



# Handlungsempfehlung Entnahme von Bodenluftproben

## IMPRESSUM

<b>Herausgeber</b>	Landesanstalt für Umweltschutz Baden-Württemberg  76157 Karlsruhe · Postfach 21 07 52 <a href="http://www.lfu.baden-wuerttemberg.de">http://www.lfu.baden-wuerttemberg.de</a>
<b>ISSN</b>	(Bd. 32, 2000)
<b>Projektbearbeitung</b>	Landesanstalt für Umweltschutz Baden-Württemberg Abteilung 4 – Wasser und Altlasten Frieder Kern
<b>Umschlaglayout</b>	Stephan May · Grafik-Design, 76227 Karlsruhe
<b>Titelbild</b>	Jutta Ruloff · Dipl.-Designerin, 76275 Ettlingen
<b>Umwelthinweis</b>	gedruckt auf Recyclingpapier aus 100 % Altpapier
<b>Bezug über</b>	Verlagsauslieferung der LfU bei JVA Mannheim - Druckerei, Herzogenriedstr. 111, 68169 Mannheim Telefax 0621/398-370
<b>Preis</b>	kostenlos

Nachdruck - auch auszugsweise - nur mit Zustimmung des Herausgebers unter Quellenangabe und Überlassung von Belegexemplaren gestattet.

# Inhaltsverzeichnis

<b>ZUSMMENFASSUNG</b>	<b>4</b>
<b>1 EINFÜHRUNG</b>	<b>5</b>
1.1 Ziele der Handlungsempfehlung	5
1.2 Definition des Messobjekts	5
1.3 Forderungen an die Probennahme	5
<b>2 ALLGEMEINE FORDERUNGEN AN MESSSTELLENBAU, PROBENNAHME UND QUALITÄTSSICHERUNG</b>	<b>6</b>
2.1 Messstellenbau	6
2.2 Probennahme	7
2.3 Qualitätssicherung	8
<b>3 ÜBERFÜHRUNG IN GLASAMPULLEN</b>	<b>8</b>
3.1 Beschreibung der Vorgehensweise	8
3.2 Anforderungen an die Probennahme und -behandlung	10
3.3 Qualitätssicherung	10
<b>4 ÜBERFÜHRUNG IN AKTIVKOHLE-SORPTIONSRÖHRCHEN</b>	<b>10</b>
4.1 Beschreibung der Vorgehensweise	10
4.2 Anforderungen an die Probennahme und -behandlung	11
4.3 Qualitätssicherung	13
<b>5 PROBENNAHMEPROTOKOLL</b>	<b>13</b>
<b>6 KALIBRIERUNG, WIEDERFINDUNGSRATEN UND NACHWEISGRENZEN</b>	<b>14</b>
<b>LITERATUR</b>	<b>15</b>

## Zusammenfassung

Bodenluftmessungen haben sich in der Vergangenheit bei geeigneten Untergrundverhältnissen vor allem als kostengünstiges Relativmessverfahren bei der Erkundung von Altlasten und Schadensfällen bewährt. Voraussetzung für zuverlässige und bewertbare Messwerte ist jedoch eine sachgerechte Entnahme der Bodenluftproben. Damit befasst sich vorliegende Handlungsempfehlung. Sie beschreibt:

- die gerätetechnischen Voraussetzungen,
  - die sachgerechte Durchführung und
  - die erforderlichen Maßnahmen zur Dokumentation und Qualitätssicherung,
- um ausreichend reproduzierbare Messwerte zu erhalten.

Der Charakter von Bodenluftuntersuchungen als preisgünstige und schnelle Untersuchungsme-

thode sollte erhalten bleiben. Deshalb musste ein Kompromiss zwischen Praktikabilität und Zuverlässigkeit gefunden werden. Kriterium für die Formulierung technischer Anforderungen war, dass mögliche Beeinflussungen des Messergebnisses unter 30 % bleiben.

In der Literatur sind nur die Entnahme- und Untersuchungsmethoden:

- Überführung in Glasampullen und
  - Überführung in Aktivkohle-Sorptionsröhrchen
- vergleichsweise gut untersucht, so dass daraus konkrete Anforderungen an die Art der Probenahme abgeleitet werden konnten. Alternative Entnahmemethoden sind möglich, sofern die Gleichwertigkeit mit den beiden in der Handlungsempfehlung beschriebenen Methoden nachgewiesen wird.

# 1 Einführung

## 1.1 Ziele der Handlungsempfehlung

Bodenluftmessungen haben sich in der Vergangenheit bei geeigneten Untergrundverhältnissen vor allem als kostengünstiges Relativmessverfahren zur Erkundung von Schadensfällen mit LHKW und BTEX in Boden und Grundwasser bewährt. In der VDI-Richtlinie 3865 Blatt 2 [1] werden verschiedene Entnahme- und Untersuchungsmethoden für Bodenluft beschrieben. Diese beziehen sich auf unterschiedliche Messobjekte und liefern relative Messwerte.

Wie die Erfahrungen der Vergangenheit zeigten, können bei sorgfältiger Vorgehensweise auch Bodenluftproben gewonnen werden, an welchen für viele Zwecke hinreichend reproduzierbare und quantitative (absolute) Messwerte erzeugt werden können. Absolute Messwerte der Bodenluft haben vor allem folgende Vorteile. Sie eignen sich für:

- den Vergleich von Messwerten, die zu unterschiedlichen Zeiten am gleichen Messobjekt erzeugt wurden,
- den Vergleich mit vorgegebenen Prüf- oder Maßnahmenwerten und
- die Abschätzung der Sickerwasseremission über die Henry-Konstante [2, 3].

Die vorliegende Handlungsempfehlung beschreibt zwei Vorgehensweisen für die Gewinnung von Bodenluftproben, an welchen für viele technischen Zwecke hinreichend reproduzierbare und quantitative (absolute) Messwerte für LHKW-Gehalte ermittelt werden können.

## 1.2 Definition des Messobjekts

Bodenluft oder Bodengas ist die im Porenraum der ungesättigten Bodenzone vorliegende Gasphase.

Die Stoffkonzentration in der Bodenluft steht im Gleichgewicht mit der Stoffkonzentration der Feststoffphase des Bodens und mit der Flüssigkeitsphase im Porenraum und am Bodenkorn. Dieses Gleichgewicht stellt sich sowohl für flüchtige Substanzen natürlichen Ursprungs, z. B. CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub> oder O<sub>2</sub>, als auch für bodenfremde Substanzen, z. B. halogenierte Kohlenwasserstoffe (LHKW), Aromaten (BTEX) oder flüchtige Erdölfraktionen, ein.

Die Zusammensetzung der Bodenluft liefert ein Abbild der flüchtigen Substanzen des Bodens und eignet sich daher für qualitative analytische Untersuchungen des Bodens und des Grundwassers [4].

Das Messobjekt ist die Gleichgewichtskonzentration des zu analysierenden Stoffes in der ungestörten Bodenluft.

## 1.3 Forderungen an die Probennahme

Grundvoraussetzung für reproduzierbare und quantitative Messwerte ist, dass das Messobjekt durch die Probennahme möglichst wenig gestört wird.

Das Gleichgewicht zwischen den Stoffkonzentrationen in der festen, flüssigen und gasförmigen Phase des Bodens kann durch äußere Einflüsse, wie Druck- und Temperaturänderungen, empfindlich gestört werden. Die mechanischen Eingriffe in den Untergrund zur Erstellung von Messstellen und die Probennahme selbst können dieses Gleichgewicht stören. Deshalb müssen Entnahmebedingungen definiert werden, durch welche dieses Gleichgewicht so gering wie möglich gestört wird und dennoch die Probennahme nicht übermäßig mit Kosten belastet wird. Es gilt, den Charakter von Bodenluftuntersuchungen als preisgünstig und schnelle Methode zu erhalten.

Die nachfolgend beschriebenen Anforderungen an die Probennahme stellen einen Kompromiss dar aus möglichst geringer Störung des Messobjekts während der Beprobung bei minimalem technischem Aufwand und hoher Praktikabilität.

Kriterium für die Festlegung der Entnahmebedingungen war, dass mögliche Beeinflussungen des Messobjekts unter 30 % bleiben.

Die beiden nachfolgend beschriebenen Verfahren zur Probennahme im Lockergestein:

1. Überführung in Glasampullen,
2. Überführung in Aktivkohle-Sorptionsröhrchen,

sind vergleichsweise gut untersucht, so dass daraus die Anforderungen an die Art der Probennahme gemäß dieser Vorgabe abgeleitet werden konnten.

Andere Entnahmeverfahren sind nicht in gleichem Maße untersucht. Für sie ist derzeit keine abschließende Festlegung von Entnahmebedingungen möglich. Dies gilt vor allem für die weit verbreiteten Probengefäße mit Septumsverschluß.

Sofern für **alternative Entnahmemethoden** die **Gleichwertigkeit** nachgewiesen wird, bestehen keine Einwände gegen ihren Einsatz. Die Gleichwertigkeit bezieht sich auf die Ungestörtheit des Messobjekts während der Probennahme und auf die Behandlung der Proben bis zur Analyse.

Für diese Handlungsempfehlung wurde der derzeitige Kenntnisstand ausgewertet. Sie kann nicht die dringend erforderliche Validierung von Verfahren zur Entnahme von Bodenluftproben ersetzen.

Allgemein sind an die Probennahme folgende Anforderungen zu stellen:

1. Die Störungen durch den Bohrvorgang sollen bis zur Probennahme weitgehend abgeklungen sein. Deshalb muss nach Erstellung des Bohrlochs bis zur Probennahme eine **Wartezeit** eingehalten werden.
2. Bis zur Probennahme soll ein Gasaustausch im Bohrloch mit der atmosphärischen Luft unterbunden werden. Deshalb ist das Bohrloch nach dem Bohren bis zur Probennahme zu **verschließen**.
3. Durch die Entnahme soll der Porenraum des Messobjekts so wenig wie möglich durchströmt werden. Deshalb dürfen nur kleine Gasmengen am **Bohrlochtiefsten** entnommen werden.
4. Während der Entnahme soll es zu keinem störenden Unterdruck im Bohrloch kommen. Deshalb wird die **Entnahmegeschwindigkeit** beschränkt.
5. Ein **Beizug von Außenluft** muss ausgeschlossen werden. Deshalb wird nur eine geringe Probenmenge am Bohrlochtiefsten entnommen, so dass ins Bohrloch nachströmende atmosphärische Luft die Probe nicht erreichen kann.
6. Eventuell vorhandene **Totvolumina** müssen vor der Entnahme mit Bodenluft ausgespült werden. Minimale Totvolumina erhält man, wenn Glasspritze, Glasgefäß oder Sorptions-

röhrchen an der Spitze der Entnahmesonde angeordnet sind.

## 2 Allgemeine Forderungen an Messstellenbau, Probennahme und Qualitätssicherung

### 2.1 Messstellenbau

Zur Probennahme ist eine Messstelle erforderlich. Dafür genügt ein Bohrloch. Die Anforderungen an die Errichtung und gegebenenfalls an den Ausbau der Messstellen sind:

1.	Beim Bohren der Bohrlöcher darf <b>weder trockene noch nasse Spülung</b> eingesetzt werden.
2.	Aufgesetzte <b>Schlaghämmer</b> müssen <b>elektrisch</b> betrieben werden. Benzingetriebene Stromaggregate müssen weit genug und leeseitig von der Probenahmestelle positioniert werden.
3.	<b>Verschraubungen</b> des Bohrgestänges dürfen <b>nicht geölt</b> werden.
4.	Es dürfen nur <b>saubere Bohrwerkzeuge</b> eingesetzt werden. Vor jeder neuen Bohrung ist das Bohrwerkzeug gründlich mechanisch oder mit Wasser zu reinigen. Lösemittel oder Tenside zur Reinigung sind zu vermeiden. Ist dies nicht möglich, muss danach das Bohrgestänge getrocknet und erforderlichenfalls ausgeheizt werden. Die Verwendung von Lösemitteln oder Tensiden ist im Protokoll anzugeben.
5.	Das <b>Bohrwerkzeug</b> ist unmittelbar nach dem Bohrvorgang zu <b>ziehen</b> .
6.	Ein Austausch des Gasraumes im Bohrloch mit der Umgebungsluft bzw. der Raumluft über dem Bohrloch durch Diffusion oder Konvektion muss durch eine <b>geeignete Abdeckung</b> , beispielsweise eine Platte aus Metall, unterbunden werden.

7.	Wenn der <b>Bohrlochnachfall</b> 10 % des Bohrlochvolumens übersteigt, ist mit Verrohrung zu arbeiten.
	Bohrlochnachfall liegt vor, wenn die Probennahmeeinrichtung nicht bis auf die Bohrtiefe abgesenkt werden kann.
	Gegebenenfalls muss das Bohrloch durch Stützmaterial, wie Gitter- oder Filterrohre, ausgebaut oder mit speziellen Entnahmesonden gearbeitet werden. Bewährt haben sich fettfreie, unlackierte, blanke Metallgitterrohre mit einem Verhältnis von Öffnungs- zu Stegfläche von größer 1. Vorsicht ist bei Verwendung von Kunststoffrohren geboten. Ihre Eignung ist im Einzelfall nachzuweisen.
8.	Die tatsächliche <b>Entnahmetiefe</b> der Bodenluftprobe muss mindestens 1,50 m betragen.
	Da die Entnahmetiefe durch Bohrlochnachfall von der Bohrtiefe abweichen kann, empfiehlt es sich, bei kritischen Untergrundverhältnissen tiefer, beispielsweise bis auf 1,60 m, zu bohren.
9.	Die <b>tatsächliche Entnahmetiefe</b> ist im Protokoll anzugeben.
	Spezielle Messaufgaben, wie die Erkundung des vertikalen Schadstoffprofils oder die direkte Entnahme über der Grundwasseroberfläche, können andere Entnahmetiefen erfordern. Eine direkte Vergleichbarkeit der Ergebnisse setzt jedoch gleiche Entnahmetiefen voraus.
10.	Der <b>Bohrdurchmesser</b> soll zwischen 25 und 50 mm liegen.
	Bei diesen Durchmessern können konvektive Gasströmungen im verschlossenen Bohrloch noch vernachlässigt werden.
	Für Bohrungen mit größerer Tiefe werden unter Umständen Werkzeuge mit größerem Durchmesser erforderlich. Das <b>Verhältnis von Bohrlochtiefe zu Bohrlochdurchmesser</b> darf jedoch den Wert <b>30</b> nicht unterschreiten.
11.	Für <b>Tiefenprofilmessungen</b> ist entweder eine Bohrung stufenweise niederzubringen, wobei die Bodenluftbeprobung jeweils am Bohrlochtieftsten der jeweiligen Tiefenstufe erfolgt, oder es sind mehrere, nahe beieinander liegende Bohrlöcher mit verschiedenen Probennahmetiefen anzulegen.
12.	Das <b>Bodenprofil</b> an den Bohrungen ist nach DIN 4022 [5] zu beschreiben.

13.	Optisch erkennbare <b>Fremdbeimengungen</b> oder <b>Verfärbung</b> des durchörterten Untergrunds und die Meßergebnisse von Vor-Ort-Analytik sind im Protokoll anzugeben.
-----	--

## 2.2 Probennahme

Die Anforderungen an die Entnahme von Bodenluftproben sind:

1.	Nach dem Ziehen des Bohrwerkzeuges bis zur Entnahme der Bodenluftprobe muss eine <b>Wartezeit</b> von 1,5 Stunden eingehalten werden.
	Bei geringeren Wartezeiten können je nach Bohrverfahren und Untergrundverhältnissen die gewonnenen Messwerte mit mehr als 30 % fehlerbehaftet sein.
	Man kann nicht sicher sein, dass sich nach 1,5 Stunden Wartezeit Gleichgewichtskonzentration eingestellt hat, jedoch sind nach heutigem Kenntnisstand die zu erwartenden Fehler kleiner als etwa 10 %.
2.	Der <b>Durchmesser</b> der Probennahmeeinrichtung darf höchstens 70 % des Bohrlochdurchmessers betragen.
	Bei größeren Durchmessern wird zu viel Gas aus dem Bohrloch verdrängt und dadurch das Messobjekt zu sehr gestört.
3.	Die Probennahmeeinrichtung ist <b>langsam</b> in das Bohrloch einzuführen. Der Zeitbedarf für das Einführen der Sonde in eine 1,50 m tiefe Gasmessstelle soll nicht unter 10 sec liegen.
4.	Das <b>Entnahmevolumen</b> richtet sich nach der geforderten analytischen Nachweisgrenze. Es darf <b>20 %</b> des Ringraumes am <b>Bohrlochtiefsten</b> nicht übersteigen.
5.	Die Bodenluftprobe darf mit höchstens <b>100 ml/min</b> entnommen werden. Daraus ergibt sich der Zeitbedarf für die Entnahme eines Probenvolumens von 0,5 L zu 5 min.
6.	Vor der Probennahme muss das <b>Totvolumen</b> der Entnahmesonde vollständig durch Bodenluft ausgetauscht werden.
	Man erreicht diese Bedingungen durch Anordnung des Adsorberröhrchens oder der Glasspritze direkt an der Spitze der Probennahmeeinrichtung.

7.	Bodenluftproben dürfen <b>nicht bei Außentemperaturen unter 5 °C</b> durchgeführt werden.
	Bei darunterliegenden Temperaturen können erhebliche Fehlproben durch Kondensationsbildung am Entnahmewerkzeug und Gasaustausch am Bohrloch durch Temperaturdifferenzen auftreten.

### 2.3 Qualitätssicherung

Die Anforderungen an die Qualitätssicherung sind:

1.	<b>Einmal pro Arbeitstag</b> , mindestens jedoch <b>einmal pro Untersuchungsgebiet</b> , ist eine <b>Blindprobe</b> zu entnehmen und zusammen mit den entnommenen Bodenluftproben zu transportieren, zu lagern und zu analysieren.
2.	Zusätzlich sind <b>Proben aus der Raumluft bzw. der atmosphärischen Luft</b> zu entnehmen und zusammen mit den Bodenluftproben zu transportieren und zu analysieren, vor allem wenn Vorbelastungen der Umgebungsluft vermutet werden.
3.	<b>Entnahmesonden</b> sind mindestens arbeitstäglich auf <b>Dichtheit</b> zu prüfen.
4.	Bei <b>Entnahmepumpen</b> ist mindestens arbeitstäglich die <b>Durchflussrate</b> zu prüfen.
5.	Bei <b>festgestellten Mängeln</b> bei Entnahmesonden und -pumpen sind alle Probennahmen bis zur letztmaligen ordnungsgemäßen Prüfung zu verwerfen.

## 3 Überführung in Glasampullen

### 3.1 Beschreibung der Vorgehensweise

Die Bodenluftprobe wird mit einer **10 ml Glas-spritze** im Bohrloch tiefsten (Messobjekt) entnommen. Danach wird die Probe durch sachgerechtes Einspritzen in ein **Gassammelgefäß** überführt, in

welchem sie während des Transports und im Labor bis zur Analyse lagert.

Beste Ergebnisse werden durch Überführung des Spritzenvolumens in Pasteurpipetten mit 2 ml Füllvolumen erzielt.

Die Pasteurpipetten werden zuvor im Labor am dicken Ende sorgfältig abgeschmolzen. Erhitzt wird dabei das gesamte ca. 2 cm lange Ende nach der Kröpfung der Pipette. Nach dem Abschmelzen müssen die Glasampullen abkühlen. Hierbei ist darauf zu achten, dass sich die heißen Enden der Pipetten nicht berühren. Auch dürfen sie nicht auf gut wärmeableitenden Flächen, z.B. Metall, abgelegt werden. Es hat sich bewährt, die Glasampullen zum Abkühlen mit den kalten Enden nach unten in ein geeignetes Gefäß zu stellen.

Zur Aufnahme der Bodenluftprobe wird die mindestens 20 cm lange Spritzenkanüle **bis zum Boden** der einseitig abgeschmolzenen Pasteurpipette eingeführt. Durch langsames Entleeren der Spritze wird die in der Pasteurpipette enthaltene Luft durch die Probenluft verdrängt. Dabei werden mindestens **5 ml** eingespritzt. Unmittelbar nach Ziehen der Kanüle wird der ausgezogene Teil der Pipette mit dem Propangasbrenner sorgfältig abgeschmolzen. Schematisch dargestellt ist die Probennahme mittels Glasspritze in Bild 1 und die Überführung in eine einseitig abgeschmolzene Pasteurpipette in Bild 2.

Mit dem Restvolumen der Spritze (5 ml) wird eine weitere Pasteurpipette als **Rückstell-** oder **Parallelprobe** eingeschmolzen.

Prinzipiell ist auch die Verwendung von 5 ml Glas-spritzen [6] möglich, allerdings kann dann keine Rückstell- oder Parallelprobe befüllt werden.

Die Methode ist in VDI-Richtlinie 3865, Blatt 2, Variante 4 [1] weiter beschrieben.



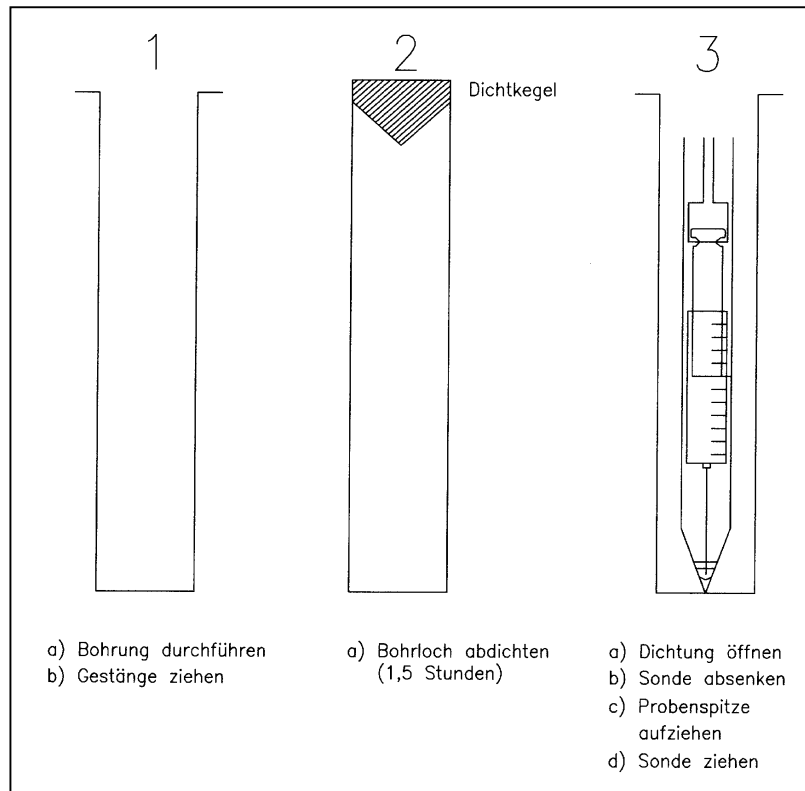


Bild 1: Vorgehensweise bei der Entnahme von Bodenluftproben mit Glasspritze [4]

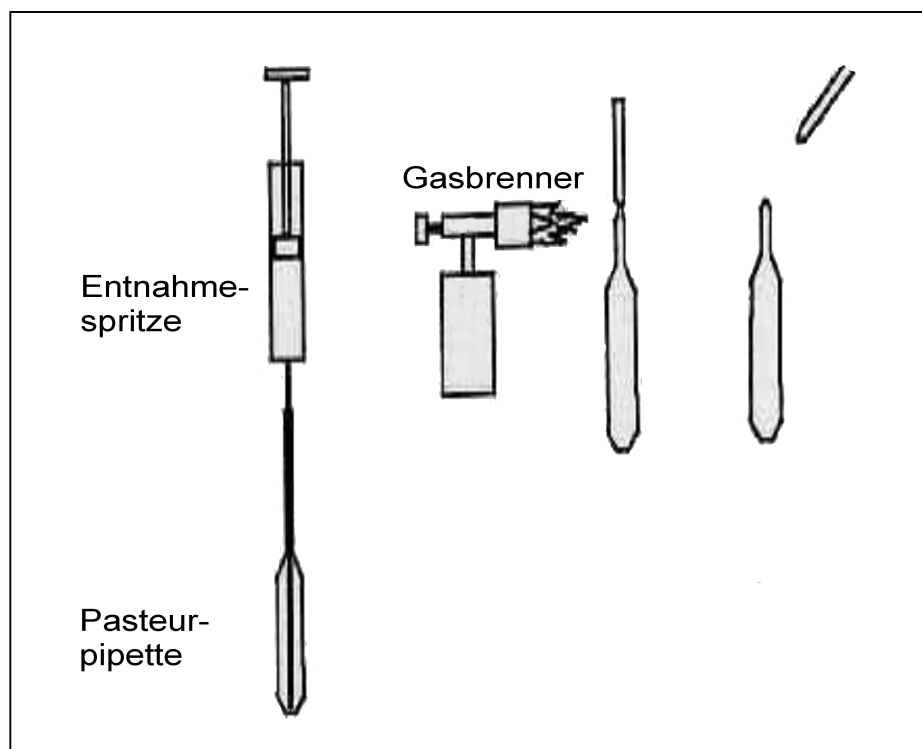


Bild 2: Überführung der Bodenluftprobe aus Entnahmespritze in Pasteurpipetten

### 3.2 Anforderungen an die Probenahme und -behandlung

Die Anforderungen an die Entnahme von Bodenluftproben sind:

1.	Vor Wiederverwendung ist die Spritze mindestens <b>5-mal</b> mit unbelasteter Luft zu <b>spülen</b> .
2.	Wenn Bodenwasser angesaugt wurde, ist der Sondenkopf zu zerlegen, zu trocknen und zu reinigen. Die Spritze ist ebenfalls zu zerlegen und mittels Gasbrenner auszuheizen.

Die Anforderungen an die Probenbehandlung und -lagerung bis zur Analyse sind:

1.	Die eingeschmolzenen Proben müssen <b>bruchsicher</b> und vor <b>Lichteinstrahlung</b> geschützt in einem geeigneten Behältnis ins Labor transportiert werden.
2.	Bis zur Analyse müssen die Proben bei Normaltemperatur <b>dunkel</b> gelagert werden. Proben wegen möglicher Kondensationseffekte an der Glasoberfläche nicht kühlen! Dies gilt auch für die Lagerung der Proben im Labor bis zur Analyse.
3.	Die Bodenluftproben müssen <b>innerhalb weniger Tage analysiert</b> werden. Bei sachgerechter Lagerung und dicht abgeschmolzenen Proben waren allerdings auch nach einem Monat noch keine Minderbefunde nachzuweisen.

Mögliche Fehlerquellen sind:

1. Wenn die Spritzenkanülen zur Überführung der Probenluft in die Pasteurpipette zu kurz sind oder zu flach eintauchen, wird die im Sammelgefäß enthaltene Luft durch die Probenluft nicht vollständig verdrängt. Die Folge sind Minderbefunde.
2. Fehlerhaft abgeschmolzene Pasteurpipetten führen zum Verlust der Probe.

### 3.3 Qualitätssicherung

Die Anforderungen an die Qualitätssicherung sind:

1.	In der näheren Umgebung des zu untersuchenden Objekts ist <b>pro Arbeitstag</b> eine Glasampulle mit atmosphärischer Luft zu füllen und zu verschließen ( <b>Blindprobe</b> ). Dabei ist ähnlich und unter Verwendung der gleichen Gerätschaften wie bei der Bodenluftbeprobung vorzugehen.
2.	Die <b>Blindprobe</b> ist wie die übrigen Proben des Standorts zu transportieren, zu lagern und zu analysieren.

Werden anstelle von Pasteurpipetten andere Glasgefäße eingesetzt, muss eine Überföhrungs- und Handhabungsvorschrift festgelegt und der Nachweis geföhrt werden, dass fehler- und verlustfreie Ergebnisse erzielt werden.

## 4 Überföhrung in Aktivkohle-Sorptionsröhrchen

### 4.1 Beschreibung der Vorgehensweise

Ein bestimmtes Volumen der Gasphase wird am Bohrlochtiefsten (Messobjekt) entnommen und durch ein geeignetes Aktivkohle-Sorptionsröhrchen gesaugt.

Aktivkohle-Sorptionsröhrchen sind vorzugsweise Glasröhrchen, seltener PTFE (Teflon)-Röhrchen, mit Aktivkohle-Füllung. Ihr Außendurchmesser liegt zwischen 4 und 6 mm, ihre Länge zwischen 60 und 150 mm. Sie sind kommerziell erhältlich, können aber auch selbst hergestellt werden [6, 7].

Die Röhrchen enthalten zwischen 100 und 750 mg Aktivkohle. Bei Entnahmemengen bis 1.000 ml und Bodenluftkonzentrationen bis 2 g/m<sup>3</sup> reicht ihre Beladepazität i. A. aus. Probleme können bei höheren Bodenluftkonzentrationen oder bei hohen Gehalten an Vinylchlorid und Dichlorethen auftreten. In diesen Fällen empfiehlt es sich, bei der Entnahme zwei Röhrchen hintereinander zu schalten. Damit kann auch bei einem Durchbruch des ersten Röhrchens aus dem zweiten noch ein quantitatives Ergebnis ermittelt werden.

Handelsübliche Aktivkohle-Sorptionsröhrchen sind in ungebrauchtem Zustand gasdicht verschlossen und können entsprechend den Herstellerangaben lange Zeit gelagert werden. Unmittelbar vor der Probennahme werden die Röhrchen geöffnet bzw. aus dem gasdichten Gefäß genommen, in die Entnahmesonde eingesetzt und mit der Sonde in das Entnahmeloch eingeführt.

Bei der Entnahme wird eine nach Kapitel 4.2 begrenzte und möglichst genau bestimmte Bodenluftmenge durch das Aktivkohle-Sorptionsröhrchen gesaugt. Bild 3 zeigt schematisch zwei Beispiele für den Aufbau der Probennahmeverrichtung.

Nach der Entnahme wird Druckausgleich abgewartet, die Sonde aus dem Bohrloch gezogen und das Sorptionsröhrchen unverzüglich in ein gasdicht verschließbares Gefäß oder Schutzrohr, beispielsweise Schraubdeckelglas oder Schliffpropfenglas, gebracht. Dieses ist in einer Kühlbox vor Temperaturschwankungen und Sonneneinstrahlung geschützt bis zur Analyse zu lagern.

Durch Leerproben wird der Einfluss von Transport und Lagerung kontrolliert.

## 4.2 Anforderungen an die Probenahme und -behandlung

Die Anforderungen an die Entnahme der Proben sind:

1.	Beim Umgang mit den geöffneten Sorptionsröhrchen ist auf <b>saubere Gerätschaften</b> und <b>saubere Hände</b> zu achten bzw. sind Schutzhandschuhe zu tragen.
2.	An den Aktivkohle-Sorptionsröhrchen haftendes Erdreich ist zu entfernen.

Die Anforderungen an die Probenbehandlung und -lagerung sind:

1.	Bis zur Abgabe beim Untersuchungslabor müssen die Proben verschlossen oder in gasdicht verschließbaren Gefäßen verpackt in einer <b>Kühlbox</b> gelagert werden. Die Temperatur in der Kühlbox muss <b>zwischen 5 und 10 °C</b> liegen. Die beladenen Sorptionsröhrchen können <b>in ihren Transportgefäßen</b> bis zu <b>3 Tagen</b> im Kühlschrank gelagert werden [6 bis 8]. Bei <b>unvermeidbar längeren</b> Lagerzeiten müssen die Proben in ihren ungeöffneten Transportbehältern bei Temperaturen <b>unter - 10 °C</b> gelagert werden. Vor Verarbeitung der Proben muss die <b>Einstellung der Raumtemperatur</b> bei ungeöffnetem Transportbehälter abgewartet werden. Ferner muss belegt werden, dass die längere Lagerzeit keinen negativen Einfluss auf das Messergebnis hat.
2.	Im Untersuchungslabor bis zur Analyse müssen die Röhrchen ebenfalls <b>temperaturstabil, kühl</b> und <b>dunkel gelagert</b> werden.
3.	Die Proben müssen <b>möglichst schnell</b> im Labor weiterverarbeitet werden, z. B. durch Extraktion, Elution, Desorption. [6, 9].
4.	<b>Extrakte</b> sind in gasdichten Glasgefäßen <b>mehrere Tage lagerfähig</b> [6 bis 10].

Mögliche Fehlerquellen bei der Entnahme sind :

- Fehler bei der Bestimmung des abgesaugten Probenvolumens,
- ungenügende Spülung bei Sonden mit Totvolumen,
- Leckagen bei der Entnahmesonde und
- Verschmutzung der Sorptionsröhrchen mit kontaminiertem Erdreich.

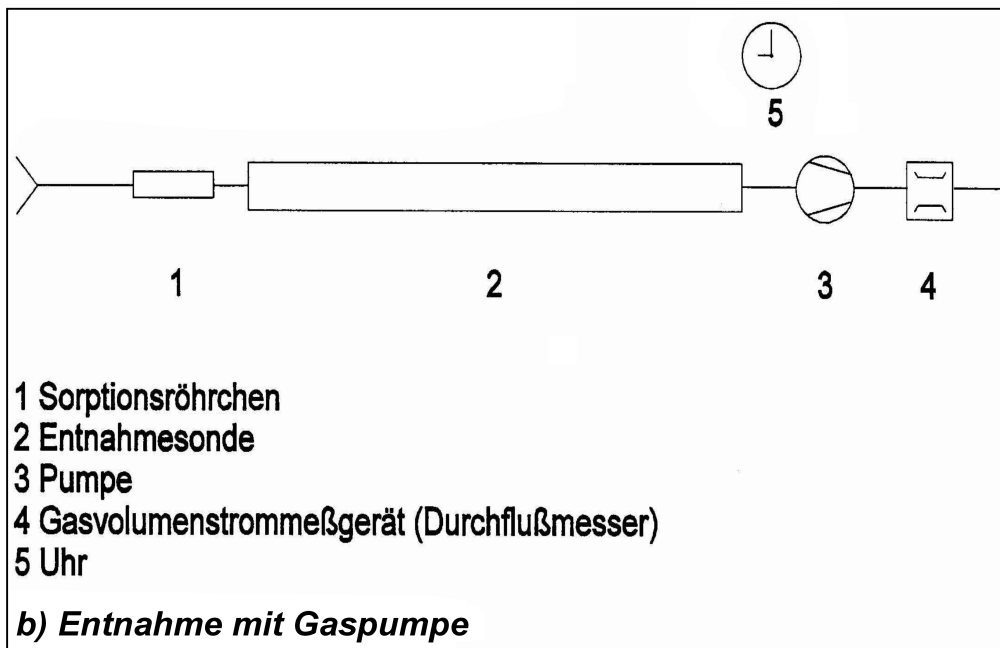
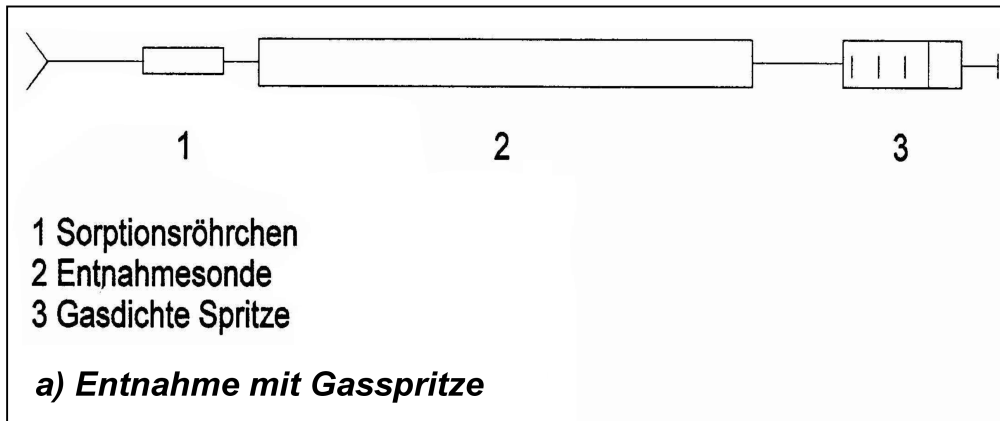


Bild 3: Beispiele für den Aufbau der Probennahmeverrichtung  
a) Entnahme mit Gasspritze  
b) Entnahme mit Gaspumpe

### 4.3 Qualitätssicherung

Die Anforderung an die Qualitätssicherung sind:

1.	Die Blindprobe nach Kap. 2.3 ist durch Öffnen des Sorptionsröhrchens und Verschließen wie alle andern Proben des Standorts zu nehmen, zu transportieren, zu lagern und zu analysieren.
----	--

## 5 Probennahmeprotokoll

Die ordnungsgemäße Funktion der Entnahmeeinrichtungen ist regelmäßig zu prüfen. Werden Mängel festgestellt, müssen alle Proben bis zur letzten ordnungsgemäßen Funktionsprüfung verworfen werden. Aus diesem Grunde empfiehlt es sich, die Untersuchungsabstände nicht zu lange auszudehnen.

Alle wichtigen Maßnahmen und Tatbestände, müssen im Probennahmeprotokoll dokumentiert werden, beispielsweise:

1.	Angabe von <b>Untersuchungsprojekt, Probennahmeort, Probenbezeichnung, Zeitpunkt der Messstellenerichtung und Entnahme der Probe.</b>
2.	Charakteristische Angaben zum <b>Bohrverfahren</b> , zum <b>Bohrdurchmesser</b> , zur <b>Bohrtiefe</b> , sowie zum eventuellen <b>Ausbau</b> , zum <b>Verschluss des Bohrlochs</b> bis zur Entnahme der Probe.
3.	<b>Zustand der Messstelle</b> , beispielsweise freies Wasser im Bohrloch, Vorhandensein von großflächigen Oberflächenversiegelungen, charakteristische Merkmale des Untergrundaufbaus (Untergrundansprache), optisch erkennbare Auffälligkeiten des Bohrguts.
4.	Technische Angaben zum <b>Bodenluftentnahmegerät.</b>
5.	<b>Verbale Beschreibung der Wetterbedingungen</b> und Angabe der <b>Lufttemperatur</b> während der Probennahme.
6.	Darstellung der <b>Entnahmebedingungen</b> , wie Entnahmemenge, -tiefe, -volumen und -geschwindigkeit,
7.	Angaben zur <b>Probenüberführung</b> , wie Volumen von Glasampullen oder Volumen und Art des Sorbers bei Sorptionsröhrchen.

8.	Beschreibung der Art und Weise sowie der Ergebnisse von <b>Prüfungen</b> auf <b>Dichtheit</b> bzw. <b>Durchflussmenge</b> der Entnahmeapparatur.
9.	<b>Verfahrensspezifische Angaben</b> zu den Maßnahmen der Qualitätssicherung, beispielsweise: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Wurden Spritzen oder anderes Zubehör gewechselt oder zur Vermeidung von Memoryeffekten ausgeheizt?</li> <li>- Wurde das Entnahmesystem auf seine Dichtigkeit geprüft.</li> </ul>
10.	Die <b>Zeitdauer</b> von der Probennahme bis zur Übergabe an das Untersuchungslabor.
11.	Datum und Uhrzeit der <b>Probenübergabe</b> an das Untersuchungsabor, bestätigt mit Unterschrift.
12.	Sonstige Angaben: <ul style="list-style-type: none"> <li>- erforderliche <b>Nachweis- und Bestimmungsgrenzen</b>,</li> <li>- Charakterisierung der <b>Untergrundverhältnisse</b>, wie Schichtaufbau, optische Auffälligkeiten, Stauwasserhorizonte, dichtende Zwischenhorizonte,</li> </ul> Hinweis auf vorhandene Oberflächenversiegelungen. Zur Bewertung der Ergebnisse von Bodenluftmessungen sind über den reinen Messwert hinausgehende Informationen erforderlich.
13.	Art und Messergebnisse von Vor-Ort-Analytik, beispielsweise Prescreening mit dem PID.
14.	Die Verwendung von Lösemitteln oder Tensiden zur Reinigung des Bohrgestänges.
15.	Eventuelle <b>Abweichungen</b> von den in Kap. 3 und Kap. 4 beschriebenen Entnahmebedingungen mit Begründung.
16.	Datum und Unterschrift des <b>Probennehmers</b> für die Richtigkeit der Angaben

Ein Muster für ein Probennahmeprotokoll ist in Anh. 1 dargestellt.

Arbeitsschritte, die sich bei allen Probennahmen an ein und demselben Feldeinsatz in gleicher Art und Weise wiederholen, können außerhalb des Probennahmeprotokolls, z.B. in Form einer Arbeitsdokumentation, festgehalten werden, so dass das Protokoll vereinfacht werden kann.

Darüber hinaus sind alle bei der Probennahme erhobenen Informationen zusammen mit den Messergebnissen aufzubewahren, damit bei späteren zusätzlichen Fragestellungen sowohl der Vorgang der Probennahme als auch die Bedingungen bei Probennahme zweifelsfrei rekonstruiert werden können.

Datenblatt der Analysenergebnisse, Probennahmeprotokoll und Bohrschichtenverzeichnis sind rechtskräftig unterzeichnet der gutachterlichen Stellungnahme (Gutachten) beizufügen.

## 6 Kalibrierung, Wiederfindungsraten und Nachweisgrenzen

Kalibriereinrichtungen sind für die unterschiedlichen Entnahmesysteme in den VDI-Richtlinien 3865 Blatt 3 und 4 beschrieben. Bei den beiden hier beschriebenen Entnahmevarianten werden vergleichsweise kleine Bodenluftmengen zwischen 5 ml und 1.000 ml entnommen, um das Messobjekt nicht zu stören. Deshalb ist von den Entnahmeeinrichtungen zu fordern, dass das Totvolumen im Vergleich zur Probenmenge vernachlässigbar gering ist. Die Vernachlässigbarkeit des Totvolumens muss im Zuge der Kalibrierung nachgewiesen werden, soweit dies nicht offenkundig ist.

Beim Entnahmesystem „Überführung in Glasampullen“ muss die Kalibrierung über die Sondenspitze erfolgen. Dazu sind am Prüfgasgefäß entsprechende Anschlussstücke bzw. Durchführungen für die Sondenspitze vorzusehen. Das Eichgas zur Ermittlung des Bezugswerts wird mit einer GC-Spritze, beispielsweise 250 µl

Volumen, aus dem Prüfgasgefäß entnommen und in den Gaschromatographen injiziert. Über die Sondenspitze werden dann nacheinander 5 Gasproben zu je 10 ml aus dem Prüfgasgefäß entnommen. Die Proben werden jeweils in Pasteurpipetten überführt und eingeschmolzen. Anschließend wird die Pipette aufgebrochen, daraus mit der GC-Spritze eine Teilmenge, beispielsweise 250 µl, entnommen und in den Gaschromatographen injiziert.

Die gefundenen Messwerte werden mit den Bezugswerten verglichen. Die **Wiederfindungsraten** sollen für LHKW über 95 % und für BTEX über 85 % liegen. Die Wiederfindungsraten sind nach den VDI-Richtlinien 3865 Blatt 3 [9], 3482 Blatt 4 und 5 [6, 7], 3494 Blatt 1 [8] und 3864 Blatt 1 E [10] zu bestimmen.

**Nachweisgrenzen** (NG) und **Bestimmungsgrenzen** (BG) hängen bei der Messung von Bodenluftproben ohne vorherige Anreicherung, z.B. an Aktivkohle, allein von der Leistungsfähigkeit der Analytik ab. Dagegen werden diese Grenzen bei der Entnahme über Adsorbentien zusätzlich von der Qualität der Materialien und der durch das Adsorptionsmittel geleiteten Luftmenge bestimmt.

Bei den hier beschriebenen Methoden zur Entnahme von Bodenluftproben können mit entsprechender Analytik für LHKW und BTEX je nach detektierter Einzelsubstanz Bestimmungsgrenzen zwischen **0,003** und **1 mg/m<sup>3</sup>** erzielt werden. Diese reichen für die Bearbeitung von Altlasten und Schadensfällen in der Regel aus, da sowohl Konzentrationen im Bereich ubiquitärer Hintergrundwerte erfasst und bei geeigneten Gegebenheiten Stoffbelastungen des Untergrunds und des Grundwassers hinreichend sicher erkannt werden können [4, 11, 12].

## Literatur

- [1] VDI-Richtlinie 3865 Blatt 2, 1998: Messen organischer Bodenverunreinigungen, Techniken für die aktive Entnahme von Bodenluftproben. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [2] Grathwohl, P., Reisinger, C.: Beurteilung von Bodenluftwerten, Schutzgut: Grundwasser, Landesanstalt für Umweltschutz Baden-Württemberg, April 1997
- [3] Grathwohl, P.: Bodengasanomalien zur Schadenherderkundung, Vortrag Nov. 1998, Fortbildungsverband des Altlastenforums Baden-Württemberg, Karlsruhe
- [4] Neumayr, V.: Möglichkeit und Grenzen der Erfassung von Untergrundverunreinigungen durch halogenierte Kohlenwasserstoffe. - DVGW-Schriftenreihe Wasser, 36: 35-64, 1983, Frankfurt a.M.
- [5] DIN 4022 Teil 1: Benennen und Beschreiben von Boden und Fels, Schichtenverzeichnis für Bohrungen ohne durchgehende Gewinnung von gekernten Proben im Boden und im Fels, Sept. 1987. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [6] VDI-Richtlinie 3482 Blatt 4, 1984: Messen gasförmiger Immissionen, Gaschromatographische Bestimmung organischer Verbindungen mit Kapillarsäulen, Probenahme durch Anreicherung an Aktivkohle. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [7] VDI-Richtlinie 3482 Blatt 5, 1984: Messen gasförmiger Immissionen Gaschromatographische Bestimmung von aromatischen Kohlenwasserstoffen Probenahme durch Anreicherung an Aktivkohle. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [8] VDI-Richtlinie 3494 Blatt 1, 1994: Messen gasförmiger Immissionen, Messen von Vinylchlorid-Konzentrationen, Gaschromatographische Bestimmung. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [9] VDI-Richtlinie 3865 Blatt 3: Messen organischer Bodenverunreinigungen Gaschromatographische Bestimmung von niedrigsiedenden organischen Verbindungen in Bodenluft nach Anreicherung an Aktivkohle oder XAD-4 und Desorption mit organischen Lösungsmitteln. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [10] VDI-Richtlinie 3864 Blatt 1 E: Messen gasförmiger Immissionen, Messen von Innenraumluftverunreinigungen, Gaschromatographische Bestimmung von leichtflüchtigen halogenierten Kohlenwasserstoffen, Probenahme durch Adsorption an Aktivkohle - Desorption mit Lösemittel. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [11] Krause, I., Neumayr, V.: Eintrag von leichtflüchtigen aliphatischen chlorierten Kohlenwasserstoffen in Böden unter besonderer Berücksichtigung edaphischer und meteorologischer Einflüsse. - Landesanstalt f. Umweltschutz Baden-Württemberg, Veröffentlichungsreihe des Instituts f. Wasser- und Abfallwirtschaft 69, 1989
- [12] Neumayr, V., Krause, I., Ottenstein, J.: Eintrag luftgetragener CKW in Böden und ihr Verhalten im Untergrund In Untergrundsanierung mittels Bodenluftabsaugung und In-Situ-Strippen. Schriften des Lehrstuhls für Angewandte Geologie der Universität Karlsruhe 9, 1990
- [13] VDI-Richtlinie 3865 Blatt 1, 1992: Messen organischer Bodenverunreinigungen, Messen leichtflüchtiger halogenierter Kohlenwasserstoffe, Messplanung für Bodenluft-Untersuchungsverfahren. - Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [14] VDI-Richtlinie 3865 Blatt 4 E: Messen organischer Bodenverunreinigungen Analytische Verfahren - Direktmessung - GC-Analytik. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [15] VDI-Richtlinie 2449 Blatt 2, 1989: Grundlagen zur Kennzeichnung vollständiger Messverfahren; Begriffsbestimmung. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [16] Gemeinsame Verwaltungsvorschrift des Ministeriums für Umwelt und Verkehr und des Sozialministeriums über Orientierungswerte für die Bearbeitung von Alt-

lasten und Schadensfällen - vom 16. September 1993, in der Fassung vom 1. März 1998, GABl. vom 6. Mai 1998, S. 295 – 303

- [17] Handbuch zur Altlastenbearbeitung in Sachsen, Teil 4: Gefährdungsabschätzung, Pfad und Schutzgut Boden, Dez.1995
- [18] Wulf, S., Lampel, G. Schönwald, I.: Bodenluftentnahme - Das Verfahren bestimmt das Ergebnis. TerraTech 6/1996, S. 23
- [19] VDI - Lexikon Umwelttechnik, Herausgeber F.J. Dreyhaupt, VDI-Verlag Düsseldorf 1994
- [20] Toussaint, B.: Möglichkeiten und Grenzen der Aussagefähigkeit von Boden-, Bodenluft- und Grundwasserproben im Zusammenhang mit CKW-Schadensfällen. Deutsche Gewässerkundliche Mitteilungen 33, 1989, Heft 5/6, S. 150 - 160
- [21] DIN 4022 Teil 3: Benennen und Beschreiben von Boden und Fels Schichtenverzeichnis für Bohrungen mit durchgehenden Gewinnung von gekernten Proben im Boden (Lockergestein). Mai 1982. – Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin
- [22] Arbeitsgemeinschaft (ARGE) aus G.M.F. Gesellschaft für Mess- und Filtertechnik mbH Karlsruhe und AICON Amann Infutech Consult AG Crailsheim: Handlungsempfehlung Entnahme von Bodenluftproben, Studie für die Landesanstalt für Umweltschutz Baden-Württemberg, 1999



## Protokoll zur Entnahme von Bodenluftproben

## Anhang 1

1	Projekt/Projektnummer	( / )		
2	Bezeichnung der Messstele	( )	Name des Büros/Labors	
3	Datum, Uhrzeit der Bohrlocherstellung	( )		
4	Datum, Uhrzeit der Probennahme	( )		
5	Probenbezeichnung	( )	Probennehmer	( )
<b>B o h r l o c h</b>				
6	Bohrwerkzeug	Nutstange	Rammkernb.	( )
7	Bohrlochdurchmesser [mm]	bis 25	bis 36	bis 50 größer 50
8	Tiefe [m]	( )		
9	Ausbau mit Filterrohren	ohne	Metall	HDPE,PVC ( )
10	Abdichtung	ohne	mit: ( )	
11	Wartezeit bis zur Probennahme	ohne	mit: ( )	
<b>E n t n a h m e s o n d e</b>				
12	Variante nach VDI 3865 Bl. 2 / sonstige	Var. 4	( )	
13	Sondendurchmesser [mm]	25	( )	
14	Entnahmetiefe [m]	( )		
15	Ringraumvolumen [cm <sup>3</sup> ]	( )		
16	Entnahmeevolumen [ml]	( )	( )	[% des Ringraumvolumens]
17	Verhältn. Tot- zu Entnahmeevolumen %	( )		
18	Entnahmegeschwindigkeit [ml/min]	ca. 50	ca. 100	ca. ( )
<b>A r t d e r P r o b e n s a m m l u n g</b>				
19	Gassammelgefäß	Pasteurpip.	sonstige: ( )	
20	Probenvolumen [ml]	( )		
21	Doppelprobe (Bezeichnung)	( )		
22	Adsorptionsröhrchen	Typ: ( )	Volumen: ( ) ml	
23	Adsorbens	A-Kohle	sonst.: ( )	
<b>Ö r t l i c h e G e g e b e n h e i t e n</b>				
24	Oberflächenbefestigung	ohne	Beton/Aspalt	Steinpflaster ( )
25	Bohrschichtenaufnahme	ohne	nach DIN 4022	
<b>M e t e o r o l o g i s c h e V e r h ä l t n i s s e</b>				
26	Wetter	sonnig	bewölkt	Regen ( )
27	Lufttemperatur [°C]	( )		
28	Luftdruck [Pascal]	( )		
29	Relative Luftfeuchtigkeit	( )		
<b>B e m e r k u n g e n u n d b e s o n d e r e V o r k o m m n i s s e</b>				
30	Spritze gewechselt, Begründung			
31	Kanüle gewechselt, Begründung			
32	Sonde gewechselt, Begründung			
33	sonstige Bemerkungen			
<b>P r o b e n t r a n s p o r t u n d - ü b e r g a b e</b>				
34	Transport	gekühlt	dunkel	Originalproge Extrakt
35	Besondere Vorkommnisse			
36	Übergabe an Probenlager (Datum, Uhrzeit)	( / )		
37	Übergabe an Labor (Datum, Uhrzeit)	( / )		
38	Unterschriften für die Richtigkeit der Angaben	Probennehmer/in	Probenlager	Labor