
Standpunkt

„Qualitätsbewertung und Zulassung von Untersuchungsstellen für Boden und Klärschlamm gemäß AbfKlärV vom 15.04.1992“

zuständige Fachgruppen:

II Bodenuntersuchung

III Düngemittel

XI Umweltanalytik

Bearbeiter:

Dr. M. Leiterer, Jena

Dr. K. Zimmermann, Halle

Dr. H. Jobst, Speyer

Darmstadt, im September 1998

Impressum

VDLUFA-Standpunkt 21. September 1998

Herausgeber: Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (VDLUFA)
Bismarckstraße 41 A, 64293 Darmstadt, Telefon: +49 (0) 6151-24685,
Fax: + 49 (0) 6151-29 33 70, e-mail: Info@vdlufa.de

Präsident: **Prof. Dr. G. Breitschuh**

Redaktionelle Bearbeitung: **Dr. B. Deller, LUFA Augustenberg, Dr. E. Janßen, HLVA Kassel, Dr. H. Jobst, LUFA Speyer, Dr. R. Klose, LUFA Leipzig, Dr. M. Leiterer, TLL Jena, Dr. D. Maier, LUFA Augustenberg, Dr. R. Siegfried, LUFA Augustenberg, Dr. G. Steffens, LUFA Oldenburg, Dr. K. Zimmermann, LUFA Halle**

Stellungnahme durch:* Dr. Beier, Kali+Salz Kassel, Dr. v. Braunschweig, Kali+Salz Kassel, Prof. Dr. Claassen, Uni Göttingen, Dr. Czikkely, BASF Ludwigshafen, Dr. Deller, LUFA Augustenberg, Dr. Eckstein, Hohenheim, Dr. Jobst, LUFA Speyer, Prof. Dr. Krause, LUFA Jena, Dr. Nätscher, HVA Weihenstephan, Dr. Munk, Heiligenhaus, Dr. Munzert, LBP Freising, Prof. Dr. Pfeffer, Uni Bonn, Dr. Roschke, LUFA Potsdam, Dr. Rust, SKW Trostberg, Dr. Seibert, LUFA Augustenberg, Dr. Severin, LK Hannover, Dr. Steffens, LUFA Oldenburg, Dr. Suntheim, LUFA Leipzig, Dr. Übelhör, LUFA Augustenberg

* (Die Nennung des Namens ist nicht gleichbedeutend mit inhaltlicher Zustimmung)

Gesamtherstellung: im Selbstverlag

Die Standpunkte des VDLUFA sind urheberrechtlich geschützt

Qualitätsbewertung und Zulassung von Untersuchungsstellen für Boden und Klärschlamm gemäß AbfKlärV vom 15.04.1992

Die nachfolgenden Ausführungen sind Bestandteil eines umfassenden Qualitätssicherungskonzeptes des VDLUFA für die Untersuchung von Böden, Sekundärrohstoffen, sonstigen landwirtschaftlichen Produktionsmitteln und Produkten.

1. Die für die Umsetzung der Klärschlammverordnung vom 15.4.92 (AbfKlärV) notwendigen Qualitätssicherungsmaßnahmen sind als Durchführungsbestimmungen zur AbfKlärV in Form von Verwaltungsvorschriften der Bundesländer festgelegt. Danach sind in der Regel die Landwirtschaftlichen Untersuchungs- und Forschungsanstalten (LUFA) die zuständigen Stellen für die Erarbeitung der fachlichen Grundsätze landwirtschaftlicher Klärschlammverwertung sowie für die Zulassung und Kontrolle von Meßstellen und Prüflaboratorien.
2. Die hierzu im VDLUFA erarbeiteten Richtlinien gewährleisten länderübergreifende einheitliche Anerkennungs- und Kontrollverfahren. Danach werden Untersuchungsstellen durch die zuständige Fachbehörde (in der Regel die jeweilige LUFA) im Bundesland ihres Sitzes auf Antrag in einem Zulassungsverfahren begutachtet und bei erfolgreicher Prüfung in eine Landesliste aufgenommen. Die zugelassenen Untersuchungsstellen werden von anderen Bundesländern anerkannt. Mehrfachverfahren zur Anerkennung oder Zulassung entfallen.
3. Qualitätskontrollen über Ringversuche werden gleichermaßen von den unter 2. genannten Fachbehörden nach einheitlichen, im VDLUFA erarbeiteten Vorgaben und Bewertungsrichtlinien wahrgenommen. Zugelassene oder zuzulassende Untersuchungsstellen haben sich danach mindestens einmal jährlich an einem Ringversuch zur Boden- und/oder Klärschlammuntersuchung zu beteiligen, der von der zuständigen Behörde bzw. staatlichen Untersuchungseinrichtung desjenigen Bundeslandes ausgerichtet wird, in dem sich die Untersuchungsstelle befindet. Bisherige Verpflichtungen von Untersuchungsstellen zur Teilnahme an Ringversuchen in anderen Bundesländern können entfallen. Bewertungen von Ringversuchsergebnissen werden von anderen Bundesländern anerkannt. Erfolgt eine Zurücknahme der Zulassung, entfällt für die betroffene Untersuchungsstelle auch die Anerkennung in allen anderen Bundesländern.
4. Die unter 2. genannten Fachbehörden gewährleisten die Voraussetzungen für eine objektive, nach mathematisch-statistischen Maßgaben anerkannte repräsentative Probenahme durch Aus- und Weiterbildung von Probenehmern. Eine auf diese Weise erfolgte Zulassung als Probenehmer wird von anderen Bundesländern ebenfalls anerkannt.
5. Die unter 2. genannten Fachbehörden gewährleisten den Gesamtkomplex der auf das Untersuchungsziel abgestimmten qualitätssichernden Maßnahmen. Diese gehen über die in Akkreditierungsverfahren nach EN 45001 festgelegten Anforderungen hinaus. Sie umfassen:

- Laborbegehungen zur Prüfung personeller, räumlicher und gerätetechnischer Voraussetzungen zu vorgeschriebener qualitätsgesicherter Analytik und Attestierung. Sie erfolgen bei Erstzulassung, im Falle einer durch die Untersuchungsstellen anzuzeigenden wesentlichen Veränderung und im Falle festgestellter Unregelmäßigkeiten, wie z.B. auffälligen bzw. nicht plausiblen Untersuchungsbefunden.
Für Untersuchungsstellen mit Akkreditierung der Verfahren zur Klärschlamm- bzw. Bodenuntersuchung nach EN 45001 kann die Laborbegehung entfallen.
 - Qualitätskontrollen durch unangekündigte stichprobenweise Nachuntersuchung von Rückstellmustern sowie Kontrollen der Probenahmen und ggf. Entnahme von Gegenproben.
 - Weiterbildung von Laborpersonal bzw. Informationsveranstaltungen zur Umsetzung neuer gesetzlicher Regelungen und Vorschriften sowie in den jeweiligen Bundesländern relevanter wissenschaftlicher Erkenntnisse zu landwirtschaftlichen und analytischen Problemen sowie Umweltfragen.
6. Landesweite Boden- und Klärschlammkataster sind geeignete Werkzeuge für die weiterführende Qualitätssicherung und -kontrolle. Soweit die unter 2. genannten Fachbehörden zusätzlich auch die Aufgaben der Führung landesweiter Boden- und Klärschlammkataster wahrnehmen, obliegen ihnen damit gleichermaßen alle sich daraus ergebenden qualitätssichernden Maßnahmen gegenüber zugelassenen und anerkannten Untersuchungsstellen ihres Bundeslandes. Bei festgestellten Unregelmäßigkeiten im Zusammenhang mit der Untersuchung von Proben durch Untersuchungsstellen anderer Bundesländer informieren die Fachbehörden des jeweiligen Bundeslandes darüber die zuständigen Stellen des anderen Bundeslandes.
Liegt die Führung und Auswertung des Katasters in der Hand einer anderen Fachbehörde, sollte diese die Klärung damit zusammenhängender Fachfragen an die zuständige LUFA ihres Bundeslandes übertragen.

Anlage 1: Laborbegutachtung

Laborbegutachtungen sollen belegen, daß ein Laboratorium von der apparativen und personellen Ausstattung und Kapazität her eine ordnungsgemäße Durchführung der Analysen erwarten läßt.

Vor der Laborbegutachtung erfolgt eine schriftliche Abfrage zur Ausstattung und Organisation der Untersuchungsstelle.

Die schriftlichen Angaben werden durch die Laborbegehung überprüft. Bei der Laborbegehung erfolgt zusätzlich stichprobenweise eine intensivere Prüfung ausgewählter Arbeitsabläufe.

Laborbegutachtungen erfolgen bei Erstzulassung, im Falle einer durch die Untersuchungsstelle anzuzeigenden wesentlichen personellen oder technischen Veränderung und im Falle festgestellter Unregelmäßigkeiten oder bei begründetem Verdacht auf Nichteinhaltung der Bestimmungen der AbfKlärV.

Laborbegutachtungen wiederholen sich nach Ablauf von 5 Jahren. Für Untersuchungsstellen, die eine Akkreditierung nach EN 45001 der nach AbfKlärV vorgeschriebenen Verfahren besitzen, entfällt die Laborbegutachtung.

Lassen die schriftlichen Angaben wesentliche Mängel erkennen, die einer Laborzulassung entgegenstehen, so wird dies der Untersuchungsstelle mitgeteilt. Eine Laborbegehung erfolgt nach Behebung dieser Mängel.

Die Begutachter werden der Untersuchungsstelle vor der Laborbegehung namentlich bekanntgegeben. In begründetem Ausnahmefall kann die Untersuchungsstelle einen Gutachter ablehnen.

Ein von der zuständigen Behörde zu nennender Ausschuß beurteilt die Ergebnisse der schriftlichen Abfrage und der Laborbegehung. Ein Abschlußbericht über das Ergebnis der Begutachtung wird der Untersuchungsstelle zugeleitet.

Bestandteile der schriftlichen Abfrage:

- Anschrift und Rechtsform der Untersuchungsstelle
- Organisation der Untersuchungsstelle (Organigramm und Geschäftsverteilungsplan)
- Leiter und Stellvertreter des Leiters der Untersuchungsstelle: Angaben zur Person, zum beruflichen Werdegang und zur beruflichen Qualifikation.
- Fachlicher Leiter: Dieser sollte über einen Hochschulabschluß im natur- oder ingenieurwissenschaftlichen Bereich und über mindestens 3 Jahre einschlägige Berufserfahrung verfügen.
- Mitarbeiter des anzuerkennenden Untersuchungsbereichs; Namen, berufliche Ausbildung, Erfahrung, Fortbildung (Schulungsmaßnahmen). Die Anzahl und Qualifikation der Mitarbeiter soll dem Untersuchungsumfang angemessen sein.
- Parametergruppe gemäß AbfKlärV, für welche die Laborzulassung beantragt wird.
- Räume: Bezeichnung (Nummer), Art der Nutzung, Eignung für die durchzuführenden Arbeiten, Zutrittsregelung.
- Geräte zur Probenaufbereitung und Vermessung (Gerätebezeichnung, Hersteller, Seriennummer, Standort, Datum der Anschaffung und Anlieferungszustand, z.B. neu, gebraucht, überholt).
- Organisation des Probenlaufs und des Informationsflusses
- Maßnahmen zur internen Qualitätssicherung
- Maßnahmen zur externen Qualitätssicherung (Ringuntersuchungen)
- Die Untersuchungsstelle verpflichtet sich zu:
 - Unparteilichkeit und Unabhängigkeit der Untersuchungen
 - Beachtung der Vorschriften der AbfKlärV
 - Mitteilung wesentlicher Änderungen hinsichtlich Zulassungsvoraussetzungen
 - Regelmäßiger Teilnahme an Ringuntersuchungen
 - Gewährung des Zutritts zum Labor für die Begutachter
 - Vorhaltung von Rückstellmustern

Schwerpunkte der intensiveren Prüfung ausgewählter Arbeitsabläufe

- Rückverfolgbarkeit von Analysen
- Probenahmen, -kennzeichnung, -transport, und -lagerung
- Vorhandensein von Methodenvorschriften, Gerätebüchern und Labortagebüchern
- Art und Häufigkeit von Qualitätssicherungsmaßnahmen
- Ausführung vorgeschriebener Doppelbestimmungen (doppelte Einwaage und Analyse)

- Verfahrenskenndaten in der täglichen Praxis

Anlage 2

Mindestanforderungen für die Bewertung von Ringversuchsergebnissen im Rahmen der AbfKlärV vom 15.04.92

1. Statistische Auswertung

Für die statistische Auswertung der Ringversuchsergebnisse werden die DIN ISO 5725, DIN 38402 oder geeignete robuste Auswerteverfahren (z. B.: Schweizer Lebensmittelhandbuch oder „Q“-Methode) in Verbindung mit „Z“- oder „Z_u“-Scores verwendet. Da DIN ISO 5725 oder DIN 38402 eine statistische Normalverteilung der Datensätze voraussetzen, sind bei Vorliegen nicht normalverteilter Datensätze robuste Auswerteverfahren anzuwenden.

2. Untersuchungsparametergruppen

Zur Qualitätsbewertung von Ringversuchsergebnissen werden alle Untersuchungsparameter der Boden- und Klärschlammproben gemäß AbfKlärV in folgende Untersuchungsparametergruppen eingeteilt:

2.1 Boden

- Gruppe 1: pflanzenverfügbare Nährstoffe (K, Mg und P), pH-Wert nach § 3 Abs. 4 AbfKlärV und Tongehalt nach § 4 Abs. 8 AbfKlärV
- Gruppe 2: Schwermetalle nach § 3 Abs. 2 AbfKlärV

2.2 Klärschlamm

- Gruppe 3: Nährstoffe (N_{ges}, NH₄-N, K, Mg und P) und basisch wirksame Stoffe (BWS) nach § 3 Abs. 5 AbfKlärV
- Gruppe 4: Schwermetalle und AOX nach § 3 Abs. 5 AbfKlärV
- Gruppe 5: PCB nach § 3 Abs. 6, Tirt 1 AbfKlärV
- Gruppe 6: PCDD und PCDF nach § 3 Abs. 6, Tirt 2 AbfKlärV

3 Kriterien für eine erfolgreiche Ringversuchsteilnahme

3.1 Die Bewertung der Ringversuchsergebnisse erfolgt parametergruppenweise

3.2 Der Ringversuch gilt für die betreffende Parametergruppe als erfolgreich bestanden, wenn je Ringversuchsteilnehmer maximal

- 25 % der Ergebnisse in Gruppe 1
- bzw.
- 20 % der Ergebnisse in den Gruppen 2 bis 6 als Fehlbestimmungen ermittelt wurden.

- 3.3 Werden für eine Parametergruppe zwei oder mehr Proben in die Ringuntersuchung einbezogen, gilt der Ringversuch für die betreffende Parametergruppe nur dann als erfolgreich bestanden, wenn zusätzlich zur Erfüllung der Forderung nach 3.2 für jeden Einzelparameter mindestens 50 % der Ergebnisse richtig bestimmt wurden.
- 3.4 Überschreitet ein Ringversuchsteilnehmer die unter 3.2 und 3.3 genannte Anzahl von Fehlbestimmungen in einer Parametergruppe, gilt der Ringversuch als nicht bestanden. Eine Bestätigung der erfolgreichen Teilnahme für einzelne Parametergruppen des Ringversuchs ist möglich.

4. Definition „Fehlbestimmung“

Als Fehlbestimmungen im Sinne des Ringversuchs gelten:

- 4.1 Über den angewendeten statistischen Ausreißertest ermittelte statistische Ausreißer (überhöhte Abweichungen des jeweiligen Labormittelwerts vom Ringversuchsmittelwert), die in der Berechnung der jeweiligen statistischen Endkennwerten des Ringversuchs nicht zu berücksichtigen sind.
- 4.2 Analysenwerte, die außerhalb der durch „Z“- oder „Z_u“-Scores definierten Toleranzbereiche liegen. Empfohlen wird $Z = 2$.
- 4.3 Offensichtlich falsche, methodisch bedingt oder durch Rechenfehler beim Ringversuchsteilnehmer nicht zuordenbare bzw. nicht plausible Werte.
- 4.4 Von einem Teilnehmer entgegen der Ringversuchsvorgabe nicht untersuchte Analysenparameter.
- 4.5 Wird für einen Analysenparameter statt eines Meßwertes „nicht nachweisbar (n. n.)“ oder „< Bestimmungsgrenze“ angegeben, obwohl die Konzentration des Analysenparameters mit der in der AbfklärV vorgeschriebenen Analysentechnik und üblicher Nachweisempfindlichkeit noch bestimmbar ist, wird diese Angabe ebenfalls als Fehlbestimmung gewertet. Der Ringversuchsansteller kann Mindestanforderungen an die Bestimmungsgrenze vorgeben.

5 Besondere Bestimmungen

- 5.1 Die Überschreitung der vorgegebenen Einsendefrist für Ringversuchsergebnisse gilt als Nichtteilnahme.
- 5.2 Der Ringversuchsansteller kann in begründeten Fällen Nachuntersuchungen durchführen lassen.

Anlage 3:

Qualitätsbewertung von Untersuchungsstellen über Laborrückstellmuster-Prüfungen

Laborrückstellmuster-Prüfungen sind Bestandteil der Qualitätskontrolle von Laboratorien, die aufgrund von Gesetzen und Verordnungen Untersuchungen durchführen. Während Ringversuche der grundsätzlichen Qualitätsprüfung dienen, sichern Rückstellmuster-Prüfungen die analytische Qualität im Routinebetrieb.

Von allen zu untersuchenden Proben ist nach sachgerechter Homogenisierung des Materials eine Rückstellprobe ordnungsgemäß aufzubewahren. Falls erforderlich, ist die Probe im Originalzustand oder gefriergetrocknet aufzubewahren. Die Rückstellprobe muß eindeutig beschriftet und den Laborunterlagen zweifelsfrei zuordenbar sein. Die erforderliche Dauer der Rückstellung ist im Zulassungsverfahren geregelt.

Die Menge der Rückstellproben muß so bemessen sein, daß das nachfolgend beschriebene Verfahren durchführbar ist.

Zu jeder Rückstellprobe sind Probenahmeprotokolle, Laboraufzeichnungen, Meßprotokolle und vollständige Analysendaten zu archivieren.

Rückstellmuster werden in der Regel 1-2 x jährlich durch die zulassende Stelle* eingeholt, in begründeten Fällen auch häufiger. Die Anzahl eingeholter Rückstellproben hat sich an Vorgaben der Verhältnismäßigkeit zu orientieren.

Zusätzlich können durch Vertreter der zulassenden Stellen Proben (ggf. unter Angabe von Meßwerten, die durch die zuständige Behörde ermittelt wurden) übergeben werden, um den zuzulassenden Stellen eine regelmäßige Eigenkontrolle zu ermöglichen.

Die Entnahme der Kontrollproben des Rückstellmusters erfolgt in Anwesenheit eines Vertreters der Untersuchungsstelle durch Teilung der Rückstellprobe.

Die an der Untersuchungsstelle verbleibende Teilprobe wird vom Vertreter der zulassenden Stelle verplombt und verbleibt an der Untersuchungsstelle für weitere Gegenkontrollen. Über die Entnahme wird ein Protokoll angefertigt, das von beiden Seiten unterzeichnet wird.

Die Beurteilung der Vergleichsuntersuchung wird auf Basis zulässiger Abweichungen vorgenommen (Vergleichbarkeiten, Toleranzen nach Erfahrungen aus Ringversuchen). Die zulassende Stelle formuliert in Ihren Vorgaben, wieviel der geprüften Untersuchungsbefunde jeweilig zulässige Abweichungen überschreiten dürfen (z. B. 20-25%). Je nach Problemstellung können durch die zulassende Stelle Untersuchungsparametergruppen vorgegeben werden.

Zwischen der zu prüfenden Untersuchungsstelle und der zulassenden Stelle wird vereinbart, welche unabhängige dritte Untersuchungsstelle für eine evtl. Schiedsuntersuchung herangezogen werden soll. Bevorzugt sollte eine staatliche Untersuchungsstelle (in der Regel eine LUFA) ausgewählt werden.

Ergebnisse der Gegenuntersuchungen von Laborrückstellmustern werden zugelassenen Untersuchungsstellen unmittelbar nach Abschluß der Auswertung zusammen mit einer Beurteilung übergeben

* in der Regel die jeweilige Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt (LUFA)