

E DIN 19659:2021-12 (D)

Erscheinungsdatum: 2021-11-19

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

Inhalt	Seite
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich.....	9
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe	10
4 Qualitätssicherung auf dem Weg von der Feldprobe zur Messprobe.....	13
4.1 Allgemeines	13
4.2 Faktoren, die die Qualität von Messergebnissen beeinflussen können	15
4.2.1 Merkmalsverteilung in der Grundmenge	15
4.2.2 Inhomogenität der Prüfmerkmalsträger	17
4.3 Qualitätssichernde Maßnahmen in Bezug auf die Prozessschritte.....	22
4.3.1 Veranlassung/Fragestellung/Untersuchungsgegenstand/Untersuchungsziel/ Qualitätsziel	22
4.3.2 Untersuchungsplan.....	23
4.3.3 Probenahme.....	23
4.4 Qualitätssichernde Maßgaben für biologische Prüfverfahren (siehe auch Anhang A)	28
5 Personalqualifikation	30
6 Hinweise zur Ergebnisinterpretation.....	32
6.1 Begutachtung	32
6.2 Konvention zum Umgang mit probenahme- und materialbedingten Streuungen von Prüfmerkmalen bei der Darstellung von Messergebnissen	32
6.2.1 Berechnung der statistischen Streuung.....	33
7 Qualitätskontrolle.....	33
7.1 Überprüfung der Vollständigkeit, Plausibilität und Validität der Dokumentation	33
7.2 Überprüfung des Erhalts der Merkmalsverteilung	35
7.2.1 Grundsätze.....	35
8 Angabe von Untersuchungs-/Analysergebnissen	38
8.1 Grundlagen zur Angabe von Analysergebnissen.....	38
8.1.1 Allgemeines	38
8.1.2 Angaben zum Untersuchungs-/Analysergebnis	39
8.1.3 Prüfbericht	39
8.1.4 Angabe von Analysergebnissen an bzw. unterhalb der Bestimmungsgrenze	40
8.1.5 Besondere Angaben bei verschiedenen Stoffgruppen	41
8.2 Abschlussbericht	42
Anhang A (informativ) Anwendbarkeit, Nutzen und Grenzen biologischer Prüfverfahren	43
A.1 Einleitung.....	43
A.2 Anwendbarkeit	43
A.2.1 Verwendung biologisch gewonnener Wirkungsdaten	43
A.2.2 Festlegung des Untersuchungsgegenstandes.....	44
A.3 Nutzen biologischer Prüfverfahren bei der Bewertung kontaminierter Standorte (siehe DIN ISO 15799 und DIN ISO 17616).....	44

A.4	Grenzen biologischer Prüfverfahren:.....	45
A.4.1	Grundsätzliche Überlegungen.....	45
Anhang B (normativ) Beurteilung der Vollständigkeit und Qualität von Prüfberichten und Gutachten (Methosa Feststoff Untersuchung V1.1 2018).....		
B.1	Allgemeines.....	47
B.2	Qualitätsstufen für Gutachten.....	47
B.3	Einflussfaktoren auf die Ergebnisse und die Bewertung.....	48
B.3.1	Einleitung: Veranlassung/Fragestellung/Untersuchungsziel.....	48
B.3.2	Vorerkundungen.....	48
B.3.3	Probenahmestrategie.....	49
B.3.4	Probenahmeplan.....	49
B.3.5	Probenahmeprotokoll.....	49
B.3.6	Laborprotokoll (Laborprobenbegleitprotokoll nach DIN 19747, Anhang A).....	49
B.3.7	Stabilisierung und Lagerung von Proben.....	50
B.3.8	Laborprüfberichte.....	50
B.3.9	Bewertung der Messergebnisse.....	50
Anhang C (informativ) Prüfliste zum Untersuchungsplan.....		
Anhang D (informativ) Fallbeispiel zur Beurteilung der Probenahme und -materialbedingten Streuung von Prüfmerkmalen.....		
Anhang E (informativ) Stoffgruppen, Konzentrationsangaben, Faktoren, Verhältniszahlen und toxikologische Äquivalente.....		
E.1	Einheiten.....	60
E.2	Analytik.....	61
E.2.1	Quantifizierung mittels ausgewählter Indikatorkongenerere.....	62
E.3	Polychlorierte Biphenyle (PCB).....	65
E.3.1	Allgemeines zur Stoffgruppe der PCB's.....	65
Anhang F (informativ) Angabe der Ergebnisse bei der PCB-Bestimmung in Abfällen.....		
F.1	PCB-Bestimmung und Gesamtgehaltsermittlung.....	71
F.2	Berechnungsbeispiel zur Ermittlung des Ergebnisses der PCB-Gesamtgehalte.....	72
Anhang G (informativ) Angabe der Ergebnisse bei der PAK-Bestimmung von Abfällen.....		
G.1	Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK).....	74
Anhang H (informativ) Zusammensetzung definierter organischer Stoffgruppen.....		
H.1	Phenole.....	76
H.2	Chlorbenzole.....	77
H.3	Chlorphenole.....	77
H.4	HCH (Hexachlorcyclohexan).....	78
H.5	PBDE.....	78
H.6	BTXE.....	79
H.7	LHKW.....	79
H.8	NSO-Heterocyclen.....	80
H.9	STV (Sprengstofftypische Verbindungen).....	80
H.10	PFC (Per- und polyfluorierte Chemikalien).....	81
Anhang I (informativ) Prüflisten.....		
I.1	Allgemeines.....	83
I.2	Prüflisten.....	83
I.2.1	Prüfliste 1: Dokumentation der Feststoffprobenpräparation (nach DIN 19747).....	83
I.2.2	Prüfliste 2: Dokumentation der Laborprobenbearbeitung (nach DIN 19747).....	84
I.2.3	Prüfliste 3: Ergänzende Angaben zur Dokumentation von Untersuchungsergebnissen.....	85
Anhang J (informativ) Ausgangszustandsbericht (siehe LABO-AZB-Arbeitshilfe).....		
J.1	Allgemeines.....	87
J.2	Einflussfaktoren.....	87
J.2.1	Veranlassung/Fragestellung/Untersuchungsziel.....	87
J.2.2	Untersuchungsplan.....	87

J.2.3	Ergebnisangabe und Prüfberichterstattung.....	88
J.2.4	Analysentoolbox für den AZB mit Mustertabelle zur Erarbeitung einer Hausmethode	90
J.2.5	Laboranalytik	91
	Literaturhinweise	97

Bilder

Bild 1	— Prozessorientierte Darstellung ergebnisprägender Arbeits- und QS-Schritte zwecks Rückübertragung von Ergebnissen auf die Prüfmerkmalsverteilung in einer zu charakterisierenden Grundmenge	14
Bild 2	— Idealisierte Materialreduzierung.....	19
Bild 3	— Einfluss der Aliquotierung auf die Streubreite in Abhängigkeit von der erforderlichen Analysen- oder Untersuchungsprobenmasse.....	21
Bild 4	— Einwaageabhängige und prüfmerkmalsbedingte Streuungen bei Elutionsversuchen	21
Bild 5	— Schritte des Merkmalstransfers (Informationstrichter).....	36
Bild E.1	— Allgemeine Strukturformel der PCDD (links) und PCDF (rechts).....	61
Bild E.2	— PCB.....	65
Bild J.1	— Ermittlung der Stoffrelevanz für den AZB.....	89

Tabellen

Tabelle 1	— Absolute und relative Materialreduzierung	28
Tabelle 2	— Plausibilitätsprüfung des Erfolges des Merkmalstransfers.....	38
Tabelle 3	— Beispiel zur Angabe des Ergebnisses bei der MKW-Bestimmung in Abfällen zur Beurteilung der Ablagerungsfähigkeit	39
Tabelle 4	— Angabe von Ergebnissen an bzw. unterhalb der Bestimmungsgrenze (BG)	41
Tabelle 5	— Summarische Ergebnisangabe bei organischen Stoffgruppen am Fallbeispiel PCB.....	41
Tabelle B.1	— Checkliste zur Qualitätseinstufung von Gutachten zur Bewertung von Standorten.....	51
Tabelle B.2	— Checkliste zur Qualitätseinstufung von Feststoffuntersuchungen.....	53
Tabelle D.1	— Einhaltung eines Grenzwertes von 50 für je neun Laborproben (LP) aus sieben Haufwerken mit einer Grundmenge von 500 m ³ (LAGA Methosa V 3.0 2016)	58
Tabelle D.2	— Prüfergebnisse mit Kommentaren für die Fallbeispiele „Haufwerk 1 bis 7“	59
Tabelle E.1	— Gängige Faktoren und Vorsatzzeichen zur dezimalen Multiplikation von Einheiten am Beispiel der Masse.....	60
Tabelle E.2	— Beispiele für Verhältniszahlen und adäquate Konzentrationen	60

Tabelle E.3 — Toxizitätsäquivalente von Dioxinen, Furanen und Dioxinähnlichen PCBs (sog. Coplanare PCBs).....	62
Tabelle E.4 — Dioxingehalte in unterschiedlichen Matrices mit WHO-Toxizitätsäquivalenten.....	63
Tabelle E.5 — Die 12 dioxinähnlichen PCBs, sowie die Faktoren der Toxizitätsäquivalente nach WHO-TEF	65
Tabelle E.6 — PCB-Bezeichnung nach Ballschmiter und ihre IUPAC-Nomenklatur	66
Tabelle E.7 — Die Ballschmiter-PCBs plus 1 (PCB 118) und ihre IUPAC-Nomenklatur.....	69
Tabelle F.1 — PCB-Gehalte mit $c > \text{UAWG}$ (Beispiel).....	72
Tabelle F.2 — Berechnungsbeispiel für PCB-Gehalte mit $c < \text{UAWG}$.....	73
Tabelle G.1 — Die 16 EPA-PAK mit Strukturformel und Summenformel.....	74
Tabelle H.1 — Phenole — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	76
Tabelle H.2 — Chlorbenzole — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	77
Tabelle H.3 — Chlorphenole — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.....	77
Tabelle H.4 — Hexachlorcyclohexan — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	78
Tabelle H.5 — Polybromierte Diphenylether — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	78
Tabelle H.6 — BTXE — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.....	79
Tabelle H.7 — LHKW — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.....	79
Tabelle H.8 — NSO-Heterocyclen — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.....	80
Tabelle H.9 — Sprengstofftypische Verbindungen — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	80
Tabelle H.10 — PFC — Verbindung, Summenformel und CAS-Nr.	81
Tabelle J.1 — Kriterien zur Erarbeitung einer Analysentoolbox (siehe Arbeitsblatt zur Erstellung einer Analysentoolbox für den Ausgangszustandsbericht (AZB) Version 5.3 LANUV-NRW 13.08.2018)	90
Tabelle J.2 — Mustertabelle zur Erarbeitung einer Analysentoolbox für den AZB (Beispieleintragungen).....	93
Tabelle J.3 — Mustertabelle zur Angabe von Qualitätskriterien zur Analyse von rgS bei Anwendung von Hausmethoden im Rahmen der Erarbeitung einer Analysentoolbox für den AZB.....	96