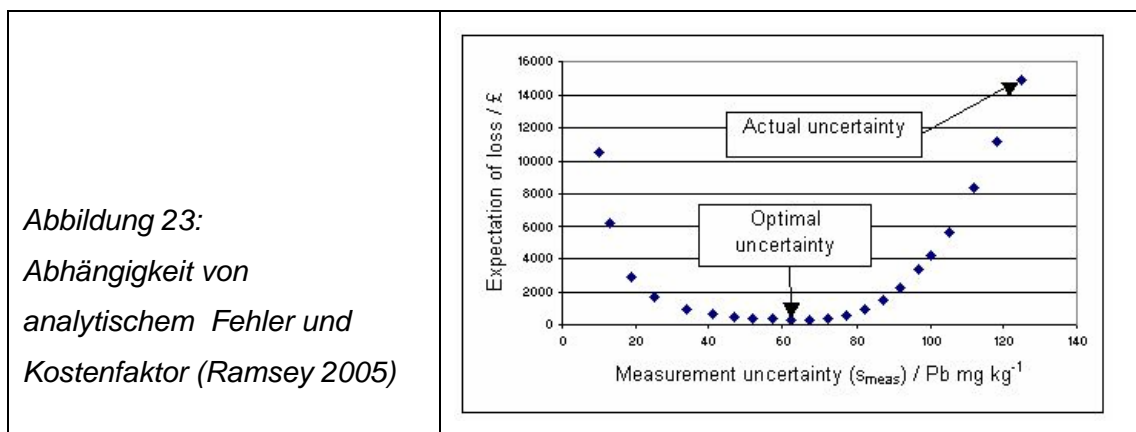


5. Diskussion

Ungeachtet dessen, dass die Probennahme die erste Maßnahme in einer nachfolgend geschalteten und wechselseitig abhängigen Prozesskette zur Ermittlung von Eigenschaften einer Probe ist, stellt sie eine innerhalb der Qualitätskontrolle weitgehend vernachlässigte Thematik dar. Fehlerbehaftete Probennahme mindert jedoch den Aussagewert eines analytischen Ergebnisses und hat i.d.R. Auswirkungen auf wirtschaftliche Aufwendungen, und u.U. führt die Nichtbeachtung zu kostspieligen finanziellen Fehlentwicklungen (Abbildung 23).



Der gesamte Ablauf von der Probennahme bis hin zur Erzeugung von deskriptivem Datenmaterial über qualitative und quantitative Eigenschaften des Probenmaterials bedient sich einer Reihe von verschiedenen Techniken und naturwissenschaftlichen Disziplinen, z.B. Chemie, Mathematik, etc., (Gy 1986).

Die Sichtung der vorliegenden Literatur unter Berücksichtigung der Fragen „Why“, „How“ und „How much“ (Gy 1998), sowie die Bewertung von Probennahmen, welche im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführt wurden stellen die Ausgangsbasis für die Entwicklung von Kriterien zur Beschreibung der Gesamtunsicherheit dar. Die Probennahme selbst unterliegt hierbei einer Fülle von teilweise komplexen Kenngrößen mit wechselseitigen Abhängigkeiten.

Daran anknüpfend sollten drei zentrale Statements stets im Fokus aller Überlegungen zur Probennahme stehen (Francois-Bongarcon, 1998):

- (1) Wie lässt sich das Prinzip und Vorgehensweisen einer Probennahme bei Bedarf optimieren?
- (2) Inwieweit lassen sich die Aspekte einer weitgehend korrekten Probennahme einem Nichtexperten vermitteln?

(3) Ab wann ist eine Probennahme wirtschaftlich vertretbar?

Insbesondere der unter Punkt 3 angedeutete wirtschaftliche Aspekt fehlt bei einer großen Anzahl von Überlegungen auf dem Gebiet der Bodenkontamination und Sanierung. Im Gegensatz hierzu stehen Arbeiten zur Probennahme im Bereich Rohstoffexploration und Bergbau. Die wirtschaftliche Komponente bestimmt alle Maßnahmen, auch die Probennahme, denn bei allen noch so sorgfältigen Überlegungen muss strikt auf die ausgewogene Verhältnismäßigkeit zwischen Beprobung und Wirtschaftlichkeit geachtet werden. Der oftmals akademisch richtige und präzise Ansatz kann u.U. durch den Kostenfaktor „ausgebremst“ werden.

Um dieser Forderung nachzukommen, sind unter Einbeziehung eines Qualitätsmanagements die einzelnen Kriterien neben ihrer Machbarkeit auch auf ihre Verwertbarkeit im wirtschaftlichen Sinne hin zu durchleuchten.

Ziel ist die signifikante Verringerung der Unsicherheit bei der Probennahme durch Optimierung von Arbeitsabläufen bzw. der verschiedenen Prozessschritte.

Die Entwicklung von Kriterien hat zunächst jene Problematiken zu berücksichtigen, die sich aus Probennahmestrategie, Probennehmer, Probenmenge und den unterschiedlichen internationalen Herangehensweisen ergeben.

5.1 Probennahmestrategie

Eine sachgemäße Probennahmestrategie (-schema) ist nach den Kriterien validierungsfähiger Aussagen zu entwerfen, wobei jedoch ein Maß an Flexibilität definiert werden muss, welches es gestattet, sich den Bedürfnissen der jeweiligen Aufgabenstellung optimal anzupassen.

Zur Feststellung der Zuverlässigkeit eines Probennahmerasters wird häufig ein Krigingverfahren angewendet. Kriging ist die Anwendung einer Variogrammanalyse zur räumlichen Interpolation in gegebenen Messpunktanordnungen. Kriging interpoliert Punktdaten und schätzt die zugehörige Zuverlässigkeit ab. Die Voraussetzung für das Kriging ist aber ein konstanter Mittelwert und eine konstante Variabilität der Konzentrationswerte am Standort. Häufig liegt jedoch eine große Variabilität, z.B. durch heterogene Schadstoffquellen und unterschiedliches Transportverhalten vor. Um diese Heterogenität zu umgehen, empfehlen Van Tooren und Haas (1993) den Standort in kleine Teilflächen zu unterteilen und auf diesen das Kriging anzuwenden.

5.1.1 Probennahmeschema

Die Leistungsfähigkeit des Fischgrätenmusters als Probennahmeschema wird an Hand einer Kosten-Nutzen-Analyse beurteilt. Die Kosten werden als gering eingeschätzt, wenn die Verortung der kontaminierten Fläche genau ist, d.h. dass der Überlappungsbereich von der wahren kontaminierten Fläche und der von den Teilnehmern als kontaminiert eingestuften Fläche groß ist.

Das Fischgrätenmuster kann also als geeignetes Schema angesehen werden, um auf einer Fläche kontaminierte Bereiche ausfindig zu machen (Abbildung 4). Auf diese Weise können z.B. Kosten für eine unnötige Sanierung einer Fläche eingespart werden.

Jedoch sei erwähnt, dass der Versuch unter vereinfachten Bedingungen stattgefunden hat. Die kontaminierte Fläche hatte eine Kreisform und das Gelände war nicht geneigt. Unter realen Bedingungen ist eine Kontamination oft stark heterogen.

Bunge, R. (1996) kommt zu dem Ergebnis, das bei kleineren Schadstoffherden und groben Rastern die Trefferwahrscheinlichkeit unabhängig von der Geometrie des Rasters ist.

5.1.2 Probennahme

Die Probennahme beginnt mit der Erstellung des Probennahmeplans, der aus der jeweiligen Aufgabenstellung resultiert. Die Erstellung eines angemessenen Probennahmeplans ist Teil der Probennahmestrategie und kann nicht messbar erfasst werden. Die einzelnen Inhalte des Probennahmeplans hingegen können oft rechnerisch beschrieben werden.

Zu den wesentlichen Inhalten eines Probennahmeplans zählen u.a. die Bestimmung der repräsentativen Probenmenge, die daraus resultierende Auswahl des geeigneten Aufschlussverfahrens und die Auswahl eines geeigneten Probennehmers.

5.2 Probennehmer

Um den Einfluss des Probennehmers bei der Probennahme zu verringern, wird auf europäischer Ebene seit Anfang 2005 versucht, ein einheitliches Niveau von Probennehmern zu gewährleisten. In einem Pilotversuch werden in Österreich, Schweden, Norwegen, Finnland, Dänemark und Island die Probennehmer nach EN ISO/IEC 17024 (2003) personenbezogen zertifiziert.

Eine weitere Möglichkeit, den Einfluss des Probennehmers auf die Unsicherheit der Probennahme zu verringern, ist eine computergesteuerte Probennahme. Der mögliche Gesamtfehler wird dadurch geringer, denn es treten keine zufälligen Fehler mehr auf, die durch den Probennehmer verursacht werden, sondern nur noch systematische Fehler.

Bei Böden wird die Probennahme häufig manuell, z.B. mit einem Pürckhauer-Bohrstock, vorgenommen. Diese zylindrischen Bohrstöcke haben auf ihrer ganzen Länge eine Öffnung um die Probe ggf. auch horizontweise entnehmen zu können. Das Eintreiben des Bohrstockes geschieht meist mit einer Drehung. Damit die Abgrenzung korrekt bleiben kann, sollte von jedem Horizont eine gleichmäßige Menge genommen werden. Da dies oft nicht möglich ist bzw. nicht befolgt wird, ist der Fehler der Abgrenzung deshalb überwiegend von erheblichem Einfluss.

Squire, Ramsey und Gardner (2000) testeten in einem Gemeinschaftsversuch mit neun internationalen Teilnehmern die Leistungsfähigkeit von Probennahmeverfahren im Hinblick auf die Genauigkeit der Verortung eines Kontaminationsbereiches einer Fläche. In einem Teilbereich mit einer definierten Menge Bariumsulfat versetzt, beprobten die Teilnehmer die Versuchsfläche mit einer eigenen Vorschrift, wobei die Probenentnahme mit einem Bohrstock erfolgte. Anhand der zentral analysierten Probenwerte wurde der kontaminierte Bereich (Hot Spot) geschätzt. Die Berechnung erfolgte mithilfe einer Methode, welche die räumliche Verteilung eines Analyten und dessen Unsicherheit bei einem bestimmten Vertrauensniveau beschreibt.

Mittels einer neuen Technik ließ sich die Ausdehnung des Hot Spots bestimmen, die auf der räumlichen Verteilung der Teilnehmerergebnisse basiert. Es wird ein Mittelpunkt bestimmt, d.h. ein Punkt, der in der Mitte aller Werte liegt, die eine Kontamination anzeigen. Um den Punkt werden mehrere geometrische Figuren gelegt: Kreis, Ellipse und Quadrat. Aus dem Mittelpunkt werden radial Linien projiziert, deren Länge unterschiedlich gewichtet wird. Aus der Verrechnung der Linien und der geometrischen Figuren ergibt sich die Grenze des geschätzten Hot Spots.

Anhand des Überlappungsbereiches der geschätzten und der „wahren“ kontaminierten Fläche lässt sich berechnen, wie hoch die Mehrkosten bei einer Missklassifikation der (Teil-)flächen wären. Die Mehrkosten berechnen sich nach der Formel:

$$\text{Mehrkosten} = a(E - i) + b(T - i)$$

Gl. 4 | a,b = Proportionalitätskonstanten
 E = geschätzter Kontaminationsbereich
 T = „wahrer“ Kontaminationsbereich
 i = Überlappungsbereich

Die Kosten, eine Fläche unnötigerweise zu sanieren, sind proportional zu $a(E - i)$. Die Kosten eine Fläche nicht zu sanieren, obwohl sie saniert werden müsste, sind proportional zu $b(T - i)$. a wurde in diesem Fall gleich 1 gesetzt und b gleich 4, da geschätzt wird, dass die finanzielle Bestrafung von b viermal so hoch sein wird wie die von a . Ist das Ergebnis = 0, bedeutet es eine perfekte Übereinstimmung von E und T . Ein Ergebnis von ≤ 3 wird als akzeptabel angesehen.

Alle Teilnehmer konnten den Kontaminationsbereich zufrieden stellend verorten. Mit der Hauptkomponentenanalyse wurde eine positive Korrelation zwischen der Probennahme von großen Mengen und der Zeit, die für die gesamte Probennahme gebraucht wurde, festgestellt. Darüber hinaus konnten keine Korrelationen zwischen einem der Probennahmefaktoren (z.B. Probennahmemuster, Anzahl der Proben, Probenmenge, Zeit um die Probennahme durchzuführen) und der Unsicherheit festgestellt werden. Die Analyse zeigte, dass es ebenfalls keine Korrelation zwischen den erreichten Ergebnissen und der Kombination von Parametern der Probennahme gab. Keiner der Parameter hat das Ergebnis dominant beeinflusst. Eine Übertragung dieser Methode auf andere Versuche ist möglich, indem man zum Vergleich den mittleren Kontaminationsbereich als "wahr" annimmt, der sich aus allen Teilnahmeergebnissen ergibt.

Das Vertrauen in die Abschätzung einer Bodenkontamination hängt von der Dichte des Probennahmemusters, der Art und Heterogenität der Kontaminationsverteilung und dem Grad ab, in dem diese Aspekte bei der Interpolation berücksichtigt wurden.

Mit der Untersuchung zur Repräsentanz von Probennahmeverfahren auf agrarisch genutzten Flächen hat sich Kurfürst (2003) beschäftigt. Dazu wurde das Versuchsfeld unterteilt und entschieden, dass auf den lang gestreckten Teilflächen diagonal Mischproben genommen werden sollen. Entlang der Diagonalen wurden mit dreifacher Wiederholung drei Proben in 30 cm Tiefe mit dem Bohrstock entnommen. Als Ergebnis liegt eine Gesamtmessunsicherheit nach „Wiederholbedingungen“ von 11,5% vor.

Für die Beprobung zur Feststellung der kleinräumlichen Analytverteilung wurde aus einem 10x10m-Testquadranten mit jeweils drei Meter Abstand neun Einzelproben getrennt analysiert. Hierbei trat eine Standardabweichung von 9,8% auf. Die guten Ergebnisse sind u.a. auf die homogene Schadstoffverteilung zurückzuführen.

Zur Feststellung der Messunsicherheit im Tiefenprofil wurden fünf Proben in verschiedenen Tiefen entnommen und analysiert. Dabei trat die höchste Variabilität ($s = 60\%$) in den obersten fünf Zentimetern des Bodens auf. Die Unsicherheit reduzierte sich um die Hälfte in Tiefen von 25-35 cm. Dieser Tiefeneffekt muss jedoch nur dann berücksichtigt werden, wenn ein Tiefengradient für den Analyten vorliegt.

Für den Probennehmer liegen durch Untersuchungen einige Kennwerte für die Unsicherheit vor. Nach Thompson (1997) liegt die Unsicherheit innerhalb eines Probennehmers bei homogenen Bedingungen bei über 30%. Argyraki et. al. (1995) ermitteln bei ihren Untersuchungen eine erweiterte Unsicherheit des Probennehmer von ca. 50% (bzw. 30,9%) und eine Abhängigkeit der Unsicherheit von dem Probennahmemuster (Streuung zwischen 16% und 60%) auf.

Squire et.al. (2004) ermitteln eine Unsicherheit innerhalb eines Probennehmers von ca. 60% und innerhalb mehrerer Probennehmer von ca. 86%. Die Probennahmeergebnisse von Wagner et.al. (2000) streuen von 39 bis 100%.

Die vorliegenden Untersuchungen implizieren eine Unsicherheit eines Probennehmers in einer Größenordnung von 30 % bis 50 %.

Die Untersuchungen von Argyraki et. al. (1995) zeigen, dass eine Wiederholbarkeit von 84 % zwischen verschiedenen Probennehmern möglich ist, wenn eine konkrete Arbeitsvorschrift vorgegeben wird. Größer wird der Einfluss des Probennehmers, wenn weitere Aufgaben wie beispielsweise die Schichtenansprache hinzukommen.

Die Ergebnisse der Teilnehmer waren bei den Untersuchungen von Argyraki, Ramsey und Thompson (1995) sehr unterschiedlich und variierten bis zum Faktor 2,5.

Mittels präparierter Referenzflächen konnte eine Probennahmeunsicherheit innerhalb eines Probennehmers von 60% nachgewiesen werden (Ramsey und Gardner, 1999).

Sie wird auch Wiederholbarkeit der Probennahme genannt. Zwischen mehreren Probennehmern beträgt die Unsicherheit sogar 86%. Sie wird auch Reproduzierbarkeit der Probennahme genannt.

Tabelle 22: Zusammenfassende Darstellung der Unsicherheiten.

Unsicherheit [in %]			Autor
Gesamtmessung	Probennehmer	Probennehmer	
n.u.	31-50	55	Argyraki et al. (1995)
11,5	n.u.	n.u.	Kurfürst (2003)
n.u.	60	86	Squire et al. (1999)
n.u.	n.u.	30	Thompson (1997)
n.u.	39 - 100	nicht untersucht	Wagner et al. (2000)

Alle vorgestellten Verfahren weisen den Nachteil auf, dass sie rein standortspezifisch und je nach Menge der Kontrollproben zu kostenaufwendig sind. Die festgestellten Unsicherheiten sind erstaunlich hoch, wobei nur eine geringe Anzahl von Probennehmern untersucht wurde

und daher auch diese Ergebnisse mit einer hohen Unsicherheit behaftet sein können (Tabelle 22).

Eine Erkenntnis aus der ITVA-Vergleichsprobennahme ist, dass eine Vergleichbarkeit der Probennahmen und somit der Probennehmer kann nur bei relativ homogenen Bodenbedingungen erfolgen kann, was in der Natur jedoch selten vorkommt.

Es liegen keine umfassenden Betrachtungen zum Einfluss des Probennehmers und des Probennahmefehlers bei heterogenen Bedingungen vor.

5.3 Probenmenge

Die in den vorhandenen Normen und Regelwerken enthaltenen Empfehlungen und Vorgaben zur Bestimmung der jeweils notwendigen Mindestprobenmenge basieren stets auf der Abhängigkeit des Probennahmefehlers von der jeweiligen Korngröße. Die Probemenge wird je nach Aufgabenstellung über Größen wie Gewicht oder Körnung bestimmt. Die Abhängigkeit des Probennahmefehlers von der Heterogenität wird in keinem Regelwerk berücksichtigt.

Nach den betrachteten Untersuchungen kann festgestellt werden, dass die Bestimmung der mindestens erforderlichen Probenmenge gleichermaßen von der Korngröße und der Varianz abhängig ist. Die Sicherheit einer repräsentativen Probe wächst mit zunehmender Probenmenge oder abnehmender Varianz des Probengutes. Zur Bestimmung der erforderlichen Probenmenge sind daher im Vorfeld einer Probennahme Kenntnisse über die Zusammensetzung des zu untersuchenden Materials und der vorgesehene Untersuchungsumfang zu berücksichtigen.

In der Literatur, die sich mit der Auswirkung der Probengröße auf den Probennahmefehler beschäftigt, fallen, wenn man sie auf die Probennahme von kontaminierten Böden bezieht, zwei grundsätzliche Unterschiede auf: Die Konzentrationen sind im Vergleich mit kontaminierten Böden sehr hoch und meistens waren die beprobten Partikel größer als Sand.

Müskens und Kateman (1977) formulieren aus ihren Betrachtungen die allgemeine Regel, dass es besser ist eine große Zahl kleiner Proben zu nehmen, statt eine kleine Zahl großer Proben, wenn die Größe der Gesamtmischprobe sinkt und die mögliche Variabilität der Probenzusammensetzung kleiner wird.

Mit dem Einfluss der Probengröße und der Probenanzahl bei der Probennahme aus stark heterogenen Haufwerken haben sich Endres-Beckhäuser und Breiter (2002) beschäftigt. Sie kommen anhand ihrer Untersuchungen zu dem Schluss, dass die Zunahme der Probengröße

nicht zu einer wesentlichen Reduzierung des Probennahmefehlers führt. Die Anzahl der Einzelproben ist dagegen eine wichtige Einflussgröße bei der Probennahme.

Die betrachteten Untersuchungen zum Fehler der Probennahme (Lamé & Defize (1993) zeigen, dass dieser mit zunehmender Probenmenge abnimmt. Eine Berechnung des Fehlers ist nur möglich wenn die Varianz des zu beprobenden Materials bekannt ist, ansonsten ist keine Fehlereinschätzung möglich.

Die Unsicherheiten der Probennahme, die aus der entnommenen Probenmenge resultiert, können durch Voruntersuchungen bezüglich der Varianz der zu beprobenden Fläche stark reduziert und somit vernachlässigbar klein werden.

5.3.1 Homogenität

Wie bereits erwähnt ist der Probennahmefehler von der Varianz der zu untersuchenden Fläche oder Probenmasse abhängig. Bei vollständiger Homogenität geht der Fehler der Probennahme gegen Null.

Lamé (1993) berechnet in seinen Ausführungen einen gesamten Probennahmefehler bei homogenen Bedingungen von <5%, was als fundiert angesehen werden kann.

In der Natur kommen vollständig homogene Bedingungen jedoch sehr selten vor. Bei der Probennahme ist daher i.d.R. die vorhandene Varianz zu berücksichtigen.

5.3.2 Mischproben

Zur Problematik der Probenmenge kommt hinzu, dass aus Kostengründen häufig nur Mischproben analysiert werden.

Bennett et. al. (2000) kommen durch eine Untersuchung im Rahmen der Aushebung eines ehemaligen Teerbehälters in Zentral-England zu dem Ergebnis, dass der Mittelwert von 3 bis 5 Proben, welche aus jeweils 10 Einzelproben erzeugt wurden, ein repräsentatives Ergebnis des gesamten Haufwerkmaterials darstellt. Die Proben wurden auf die Parameter PAK und Gesamtcyanide untersucht. In den Ausführungen wird jedoch kein Bezug zur Größe des Haufwerks hergestellt und es wird nicht die unterschiedliche Variabilität des Haufwerks berücksichtigt.

Die Anzahl der Mischproben je Haufwerk hängt von der Heterogenität und der Größe des Haufwerks ab. Nach Rasemann (2002) sind mindestens zwei Mischproben (à vier Einzelproben) nötig um einen verlässlichen Mittelwert zu erhalten.

5.4 Gesamtunsicherheit

de Zorzi et al. (2002) definieren die Probennahmeunsicherheit als Größe, die in Summe mit anderen Parametern das analytische Ergebnis maßgeblich beeinflussen, Gl. 6:

$$u(r) = \sqrt{u(s)^2 + u(rd)^2 + u(a)^2}$$

Gl. 6

$u(r)$ = Kombinierte Unsicherheit der analytischen Ergebnisse

$u(s)$ = Probennahmeunsicherheit

$u(rd)$ = Unsicherheit der Probenreduzierung

$u(a)$ = Analysenunsicherheit

Der entscheidende Nachteil dieser Betrachtungsweise liegt in der Auflösung nach $u(s)^2$ (Probennahmeunsicherheit). Der Term setzt die Analytik voraus bzw. arbeitet mit zwei unbekanntem Größen, mit Probennahmeunsicherheit und Unsicherheit bei Probenreduzierung. Ramsey (2005) stellt eine ähnliche Vorgehensweise vor.

Gy (1992) identifiziert zehn Arten von Probennahmefehlern, die in Kombination den Gesamtfehler ergeben. Einige davon können nach Ramsey (1997) durch korrektes Vorgehen bei der Probennahme minimiert werden.

Zusammenfassend kann aus den Untersuchungen von Gy (1992) angenommen werden, dass bei einer korrekten Ausführung der Probennahme der Materialisierungsfehler ME vernachlässigbar klein ist. Der Integrationsfehler IE wird maßgeblich von der Heterogenität des Materials beeinflusst, welche wiederum als Verteilungs- (GSE) und Zusammensetzungsheterogenität (FE) betrachtet wird.

Der fundamentale Fehler (FE) kann minimiert werden, indem die Probenmasse erhöht wird oder indem die Partikelgröße minimiert wird, z.B. durch mahlen oder zerbrechen. Eine solche Homogenisierung ist zwar bei Erzen o.ä. machbar, aber z.B. bei Böden und einer analytischen Aufgabenstellung ist sie nur bedingt sinnvoll machbar. Daher kommt im Bereich der Bodenprobennahme der Probenhomogenisierung und –reduzierung ein hoher Stellenwert zu, denn für die anschließenden Untersuchungen werden oft nur wenige Gramm benötigt. Aus einer Probenmenge von mehreren Kilogramm eine repräsentative Probe von wenigen Gramm zu entnehmen erfordert eine eigenständige Betrachtung der Unsicherheit des Vorgangs der Probenreduzierung. Weiterhin ist eine Erhöhung der Zahl der Teilproben, um die Varianz zu verringern, aus Kostengründen nur begrenzt möglich.

Der Gruppierungs- und Segregationsfehler kann durch Mischen, Umrühren o.Ä. reduziert werden. Die Kontinuitätskomponente kann nach Gy (1992) vernachlässigt werden, wenn mehr als 30 Proben genommen werden oder die Proben zufällig ausgewählt werden.

Die festgestellten Kriterien sind im einzelnen (nach Gy (1992) ein Integrationsfehler, welcher sich aus der Heterogenität des Materials und einer Kontinuitätskomponente zusammensetzt und einen Materialisierungsfehler, welcher aus dem Teilprobenabgrenzungsfehler, dem Teilprobenextraktionsfehler, dem Teilproben- und Probenvorbehandlungsfehler besteht.

Grundsätzlich ist der Einfluss des Integrationsfehlers als hoch einzustufen, insbesondere wenn es sich um heterogene und organische Substanzen handelt. Der Materialisierungsfehler ist hingegen als gering einzustufen, besonders wenn die Probennahme gründlich geplant wurde und nach fachgerechten und festgelegten Verfahren durchgeführt wird. Bei sehr homogenen Feststoffen, welche sich untereinander nicht beeinflussen, z.B. durch Adhäsionskräfte, ist der Einfluss des Integrationsfehlers als gering einzustufen während dem Materialisierungsfehler eine größere Bedeutung zukommt. In diesem Fall ist allerdings von einem grundsätzlich kleineren Probennahmefehler auszugehen.

Mit der Untersuchung zur Repräsentanz von Probennahmeverfahren auf agrarisch genutzten Flächen hat sich Kurfürst (2003) beschäftigt. Im Rahmen eines studentischen Forschungsprojektes wird die Unsicherheit der Probennahme nach der „Top down“-Methoden und der „Bottom up“-Methode berechnet.

Nach dem vorgeschriebenen Verfahren ergibt sich bei neun Einstichen eine Standardunsicherheit (für den Mittelwert) von 4,6%.

Der Tiefeneffekt wurde ebenfalls berücksichtigt. Unter der Annahme von höchstens 10% variabler Einstichtiefe, ergibt sich für den Analytengehalt eine Standardunsicherheit von 2,5%.

Unter zusätzlicher Berücksichtigung der Messunsicherheit bei Probenteilung, Trocknung, Siebung, Mahlen und Analyse ergibt sich eine kombinierte Unsicherheit von 12,9%.

Von Kurfürst (2003) wird eine Gesamtunsicherheit an einem Praxisbeispiel mittels „Top down“-Methode von 11,5 % und mittels „Bottom up“-Methode von 4,6 % bestimmt.

Zusammenfassend konnte mit der „Top down“-Methode nach DIN 5725 (Reproduzierbarkeit) ein Wert von $s = 11,5\%$ und für „Bottom up“-Methode nach DIN 1995 (Einzeleffekte) $s = 12,9\%$ ermittelt werden.

5.5 Unterschiedliche internationale Herangehensweisen

Aus den vorstehenden Ausführungen wird ersichtlich, dass eine weitere Problematik bei der Einschätzung der Unsicherheit der Probennahme in der international unterschiedlichen Herangehensweise besteht.

Auf einer Testfläche im Schweizer Jura bei Dornach sollten Teilnehmer aus verschiedenen EU-Mitgliedsstaaten im Rahmen des „CEEM Soil-Projektes“, welches eine EU-weite Untersuchung zur Vergleichbarkeit von Probennahmestrategien und Richtlinien zur Ermittlung von Schadstoffkontaminationen in Böden ist, die räumliche Differenzierung und die Relevanz der Kontamination auf dem Niveau einer Voruntersuchung bestimmen (Wagner et. al. (2001)).

Als Vergleichsgrundlage wurden 301 Referenzproben mit sechs verschiedenen Probennahmestrategien gewählt. Zur Vermeidung von analytischen Messunterschieden wurden die Proben der Teilnehmer zentral und mit denselben Methoden analysiert.

Ein qualitativer Vergleich der Methoden wird an Hand von Tab. 2 möglich. Hierbei wird deutlich, dass die Flächengliederung, die Wahl der Probennahmepunkte und die Beprobungstiefe sich erheblich unterscheiden. Letzteres lässt systematische Unterschiede in den Ergebnissen erwarten, da die Elemente sich herkunftsbedingt in bestimmter Weise im Bodenprofil verteilen. Bei Cd und Cu streut die Konzentration z.T. um mehr als zwei Zehnerpotenzen. Unterschiede entstehen v.a. durch die Einbeziehung der Proben aus bewaldeten Teilflächen, wo die mächtige Humusaufgabe Schadstoffe vermehrt bindet. Als ebenfalls kritisch für die Vergleichbarkeit der Ergebnisse von Bodenkontaminationsuntersuchungen haben sich demnach die Behandlung der Humusaufgabe-horizonte bei naturnahen Böden (separate Beprobung), die Definition und Abgrenzung von Bodenhorizonten, sowie die Wahl der Probennahmegeräte herausgestellt.

Bei einem Vergleich der Unsicherheit der Analytik und der Probennahme hat sich gezeigt, dass Abweichungen in gleicher Größenordnung zu erwarten sind. Jedoch überwiegen bei der Probennahme die zufälligen Abweichungen und bei der Analytik die systematischen Abweichungen. Die Ergebnisse der Teilnehmer streuen von 39 bis 100% um die Referenzwerte. Es kommt hiernach in 5 bzw. 11 von 18 Fällen – abhängig vom untersuchten Element – zu unterschiedlichen Bewertungen der Ergebnisse in Bezug auf bestimmte, länderspezifische Richt- und Grenzwerte.

Wagner, Lischer, Theocharopaulus et al. (2001) gehen auf die Evaluationsstrategien des CEEM-Projektes eingehender ein. Die Proben der Versuchsfläche wurden von den Teilnehmern selbst und zentral analysiert. Die Darstellung der Ergebnisse erfolgt in Scatterplots, um einen detaillierten Vergleich der Daten untereinander, mit der

Referenzdatenbank (RDB) und Grenzwerten zu ermöglichen. Die RDB ist so umfangreich, dass für fast jede Teilnehmerprobe eine direkte Vergleichsprobe vorliegt. Die Darstellung in den Scatterplots erfolgt differenziert nach Landnutzung und Bodenlage, d.h. Oberboden, Unterboden und Humusschicht. In nur einer Grafik können die Referenzdaten neben die zwei Analysenergebnisse der Teilnehmerproben gestellt werden. So kann ersehen werden, inwieweit die Teilnehmerdaten mit anderen Werten übereinstimmen und ob eher zufällige oder systematische Fehler zu Abweichungen beitragen. Um die Standardabweichungen miteinander vergleichen zu können, wurden sie mit einer Box-Cox-Transformation logarithmiert, um annähernd homogene Varianzen zu erhalten.

Darüber hinaus diskutieren sie die Vergleichbarkeit des gewonnenen quantitativen Datenmaterials. Die Variabilität der Teilnehmerdaten lässt sich in erster Linie durch die Beprobung unterschiedlicher Horizonttiefen erklären. Zum Beispiel bewegen sich die Referenzwerte für Blei im Oberboden im Bereich von 50 mg/kg, lediglich Humusproben zeigen höhere Werte (>150 mg/kg). Teilnehmerproben des Oberbodens, die ebenfalls erhöhte Werte aufweisen, sind vermutlich darauf zurückzuführen, dass der Humushorizont in die Beprobung des Oberbodens mit eingeschlossen wurde. Die exakte Differenzierung zwischen dem Oh- und Ah-Horizont ist also ein wichtiges Kriterium für die Vergleichbarkeit der Ergebnisse. Dies gilt besonders für die Untersuchung auf Schwermetalle, da sie bevorzugt an die organische Fraktion gebunden werden.

Darüber hinaus ist die exakte Beprobung innerhalb eines Horizonts für das Analysenergebnis entscheidend. Z.B. wurde bei der Referenzprobennahme als Oberboden der gesamte Ap-Horizont beprobt (0-20 cm). Ein Teilnehmer hat das gleiche Profil beprobt und ist zu abweichenden Ergebnissen gekommen, da er als Oberboden lediglich eine Tiefe von 12-18 cm beprobt hat.

Die Werte für Cadmium müssen gesondert betrachtet werden. Sie streuen stark, so dass keine typische Horizontverteilung ausgemacht werden kann. Der Gehalt an Cadmium hängt in diesem Untersuchungsgebiet in hohem Maße vom Verwitterungsgrad des Bodens ab. Deshalb haben sich hier die Probennahmemethoden und -techniken entscheidend auf die Qualität der Ergebnisse ausgewirkt. Wurde an einer Profilgrube beprobt, dann wurde hauptsächlich die Feinerde gewählt und Steine verworfen. Die Feinerde unterliegt jedoch „Verdünnungen“ durch überlagerndes unkontaminiertes Material. Wurde hingegen mit einem Bohrstock (nach Pürckhauer) beprobt, kratzte der Bohrstock entlang des Ausgangsgesteins, über dem die höchsten Konzentrationen gefunden wurden. Insofern hat hier nicht die Beprobungstiefe zur Unsicherheit beigetragen, sondern die hohe kleinräumliche Variabilität der natürlichen Hintergrundwerte. Aus diesem Grund weisen die Einzelproben höhere

Abweichungen auf als Mischproben. Bei Cadmium bestehen keine Unterschiede zwischen den Ergebnissen der zentralen Analyse und der Teilnehmeranalyse. Dies bestätigt, dass die Probennahme der Hauptfaktor für die Unsicherheit ist.

Die Schwankungsbreite der Teilnehmerergebnisse war weitestgehend uneinheitlich. Zum Beispiel haben einige Teilnehmer nur den bewaldeten Teil des Testgebietes beprobt, wodurch die Acker- und Grünlandflächen mit geringeren Schadstoffgehalten unterrepräsentiert sind. Es ist also wichtig, bei der Probennahme die unterschiedlichen Landnutzungen zu berücksichtigen. Die Teilnehmer, die zusätzlich pedologische Unterschiede des Geländes berücksichtigt haben, kamen zu besseren Übereinstimmungen mit der RDB als Teilnehmer, die dies unterließen.

Als weitere Ursache für systematische Unterschiede bei den Ergebnissen konnte in der Beprobung während verschiedener Jahreszeiten erkannt werden. Die Messwerte der Proben aus dem Frühjahr lagen im Durchschnitt höher als für die Proben aus dem Sommer.

5.6 Geostatistischer Ansatz

Eine herausragende Stellung bei der Bewertung von Unsicherheiten nimmt die geostatistische Herangehensweise ein. Um die mit der Probennahme verbundenen komplexen Abhängigkeiten und wechselseitigen Beziehungen statistisch beschreibbar zu machen, bieten sich multivariate Analysemethoden an. Dadurch können die Einflüsse verschiedener Variablen erfasst und verglichen werden (s. Anhang)

5.7 Weitere Maßnahmen zur Reduzierung der Unsicherheit bei der Probennahme

Die überwiegende Anzahl der Konzeptionen zur Qualitätssicherung in der Analytik sind auf die Probennahme übertragbar. Der Entwurf geeigneter Kriterien, die zur Reduzierung der Unsicherheit bei der Probennahme beitragen, sollte sich der Konzeption eines Qualitätsmanagements bedienen.

Ungeachtet dessen, dass die Gy'schen Formel im Bergbausektor eine zentrale Schlüsselrolle einnimmt, kann es bei der Anwendung dieses Algorithmus im Umweltbereich zu einer Reihe von teilweise unsinnigen Ergebnisse kommen, vgl. Gl. 7:

$$\sigma_{FSE}^2 = (cl)(fgd_N^3) \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right)$$

Gl. 7 | σ_{FSE} = Relative Varianz des Probenahmefehlers
c = mineralogischer Faktor bezogen auf den Gehalt und Dichten von Mineral und Gangart
f, g = Konstanten für die Verteilung der Form und Größe der Fragmente
l = „liberation factor“
 d_N = Nominelle Größe der Proben (Gesteinsbruchstücke)

So weist Francois-Bongarcon anhand konkreter Berechnungen nach, dass die Gy'sche Formel u.U. praktisch nicht durchführbar ist bzw. an der praktischen Durchführbarkeit vorbeigeht.

5.7.1 Qualitätsmanagement

Im Rahmen der durchgeführten Aus- und Bewertung erscheint die Diskussion über den Einsatz eines Qualitätsmanagements und Maßnahmen von Qualitätssicherungsstrategien sinnvoll, da die Grundsätze eines wirkungsvollen Qualitätsmanagements, d.h. der prozessorientierte Ansatz, der sachliche Ansatz zur Entscheidungsfindung und ständige Verbesserung ein Maximum an rechnerisch fassbarer Kenngrößen bietet und einer statistischen Bewertung.

Insbesondere der Entwurf und Auswertung von Prozesskennzahlen für den Probennehmer lässt sich nur über ein geeignetes QM beschreiben.

5.7.2 Präzision und Wiederholbarkeit

Die klassische Herangehensweise zur Bestimmung der Unsicherheit, wie sie beispielsweise im Bereich der Analytik angewendet wird, ist bei der Einschätzung der

Unsicherheit von Probennahmen im Umweltbereich nicht anwendbar. Dies begründet sich dadurch, dass die Probenahme maßgeblich von der Probennahmestrategie abhängt, welche im Gegensatz zur Analytik nicht praktikabel messbar erfasst werden kann.

Eine Probe, die nach einer ungeeigneten Strategie entnommen wurde, wird i.d.R. nicht repräsentativ sein. Die Angabe der Unsicherheit einer Probennahmestrategie ist faktisch nicht möglich, da hier die persönlichen Eigenschaften des Verantwortlichen für die Probennahmestrategie im Bezug auf die jeweilige Aufgabenstellung gemessen werden müssten. Die Inhalte einer Probennahmestrategie hingegen können teilweise messbar erfasst werden.

5.7.3 Reproduzierbarkeit der Probennahmen

Die vorliegenden Untersuchungen zur Reproduzierbarkeit von Probennahmen haben gezeigt, dass eine nachträgliche Angabe der Unsicherheit der Probenahme i.d.R. nicht möglich ist. Die betrachteten Dokumentationen wurden zum überwiegenden Teil nicht entsprechend den Vorgaben vorgenommen und sind häufig unvollständig oder ungenau. Es zeigt sich, dass insbesondere zu wesentlichen Einflussfaktoren, wie z.B. dem Probennehmer oder der Probenmenge nur in 54 % bzw. 15 % der Gutachten die notwendigen Angaben dokumentiert wurden.

Die Betrachtung der Gutachten zur Reproduzierbarkeit hat gezeigt, dass im Vorfeld der Planung der Probenahme eine Unterscheidung zwischen organischen und anorganischen Untersuchungsparametern nicht vorgenommen wurde. Es fehlen daher Betrachtungen bezüglich Zerfallsprodukte der Schadstoffe oder den vorliegenden Bindungsformen.

5.7.4 Entwurf von weiterführenden Maßnahmen zur Verringerung der Unsicherheit bei der

Probennahme

In Anlehnung an die Vorgaben seitens des Qualitätsmanagements und die Anforderungen, die sich durch die definierten Prozessparameter ergeben, lassen sich anhand des vorliegenden Datenmaterials 5 übergeordnete Kriterien ausweisen, wobei die Hierarchie der einzelnen Maßnahmen je nach Aufgabenstellung und Probennahmebedingungen unterschiedlich ausfallen kann, Abbildung 24:

1. Norm
2. Probennahmeprotokoll
3. Referenzprobe

4. ANOVA

5. Probabilistischer Ansatz

Ungeachtet der verhältnismäßig geringen Anzahl von Maßnahmen die der Identifikation, Charakterisierung und Verringerung der Unsicherheit bei der Probennahme dienen, muss stets die innere Komplexität der einzelnen Kriterien beachtet werden.

So unterliegt z.B. die Maßnahme Probennahmeprotokoll einer wechselseitigen Beziehung zum Probennehmer und erhält Vorgaben von der Qualitätslenkung mit der Möglichkeit einer Rückkopplung betreffs Informationen über eine notwendige Veränderung (Abbildung 24).

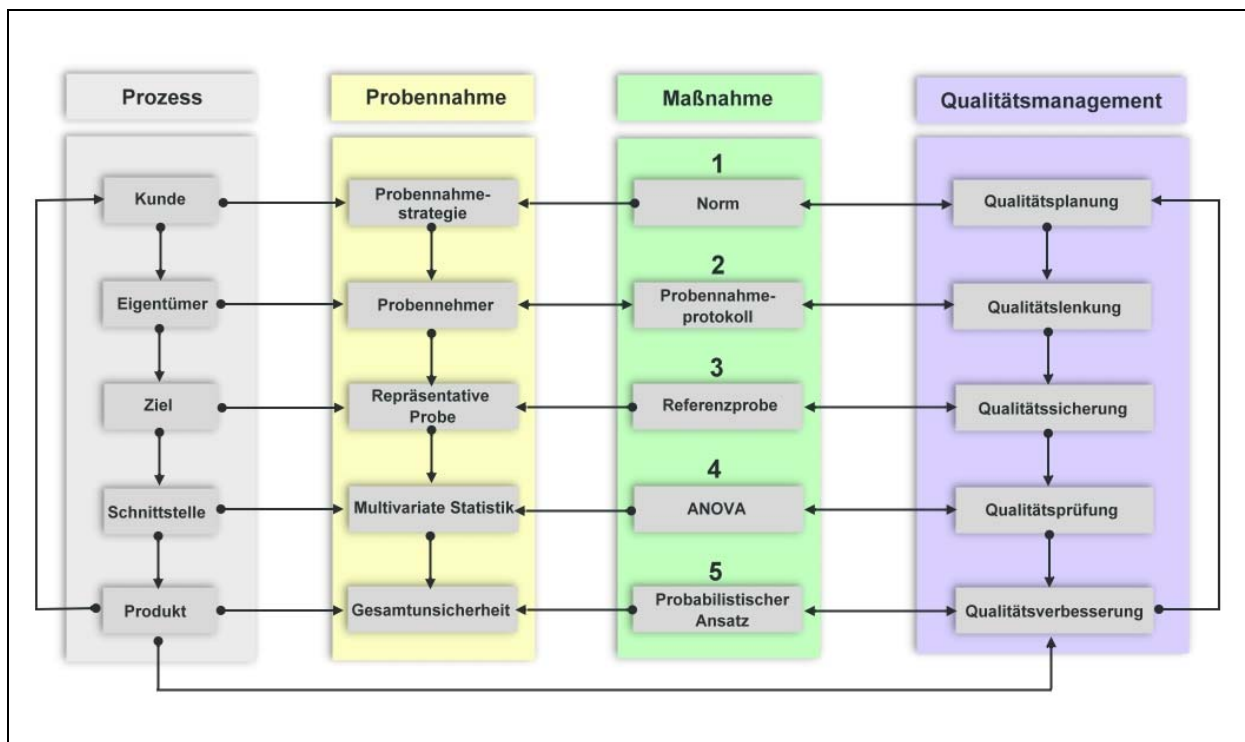


Abbildung 24: Fließschema für die Entwicklung von erweiterten Maßnahmen zur Reduzierung der Unsicherheit bei der Probennahme und deren wechselseitigen Beziehungen zwischen Prozess, Probennahme und Qualitätsmanagement.

1. Maßnahme: Norm

In Zeiten der Globalisierung und des Zusammenwachsens europäischer Nationen im Rahmen der Europäischen Gemeinschaft ist eine länderübergreifende, vereinheitlichte Vorgehensweise unerlässlich. Die bisher vorhandenen Regelungen weichen teilweise stark voneinander ab und führen zu nicht vergleichbaren Ergebnissen. Neben den schon teilweise vorhandenen Normen sollten verbindliche Vorgehensweisen unabhängig von bestehenden

Ländergrenzen festgeschrieben werden. Statt solcher Grenzziehungen sollten natürliche Begrenzungen, z.B. regionalgeologische Bedingungen, berücksichtigt werden.

2. Maßnahme: Probennahmeprotokoll

Als praktische Konsequenz aus dieser Arbeit ergibt sich, dass bei Probennahmen im Umweltbereich eine gründlichere Dokumentation vorgenommen werden muss.

Wie bereits erwähnt ist die Grundlage für die Angabe der Unsicherheit einer Probennahme eine fundierte Datengrundlage. Um diese zu erlangen ist eine gründliche Protokollierung der Probennahme unabdingbar.

Nachfolgend wird ein Vorschlag für ein Probennahmeprotokoll von Böden im Rahmen von Umweltuntersuchungen vorgestellt (siehe Anhang 1), welches durch den Fachausschuss Probennahme des ITVA e.V. entwickelt worden ist. Es ermöglicht eine einheitliche Dokumentation der Probennahme und bietet gegenüber herkömmlichen Protokollen, z.B. nach DIN 4022 (1987) einige Vorteile: Es wird beispielsweise eine organoleptische Ansprache des Probenmaterials gefordert. Durch die Abschätzung des Humusanteils können Rückschlüsse auf die vorliegenden Bodeneigenschaften gezogen werden. Die Bodenfarbe, Redoxmerkmale und die Beschreibung des Gefüges können Rückschlüsse auf die Genese des Bodens gezogen werden. Angaben zum Probentransport und zur (Zwischen-)lagerung sowie zur Probenübergabe an das Labor gestatten die Nachvollziehbarkeit der Probenhandhabung.

Durch die Anwendung eines solchen einheitlichen Protokolls können einige Defizite der bisherigen Dokumentation der Probennahme verringert werden. Grundsätzlich ist aber wichtig, dass ein vorhandenes Protokoll auch genutzt und vollständig ausgefüllt wird, was in der Praxis häufig noch nicht der Fall ist.

Darüber hinaus sollte die Möglichkeit von Vorgaben zur Harmonisierung von Probennahmeprotokollen bei der Probennahme auch durch einen Nichtexperten diskutiert werden, da in der Praxis häufig branchenfremdes Probennahmepersonal zu Einsatz kommt.

3. Maßnahme: Referenzprobe

Als möglicher Lösungsansatz für die Verifizierung von Probennahmen kann die Gewinnung von Referenzproben dienen. In der Analytik werden zertifizierte Referenzmaterialien für die interne Qualitätskontrolle als Vergleichsmittel eingesetzt. Übertragen auf die Probennahme bedeutet dies eine Gewinnung von Referenzproben. Eine Referenzprobennahme kann auf unterschiedlichen Wegen erfolgen:

Eine Möglichkeit ist, dass die Kontrolluntersuchung an einem heterogenen Referenzprobennahmeort stattfindet, der bereits hinreichend untersucht ist. Hierbei würde zeitlich nach der eigentlichen Probennahme der Referenzort untersucht und anhand des Vergleichs der Werte von der Referenzfläche die Unsicherheit abgeleitet, die bei der Probennahme entstanden ist und überträgt sie auf die eigentliche Probennahme.

Bei einer solchen Untersuchung stellt sich die Frage, inwieweit das Material des Standortes stabil und homogen ist und wie man den „wahren“ Stoffgehalt als Referenzwert ermittelt. Die Stabilität eines Feldes ist schwierig zu testen. Man kann eine bestimmte Menge Material vom Feld nehmen und unter Stabilitätsbedingungen lagern. Dann werden zeitlich nach und nach weitere Proben genommen und irgendwann alle Proben unter Wiederholbedingungen analysiert. Die Anforderungen der Homogenität an den Boden beziehen sich auf hydromorphe Stabilität und Freiheit von Umwelteinflüssen möglichst seit dem 18./19. Jahrhundert. Außerdem muss der Boden frei von äußeren Einflüssen sein, d.h., Tiere und unbefugte Menschen dürfen das Gelände nicht betreten. Um die Probennahme hinsichtlich zufälliger oder systematischer Abweichungen zu beurteilen, sind Referenzstandorte i.d.R. heterogen. Hierzu eignet sich besonders kontaminiertes Gelände, welches nicht genutzt werden kann. Es ist meist günstig zu erwerben, kann räumlich gesichert und einfach unterhalten werden. Eine Möglichkeit den „wahren“ Stoffgehalt herauszubekommen, ist es Experten mit einem anerkannten Probennahmeprotokoll Proben nehmen zu lassen. Der Mittelwert aller Proben wird dann als wahrer Wert angenommen. Eine zweite Möglichkeit ist es, den Boden mit einer festgelegten Menge eines Stoffes zu versetzen.

Andererseits kann die Probennahme ein zweites Mal durchgeführt werden um einen Referenzwert zu erhalten. Bei einem Probennahmemuster nach dem W-Schema können die Duplikatproben auch nach dem W-Schema genommen werden, jedoch quer zum Original W und aus einem zufällig ausgewählten Eckpunkt der Untersuchungsfläche beginnend. Dies kann von jedem Eckpunkt aus wiederholt werden. Bei einem regelmäßigen Gitter ist eine Rotation des Gitters möglich.

Die Herstellung eines geeigneten Referenzbodens, welcher eine Rückführung gewährleistet, kann somit eine Basis für die Vergleichbarkeit von Probennahmen bilden.

Es sollte durch weitere Vergleichsprobennahmen belegt werden, ob selbige ein geeignetes Mittel zur Bestimmung der Probennahmeunsicherheit ist. Für eine fundierte Beurteilung ist eine umfangreiche Datengrundlage erforderlich, welche künftig erarbeitet werden sollte.

Bei der Erarbeitung der Probennahmestrategie ist die Kompetenz des jeweiligen Bearbeiters der entscheidende Faktor für die Richtigkeit. Für die Erfassung aller notwendigen Daten und der Festlegung einer angemessenen Vorgehensweise werden in den betrachteten Normen und Regelwerken teilweise umfangreiche Vorgaben gemacht und Hinweise gegeben. Die Vorgehensweise umfasst immer einen Probennahmeplan, welcher die festgelegten Probennahmepunkte enthält.

Die betrachteten Untersuchungen haben gezeigt, dass die Festlegung der Vorgehensweise und somit auch die Anordnung der Probennahmepunkte von der Varianz der zu untersuchenden Schadstoffe abhängt. Die Anwendung von Computersimulationen oder gestaffelte Probennahmen können zu guten Ergebnissen bei relativ geringen Kosten führen. Wenn die Probennahme anhand konkreter Vorschriften durchgeführt wird, ist die Reproduzierbarkeit auch unter verschiedenen Probennehmern gut, wobei die Anzahl der untersuchten Probennehmer relativ gering sein kann.

4. Maßnahme: ANOVA

Die Analyse der Varianzen (ANalysis Of Variances = ANOVA) hat sich wirkungsvolles Mittel zur Berechnung der Varianzen der diversen Kriterien bzw. ihrer spezifischen Unsicherheiten erwiesen (Tabelle 23).

Als Erstes ist bei jeder Probennahme die Varianz der Grundgesamtheit und die Varianz des zu bestimmenden Parameters festzustellen. Weiterhin sind die vorliegende Bindungsform und die vorhandene Korngröße zu bestimmen. Ein weiteres wichtiges Kriterium ist die Festlegung der notwendigen Probenmenge.

Die Auflistung der Kriterien gibt in der Reihenfolge auch die Priorität der Kriterien an, wobei die Quantifizierung der Kriterien je nach den vorhandenen Voraussetzungen unterschiedlich vorzunehmen ist. Da die beschriebene Vorgehensweise grundsätzlich auch auf Probennahmen unterschiedlicher Matrizes übertragbar ist müssen die Kriterien ggf. unterschiedlich quantifiziert werden.

Bezogen auf die betrachtete Literatur bedeutet diese Tatsache, dass der Probennahmefehler besonders bei inhomogenen Bedingungen und/oder der Beprobung organischer Feststoffe deutlich höher liegen kann als bei homogenen Bedingungen und/oder der Beprobung anorganischer Feststoffe.

Tabelle 23: Kriterien, Teilprozesse und Einfluss auf die Größe des Fehlers innerhalb der Gesamtunsicherheit nach Gy (Abbildung 15).

Kriterium	Teilprozesse	Einfluss auf Fehler
-	Notwendige Qualitätssicherungsmaßnahmen	-
1	Festlegung der Zielstellung	IE, ME, SE
2	Berücksichtigung von Verdachtsmomenten und Historie	IE, ME, SE
3	Korrekturer Probennahmeort / -umgebung	IE
4	Korrekturer Probennahmezeitpunkt	ME
5	Verteilungsmuster des Analyten	IE
6	Verhältnis Matrix – Analyt	IE
7	Berücksichtigung von Probenvorbehandlung und notwendiger Probenkonservierung	ME
8	Probenreduzierung bis zur Analytik	ME
9	Bestimmung des Aufschlussverfahrens	IE
10	Entnahmeverfahren festlegen	IE

5. Maßnahme: Probabilistischer Ansatz

Der probabilistische Ansatz setzt bei der unmittelbaren Probenentnahme ein. Er dient zur Reduzierung von Fehlereinflüssen während der Beprobung bzw. soll ein Anwachsen infolge der Kombination der verschiedenen Einflüsse, z.B. Eintrag fremder Komponenten in Probenmaterial, verhindern.

Hierzu schlägt Gy (1986) einen Maßnahmenkatalog vor, so z.B. Entnahmetechniken wie „Cross-stream Sampling“, „Increment integrity“ usw. Als Messgrundlage kann eine Nominalskala als einfachste Form der messtechnischen Erfassung eingesetzt werden, womit der Einsatz eines validierbaren Qualitätsmanagements möglich wird.

5.8 Ergebnis: Übertragbarkeit der Kriterien auf Rohstoffgeologie insbesondere Bergbau

Prinzipiell lassen sich die im Rahmen der vorliegenden Arbeit vorgestellten Vorgehensweisen auf den Bergbau übertragen.

In der Rohstoffgeologie, welche die Exploration, Gewinnung und Verarbeitung geologischer Rohstoffressourcen umschließt, ist eine ständige Evaluierung von Unsicherheiten bei der Probennahme unerlässlich, da ausschließlich die vermarktungsfähige „Feasibility Study“ im Vordergrund steht.

Automatisierte Untertage-Probennahme, Bohrkernbeprobung, rechnergestützte Datenbankanbindung, Probenentnahme von Förderbändern bei aufbereitungstechnischen Prozessen, Modellierung wirtschaftlicher Parameter unter Einbeziehung raumbezogenen Datenmaterials stellen besondere Anforderungen an die Erstellung von Kriterien zum Monitoring möglicher Fehlerquellen und Einflussnahme auf die Unsicherheit bei der Probennahme (Abbildung 25).



Abbildung 25:

Anforderungen seitens der vorgestellten Kriterien für den Bereich. **(a)** Entwurf eines CAD-gestützten Probennahmeplans eines Untertage-Bergbaus, **(b)** vollautomatische Bohrkernbeprobung im Bohrschacht und **(c)** automatisierte Probennahme via Remote-Access auf dem Mars (Quellen: Infomine (a), www.golder.com (b), NASA (c)).

Die Aufgabenstellungen innerhalb der Bergbauindustrie machen besondere Entwurfsstrategien für die Probennahme erforderlich. Von der Ermittlung von großvolumigen Reserveblöcken bis hin zu punktuellen Anreicherungen, z.B. in der Diamantenindustrie, sind sehr differenzierte Prozessabläufe notwendig.

Darüber hinaus gewinnen zunehmend automatisierte Probennahmen an Bedeutung. Missionen wie Japans Asteroid-Explorer „Hayabusa“ und NASA's „Genesis-Flug“ bedienen sich via „Remote Control“ automatisierter Probennahmen, wobei die Probenmengen im Mikrogramm-Bereich liegen. Sie dienen zur Gewinnung von kosmischen Festgesteinsproben zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung oder zur Klärung von Fragen der Exobiologie. Hier sind spezifizierte Ansätze zur Probennahme erforderlich, insbesondere beim Einsatz von rechnergestützten Probennahmen.

Unter Berücksichtigung der o.a. Überlegungen und Entwicklungen sind die vorgestellten Kriterien, die im Umfeld umweltrelevanter Fragestellungen innerhalb eines geogenen Ambientes entwickelt wurden, auf ihre Übertragbarkeit und Gültigkeit innerhalb der Rohstoffgeologie und des Bergbaus hin zu überprüfen.

Gleich der Probenentnahme im Umweltbereich zur Ermittlung von Kontaminationen setzt die Rohstoffgeologie und der Bergbau auf der Suche nach geogenen Wertstoffen die Probennahmestrategie ein und überprüft die Repräsentanz von Probenmaterial.

Entsprechend der Kenngrößen, die die Gesamtunsicherheit nach Gy (1992) beschreiben, lassen sich z.B. Integrationsfehler IE, Abgrenzungsfehler DE, etc., auf die Unsicherheit einer Probe entnommen für rohstoffgeologische Zwecke transferieren (Gy 1986). Teilweise die Theorien zur Gesamtunsicherheit einer Probennahme aus dem Bergbaubereich und gelangten erst dann aufgrund ähnlicher geochemischer Fragestellungen in die Umweltgeologie.

Zu den gängigen Methoden aus der multivariaten Statistik zählen die Varianzanalyse, Variogramm und Kriging. Respektive den vorgestellten Prozessdefinitionen existieren analoge Vorschriften und Modelle.

Somit bekommen die vorgestellten Kriterien einen allgemeineren Charakter und beschränken sich nicht auf die Belange der umweltgeologischer Untersuchungen. Die Bodenbeprobung auf Geochemie zur Erfassung einer Kontamination innerhalb der Umweltgeologie gleicht jenen Maßnahmen, die zur Erfassung signifikanter Anomalien von geogenen Wertstoffanreicherungen dienen, z.B. Probenmenge und Probenentnahmegesamt.

Einschränkend und ungeachtet der o.a. Übereinstimmungen zwischen Umwelt- und Rohstoffgeologie bei der Beschreibung und Verminderung der Unsicherheit bei der Probenahme, muss auf dem Gebiet der Wertstofferkundung und –gewinnung aus dem geogenen Umfeld, die restriktive Sensibilität gegenüber ökonomischen Anforderungen unbedingt im Vordergrund stehen.

5.9 Weiterer Forschungsbedarf

Alle vorgestellten Arbeiten fokussieren Fragestellung und Untersuchung betreffs der Unsicherheit bei der Probennahme, -behandlung und –analyse auf physikalische Parameter, wie räumlicher Dimension (z.B. Korngröße), rechnerische Beschreibung über die Statistik (inkl. Reproduzierbarkeit) oder die Berücksichtigung von raumbezogenen Daten (Probennahmeschema).

Betreffs der ausgewerteten Literatur fehlen, abgesehen von den Versuchen einer „Bottom-Up-“ und „Top-Down-Vorgehensweise“ (Ramsey 2004), neben praktischen Anleitungen zur Probennahme auch Hinweise auf folgende Einflüsse:

- Der Einfluss von organischer Materie, z.B. Huminsäuren, Lipiden, etc.
- Reaktivität von feinen und ultrafeinen Partikeln, z.B. Schichtsilikate, Fe-Oxide, etc.,

- Die Bedeutung von pH-Wert und Eh-Potential für die Stabilität und Reequilibrierung von Feststoffphasen, z.B. Mobilität von Metallkomplexierungen, etc.,
- Das chemische Verhalten und die Wechselwirkung mehrphasiger Zustände, z.B. Bodenfeuchte und -mineral, etc.,
- Die mögliche Kompensation von Fehlerquellen, z.B. partielle „Unterdrückung“ einer hohen Unsicherheit bedingt durch den Probennehmer.

Bei Nichtbeachtung oder Vernachlässigung der o.a. Themen, insbesondere durch die Einführung neuer Techniken und Einsatzgebiete, s.a. Abschn. 5.8, besteht die Gefahr einer Vergrößerung der Unsicherheit bei der Probennahme.