

NAH 141
54-99

0. Allgemeine Angaben

Vollständige Liste der AK-Mitglieder, Name und Anschrift des Obmanns/der Obleute und deren Vertreter

Herr Dr. Dieter Baumgarten, Hessische Landesanstalt für Umwelt, Rheingastr. 186, D-65203 Wiesbaden, Tel.: 0611 6939755, Fax.: 0611 6939555

Herr Dipl.-Biol. Walter Besler, D-70736 Fellbach, Tel.: 0711 5170398

Frau Dr. Vera Breitung (stellv. Obfrau), Bundesanstalt für Gewässerkunde, Kaiserin-Augusta-Anlagen 15 - 17, D-56068 Koblenz, Tel.: 0261 1306 5419, Fax.: 0261 1306 5333

Herr Dipl.-Chem Heiko Helms, Perkin Elmer Deutschland, Hansa Allee 195, D-40549 Düsseldorf, Tel.: 0211 5969 159, Fax.: 0211 5969 174

Herr Dr. Jürgen Kuballa, GALAB, Max-Planck-Str., D-21502 Geesthacht, Tel.: 04152 872835, Fax.: 04152 872834

Herr Dr. Andreas Meyer, Perkin Elmer Deutschland, Rengoldshauerstr. 11, D-88662 Überlingen, Tel.: 07551 919-144, Fax.: 07551 919-139

Herr Dr. Hans-Dieter Pfeiffer, Organotin Chemie GmbH, Straße der Wissenschaft 8, D-06749 Bitterfeld, Tel.: 03493 72698, Fax.: 03493 77887

Herr Dr. Ernst Plöger, Landesumweltamt, Auf dem Draap 25, D-40212 Düsseldorf, Tel.: 0211 1590 2260, Fax.: 0211 1590 2176

Herr Dr. Peter Schultze (Obmann), Witco GmbH, Ernst Schering Str. 14, D-59192 Bergkamen, Tel.: 02307 652623, Fax.: 02307 652292

Frau Angela Zellner, Bayrisches Landesamt für Wasserwirtschaft, Kaulbachstr. 37, D-80539 München, Tel.: 089 2180 2685, Fax.: 089 2800838

1. Anwendungsbereich

Angaben

- Erfasste Parameter
(ggf. Begründung für nichterfaßbare Parameter) *s. Kap. 1*
- Arbeitsbereich *s. Kap. 1*
 - geprüfte Matrices
(incl. Zusammensetzung, sofern bekannt)
 - geprüfter und kalibrierter Konzentrationsbereich
(ggf. Information über Nichtlinearität in einem Konzentrationsbereich) *Für den Ringversuch wurden für Trinkwasser und Oberflächenwasser 5, 20, 100, 500 und 1000 ng/L geprüft und kalibriert, für Abwasser 0.1, 1, 10 und 100 µg/L. Nichtlinearitäten wurden nicht berichtet, jedoch wurde der dynamische Arbeitsbereich der Detektoren verlassen. Aus diesem Grunde wurde der Arbeitsbereich in drei Unterbereiche aufgeteilt: 5 - 30 ng/L, 40 - 240 ng/L und 250 - 1000 ng/L.*
 - Selektivität / Spezifität *vgl. Anmerkung in Kap. 10.2*

- mögliche Erweiterungen des Verfahrens (z. B. Konzentration, Matrix)
Für diese Anwendungen gilt die Basisvalidierung nicht.

Erweiterungen nur, wenn adequat über das Gesamtverfahren kalibriert wird. Die Anwendung auf Semimente und Schlämme wird z. Z. geprüft, die Anwendung auf biologische Matrices ist wahrscheinlich möglich jedoch nicht trivial.

2. Störungen

- Störungen, die die Selektivität / Richtigkeit / Präzision des Verfahrens beeinflussen (z. B. Parameter, Matrix, Hinweise auf falsch positive/negative Befunde)

s. Kap. 6

Der FPD kann durch große Mengen schwefelhaltiger Verbindungen gestört sein. Diese Verbindungen sind in der Regel chromatographisch von den Zielverbindungen abzutrennen - falls dies nicht möglich ist, ist der Einsatz von pyrogenem Kupfer oder AgNO₃ zu empfehlen. Bei Wasserproben treten die Störungen in der Regel nicht auf.

3. Chemikalien / Geräte

- Blindwerte / Blindwertschwankungen
- Spezielle Reinigungsverfahren
- Haltbarkeit von Chemikalien, Lösungen, Standards
- Stabilität der Geräteparameter (z. B. Nullpunkt, Temperatur)
- häufig auftretende Kontaminationen/
Hinweise zur Vermeidung
- chromatographische Verfahren:
getestete Trennphasen
(auch im Test ungeeignete Trennbedingungen)
- Verfügbarkeit von Standardreferenzmaterialien
mit Herstellnachweis

Kap. 7, Kap. 6

Kap. 7, 1. Spiegelstrich

Bei sachgerechter Lagerung mind. 3 Monate, sofern nicht anderes angegeben

Wird nach Kap. 9.4.1 während der Messung geprüft.

Kap. 7

Kap. 9.4.2 / Anhang A

Witco GmbH, Bergkamen

4. Proben / Probenaufbereitung

- Hinweise zur Probennahme (sofern erforderlich) *Kap. 9.1*
- Probenstabilität / Probenkonservierung
(z. B. geeignete/ungeeignete Techniken),
Probenlagerung (sofern erforderlich) *Kap. 9.1, 1. Spiegelstrich*
- "clean up"
(z. B. getestete Anreicherungsmaterialien, Anreicherungs-
bedingungen, Extraktionsmittel, ggf. auch Hinweise auf
ungeeignete Vorgehensweisen) *Kap. 6 / Kap. 8.24.11-13
Kap. 9.3*

5. Kalibrierung

- Art der Kalibrierung
(z. B. Gesamtverfahren, Standardaddition, Verwendung
interner/externer Standards, Qualität der verwendeten
Standardlösungen) *Kap. 8.24.6, Kap. 11*
- verwendete Referenz- / Kontroll- / Kalibriersubstanzen *Kap. 8.24.3-4, Kap. 11*
- kalibrierter Konzentrationsbereich (Arbeitsbereich)
incl. Dokumentation der Kalibrierfunktion bzw. -daten
ggf. Kenngrößen nach DIN 38402 Teil 51 oder ISO 8466-2
5 - 30 ng/l, 40 - 240 ng/l, 250 - 1000 ng/l, (Kenngrößen müssen noch eingefügt werden)
- Präzision bei unterschiedlichen Konzentrationsniveaus *vgl. Tabellen 8 - 10*

6. Untersuchungen zur Richtigkeit

- verwendetes Referenzmaterial
- Blindwerte
- Abweichung vom Sollwert bei unterschiedlichen Konzentrationen

nicht verfügbar

können unterhalb der Nachweisgrenze gehalten werden

vgl. Tabellen 8 - 10

7. Untersuchungen zur Wiederfindung

- eingesetzte Matrices
(bei Additions- und Aufstockversuchen)
- Höhe und Schwankung der Wiederfindung

Trinkwasser, Oberflächenwasser, Abwasser (1 : 5 verd.) jeweils aufgestockt

vgl. Tabellen 8 - 10

8. Probleme bei der Probenuntersuchung / Testdurchführung

- Störungen
(z. B. "Memory"-Effekte, Peaküberlappungen)
- besondere Durchführungsschwierigkeiten
(z. B. besondere Testbedingungen wie Temperatur, Durchmischungs-techniken)

vgl. Kap. 6, Kap. 7

Peaküberlappungen können bei TPhT und TCyT auftreten, sind aber durch chromatographische Maßnahmen grundsätzlich vermeidbar.

Vgl. 9.2.2 bei Extraktion und Derivatisierung ist auf innige Phasendurchmischung zu achten.

9. Verfahrenskenndaten zur Kontrolle der Richtigkeit, Präzision, Robustheit (aus Ringversuchen)

- | | |
|--|---|
| - analysierte Parameter | <i>vgl. Kap. 15</i> |
| - verwendete Referenzmaterialien (z. B. Herkunft, Reinheit) | <i>Witco GmbH, Bergkamen; Reinheit > 98,5%</i> |
| - untersuchte Matrices (ggf. Aufstockung) | <i>Trinkwasser, Oberflächenwasser, Abwasser (1 : 5 verd.), jeweils aufgestockt
vgl. Kap. 15</i> |
| - untersuchte Konzentrationsniveaus (incl. Soll-Wert und mittlerer Ist-Wert) | <i>vgl. Kap. 15</i> |
| - Zahl der teilnehmenden Labors | <i>vgl. Kap. 15</i> |
| - Ausreißerquote | <i>vgl. Kap. 15</i> |
| - Wiederholvariationskoeffizient | <i>vgl. Kap. 15</i> |
| - Vergleichsvariationskoeffizient | <i>vgl. Kap. 15</i> |
| - Nachweis- und Bestimmungsgrenze (z. B. nach DIN 32645) | <u>müssen noch eingefügt werden</u> |
| - ggf. Vergleich mit Ergebnissen anderer Verfahren | <i>./.</i> |