der Probe bei Entnahme, Transport und Messung können zu Stoffverlusten und somit zu fehlerhaften Ergebnissen führen.

Mit den zurzeit vorhandenen technischen Hilfsmitteln muss bei der Analyse von Feststoffen auf flüchtige Stoffe immer mit einer relativ grossen Messunsicherheit, bedingt durch die Probenahme, Probenvorbereitung und Inhomogenität des zu untersuchenden Materials, gerechnet werden.

Sowohl Probenehmer als auch Labor können durch Einhalten einiger Grundregeln dazu beitragen, mögliche Fehlerquellen zu vermeiden und Unsicherheiten zu minimieren.

In diesem Factsheet werden die kritischen Punkte bei der Probenahme und Messung aufgezeigt und Massnahmen zur Verminderung von Unsicherheiten vorgeschlagen.

Das Factsheet wurde von der Firma Bachema im Auftrag des Bundesamts für Umwelt (BAFU) erstellt.

Berater / Probenehmer		
Aktion	Kritischer Punkt / Problem	Massnahme
Entnahme aus Bohrungen oder Rammkernsondierungen	Beim Bohren und Rammen kann die Grenzschicht Probe-Bohrer/Sonde durch mechanische Reibung stark erwärmt werden.	Nur den inneren Kern des Bohrgutes ins Probengefäss abfüllen und zur weiteren Analyse verwenden.
Entnahme aus Baggerschlitz	Die Beprobung erfolgt aus der Schlitzwand (nicht aus dem ausgehobenen Material). Dabei sind Arbeitssicherungsmaßnahmen einzuhalten.	Alternative: Beprobung direkt aus der Baggerschaufel; lange Kontaktzeiten der Probe mit der Umgebungsluft sind dabei zu vermeiden. Diese Probenahmetechniken entsprechen eher einer Hot-Spot-Beprobung und sind nicht unbedingt für eine grössere Probenahmefläche repräsentativ.
Minimale Probemenge	Die entnommene Probe muss für das zu untersuchende Material repräsentativ sein. Dazu muss eine genügend grosse Probemenge beprobt und analysiert werden. Minimale Probemengen im Verhältnis zur maximalen Korngrösse der Probe sind in der BAFU Vollzugshilfe „Analysenmethoden im Abfall- und Altlastenbereich“ ¹ beschrieben. Bei flüchtigen Stoffen ist diese Vorgabe meist nicht umsetzbar, da die Probe anschliessend im Labor (durch mechanische Behandlung) homogenisiert und auf eine repräsentative Teilprobe reduziert werden muss, was zu einem erheblichen Verlust an flüchtigen Stoffen führen kann.	Alternative zur Verringerung der Probenmenge: Beprobung des Feinanteils. Durch Abschätzung des Grobanteils in der Probe kann anschliessend auf den Gesamtgehalt umgerechnet werden, wenn keine Hinweise auf eine Belastung des Grobanteils gegeben sind.

¹ Analysenmethoden im Abfall- und Altlastenbereich, BAFU, 2013

<p>Qualitätssicherung bei Probenahme & Transport</p> <p>Protokollierung</p>	<p>Schwierigkeiten bei der Interpretation / Nachvollziehbarkeit der Messwerte</p>	<p>Alle Beobachtungen bei der Probenahme (inkl. Beschreibung der Probenmatrix, Wetterbedingungen, organoleptische Befunde, Probengefässe etc.) sind für die spätere Interpretation der Befunde wichtig.</p> <p>Die Probenahme ist detailliert zu protokollieren.</p> <p>Weiter:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Checklisten bereitstellen - Schulung/Instruktion der Probenehmer - Kommunikation mit Labor (z.B. Absprache über Probenanlieferungen) - Auswahl eines geeigneten Labors; folgende Kriterien müssen erfüllt sein: <ul style="list-style-type: none"> - das Labor ist gemäss ISO 17025 akkreditiert - das verwendete Messverfahren liegt im Geltungsbereich der Akkreditierung (akkreditierte Stellen mit Geltungsbereich unter: http://www.seco.admin.ch/sas/)
<p>Berücksichtigung Untergrund / verschiedene Probenmatrix</p>	<p>Material mit grossem Kohlenstoffanteil (z.B. stark humushaltiges Material) vermag organische Stoffe besser zu adsorbieren (binden). Material mit wenig organischem Kohlenstoff (z.B. kiesiges Material) adsorbieren organische Stoffe schlecht. Entsprechend können bei kiesigen Stoffen schnell Stoffverluste bei der Entnahme resultieren.</p>	<p>Die Proben sind unmittelbar nach Entnahme in luftdicht verschliessbare Behälter abzufüllen und bis zur Analyse kühl zu lagern (4°C).</p>
<p>Probenahme in ungesättigter oder gesättigter Zone</p>	<p>Der gesättigte oder ungesättigte Untergrund ist in der Regel ein 3-Phasen System. Die drei Phasen sind: Feststoff, Porenwasser, Porenluft.</p> <p>Im ungesättigten Bereich ist die Schadstoffverteilung in der Regel im Gleichgewicht zwischen diesen drei Phasen. Im gesättigten Bereich kann, je nach Dynamik, das Gleichgewicht möglicherweise (noch) nicht eingestellt sein.</p>	<p>Bei der Messung im Labor wird die gesamte Menge des in der Probe vorhandenen Stoffes bestimmt und auf den Gehalt im Feststoffanteil, bezogen auf das Trockengewicht der Probe, hochgerechnet. Es erfolgt keine Unterscheidung, ob der Stoff an den Feststoff gebunden (adsorbiert) oder im Porenwasser gelöst ist.</p>
<p>Vermeiden von Stoffverlusten beim Transport</p>	<p>Die Probe darf von der Entnahme bis zur Messung im Labor nicht verändert werden. Insbesondere ist darauf zu achten, dass kein Verlust an flüchtigen Stoffen durch Ausgasung erfolgt.</p>	<p>Zur Vermeidung resp. zur Minimierung von Ausgasungen sind folgende Vorkehrungen zu treffen:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Abfüllen in luftdicht verschliessbare Gefässe (in der Regel Glasgefässe) - Möglichst wenig Gasraum; die Gefässe randvoll befüllen. - Sofortige Kühlung auf 4°C - Sicherstellung der Einhaltung der Kühlkette von der Probenahme bis zur Anlieferung im Labor

		<ul style="list-style-type: none"> - Schnellstmöglicher Transport im gekühlten Zustand <p>Alternative:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Überschichten der Probe unmittelbar nach Entnahme im Feld mit einem organischen Lösungsmittel (in der Regel: Methanol) - Transport des gekühlten Probe/Lösungsmittelgemischs ins Labor <p>Eine enge Zusammenarbeit mit dem Altlasten-Bearbeiter / Probenehmer ist wichtig (vor allem beim Verfahren der vor-Ort-Überschichtung mit einem Lösungsmittel:</p>
--	--	--

Labor		
Aktion	Kritischer Punkt / Problem	Massnahme
Probenvorbereitung	<p>Die Probenvorbereitung (zur Gewinnung einer homogenen, repräsentativen Laborprobe) ist mit einer relativ grossen Unsicherheit behaftet.</p> <p>Probenvorbereitung: Proben können schlecht homogenisiert werden, da durch mechanisches Bearbeiten Stoffverluste in unbekanntem Ausmass verursacht werden können</p>	<p>Manuelle Homogenisierung im Labor im so tief wie möglich gekühlten, aber nicht gefrorenen Zustand.</p> <p>Allfälliges grobkörniges Material kann im Labor vom Feinanteil abgetrennt, grob gebrochen und anschliessend wieder mit dem Feinanteil vermischt werden</p> <p>Keine Feinmahlung der Probe im Labor! Es soll eine möglichst grosse Probemenge zur Messung eingesetzt werden. So kann ein repräsentativer Anteil des Probematerials erfasst werden</p> <p>Unter der Voraussetzung, dass Schadstoffe an die Matrix-Oberfläche adsorbiert sind, kann nur der Feinanteil beprobt und analysiert werden. Durch Bestimmung der Korngrössenverteilung kann anschliessend auf den Gesamtgehalt in der gesamten Matrix hochgerechnet werden (siehe oben; minimale Probemenge).</p>
Validierung des Messverfahrens	<p>Die Schadstoffe müssen mittels geeigneter Messmethode zweifelsfrei identifiziert und quantifiziert werden.</p> <p>Jedes Messverfahren ist zu validieren. Die Validierungsdaten erlauben Rückschlüsse auf die Eignung einer Methode für die entsprechende Fragestellung.</p> <p>Aber bei flüchtigen Stoffen stellen sich folgende Probleme:</p> <ul style="list-style-type: none"> - schwierige Validierung des Gesamtverfahrens (inkl. Aufbereitung/Extraktion), da keine Referenzmaterialien vorhanden sind (das Messverfahren kann mit Wasserproben überprüft werden; das Gesamtverfahren inkl. 	<p>Zur Gewährleistung repräsentativer, nachvollziehbarer und vergleichbarer Resultate sind die Laboranalysen gemäss der BAFU Vollzugshilfe „Analysenmethoden im Abfall- und Altlastenbereich“¹ durchzuführen.</p> <p>Das beauftragte Labor muss gemäss SN EN ISO/IEC 17025 akkreditiert sein und das verwendete Messverfahren muss im Geltungsbereich der Akkreditierung liegen.</p>

	<p>Probenvorbereitung basiert auf diesen Messungen)</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ringversuche werden kaum angeboten - wenig Vergleichsmöglichkeiten mit Drittlabors, da keine homogenen Referenzproben zur Verfügung stehen <p>Fazit: Die Messung im Labor ist mit einer relativ grossen Unsicherheit behaftet, da ein wesentlicher Teil des Messverfahrens (die Homogenisierung) stark von der einzelnen Probe abhängig ist und nur ungenügend validiert werden kann.</p>	
<p>Qualitätssicherung im Routinebetrieb</p>	<p>Es ist zu gewährleisten, dass das verwendete Messverfahren zum Zeitpunkt der Messung alle Anforderungen aus der Validierung erfüllt und für die zu untersuchende Probe geeignet ist.</p>	<p>Die laborinternen Abläufe sind regelmässig zu überprüfen. Kontrollproben, Referenzstandards und Blindwertproben sind ebenfalls zu messen.</p>