

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-/Analyseergebnissen | 38 |
| 8.1 Grundlagen zur Angabe von Analyseergebnissen..... | 38 |
| 8.1.1 Allgemeines | 38 |
| 8.1.2 Angaben zum Untersuchungs-/Analyseergebnis | 39 |
| 8.1.3 Prüfbericht | 39 |
| 8.1.4 Angabe von Analyseergebnissen 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 |