

15 Jahre Bodenmonitoring – 15 Jahre Analytik





Gliederung

- I Fachbereich Bodenanalytik der BfUL
- I Untersuchungsumfang bei der Boden-Dauerbeobachtung
- I Das Labor am Beginn des Bodenmonitorings 1995
- I Die Entwicklungen der letzten 15 Jahre
- I Anforderungen an das Qualitätsmanagement
- I Spezielle QS-Maßnahmen für die Boden-Dauerbeobachtung in der BfUL
- I Fazit

Fachbereich Bodenanalytik der BfUL

- 1994 Gründung des Messnetz- und Laborbetriebes Staatliche Umweltbetriebsgesellschaft (UBG), ab 2008 BfUL
- Geschäftsbereich Labore Umwelt: Untersuchung von Oberflächen- und Grundwasser, Boden, Sediment, Gestein
- Fachbereich Bodenanalytik: anorganische, seit 2003 auch organische Analytik an Feststoffen sowie bodenphysikalische Untersuchungen, vorrangig:
 - Bodenkundliche Landesaufnahme
 - Boden-Dauerbeobachtung seit 1995
 - Bodenmessnetze (4 x 4 km, 1 x 1 km, Auenböden)
 - Sedimente sächsischer Fließ- und Standgewässer

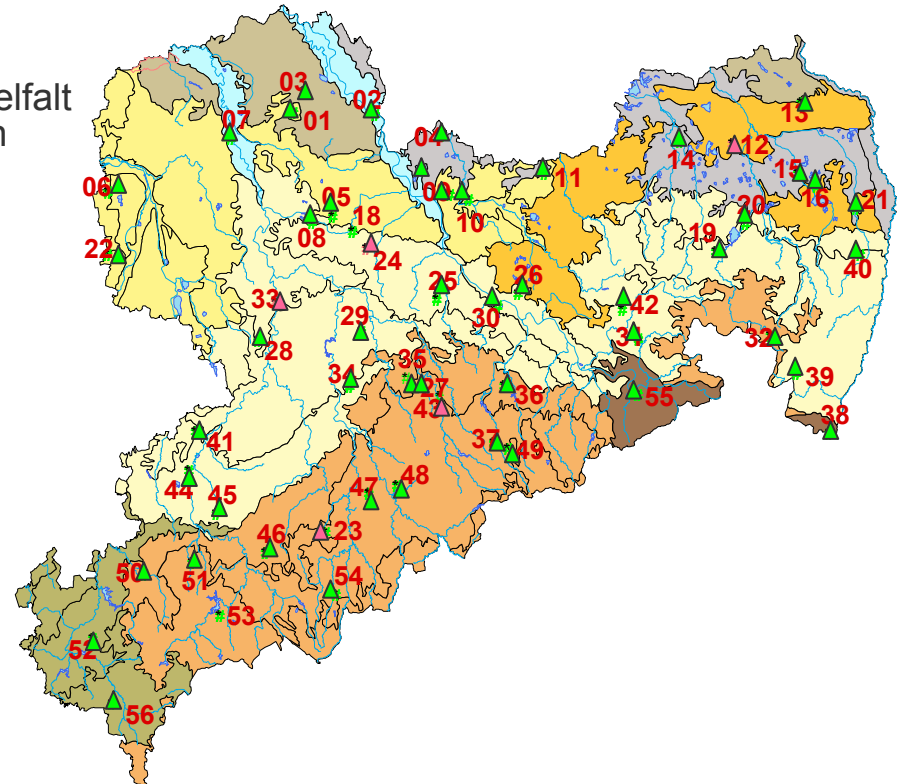


Zentrallabor Neusörnewitz

Untersuchungsumfang bei der Boden-Dauerbeobachtung

- Bodenproben aus ganz Sachsen mit großer Vielfalt chemischer und physikalischer Besonderheiten
- Untersuchungen gemäß Vorgabe ad-hoc-AG Boden-Dauerbeobachtung:

- **Bodenphysikalische Eigenschaften:**
Korngrößenzusammensetzung
Wasserdurchlässigkeit, Rohdichte
Gesamtporenvolumen
- **Bodenchemische Eigenschaften:**
pH-Wert, Austauschkapazität (KAK_{pot} , KAK_{eff}),
Gesamtgehalte an Hauptelementen:
Fe, Al, K, Na usw., Gesamtgehalte an
Schwermetallen: Cd, Cr, Pb usw., As,
Gesamtgehalte an Nichtmetallen: C, N, F,
PO₄, SO₄, CO₃, mobile Anteile an
Schwermetallen und As (Extraktion)
pflanzenverfügbare Nährstoffe (K, P usw.)
- **Bodensickerwasser, Deposition**
(Bergerhoff, Bulk):
Gehalte an Haupt- und Spurenelementen,
pH-Wert, Leitfähigkeit



BDF 24 – Schmorren: Parabraunerde-Tschernosem
aus Kryoturbatlehmschluff
BDF 27 – Neuhilbersdorf: Vega-Gley aus schwach Kies
führendem Auenlehmsand
BDF 37 – Lehnmühle: Podsolige Braunerde aus
Schuttgrus führendem Kryoturbatlehmsand

Das Labor am Beginn des Bodenmonitorings 1995

- Analysenvorschriften: vereinzelt DIN (z.B. DIN 19684, 1977), VDLUFA (Methodenbuch Bd.1 1991), BZE-Arbeitsanleitung, Labormethoden, alte Literatur (z.B. Thun, R. u. a., 1955)
- Analysenmethoden: Spektroskopie (Flammen- und Graphitrohr-AAS, Kaltdampf- und Hydridtechnik)
Nasschemie – Titration, Gravimetrie, Fotometrie
- Qualitätssicherung: SOP am Anfang, Referenzmaterialien sehr begrenzt, Ringversuche für wenige Parameter und selten, sonstige QS „in Kinderschuhen“
- Fazit: beschränkte Nachweisempfindlichkeit, Genauigkeit und Reproduzierbarkeit

Die Entwicklungen der letzten 15 Jahre

I Zunahme verbindlicher Methodenbeschreibungen

- I Labormethoden-Dokumentation. BGR (Hrsg.), 2000
- I Handbuch der Bodenuntersuchung. DIN (Hrsg.), 2000
- I Handbuch Forstliche Analytik. Gutachterausschuss Forstliche Analytik (Hrsg.), 2005
- I Zahlreiche Normen auf dem Gebiet der Bodenuntersuchung neu oder überarbeitet



Die Entwicklungen der letzten 15 Jahre

- Einführung neuer Gerätetechniken
(Mikrowelle, RFA, ICP-OES, ICP-MS, Elementaranalysatoren)



Ermittlung des Anteils der Kornfraktionen $< 0,063 \text{ mm}$ (Schluff und Ton) nach KÖHN, rechts: teilautomatisierte KÖHN-Apparatur SEDIMAT 4-12

Die Entwicklungen der letzten 15 Jahre

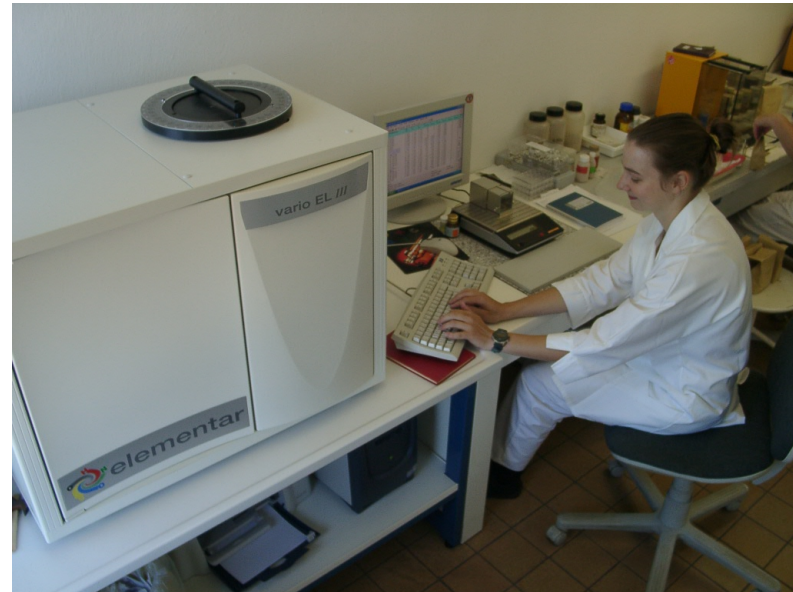
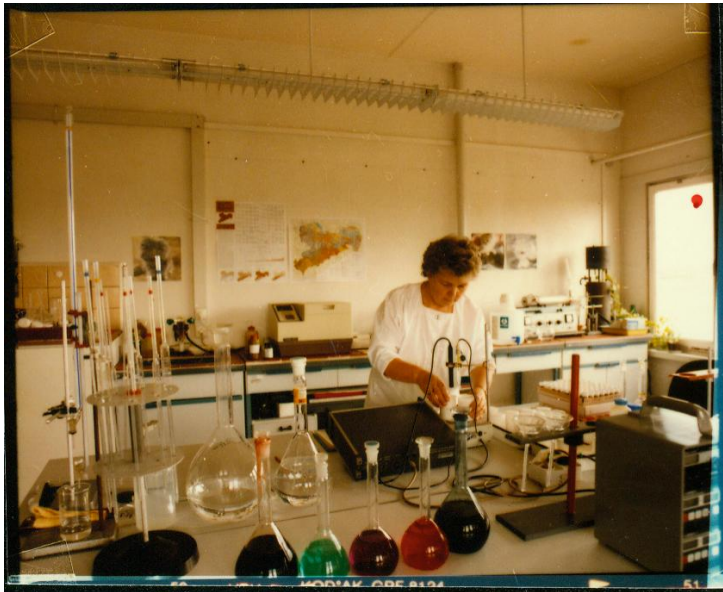
- Einführung neuer Gerätetechniken
(Mikrowelle, RFA, ICP-OES, ICP-MS, Elementaranalysatoren)



Bestimmung von Spurenelementen mit links: Graphitrohr-AAS, rechts: ICP-Massenspektrometer

Die Entwicklungen der letzten 15 Jahre

- Einführung neuer Gerätetechniken
(Mikrowelle, RFA, ICP-OES, ICP-MS, Elementaranalysatoren)



Nasschemische Analytik 1996 (links), Arbeit am CHNS-Elementaranalysator 2008 (rechts)

Die Entwicklungen der letzten 15 Jahre

- Einführung neuer Gerätetechniken
(Mikrowelle, RFA, ICP-OES, ICP-MS, Elementaranalysatoren)



Flammen-AAS AA20 (1995)



Quecksilberanalysator DMA-80 (2008)

Die Entwicklungen der letzten 15 Jahre

- Umstellung von Analysemethoden in der Vorbereitung und / oder Messung sowie Ergänzung von Verfahren

Alte Methode	Wechsel	Neue Methode
Totalaufschluss HF + HNO ₃ + HClO ₄ , offen, nach Ruppert, Messung AAS	1998	RFA
Aufschluss HF, HNO ₃ , halboffen in Aufschlussapparatur, Messung mit AAS und ICP-OES	2001	Mikrowellentotalaufschluss HF + HNO ₃ + HCl, geschlossen, Messung mit ICP-MS (Spurenel.)
KAK _{pot} / Ak _t – Bestimmung: Na, K, Ca, Mg mit AAS, Ba gravimetrisch	2001	Bestimmung: Na, K, Ca, Mg und Ba mit ICP-OES
KAK _{pot} / Ak _t nach DIN 19684-8, Perkolation (Mehlich)	2008	KAK _{pot} / Ak _t nach DIN ISO 13536, geschüttelt, H-Bestimmung entfällt
Hg total – umgekehrter Königs- wasseraufschl., DIN EN 1438	2004	Hg-Analysator DMA 80, EPA Methode 7473

Die Entwicklungen der letzten 15 Jahre

- Umstellung von Analysenmethoden in der Vorbereitung und / oder Messung sowie Ergänzung von Verfahren
 - Effekte der Umstellung vom Totalaufschluss nach Ruppert auf RFA:
 - Erhöhung der Qualität
 - Vermeidung Minderbefunde (Abrauchprobleme)
 - Vermeidung Verunreinigungen durch offenen Aufschluss
 - Erhöhte Zahl gleichzeitig und überhaupt bestimmbarer Parameter (z.B. Sn, Th, Zr)
 - Verringerung Personaleinsatz (langwieriger Aufschluss, Vielzahl von AAS-Einzelementbestimmungen)
 - Verringerung Chemikalieneinsatz (u. a. Gefahrstoff HClO_4)



Die Entwicklungen der letzten 15 Jahre

- Systematische Einführung einer umfassenden Qualitätssicherung
 - Einheitliche Arbeitsvorschriften (SOP) für alle Verfahren
 - Vielfältige Maßnahmen zur Absicherung der Rahmenbedingungen (Temp-Kontrollen, Waagen-Kontrollen, Pipetten-Kalibrierung, usw.)
 - Kalibrierung – Festlegungen zu Kontrolle und Maßnahmen
 - Qualifizierung der Bestimmung von BG und Messunsicherheit
 - Erhöhung des Einsatzes von Referenz- und Laborkontrollproben
 - Steigerung Teilnahme an RV und Vergleichsuntersuchungen (auch AS Geochemie)
 - 2003 – Akkreditierung nach DIN EN ISO 17025 (darunter alle BDF-Verfahren!)

Anforderungen an das Qualitätsmanagement

I Bei Erfassung von Daten im Rahmen der Boden-Dauerbeobachtung:

- I Qualitätsmanagementsystem in Einklang mit der Norm DIN EN ISO 17025 (analog Monitoring nach EU-WRRL)
- I Nachweis der Befähigung für die Durchführung der erforderlichen Analysen durch Teilnahme an Ringversuchen und Analyse verfügbarer Referenzmaterialien
- I Systematische Methoden-Dokumentation
- I Exakte Ermittlung und Angabe von Bestimmungsgrenzen und Messunsicherheiten



Spezielle QS-Maßnahmen für die Boden-Dauerbeobachtung in der BfUL

- I Enge Zusammenarbeit Labor – Auftraggeber
Diskussion von Plausibilitäten, Probenahmetechniken, Untersuchungsmethoden, Analysenproblemen
- I BDF-Proben erfahren besondere Aufmerksamkeit – vor allem bei Datenvalidierung
- I Bei Wiederholungsbeprobungen werden Archivproben der vorherigen Beprobung parallel analysiert.
- I Bei Einführung neuer oder Änderung bestehender Methoden erfolgt ständige Prüfung der Vergleichbarkeit der Daten mit Altdaten. Dies führt zu Anpassungen der neuen Methode (z.B. KAK_{pot} / Ak_t nach DIN ISO 13536) oder Beibehaltung der bisherigen Methode (z.B. oxalatlösliches Eisen nach DIN 19684, Teil 6 (1977)).

Fazit

- 15 Jahre Bodenmonitoring – 15 Jahre Analytik – X Jahre Entwicklungsprozess
Schaffung der methodischen, gerätetechnischen und qualitativen Voraussetzungen für die Erfüllung der hohen Anforderungen der Boden-Dauerbeobachtung hinsichtlich verlässlicher Analysenwerte sowohl in der Vergangenheit als auch in der Zukunft.
- Die Erhebung von Langzeitdatenreihen wie bei der Boden-Dauerbeobachtung sollte in einer Hand bleiben – Laborwechsel führen zu zusätzlichen, umfangreichen Problemen.
- Die Maßnahmen zur Absicherung der Vergleichbarkeit der Daten über lange Zeiträume erfordern ausreichende Kapazitäten für fachliche und methodische Fragestellungen.
- Labore im Bodenmonitoring sollten ein Qualitätsmanagementsystem gemäß DIN EN ISO 17025 als Grundlage für die Gewährleistung der erforderlichen Analysenstabilität und -genauigkeit führen.



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!