

MINISTERIALBLATT

FÜR DAS LAND NORDRHEIN-WESTFALEN

Ausgabe A

29. Jahrgang	Ausgegeben zu Düsseldorf am 12. Mai 1976	Nummer 38
---------------------	--	------------------

Inhalt

I.

Veröffentlichungen, die in die Sammlung des bereinigten Ministerialblattes für das Land Nordrhein-Westfalen (SMBL. NW.) aufgenommen werden.

Glied.- Nr.	Datum	Titel	Seite
2061 2020	5. 4. 1976	RdErl. d. Ministers für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten Physikalische und chemische Untersuchungen im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen.	746

II.

Veröffentlichungen, die **nicht** in die Sammlung des bereinigten Ministerialblattes für das Land Nordrhein-Westfalen (SMBL. NW.) aufgenommen werden.

Datum		Seite
	Justizminister	
	Stellenausschreibung für die Verwaltungsgerichte Düsseldorf, Gelsenkirchen und Münster.	758
	Hinweis	
	Inhalt des Justizministerialblattes für das Land Nordrhein-Westfalen Nr. 9 v. 1. 5. 1976	758

2061
2020

I

**Physikalische und chemische Untersuchungen
im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen**RdErl. d. Ministers für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten
v. 5. 4. 1976 – III C 8 – 902/4 – 25459

Für den geordneten Betrieb von Abfallbeseitigungsanlagen, insbesondere solcher Anlagen, die der Behandlung oder Beseitigung von Abfällen dienen, deren Inhaltsstoffe besondere Schadstoffwirkungen aufweisen, ist die Kenntnis der Zusammensetzung und der physikalisch-chemischen Eigenschaften der Abfälle, ggf. der Rückstände und des Sickerwassers, von besonderer Bedeutung.

Um die Untersuchungsmethoden in den Ländern vereinheitlichen zu können, hat die Länderarbeitsgemeinschaft Abfallbeseitigung die Arbeitsgruppe „Analysenmethoden“ eingesetzt, die Kriterien für die einheitliche Probeentnahme, die Stabilisierung der Proben und die Analyse sowie für die Häufigkeit und den Zeitpunkt bei wiederholter Probeentnahme vorschlagen sollte. Diese Arbeitsgruppe hat unter der Sammelbezeichnung „Richtlinien für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen“ die 4 nachstehenden Teilrichtlinien erarbeitet:

Anlage 1 – PN 1/75 – Entnahme von Wasserproben (Anlage 1)

Anlage 2 – CN 1/75 – Bestimmung des Cyanids in Wasserproben (Anlage 2)

Anlage 3 – UP – 1/75 – Darstellung von Untersuchungsergebnissen aus der Untersuchung von Wasserproben und Eluat (Anlage 3)

Anlage 4 – RA 1/75 – Durchführung von Ringanalysen (Anlage 4)

Die Länderarbeitsgemeinschaft Abfallbeseitigung hat diese Teilrichtlinien genehmigt und den Ländern als „Technische Bestimmungen“ zur Einführung empfohlen.

Im Interesse einer einheitlichen Durchführung von physikalischen und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen ist im Bereich der Wasser- und Abfallwirtschaftsverwaltung gem. den in den Anlagen 1 bis 4 aufgeführten Teilrichtlinien zu verfahren.

Den beseitigungspflichtigen Körperschaften des öffentlichen Rechts im Sinne von § 1 Landesabfallgesetz (LAbfG) vom 18. Dezember 1973 (GV. NW. S. 562/SGV. NW. 2061), geändert durch Gesetz vom 18. März 1975 (GV. NW. S. 232), in Verbindung mit § 3 Abs. 2 Abfallbeseitigungsgesetz (AbfG) vom 7. Juni 1972 (BGBl. I S. 873), zuletzt geändert durch Gesetz vom 2. September 1975 (BGBl. I S. 2313), wird empfohlen, gemäß den in den Anlagen 1 bis 4 aufgeführten Teilrichtlinien zu verfahren.

Im übrigen merke ich an, daß von mir nur solche Untersuchungsstellen als fachlich geeignet angesehen werden, die gem. den in den Anlagen 1 bis 4 aufgeführten Teilrichtlinien vorgehen.

Anlage 1**Richtlinie
für das Vorgehen bei physikalischen
und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang
mit der Beseitigung von Abfällen**

– PN 1/75 –

Entnahme von Wasserproben**Inhalt:**

1. Vorbemerkungen
2. Probenahmestellen
3. Entnahme von Proben
- 3.1 Allgemeines
- 3.2 Probenahmegefäße
- 3.3 Probenvolumen

3.4 Durchführung der Probenahme

3.4.1 Grundwasser

3.4.2 Oberflächengewässer

4. Probenahmeprotokoll

5. Probenüberführung und -aufbewahrung

Anhang 1: Probenahmeprotokoll Teil I

Allgemeine Angaben (Muster)

Anhang 2: Probenahmeprotokoll Teil II

Einzelprotokoll für die Entnahme von Grundwasserproben (Muster)

Anhang 3: Probenahmeprotokoll Teil III

Einzelprotokoll für die Entnahme von Proben aus Oberflächengewässern und Abwasser (Muster)

1. **Vorbemerkungen**

Im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen sind z.B. zur Überwachung der Wirksamkeit von Vorkehrungen zum Grundwasserschutz, zum Nachweis von Gewässerschädigungen oder zur Prüfung des Erfolges von Sanierungsmaßnahmen ggf. wiederholte Untersuchungen von Wasserproben durchzuführen. Das Ergebnis und die Verwertbarkeit solcher Untersuchungen hängen maßgeblich von einer sachgemäßen und einheitlichen Entnahme der Proben und von der vollständigen Angabe aller für die Beurteilung wesentlichen Begleitumstände ab.

Bei der Festlegung der Zahl der Probenahmestellen, der zu untersuchenden Proben und der zu prüfenden Parameter müssen häufig unter Berücksichtigung des möglichen Schadensumfanges, die Kapazität des Laboratoriums, die zur Verfügung stehende Zeit und die zu erwartenden Kosten in Betracht gezogen werden.

Im folgenden sind grundsätzliche Gesichtspunkte und Anforderungen zusammengestellt, die bei der Entnahme von Wasserproben zu beachten sind.

2. **Probenahmestellen**

Die Probenahmestellen sind so auszuwählen, daß in stofflicher, örtlicher und zeitlicher Hinsicht repräsentative Verhältnisse erfaßt werden. Wenn der Untersuchungsumfang erst abzugrenzen ist, sollte nach Möglichkeit bereits bei der Auswahl der Probenahmestellen der später die Untersuchungen durchführende und auswertende Chemiker beigezogen werden.

Eine kurze Angabe der hydrogeologischen und hydrologischen Gegebenheiten ist wichtig. Bei Kenntnis dieser Verhältnisse können Hinweise gegeben werden, ob eine örtlich begrenzte oder eine weitreichende Gewässerunreinigung zu erwarten ist.

In Lageplänen (ggf. Skizze), durch Beschreibungen und ggf. Markierungen im Gelände sind die Entnahmestellen eindeutig festzuhalten.

Von unbeeinflussten, im übrigen aber vergleichbaren Stellen, sollten immer Bezugsproben für die Ermittlung der Grundbelastung entnommen werden.

Bei Grundwasser ist zu berücksichtigen, ob

- Porengrundwasser (Schluffe, Sande, Kiese – evtl. örtlich begrenzte Verunreinigung)
- Spaltengrundwasser (Spalten, Klüfte – evtl. weitreichende Verunreinigung)
- Karstgrundwasser (unterirdische Hohlräume – weitreichende Verunreinigung wahrscheinlich)

vorliegen.

Bei Grundwasseruntersuchungen sollten, möglichst nach Abstimmung mit dem zuständigen Hydrogeologen, zumindest eine Entnahmestelle im Grundwasser oberstrom und mehrere Entnahmestellen im Grundwasser unterstrom des zu beobachtenden Bereichs festgelegt werden.

Probenahmestellen im Bereich von Oberflächengewässern können an fließenden und an stehenden Gewässern notwendig sein. Aus praktischen Gründen sollen oberflächlich austretendes Sickerwasser sowie unter Umständen Abwasser dem Oberflächenwasser zugeordnet werden.

Bei der Entnahme von Sickerwasser sollte vermerkt werden, ob die Probe aus einem dauernden oder zeitweiligen Abfluß oder aus stehendem Wasser (z. B. Pfütze, Teich, Becken) entnommen wurde.

Bei Fließgewässern sind zumindest je eine Entnahmestelle oberhalb und unterhalb der Schadensstelle festzulegen. Soweit der Schadstoff unmittelbar erfaßt werden kann, sind davon Proben sicherzustellen. Bei einmaligem Abfluß von Schadstoffen muß auch versucht werden, die abfließende Welle zu erfassen. Hierfür sind möglichst rasch von mehreren Stellen in zunehmendem Abstand von der Schadensstelle, etwa von Brücken aus, Proben zu entnehmen, aus denen dann die Untersuchungsstelle die genauer zu untersuchenden Proben auswählen kann.

Bei kleineren stehenden Gewässern ist ggf. der Zu- und Abfluß sowie möglichst auch die uferferne Zone zu erfassen.

3. Entnahme der Proben

3.1 Allgemeines

Bei der Probenahme ist grundsätzlich auf peinliche Sauberkeit der Entnahmegefäße und Hilfsgeräte zu achten. So sind z. B. Schöpfgeräte oder Probenahmeflaschen nach angemessener Vorreinigung mehrfach mit sauberem Wasser abzuspielen bzw. auszuschütteln, vor Entnahme der Wasserproben die Gefäße zusätzlich zuerst mit dem zu entnehmenden Wasser durchzuspielen, bei Verwendung von Bohrgeräten, Pumpen, Leitungen diese auf Öl- und Schmierfettverunreinigungen zu prüfen. Nach Möglichkeit sind zuerst die gering und zuletzt die stark verunreinigten Proben zu entnehmen.

Zur Überprüfung von stoff-, ort- und zeitabhängigen Schwankungen oder Entwicklungen sind getrennte Proben zu entnehmen. Um einen Überblick zu gewinnen, kann die Herstellung einer Mischprobe aus möglichst vielen Einzelproben zweckmäßig sein.

Bei der Probenahme ist ggf. auf die Erfassung von Phasentrennungen (z. B. Schwimm- und Sinkstoffen) zu achten.

3.2 Probenahmegefäße

Am besten eignen sich Glasflaschen mit Voll-Schliffstopfen oder Kunststoffbehälter (z. B. aus PVC).

Glasschliffflaschen sind besonders für die Aufnahme von Proben, die auf Spurenverunreinigungen, z. B. sehr geringe Konzentrationen an Lösungsmitteln, Ölbestandteilen, geruchsaktiven Substanzen, Schädlingsbekämpfungsmitteln oder Quecksilber untersucht werden sollen, zu verwenden. Sie eignen sich aber nicht für eine Tiefkühlung von Proben oder für die Aufbewahrung stark alkalischer oder flußsäurehaltiger Proben.

Kunststoffbehälter (z. B. Kautexflaschen) sind aus praktischen Gründen (keine Bruchgefahr, Möglichkeit der Tiefkühlung) für die Aufnahme von Wasserproben den Glasflaschen vorzuziehen, wenn es auf die Bestimmung der vorgenannten Spurenstoffe nicht ankommt.

Metallgefäße sind in der Regel für Wasserproben ungeeignet, da z. B. chemische Vorgänge wie Korrosionen und katalytische Wirkungen das Untersuchungsergebnis verfälschen können.

Wenn als Notbehelf z. B. auf Getränkeflaschen, Marmeladegläser oder dergl. zurückzugreifen ist, muß besonders auch auf saubere Verschlüsse geachtet werden (Geruchsabgabe von Korken, plastifizierten Deckeln etc.).

3.3 Probenvolumen

Das Probenvolumen sollte mindestens 1 l betragen. Bei aufwendigen Untersuchungen, z. B. Bestimmung zahlreicher Untersuchungsparameter oder Durchführung von Anreicherungsverfahren für Spurenanalysen, sind meist 2–5 l erforderlich.

3.4 Durchführung der Probenahme

3.4.1 Grundwasser

Proben aus Grundwasserentnahmestellen sind in der Regel durch Abpumpen zu entnehmen, damit repräsentative Verhältnisse erzielt werden. Es ist dabei darauf zu achten, daß das anstehende Grundwasser im Hinblick auf einen möglichst weitgehenden Wasseraustausch wenigstens 15 Minuten gepumpt wird, ehe die Probenahme erfolgt. Sehr langes Abpumpen mit hoher Förderleistung ist zu vermeiden, da sonst die natürlichen Grundwasserverhältnisse gestört werden können. Vor dem Abpumpen kann die Entnahme einer Schöpfprobe erforderlich sein, z. B. für die Prüfung auf Bohrverunreinigungen oder massive Verschmutzungen wie Ölschichten oder für die Auswahl eines geeigneten Ableitungs- bzw. Beseitigungsverfahrens des beim Pumpen geförderten Wassers (Sonderbehandlung, Kläranlage, Vorfluter, Versickerung).

Ist die Durchlässigkeit des Grundwasserleiters gering, so können die Wasserproben u. U. nur durch Schöpfgeräte entnommen werden. Hierbei ist anzustreben, die im Pegelrohr oder Brunnen anstehende Wassersäule so weitgehend abzuschöpfen, daß eine Probe von möglichst frisch nachfließendem Grundwasser entnommen werden kann.

3.4.2 Oberflächengewässer

Wasserproben aus Oberflächengewässern können meist gleich mit der zu füllenden Probenahmeflasche entnommen werden. In besonderen Fällen, z. B. Entnahme von Proben aus unterschiedlichen Tiefen, sind spezielle Probenahmegeräte zu benutzen.

4. Probenahmeprotokoll

In einem der Probe beizugebenden Protokoll gemäß Muster Anhang 1–3 sind alle für die Beurteilung notwendigen Umstände und Beobachtungen im Zusammenhang mit der Probenahme festzuhalten.

Das Probenahmeprotokoll Teil I enthält die für die jeweilige Probenahmeaktion bzw. den Schadens- oder Beobachtungsbereich festzuhaltenden allgemeinen Angaben. In Teil II und III sind die für jede einzelne Probe bzw. Entnahmestelle maßgeblichen besonderen Angaben aufgeführt, wobei Teil II für die Entnahme einer Grundwasserprobe und Teil III für die Probenahme aus Oberflächengewässern und Abwasser zu verwenden ist.

5. Probenüberführung und -aufbewahrung

Die Proben sind unverzüglich zusammen mit dem Probenahmeprotokoll an die zuständige Untersuchungsstelle weiterzuleiten und bis zur Untersuchung zumindest kühl und dunkel zu halten. Mit der Untersuchungsstelle ist möglichst vor der Entnahme und Übermittlung der Proben Rücksprache zu nehmen. Ggf. sind nach dortiger Anweisung Konservierungsmittel zur Verhinderung von Zersetzungs- oder Ausgasungsvorgängen zuzusetzen.

Hinweise zur Konservierung finden sich in den speziellen Richtlinien über die Bestimmung einzelner Inhaltsstoffe.

Richtlinie

für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen
im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen

– P N 1/75 –

Entnahme von Wasserproben

Anhang 1: **Probenahmeprotokoll Teil I** **Allgemeine Angaben**
(Muster)

Betreff:

Gemeinde/Ort/Flurstück:

Kreis:

Bezug/Anlaß/Zweck/Sachverhalt:

.....

.....

.....

Vermutete Schadstoffe (Art, Herkunft, Menge, Zusammensetzung):

.....

.....

Örtliche Verhältnisse

a) Lageskizze oder Schadensstelle/des Beobachtungsbereiches:
(siehe rechts)

b) Erläuterung zur Lageskizze:

Geländeform:

Untergrundverhältnisse:

Vegetation:

Besondere Beobachtungen (auffällige Ablagerungen, frühere Nutzungen, technische Vorkehrungen,
Anschwemmungen, Ölfilm, tote/geschädigte Fische von/bis, Menge):

.....

c) topogr. Karte, Nr. Maßstab 1 : Rechts- und Hochwert:

Beilagen:

....., fortlaufend nummerierte Einzelprotokolle nach Teil II/III.

..... Wasserprobe(n) Nr.:

Bearbeiter/Dienststelle:

.....

Weitergabe an:

.....

.....

Datum/Unterschrift

Lageskizze

(mit Bezeichnung der Probenahmestellen, Einzeichnung von Gewässern, Trinkwassernutzungen, Straßen, Gebäuden und dgl.)

Richtlinie
für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen
im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen

– P N 1/75 –

Entnahme von Wasserproben

Anhang 2: Probenahmeprotokoll Teil II

Einzelprotokoll für die Entnahme von Grundwasserproben
(Muster)

Zum Betreff:

Bezeichnung der Probe: Nr.:

Probenahmetag:
Wetter (trocken, regnerisch, Gewitter, Schnee/-schmelze etc.):

am Entnahmetag: Lufttemperatur:
am Vortag: Lufttemperatur:

Beschreibung der Entnahmestelle:

Bezeichnung gemäß Lagekarte:

Brunnenausbau: *) Kunststoff, Stahl, Beton, Holz:

Durchmesser des Pegelrohres/Brunnens: *)

Tiefe des Pegelrohres/Brunnens: *)

Ruhewasserspiegel: m u. Gel./u. Meßpkt. eingemessen (mögl. auf NN bez. *)

Besondere örtliche Verhältnisse und Beobachtungen (z. B. Lage, Markierung, Verunreinigungen, Vegetationsstörungen):

.....

Beschreibung des Entnahmevorganges bei

a) Abpumpen

Pumpenart: *) Saugpumpe, UW-Pumpe:

Einbautiefe der Pumpe/Einsaugtiefe der Pumpe unter Gelände:

Pumpdauer: von Uhr bis Uhr

Abgepumpte Wassermenge bis zur Probenahme: l oder m³ *)

Maximal gepumpte Fördermenge: l/s

Uhrzeit der Probenahme:

Absenkung zum Probenahmezeitpunkt ab Ruhewasserspiegel: m

Fördermenge zum Probenahmezeitpunkt: l/s

b) Schöpfen

Art des Schöpfgerätes: *) Kunststoff, Metall:

Abgeschöpfte Menge bis zur Probenahme:

Uhrzeit bei der Probenahme:

Entnahmetiefe:

c) Bemerkungen:

*) Nichtzutreffendes streichen

Beschreibung der Probe

Art des Gefäßes: *) Glas, Kunststoff:

Art des Verschlusses: *) Glas, Kunststoff: Probenvolumen:

Aussehen: jeweils

Geruch: unmittelbar

Vorprüfungen nach Entnahme Temp., pH, O₂-Geh.

Bemerkungen (z. B. nachträgliche Veränderungen):

Probenüberführung:

Stabilisierung:

Transport- und Lagerbedingungen:

Bemerkungen:

Besonders interessierende Untersuchungsparameter:

Erkennbare/mögliche *) Gewässergefährdungen:

Geschädigte:

Anmerkungen/Hinweise/Zeugen:

Probennehmer/Dienststelle:

Datum/Unterschrift:

*) Nichtzutreffendes streichen

Richtlinie
für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen
im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen
– P N 1/75 –

Entnahme von Wasserproben

Anhang 3: Probenahmeprotokoll Teil III

Einzelprotokoll für die Entnahme von Proben aus Oberflächengewässern
(Muster)

Zum Betreff:

Bezeichnung der Probe: Nr.:

Probenahmetag:

Weiter (trocken, regnerisch, Gewitter, Schnee/-schmelze etc.):

am Entnahmetag: Lufttemperatur:

am Vortag: Lufttemperatur:

Beschreibung der Entnahmestelle:

Bezeichnung gemäß Lageskizze:

Art: *) Fließgewässer, Quelle, Teich mit/ohne Zu- und Abfluß, Pfütze,
Sickerwassertritt, Kanal:

Name des Gewässers bzw. des Kanals:

Tiefe und Breite oder Oberfläche

Abfluß: niedrig, normal, hoch, l/s, gemessen/geschätzt*)
oder Inhalt

Besondere örtliche Verhältnisse und Beobachtungen (z.B. Lage, Markierung,
Verunreinigungen, auffällige Pflanzen und Tiere):

Beschreibung des Entnahmevorganges:

Einzelprobe *), m vom Ufer, Mitte, aus m Tiefe

Mischprobe *), erhalten durch:

Art des Sammelgefäßes (sofern nicht = Probeflasche):

Uhrzeit der Probenahme:

Bemerkungen:

Beschreibung der Probe

Art des Gefäßes: *) Glas, Kunststoff:

Art des Verschlusses: *) Glas, Kunststoff:

Probenvolumen:

Aussehen jeweils

Geruch unmittelbar

Vorprüfungen nach Entnahme Temp., pH, O₂-Geh.

Bemerkungen (z.B. nachträgliche Veränderungen):

Probenüberführung:

Stabilisierung:

Transport- und Lagerbedingungen:

Bemerkungen:

Besonders interessierende Untersuchungsparameter:

Erkennbare/mögliche *) Gewässergefährdungen:

Geschädigte:

Anmerkungen/Hinweise/Zeugen:

Probenehmer/Dienststelle:

Datum/Unterschrift:

*) Nichtzutreffendes streichen

*) Nichtzutreffendes streichen

Anlage 2

**Richtlinie
für das Vorgehen bei physikalischen
und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang
mit der Beseitigung von Abfällen**

– C N 1/75 –

Bestimmung des Cyanids in Wasserproben

Inhalt:

1. Allgemeines
2. Bestimmung des Gesamtcyanids
3. Bestimmung des leicht freisetzbaren Cyanids
4. Schnelltest für leicht freisetzbare Cyanide

1. Allgemeines

Unter besonderen Umständen der Beseitigung von Abfällen sind in Grund- und Oberflächenwässern Cyanidverunreinigungen möglich. Im Wasser können z. B. Cyanid-Ionen, Cyanwasserstoffsäure oder komplexe Cyan-Verbindungen vorkommen.

Von leicht freisetzbaren Cyaniden geht in der Regel eine akute Gefahr aus. Der analytischen Erfassung der leicht freisetzbaren Cyanide kommt deshalb besondere Bedeutung zu.

Bei stabilen, komplex gebundenen Cyaniden ist die Gefahr geringer. Inwieweit hier eine Gefährdung besteht, ist im Einzelfall in Abhängigkeit von den örtlichen Verhältnissen und der Zusammensetzung der Komplexe zu überprüfen und zu beurteilen.

Eine Cyanidanalyse sollte sich demnach auf 2 Parameter erstrecken, nämlich auf die quantitative Bestimmung des Gesamtcyanids sowie des leicht freisetzbaren Cyanids.

Daneben erscheint es wichtig, eine Schnell- und Feldmethode der Analyse verfügbar zu haben, damit bei dem Verdacht einer Verunreinigung eines Gewässers erste Entscheidungen getroffen werden können. Die Schnellanalyse kann sich auf die Bestimmung des leicht freisetzbaren Cyanids beschränken.

Hinweise auf die Probenahme sind der Richtlinie P N 1/75 „Entnahme von Wasserproben“ zu entnehmen.

Die Richtlinie U P/75 „Darstellung von Untersuchungsergebnissen“ ist zu beachten.

Anweisungen für die Probenkonservierung finden sich bei den nachfolgend unter Ziffer 2 und 3 genannten Untersuchungsverfahren.

2. Bestimmung des Gesamtcyanids

Die Bestimmung ist nach dem Deutschen Einheitsverfahren (DEV) D 13 I. Teil (Gesamtcyanid) durchzuführen (7. Lieferung Verlag Chemie GmbH, Weinheim/Bergstraße). Im Folgenden wird die Methode in Kurzfassung beschrieben.

Allgemeines:

Unter dem Begriff „Gesamtcyanid“ werden alle Verbindungen verstanden, die eine CN-Gruppe enthalten und unter den Bedingungen des Verfahrens Cyanwasserstoff abspalten. Dazu rechnen alle Cyanide der Metalle, auch die stark gebundenen Cyanokomplexe des Eisens; der Kobaltcyanokomplex wird nur teilweise zersetzt.

Anwendungsbereich:

Alle Wässer, deren Cyanidkonzentration 100 mg/l nicht übersteigt. Bei höheren Konzentrationen ist zu verdünnen oder eine geringere Menge anzuwenden. Grenzkonzentrationen von Stoffen, die in cyanidhaltigem Wasser vorkommen können und die gegebenenfalls stören können, sind aus DEV, D 13,1 zu entnehmen. Schlamm und feste Stoffe können sinngemäß mit der gleichen Methode untersucht werden. Die angewandte Probemenge soll dann nicht mehr als 10 mg Gesamtcyanid (CN) enthalten.

Prinzip:

Die Cyanide werden in Gegenwart eines großen Überschusses an Kupfer(I)-Ionen durch Salzsäure bei Siedetemperatur zersetzt. Als Reduktionsmittel wird Zinn(II)-chlorid verwendet. Der freiwerdende Cyanwasserstoff wird durch einen Luftstrom ausgetrieben und in Natronlauge

absorbiert. Um eine Verdünnung der Absorptionslösung zu vermeiden, wird unter Rückflußkühlung destilliert.

Vorbereitung:

Der Probe wird Zinn(II)-chlorid-Lösung zugesetzt. Dann wird zur Konservierung alkalisiert (ca. pH 12). Das Wasser soll so bald als möglich untersucht werden; bis zur Untersuchung ist es dunkel und kühl aufzubewahren.

Ausführung:

Im Absorptionsgefäß (DEV, D 13,1, Abb. 1) wird 1 N NaOH vorgelegt; es wird auf den Kühler aufgesetzt und die Saugung eingeschaltet.

In den Dreihalskolben werden Kupfer(II)-sulfat-Lösung und Zinn(II)-chlorid-Lösung gegeben, etwas Wasser zugesetzt und durch den Einfülltrichter 100 ml der vorbehandelten Wasserprobe gegeben. – Bei sehr geringen Konzentrationen an Gesamtcyanid (<0,1 mg/l) kann auch eine größere Wassermenge angewandt werden. Die Chemikalienzusätze sind dann entsprechend zu erhöhen. – Nunmehr wird Salzsäure zugesetzt; die Heizung wird eingeschaltet. Der Luftstrom wird eingestellt. 60 min nach Siebeginns wird die Destillation unterbrochen und die Absorptionsflüssigkeit auf ihren Gehalt an Cyanid-Ionen untersucht.

Zur Bestimmung der Cyanid-Ionen ist dem titrimetrischen Verfahren mittels 0,001 N Silbernitratlösung unter Beobachtung des Tyndall-Effektes in Gegenwart von Kaliumjodid der Vorzug zu geben, da bisher hierbei keine Störungen bekannt geworden sind.

Das photometrische Verfahren mit Barbitursäure-Pyridin, das etwas empfindlicher als das titrimetrische Verfahren ist, darf nur angewandt werden, wenn es nicht gestört sein kann. Störungen (Negativeffekte) werden verursacht durch Schwefeldioxid und andere reduzierende Stoffe. Positiveffekte können durch Stickoxide und Farbstoffbildner, z. B. Pyryl, verursacht werden. Außerdem ist hierbei unbedingt auf die Einhaltung gleicher Salzkonzentrationen und Verwendung von Puffersubstanz zu achten.

Nähere Einzelheiten sind der DEV, D 13,1 zu entnehmen.

3. Bestimmung des leicht freisetzbaren Cyanids

Die Bestimmung ist nach dem Deutschen Einheitsverfahren (DEV) D 13 II. Teil (leicht freisetzbares Cyanid) durchzuführen (Gelbdruck im Buch „Vom Wasser“, Bd. 44, 1975, Verlag Chemie-GmbH, Weinheim/Bergstraße).

Anmerkung: Dieser Gelbdruck bedarf auf Seite 19, 2. Absatz folgender Korrektur: „Bei voraussichtlich geringer Konzentration an leicht freisetzbarem Cyanid (kleiner 0,1 mg/l) kann das Probenvolumen auf 200 ml vergrößert werden. In diesem Fall ist die Menge an Zink, Zink-Cadmium-sulfat-Lösung und Pufferlösung zu verdoppeln.“

Im Folgenden wird die Methode in Kurzfassung beschrieben.

Allgemeines

Unter dem Begriff „Leicht freisetzbares Cyanid“ werden alle Verbindungen verstanden, die unter den Bedingungen des Verfahrens Cyanwasserstoff abspalten. Dazu rechnen alle Cyanide, einschließlich der Cyanokomplexe des Nickels und des Kupfers, nicht jedoch die stark gebundenen Cyanokomplexe des Eisens und des Kobalts.

Die leicht freisetzbaren Cyanide sind durch Chlor zerstörbar.

Anwendungsbereich

Alle Wässer, deren Konzentration an leicht freisetzbarem Cyanid 50 mg/l nicht übersteigt. Bei höheren Konzentrationen ist zu verdünnen oder eine geringere Menge anzuwenden. Grenzkonzentrationen von Stoffen, die in cyanidhaltigem Wasser vorkommen können und die gegebenenfalls stören können, sind aus DEV, D 13,2 (Gelbdruck) zu entnehmen.

Schlamm und feste Stoffe können sinngemäß mit der gleichen Methode untersucht werden. Die angewandte Probemenge soll dann nicht mehr als 5 mg leicht freisetzbares Cyanid (CN) enthalten.

Prinzip

Die leicht freisetzbaren Cyanide werden in gepufferter Lösung bei pH 4 unter Zusatz von metallischem Zink, einem Komplexbildner und Zinn(II)-chlorid bei Zimmer-

temperatur abgetrennt. Der freiwerdende Cyanwasserstoff wird durch einen Luftstrom ausgetrieben und in Natronlauge absorbiert.

Vorbereitung:

Der Probe werden der Reihenfolge nach 1 N Natronlauge, alkohol. Chloroform-Phenolphthalein-Lösung und Zinn(II)-chlorid-Lösung zugegeben. Dann wird mit Salzsäure bzw. Natronlauge auf etwa pH 9 (schwache Rotfärbung) eingestellt, und anschließend wird noch Zink-Cadmiumsulfat-Lösung zugesetzt. Das Wasser soll sobald als möglich untersucht werden; bis zur Untersuchung ist es dunkel und kühl aufzubewahren.

Ausführung:

Im Absorptionsgefäß (DEV, D 13,2, Abb. 3) wird 1 N Natronlauge vorgelegt; es wird auf den Kühler aufgesetzt und die Saugung eingeschaltet. Durch den Einfülltrichter werden Zink-Cadmiumsulfat-Lösung, ÄDTA-Lösung, Puffer-Lösung (pH 4) und 100 ml der vorbehandelten, frisch aufgeschüttelten Probe zugegeben und der pH-Wert mit einer in die Flüssigkeit eintauchenden Glaselektrode gemessen. Es wird mit Natronlauge oder Salzsäure auf pH $3,9 \pm 0,1$ eingestellt. Nach der Zugabe von Zinkpulver wird der Seitenhals mit einem Stopfen verschlossen und der Luftdurchsatz eingestellt.

Bei sehr geringen Konzentrationen an leicht freisetzbarem Cyanid (0,1 mg/l) kann auch eine größere Wassermenge angewandt werden. Die Chemikalienzusätze sind dann entsprechend zu erhöhen. Nach vier Stunden wird der Luftdurchsatz unterbrochen und die Absorptionsflüssigkeit auf ihren Gehalt an Cyanid-Ionen untersucht (s. Anmerkung in der Einleitung der Nr. 3).

Zur Bestimmung der Cyanid-Ionen ist dem titrimetrischen Verfahren mittels 0,001 N Silbernitrat-Lösung unter Beobachtung des Tyndall-Effektes in Gegenwart von Kaliumjodid der Vorzug zu geben, da bisher hierbei keine Störungen bekannt geworden sind.

Das photometrische Verfahren mit Barbitursäure-Pyridin, das etwas empfindlicher als das titrimetrische Verfahren ist, darf nur angewandt werden, wenn es nicht gestört sein kann. Störungen (Negativeffekte) werden verursacht durch Schwefeldioxid und andere reduzierende Stoffe. Positiveffekte können durch Farbstoffbildner, z.B. Pyrrol, verursacht werden. Außerdem ist hierbei unbedingt auf die Einhaltung gleicher Salzkonzentrationen und Verwendung von Puffersubstanz zu achten.

Nähere Einzelheiten sind der DEV, D 13,2 zu entnehmen.

4. Schnelltest für leicht freisetzbare Cyanide

Die nachstehende Methode entspricht im wesentlichen dem von J. Bortlitz beschriebenen Schnelltest zur Bestimmung von Cyaniden in Abwässern (Haus der Technik – Vortragsveröffentlichung Nr. 283). Sie wird als vorläufige Richtlinie empfohlen. Der Arbeitskreis „Cyanidbestimmung“ der Fachgruppe Wasserchemie der Gesellschaft Deutscher Chemiker beabsichtigt, weitere für die Praxis geeignete Methoden aufzustellen.

1. Vorbemerkung

Die beschriebene Schnellmethode soll die Möglichkeit bieten, im Rahmen von Feldanalysen, d.h. ohne den Einsatz ortsgelagerter apparativer Ausrüstung eine näherungsweise quantitative Bestimmung des leicht freisetzbaren Cyanids durchzuführen.

2. Anwendungsbereich

Die Methode ist als Feldmethode zur Bestimmung der leicht freisetzbaren Cyanide u.a. in durch Abfallstoffe verunreinigten Wasserproben geeignet.

Sie ist in der vorliegenden Form zur Untersuchung von Wasserproben einer Konzentration an leicht freisetzbaren Cyaniden im Bereich von 1 mg/l bis 100 mg/l anwendbar.

3. Meßprinzip

Die Wasserprobe wird in ein verschließbares Gefäß eingebracht. Durch Ansäuern mit Schwefelsäure wird aus leicht zersetzlichen Cyaniden HCN freigesetzt. Die HCN-Konzentration in der Gasphase des Reaktionsraumes wird durch Absaugen eines definierten Volumens aus diesem Gasraum ohne Fremdgasumischung über ein handelsübliches kalibriertes HCN-Prüfröhrchen (HgCl_2 /Methylrot) ermittelt.

4. Geräte und Chemikalien

Zur Durchführung des Schnelltests werden folgende Geräte und Chemikalien benötigt:

Geräte

- Plastikflasche (Weithalsflasche) mit seitlicher Bohrung; Volumen ca. 1,5 l
- Plastikbeutel; in den Abmessungen der vorgenannten Plastikflasche etwa entsprechend
- Verschluss bestehend aus durchbohrtem Stopfen, Glasrohr mit Schliffhahn sowie Aufweitung zum Einbringen der Probe und der Reagenzien und zum gasdichten Aufsatz eines Gasprüfröhrchens für HCN
- Gasprüfröhrchen für HCN (kalibriert)
- Saugpumpe (Balgenpumpe o. ä.) mit definiertem Hubvolumen bzw. definierter Förderleistung

Chemikalien

Schwefelsäure (1:3)

5. Ausführung der Untersuchung

Der Plastikbeutel wird in die Flasche eingelegt, mit Hilfe des oben beschriebenen Verschlusses am Rand der Plastikflasche eingeklemmt und mit Luft gefüllt.

Anschließend werden durch den Aufsatz 10 ml der zu untersuchenden Wasserprobe und danach 5 ml Schwefelsäure (1:3) in das Reaktionsgefäß gegeben. Der Reaktionsraum wird unmittelbar nach Zugabe der Schwefelsäure mit Hilfe des Schliffhahns verschlossen. Anschließend wird das Reaktionsgefäß 1 min. geschüttelt und dann 3 min. ruhig stehen gelassen. Während dieser Zeit wird das Gasprüfröhrchen und die Saugpumpe auf den Aufsatz aufgesetzt. Hierauf wird der Schliffhahn geöffnet und das Gas aus dem Reaktionsraum mit Hilfe der Saugpumpe über das Gasprüfröhrchen abgesaugt.

Die Verfärbung des Gasprüfröhrchens wird nach jeweils 100, 200, 500 oder 1000 ml Fördervolumen beurteilt.

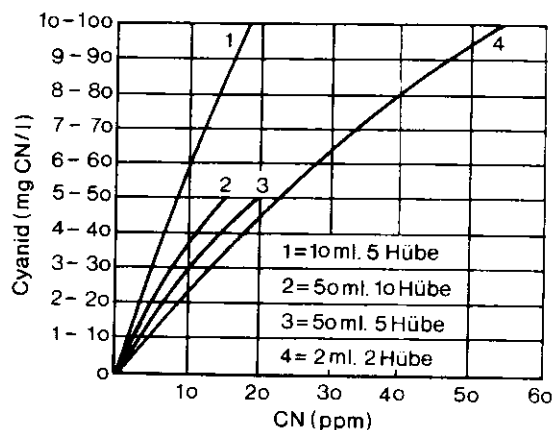
Ist nach 100 ml Fördervolumen die obere Anzeigegrenze des Gasprüfröhrchens bereits überschritten, muß der Versuch unter Einsatz von 5 ml Probenvolumen wiederholt werden.

Ist nach 1000 ml Fördervolumen die untere Anzeigegrenze des Gasprüfröhrchens noch nicht erreicht, ist der Versuch unter Einsatz von 50 ml Probenvolumen zu wiederholen.

6. Auswertung

Aus der festgestellten Konzentration im Gasraum wird anhand von empirisch nach der vorgenannten Methode aufgestellten Eichkurven die in der Wasserprobe vorliegende Konzentration graphisch ermittelt. Die Eichkurven werden unter Verwendung von KCN-Standardlösungen im Konzentrationsbereich von 1 bis 100 mg/l aufgestellt.

Hierbei wird jeweils für eine vorgegebene Kombination von Probenvolumen und gefördertem Gasvolumen die im Gasraum festgestellte Konzentration in ppm gegen die Konzentration der Standardlösung in mg/l aufgetragen. Beispiele für derartige Eichkurven zeigt nachstehende Abbildung



Eichkurve für Plastikbeutel 1,6 l Inhalt

7. Störungen und Fehler

Bezüglich möglicher Störungen der Nachweisreaktion sind die Angaben des jeweiligen Herstellers des zum Einsatz gelangenden Gasprüfröhrchens zu beachten.

Für typische, nach dem HgCl_2 /Methylrot-Prinzip arbeitende handelsübliche HCN-Prüfröhrchen gelten, bezogen auf 500 ml gefördertes Gasvolumen, folgende Konzentrationen als nicht störend

H_2S bis	600 ppm
SO_2 bis	200 ppm
HCl bis	5000 ppm
NH_3 bis	1000 ppm

Störungen werden durch größere Mengen freies Chlor verursacht. Diese Störung kann durch Zugabe eines Reduktionsmittels, z. B. 5 ml 1%ige Natriumarsenitlösung zu 10 ml Probevolumen vor dem Ansäuern beseitigt werden.

Komplexe Cyanide verhalten sich bei der beschriebenen Analysenmethode ähnlich wie bei anderen Nachweisverfahren, bei denen durch Absenkung des pH-Wertes Blausäure aus Cyaniden freigesetzt wird.

Die Erfassungsgrade betragen beispielsweise im Konzentrationsbereich von 10 bis 100 mg/l für

Na_2 [Cd (CN) $_4$]	100%
Na_3 [Cu (CN) $_4$]	75%
K_3 [Co (CN) $_6$]	0,4%
K_4 [Fe (CN) $_6$]	0%

Die Standardabweichung der Methode beträgt im Konzentrationsbereich von 2 mg/l bei einem Probevolumen von 10 ml und einem Gasfördervolumen von 500 ml $\pm 0,55$ ppm entsprechend 14,5%. Im Konzentrationsbereich von 10 mg/l beträgt die Standardabweichung unter gleichen Versuchsbedingungen $\pm 1,16$ ppm entsprechend 6%. Bei Konzentrationen unter 1 mg/l ist mit höheren Standardabweichungen zu rechnen.

Anlage 3

**Richtlinie
für das Vorgehen bei physikalischen
und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang
mit der Beseitigung von Abfällen**

– UP 1/75 –

**Darstellung von Untersuchungsergebnissen
aus der Untersuchung von Wasserproben und Eluaten**

Inhalt:

1. Vorbemerkungen
2. Angabe der Ergebnisse
3. Abschließende Beurteilung

Anhang: Untersuchungsprotokoll (Muster)

1. Vorbemerkungen

Bei Darstellung von Untersuchungsergebnissen ist es notwendig, alle Kriterien heranzuziehen, die für die Beurteilung wesentlich sein können.

Hierzu gehört in erster Linie die Probenbeschreibung einschließlich eventueller Änderungen in der Probenbeschaffenheit bis zur Untersuchung. Gegebenenfalls ist auf Konservierung hinzuweisen.

Ferner sind die Untersuchungsparameter und die angewandten Untersuchungsverfahren anzugeben. Zu letzteren Angaben gehört auch eine Beschreibung nicht allgemein gebräuchlicher Apparaturen und Gerätetypen.

Die Genauigkeit der angewandten Analysenmethode soll mitgeteilt werden (z. B. relative Standardabweichung, Nachweisgrenze). Es soll durch die Zahlenangaben nicht der Eindruck einer größeren Genauigkeit erweckt werden als tatsächlich besteht.

Beobachtungen, die auf das Analysenergebnis von Einfluß sein können, sind festzuhalten. Die Anwesenheit von störenden Substanzen und die Maßnahmen zu deren Elimination sowie die Einflüsse dieser Maßnahmen auf die Genauigkeit des Analysenverfahrens sind anzugeben.

Als Maßeinheit für die Angaben der zu untersuchenden Inhaltsstoffe soll bei Wasserproben in der Regel nur mg/l

verwendet werden, um die Vergleichbarkeit von Analysen zu gewährleisten.

2. Angabe der Ergebnisse

(Muster eines Untersuchungsprotokolls – Anhang)

Zur Angabe der Ergebnisse ist ein „Untersuchungsprotokoll“ anzufertigen.

In einem **allgemeinen Teil** sollen Angaben über Eingang, Labornummer, Art und Entnahmeort der Probe, über deren Zustand und über die Vorbehandlung gemacht werden. Ferner ist der Zeitpunkt der Untersuchung mitzuteilen. Zusätzlich ist anzugeben, wer die Probenahme veranlaßt hat, wann und aus welchem Grund. Falls ein Probenahme-Protokoll vorliegt, ist eine Ablichtung beizufügen. In diesem Fall erübrigt es sich, die dem Probenahme-Protokoll zu entnehmenden Angaben gesondert mitzuteilen.

In einem **speziellen Teil** sind Angaben zum Verfahren zu machen, z. B. über Analysenmethode und Genauigkeit.

3. Abschließende Beurteilung

Die abschließende Beurteilung soll das Ergebnis eines kritischen Abwägens sein. Folgende mögliche Einflüsse auf gefundene Analysenwerte sollen berücksichtigt werden:

- Geologische Verhältnisse am Ort der Probenahme,
- Probenbeschaffenheit von der Entnahme bis zur Untersuchung einschließlich evtl. Konservierung, Transport, Aufbewahrung, Zeit bis zur Untersuchung,
- sonstige wesentliche Störeffekte.

Richtlinie
für das Vorgehen bei physikalischen und chemischen Untersuchungen
im Zusammenhang mit der Beseitigung von Abfällen
- U P 1/75 -
**Darstellung von Untersuchungsergebnissen aus
der Untersuchung von Wasserproben und Eluat**

Anhang: Untersuchungsprotokoll
(Muster)

Teil I

A) Betreff:

Grund der Probenahme:

Veranlasser:

Probenehmer:

B) Beilagen:

C) Probenbeschreibung:

	Proben-Nr.
Bezeichnung/Aufschrift	
Entnahmeort:	
Entnahme am:	
Eingang am:	
Absender:	
Probenart:	
Gefäßmaterial:	
Menge der Probe:	
Vorbehandlung bei Entnahme:	

D) Ergebnis von Vorprüfungen:

	Proben-Nr.
Temperatur (°C)	
pH-Wert	
O ₂ -Gehalt (mg/l)	

E) Bemerkungen:

Anleitung zur Verwendung des Untersuchungsprotokolls

Vom Veranlasser der Untersuchung bzw. bei Entgegennahme der Probe ist Teil I möglichst weitgehend auszufüllen und in den Spalten „Parameter“ oder „Proben-Nr.“ von Teil II die jeweils gewünschte Untersuchung anzukreuzen. Untersuchungsparameter, die nicht vorgedruckt sind, werden von Hand in die freien Zeilen eingetragen.

Für Fishtests oder Sonderuntersuchungen ist Teil III zu verwenden.

Im Labor sind die angekreuzten Untersuchungen durchzuführen und die Meßwerte in den Spalten „Proben-Nr.“ anzugeben. Bei zu geringem Probenvolumen ist durch Rücksprache mit dem Veranlasser zu klären, welche Untersuchungen eventuell entfallen können. Besondere Beobachtungen bei der Proben-vorbehandlung und -untersuchung sind unbedingt anzugeben.

Teil II

Untersuchung der Proben ab (Datum) voll (Bearbeiter)

Vorbehandlung:

Besondere Beobachtungen bei der Vorbehandlung:

Untersuchungsergebnisse

Parameter	Methode/Genauigkeit	Proben-Nr.
Aussehen		
Geruch		
Geruchsschwelle		
pH-Wert		
Leitfähigkeit ($\mu S/cm$)		
Sauerstoffgehalt (mg/l)		
Absetzbare Stoffe nach h (ml/l)		
Ungelöste Stoffe (mg TS/l)		
Abdampfdruckstand (mg/l)		
Glührückstand (mg/l)		
Petrolätherextrahierbare Stoffe (mg/l)		
Kohlenwasserstoffe (mg/l)		
Detergentien (MBAS) (mg/l)		
Phenole (mg/l)		
Fäulnisfähigkeit: Entfärbt nach h, d:		
KMnO ₄ -Verbr. (mg KMnO ₄ /l)		
CSB (mg O ₂ /l)		
TOC (mg C/l)		
BSB ₅ (mg O ₂ /l)		
BSB ₂₀ (mg O ₂ /l)		

Parameter	Methode/Genauigkeit	Proben-Nr.
Ammonium (mg NH ₄ ⁺ /l)		
Nitrit (mg NO ₂ ⁻ /l)		
Nitrat (mg NO ₃ ⁻ /l)		
Chlorid (mg Cl ⁻ /l)		
PO ₄ ortho (mg PO ₄ ³⁻ /l)		
PO ₄ gesamt (mg PO ₄ ³⁻ /l)		
Sulfat (mg SO ₄ ²⁻ /l)		
Sulfid (mg S ²⁻ /l)		
Fluorid (mg F ⁻ /l)		
Cyanid, gesamt (mg CN ⁻ /l)		
Cyanid, leicht freisetzbar (mg CN ⁻ /l)		
Säurekapazität bis pH 4,3 (mval/l)		
Natrium (mg Na ⁺ /l)		
Kalium (mg K ⁺ /l)		
Magnesium (mg Mg ²⁺ /l)		
Calcium (mg Ca ²⁺ /l)		
Gesamthärte (mval/l)		
Eisen, gesamt (mg Fe ²⁺ /l)		
Mangan, gesamt (mg Mn ²⁺ /l)		
Chrom, gesamt (mg Cr ³⁺ /l)		
Chromat (mg Cr ⁶⁺ /l)		
Nickel (mg Ni ²⁺ /l)		
Kupfer (mg Cu ²⁺ /l)		
Zink (mg Zn ²⁺ /l)		
Kadmium (mg Cd ²⁺ /l)		
Quecksilber (mg Hg ²⁺ /l)		
Blei (mg Pb ²⁺ /l)		
Arsen (mg As ³⁺ /l)		
Bor (mg B ³⁺ /l)		

**Richtlinie
für das Vorgehen bei physikalischen
und chemischen Untersuchungen im Zusammenhang
mit der Beseitigung von Abfällen**

– RA / 75 –

Durchführung von Ringanalysen

Inhalt:

1. Vorbemerkungen
2. Festlegung der Begriffe
3. Planung von Ringversuchen
 - 3.1 Anlaß
 - 3.2 Vorbereitung von Ringversuchen
 - 3.3 Mindestbedingungen bei Ringversuchen
 - 3.4 Auswahl und Behandlung der Proben
4. Berechnung von Prüffehlern
5. Abschließende Beurteilung

1. Vorbemerkungen

Die Ergebnisse der Bestimmung einzelner Stoffe oder Stoffgruppen in Abfällen oder abfallverunreinigtem Wasser sind abhängig sowohl von der Probenahme, Probenbehandlung und -aufbewahrung als auch von der angewandten Analysenmethode. Diese Abhängigkeiten können zu auseinanderliegenden Untersuchungsergebnissen führen. Selbst unter der Voraussetzung, daß das Personal der untersuchenden Labors in gleicher Weise mit den anzuwendenden Methoden vertraut ist, existiert ein Wiederholstrebereich.

Auch die mehrmalige Untersuchung von Proben gleicher Herkunft nach einem bestimmten vorgegebenen Analysenverfahren führt nicht zu absolut gleichen Ergebnissen. Die Ergebnisse sind jedoch als gleich zu bezeichnen, wenn sie innerhalb des zu ermittelnden Streubereichs liegen. Die Streuung ist bedingt durch Abweichungen der Proben (z.B. infolge ungleicher Teilung bei inhomogenem Material), der Analysengeräte und deren Handhabung. Sie ist mathematisch erfaßbar. Die Fehlerbreite kann unter vorgegebenen Bedingungen exakt angegeben werden, sozusagen als Grad der Zuverlässigkeit des Verfahrens.

Wo es auf unbedingte Vergleichbarkeit ankommt (z.B. bei gerichtlichen Auseinandersetzungen oder bei Anwesenheit toxischer Komponenten) müssen deshalb sämtliche Untersuchungsschritte vereinheitlicht und die Vergleichbarkeit durch Ringversuche ermittelt werden.

Als Rahmen-Richtlinie für Planung, Durchführung und Auswertung von Ringversuchen bei der Abfallanalytik kann die DIN-Norm 51848 herangezogen werden. Diese bezieht sich zwar konkret auf die Prüfung von Mineralölen nach DIN-Methoden. Die in der Vorschrift festgelegten Begriffe (DIN 51848 Blatt 1) und grundsätzlichen Aspekte der Ringversuchsplanung (DIN 51848 Blatt 2) sowie die Berechnung von Prüffehlern (DIN 51848 Blatt 3) können jedoch auf jeden analytischen Ringversuch übertragen werden, soweit er unter Anwendung eines standardisierten Analysenverfahrens durchgeführt wird.

Anlage 4 2. Festlegung der Begriffe

Für die Begriffe

Bestimmung
Ergebnis
Prüffehler
Wiederholbarkeit
Vergleichbarkeit
Wahrer Wert

gelten die Ausführungen in der DIN-Norm 51848 Blatt 1 (Deutscher Normenausschuß, Berlin – Alleinverkauf der Normblätter: Beuth-Vertrieb GmbH Berlin und Köln).

3. Planung von Ringversuchen

3.1 Anlaß

Abfallanalytische Ringversuche können beispielsweise notwendig werden zur Überprüfung des Einflusses

1. der Fehlerbreite der Bestimmungsmethode,
2. der Probenahme,
3. der Probenteilung,
4. der Probenaufbewahrung.

Eine Beurteilung von Probenahme und Probenteilung ist erst nach Kenntnis des Streubereiches des Analysenverfahrens möglich.

3.2 Vorbereitung von Ringversuchen

Die teilnehmenden Laboratorien müssen mit allen Einzelheiten der zur Anwendung gelangenden Verfahren vertraut sein.

Bei der Anweisung für die Ringversuche sind die Randbedingungen zu benennen.

Einzelheiten sind sinngemäß der DIN-Norm 51848 Blatt 2 zu entnehmen.

3.3 Mindestbedingungen bei Ringversuchen

Die Anzahl der Proben ist genügend groß zu wählen, damit Prüffehler erkannt werden können. Bei der Durchführung von Ringversuchen ist es erforderlich, daß mindestens 5 Laboratorien teilnehmen, die Abfallanalytik ständig im Prüfungsprogramm haben. Das Produkt aus Zahl der Labors und der zu untersuchenden Proben (Anzahl der Freiheitsgrade) soll mindestens 35 betragen.

3.4 Auswahl und Behandlung der Proben

Für die Durchführung eines Ringversuchs ist ein Verantwortlicher zu berufen.

Das Sammeln, Aufteilen und Verschicken der für die Ringanalyse erforderlichen Proben ist nach einem einheitlichen Verfahren vorzunehmen. Die Probemengen sind, eine Reservemenge eingeschlossen, für die vorgesehenen Untersuchungen ausreichend zu bemessen.

Im einzelnen gelten die Bestimmungen nach DIN 51848 Blatt 2.

4. Berechnung von Prüffehlern

Festlegungen für die Berechnung der Standardabweichung und von Prüffehlern aus Prüfverfahren von Ringversuchen enthält DIN-Norm 51848 Blatt 3. Sie sind für die Auswertung von Ringversuchen heranzuziehen.

5. Abschließende Beurteilung

Bei der abschließenden Beurteilung ist einzugrenzen, welche Parameter von der Ringanalyse erfaßt wurden. Es soll angegeben werden, welche Schlüsse aus dem Ergebnis gezogen werden dürfen und welche nicht.

II.

Justizminister

Stellenausschreibung für die Verwaltungsgerichte Düsseldorf, Gelsenkirchen und Münster

Es wird Bewerbungen entgegengesehen um

- 1 Stelle eines Richters am Verwaltungsgericht
bei dem Verwaltungsgericht Düsseldorf,
- 2 Stellen eines Richters am Verwaltungsgericht
bei dem Verwaltungsgericht Gelsenkirchen,
- 4 Stellen eines Richters am Verwaltungsgericht
bei dem Verwaltungsgericht Münster.

Bewerbungen sind innerhalb einer Frist von 2 Wochen auf dem Dienstwege einzureichen. Bewerber, die nicht bei den Gerichten der allgemeinen Verwaltungsgerichtsbarkeit des Landes beschäftigt sind, reichen das an den Justizminister des Landes NW zu richtende Gesuch bei dem Präsidenten des Oberverwaltungsgerichts für das Land Nordrhein-Westfalen in Münster ein.

– MBL NW. 1976 S. 758.

Hinweis

Inhalt des Justizministerialblattes für das Land Nordrhein-Westfalen

Nr. 9 v. 1. 5. 1976

(Einzelpreis dieser Nummer 1,50 DM zuzügl. Portokosten)

	Seite		Seite
Bekanntmachungen	97	den um das Kindergeld gekürzten Sätzen der Regelunterhaltsverordnung zu machen sind.	
Personalnachrichten	97	OLG Hamm vom 26. November 1975 – 4 Ss 686/75	102
Gesetzgebungsübersicht	99	2. OWiG §§ 19, 20; StPO § 264. – Zwei auf einer Fahrt nacheinander begangene Verkehrsverstöße (hier: zunächst Nichteinhaltung des Sicherheitsabstandes, dann Überschreitung der zugelassenen Höchstgeschwindigkeit) werden nicht dadurch zu einer einheitlichen Tat im verfahrensrechtlichen oder sachlich-rechtlichen Sinne verbunden, daß der Täter auf der gesamten Fahrt den Fahrzeugschein nicht bei sich führt.	
Rechtsprechung		OLG Hamm vom 18. Dezember 1975 – 2 Ss OWi 289/75	104
Zivilrecht		3. StPO §§ 268, 464 III. – Hat das Berufungsgericht unter Aufhebung des angefochtenen Urteils selbst entschieden, dabei jedoch eine Kostenentscheidung für den 1. Rechtszug (versehentlich) unterlassen, so kann dieser Mangel nur über die dafür vorgesehene Anfechtung nach § 464 III StPO behoben werden. Eine spätere „Ergänzung“ des rechtskräftigen Urteils durch das Berufungsgericht ist unzulässig.	
1. WEG §§ 1, 3, 7, 59. – Eine Toilette in einer Wohnanlage kann nicht für sich allein Gegenstand eines Wohnungseigentums oder Teileigentums sein.	100	OLG Hamm vom 22. Januar 1976 – 2 Ws 374/75	105
2. ZPO § 276 II, § 29 a I. – Ein Verweisungsbeschuß des Amtsgerichts hat auch bei Nichtbeachtung der eigenen ausschließlichen Zuständigkeit (hier: § 29 a ZPO) bindende Wirkung.	101	4. StPO § 270. – Der Verweisungsbeschuß nach § 270 StPO bindet das höhere Gericht ausnahmsweise nur dann nicht, wenn durch diesen Beschuß unter Verletzung eines Verfassungsgrundsatzes jemand willkürlich seinem gesetzlichen Richter entzogen wird.	106
3. PsychKG NW § 11. – Eine nach dem krankhaften Verhalten nicht anders als durch Unterbringung abwendbare gegenwärtige Gefahr kann angenommen werden, wenn die an einer Psychose erkrankte Person sich erheblichen gesundheitlichen Schaden zufügt, indem sie infolge der geistigen Erkrankung einen Diabetes nicht behandeln läßt und dadurch die Gefahr eines Komas heraufbeschwört.	102	5. StPO § 459 d. – Die Anordnung des Gerichts, daß die Vollstreckung einer rechtskräftig erkannten Geldstrafe zu unterbleiben habe, kommt unter besonderer Berücksichtigung des öffentlichen Interesses nur in außergewöhnlichen Ausnahmefällen in Betracht.	107
OLG Hamm vom 7. November 1975 – 15 W 368/75		OLG Hamm vom 9. Februar 1976 – 3 Ws 35/76	
Strafrecht		Kostenrecht	
1. StGB § 40 II. – Der Tagessatz für eine einkommenslose Ehefrau ist nicht ohne weiteres nach dem gesetzlichen Mindestsatz von 2,– DM und auch nicht nach der Höhe des zustehenden Anspruchs auf Taschengeld, sondern nach der Hälfte des Gesamtbetrages der beiden Eheleute für den Lebensunterhalt zur Verfügung stehenden Mittel festzusetzen, wobei von diesem Gesamtbetrag vorweg für unterhaltsberechtigte Kinder Abzüge nach		ZPO § 91; BRAGeBO § 31 Ziff. 1. – Werden Teile eines einheitlichen Schadensersatzanspruchs nacheinander eingeklagt, anstatt sie durch Klageerweiterung in denselben Prozeß einzubeziehen, so sind nur die im Falle der Klageerweiterung entstandenen Kosten erstattbar, sofern bei der konkreten Rechtsverfolgung eine Klageerweiterung aus Kostenersparnisgründen geboten war.	107
		OLG Düsseldorf vom 5. Februar 1976 – 10 W 8/76	

– MBL NW. 1976 S. 758.

Einzelpreis dieser Nummer 2,80 DM

Einzellieferungen nur durch den August Bagel Verlag, 4 Düsseldorf, Grafenberger Allee 100, Tel. 6888293/94, gegen Voreinsendung des vorgenannten Betrages zuzügl. 0,50 DM Versandkosten auf das Postscheckkonto Köln 8516-507. (Der Verlag bittet, keine Postwertzeichen einzusenden.) Es wird dringend empfohlen, Nachbestellungen des Ministerialblattes für das Land Nordrhein-Westfalen möglichst innerhalb eines Vierteljahres nach Erscheinen der jeweiligen Nummer bei dem August Bagel Verlag, 4 Düsseldorf, Grafenberger Allee 100, vorzunehmen, um späteren Lieferschwierigkeiten vorzubeugen. Wenn nicht innerhalb von vier Wochen eine Lieferung erfolgt, gilt die Nummer als vergriffen. Eine besondere Benachrichtigung ergeht nicht.

Herausgegeben von der Landesregierung Nordrhein-Westfalen, Düsseldorf, Elisabethstraße 5. Druck: A. Bagel, Düsseldorf; Vertrieb: August Bagel Verlag, Düsseldorf. Bezug der Ausgabe A (zweiseitiger Druck) und B (einsseitiger Druck) durch die Post. Ministerialblätter, in denen nur ein Sachgebiet behandelt wird, werden auch in der Ausgabe B zweiseitig bedruckt geliefert. Bezugspreis vierteljährlich Ausgabe A 25,80 DM, Ausgabe B 27,– DM.

Die genannten Preise enthalten 5,5% Mehrwertsteuer.