

Validierungsdokument zu:

DIN 38409-56: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung- Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H) – Teil 56: Bestimmung von schwerflüchtigen lipophilen Stoffen nach Lösemittlextraktion und Gravimetrie (H 56)

1. Allgemeine Angaben zur Erarbeitung des Verfahrens

Bei der vorliegenden Norm handelt es sich um die Überarbeitung des Verfahrens DIN 38409-17, bei dem die schwerflüchtigen lipophilen Stoffe mithilfe eines FCKW extrahiert werden. Da für diese Lösungsmittel mittlerweile ein Verwendungsverbot im Laborbereich gilt, musste ein alternatives Verfahren erarbeitet werden.

1.1 Beginn und Ende der Bearbeitung

Februar 2002 bis Mai 2006

1.2 Mitglieder des ad-hoc Arbeitskreises

Fr. Blachnik, Stadt Duisburg
Fr. Hellmann, Solvay
Fr. Hennig, LINEG
Hr. Hoevermann, Wupperverband
Fr. Dr. Robecke, Stadtentwässerungsbetrieb Düsseldorf
Hr. Schöttler, Niersverband
Hr. Dr. Werner-Busse, Henkel KGaA (Obmann)

2 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von schwerflüchtigen, lipophilen Stoffen in Wasser mittels Gravimetrie nach Lösungsmittlextraktion fest.

Das Verfahren wird für die Überwachung von kommunalem Abwasser eingesetzt, vor allem um die Belastung mit Fetten und Ölen zu begrenzen, die u. a. zu Ablagerungen in den Kanälen und zu Schwimmschlamm-Bildung in den Kläranlagen führen können. Übliche Grenzwerte in den Kommunalvorschriften liegen im Bereich zwischen 100 mg/l und 400 mg/l. Entsprechend wurde ein Anwendungsbereich von 10 mg/l bis 500 mg/l angestrebt. Eine Ausweitung des Anwendungsbereiches unter 10 mg/l wurde aufgrund des Einsatzes eines gravimetrischen Verfahrens nicht für sinnvoll erachtet.

Intensiv diskutiert wurde die Vorgehensweise bei Proben mit hohen Gehalten oder aufschwimmenden Fettphasen. Grundsätzlich wird dieses Analysenparameter zur Überwachung von Abscheidern eingesetzt. Aufschwimmende Fettphasen lassen eindeutig erkennen, dass die Abscheider nicht einwandfrei arbeiten. Korrekte Probenentnahmen aus Probenahmegefäßen, die z. T. dreiphasige Systeme (wässrige Phase, Fettphase und evtl. schlammartige Zwischenschicht) oder/und an den Gefäßwänden anhaftende Fettschichten aufweisen, sind nur schwer möglich. Daher wurden Proben mit aufschwimmenden Fettphasen aus dem Anwendungsbereich ausgeschlossen.

Geprüfte Matrices waren Realproben von kommunal belasteten Kläranlagenzuläufen, Bäckereien, Schlachtereien, chemische Industrie, Tankstellen und weitere Realabwasser.

3 Grundlage des Verfahrens

Extraktion der Wasserprobe mit einem organischen Lösungsmittel. Nach Abdampfen des Lösungsmittels wird der Gehalt an schwerflüchtigen lipophilen Stoffen gravimetrisch bestimmt.

4 Störungen

Insbesondere oberflächenaktive Stoffe können durch Bildung von Emulsionen zu Minderbefunden führen. Andererseits werden nichtionische **Tenside mit einer Wiederfindung** von ca. 90 % miterfasst, obwohl sie nicht zum Scope des Verfahrens gehören. Anionische Tenside werden nicht erfasst. Auch Schwebstoffe stören.

Die Behandlung von Störungen wurde detailliert untersucht. Solche Emulsionen können durch Zugabe von Salzen gebrochen werden. Details sind unter 10. beschrieben.

Probe	Einwaage Std in 500 ml	Tensid-Zugabe in mg/500 ml	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Ausgabe in mg	% Wdfr	MgSO4	Na2SO4	Bemerkungen
BL		ohne	2*50 ml PE	X		48	48	96	10	21	0,8				
BL		Pril (100)	2*50 ml PE	X		40	30	70	45	21	1,7		20 g		schlechte Phasentrennung
BL		Pril (250)	2*50 ml PE	X		38	22	60	45	21	0,9		20 g		schlechte Phasentrennung
BL		Pril (500)	2*50 ml PE	X		38	31	69	45	21	1,6		20 g		schlechte Phasentrennung
BL		Texapon (62,5)	2*50 ml PE	X		40	35	75	45	21	-0,9		20 g		schlechte Phasentrennung
BL		Texapon (125)	2*50 ml PE	X		25	51	76	45	21	0,7		20 g		schlechte Phasentrennung
BL		Texapon (250)	2*50 ml PE	X		28	52	80	45	21	3,9		20 g		schlechte Phasentrennung
BL		ohne	2*50 ml PE	X		45	49	94	45	30	1,5		20 g		
BL	---	ohne	2*50 ml PE	X		43	47	90	15		0,7		---		gute Phasentrennung
BL	---	ohne	2*50 ml PE	X		44	46	90	15		0		---		gute Phasentrennung
BL	---	Texapon (100,3)	2*50 ml PE	X		22	34	56	15		0,9		---	20g	schlechte Phasentrennung
BL		Pril (100)	2*50 ml PE	X					30	22	3,9				
BL		Pril (250)	2*50 ml PE	X					30	22	3				
BI	0	0	2*50 ml PE		x	39	30	69	20	23	0,4		ca 30 g	n.B.	n.B.= nach Bedarf, g.T.
BI	0	0	2*50 ml PE		x	34	35	69	20	23	3,5		ca 30 g	n.B.	g.T. = Gute Trennung
BI	0	T100	2*50 ml PE		x	36	36	72	20	23	3,1		ca 30 g	n.B.	g.T
BI	0	T500	2*50 ml PE		x	28	32	60	20	23	129		ca 30 g	n.B.	offensichtlich NaSO4, S.T.
BI	0	T2500	2*50 ml PE		x	24	36	60	20	23	19,9		ca 30 g	n.B.	S.T.=Schlechte trennung

Probe	Einwaage Std in 500 ml	Tensid-Zugabe in mg/500 ml	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Auswaage in mg	% WdF	MgSO4	Na2SO4	Bemerkungen
BI 0	S500		2*50 ml PE		x	27	32	59	20	23	5,4		ca 30 g	n.B.	S.T.
BI 0	S2500		2*50 ml PE		x	21	23	44	20	23	12,8		ca 30 g	n.B.	S.T.
BL 0	Texapon (250)		2*50 ml PE	x		45	49	94	90				20g	20g	
BL 0	Pril (250)		2*50 ml PE	x		32,5	28	60,5	90				20g	20g	
C16-OH 122,7	ohne		2*50 ml PE	X		45	47		20	22	114,8	93,6%	---	---	
C16-OH 127,2	ohne		2*50 ml PE	X		44	47		20	22	115,5	90,8%	---	---	
C16-OH 253,8	ohne		2*50 ml PE	X		45	48		20	22	234,3	92,3%	---	---	
C16-OH 240,9	ohne		2*50 ml PE	X		43	48		20	22	227,8	94,6%	---	---	
Olivenöl 126,5	ohne		2*50 ml PE	X		43	48		20	22	117,8	93,1%	---	---	
Olivenöl 128,4	ohne		2*50 ml PE	X		43	48		20	22	122,7	95,6%	---	---	
Olivenöl 245,7	ohne		2*50 ml PE	X		43	48		20	22	233,8	95,2%	---	---	
Olivenöl 249,4	ohne		2*50 ml PE	X		47	46		20	22	240,2	96,3%	---	---	
Olivenöl 127,2	ohne		ohne								126,9	99,8%			nur Trockenschrank
Olivenöl 246,6	ohne		ohne								244,9	99,3%			nur Trockenschrank
Olivenöl 120	ohne		2*50 ml PE								122,7	102,3%			nur Einengen
Olivenöl 252,7	ohne		2*50 ml PE								261	103,3%			nur Einengen
Olivenöl 119,7	ohne		2*50 ml PE								119,4	99,7%			über hydroph. Filter + Einengen
Olivenöl 256,5	ohne		2*50 ml PE								250,5	97,7%			über hydroph. Filter + Einengen

Probe	Einwaage Std in 500 ml	Tensid-Zugabe in mg/500 ml	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Ausgabe in mg	% Wdf	MgSO4	Na2SO4	Bemerkungen
Olivenöl 124	ohne		2*50 ml PE					86			119	96,0%			hydroph. Filter + Na2SO4 + Einengen
Olivenöl 243,2	ohne		2*50 ml PE					86			231,2	95,1%			hydroph. Filter + Na2SO4 + Einengen
Std 184,7	ohne		2*50 ml PE	X		48	48	96	10	21	171	92,6%		---	
Std 136,1	Pril (100)		2*50 ml PE	X		40	42	82	45	21	123,6	90,8%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 137,1	Pril (250)		2*50 ml PE	X		36	33	69	45	21	110,6	80,7%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 138,9	Pril (500)		2*50 ml PE	X		38	35	73	45	21	133,4	96,0%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 132,0	Texapon (62.5)		2*50 ml PE	X		25	56	81	45	21	98,8	74,8%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 140,5	Texapon (125)		2*50 ml PE	X		32	37	69	45	21	105,8	75,3%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 137,9	Texapon (250)		2*50 ml PE	X		26	47	73	45	21	85,1	61,7%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 135,3	ohne		2*50 ml PE	X		47	47	94	45	30	119,5	88,3%	20 g	---	
Std 117,4	ohne		2*50 ml PE	X		46	48	94	45	30	104,3	88,8%	20 g	---	
Std 119,8	Pril (25)		2*50 ml PE	X		39	49	88	45-60	30	107,2	89,5%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 114,5	Pril (50)		2*50 ml PE	X		28	56	84	45-61	30	98	85,6%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 118,0	Pril (100)		2*50 ml PE	X		36	45	81	45-62	30	95,8	81,2%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 115,7	Texapon (25)		2*50 ml PE	X		38	51	89	45-63	30	98	84,7%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 112,8	Texapon (50)		2*50 ml PE	X		42	44	86	45-64	30	101,2	89,7%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 105,8	Texapon (100)		2*50 ml PE	X		22	41	63	45-65	30	69,2	65,4%	20 g	---	schlechte Phasentrennung
Std 256,7	ohne		2*50 ml PE	X		43	46	89	15		233	90,8%	---	---	gute Phasentrennung

Probe	Einwaage Std in 500 ml	Tensid-Zugabe in mg/500 ml	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Auswaage in mg	% Wdf	MgSO4	Na2SO4	Bemerkungen
Std	254,3	ohne	2*50 ml PE	X		43	46	89	15		230,1	90,5%	---	---	gute Phasentrennung
Std	171,4	Texapon (100)	2*50 ml PE	X		23	33	56	15		125,2	73,0%	---	20g	schlechte Phasentrennung
Std	171,9	Texapon (100,4)	2*50 ml PE	X		28	31	59	30		125,2	72,8%	---	20g	schlechte Phasentrennung
Std	171,6	Texapon (99,6)	2*50 ml PE	X		31	31	62	45		117,5	68,5%	---	20g	schlechte Phasentrennung
Std	129	ohne	2*50 ml PE	X					30	22	121	93,8%	---		
Std	135	ohne	2*50 ml PE	X					30	22	123	91,1%	---		
Std	258	ohne	2*50 ml PE	X					30	22	235	91,1%			
Std	252	ohne	2*50 ml PE	X					30	22	225	89,3%			
Std	250	Pril (100)	2*50 ml PE	X					30	22	233	93,2%	20g	10g	direkt in Flasche
Std	140	Pril (100)	2*50 ml PE	X					30	22	133	95,0%	20g	10g	direkt in Flasche
Std	249	Pril (110)	2*50 ml PE	X					30	22	213,5	85,7%	20g	10g	
Std	129	Pril (120)	2*50 ml PE	X					30	22	101,6	78,8%	20g	10g	
Std	204	Pril (250)	2*50 ml PE	X					30	22	173,8	85,2%	20g	10g	
Std	126	Texapon (107)	2*50 ml PE	X					30	22	84,7	67,2%	20g	20g	
Std	134	Texapon (106)	2*50 ml PE	X					30	22	101,1	75,4%	20g	20g	
Std	128	Texapon (252)	2*50 ml PE	X					30	22	85,7	67,0%	20g	20g	
Std	250,9	ohne	ohne								249,2	99,3%			nur Trockenschrank
Std	112,6	ohne	ohne								111,6	99,1%			nur Trockenschrank

Probe	Einwaage Std in 500 ml	Tensid-Zugabe in mg/500 ml	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Auswaage in mg	% Wdf	MgSO4	Na2SO4	Bemerkungen
Std	113,7	ohne	2*50 ml PE								112,7	99,1%			nur Einengen
Std	244,7	ohne	2*50 ml PE								242,8	99,2%			nur Einengen
Std	125,7	ohne	2*50 ml PE								123,1	97,9%			über hydroph. Filter + Einengen
Std	240,8	ohne	2*50 ml PE								234,2	97,3%			über hydroph. Filter + Einengen
Std	119,3	ohne	2*50 ml PE					88			109,8	92,0%			hydroph. Filter + Na2SO4 +Einengen
Std	248,9	ohne	2*50 ml PE					88			228,8	91,9%			hydroph. Filter + Na2SO4 +Einengen
Std	157	ohne	2*50 ml PE					89,1	30		141	89,8%			
Std	130	ohne	2*50 ml PE					90	45		114,3	87,9%			
Std	128	Texapon (250)	2*50 ml PE					104			79	61,7%	20g	20g	starke Schaumbildung
Std	130	Texapon (250)	2*50 ml PE					94,6			94,6	72,8%	20g	20g	starke Schaumbildung
Std	137	Pril (250)	2*50 ml PE					106			154,1	112,5%	20g	20g	starke Schaumbildung
Std	123	Pril (250)	2*50 ml PE					112			133,2	108,3%	20g	20g	starke Schaumbildung
Std	130,5	T100	2*50 ml PE		x	32	37	69	20	23	137	105,0%	ca 30 g	n.B.	g.T.
Std	130,5	T100	2*50 ml PE		x	35	35	70	20	23	132	101,1%	ca 30 g	n.B.	g.T.
Std	130,5	T100	2*50 ml PE		x	35	36	71	20	23	109,5	83,9%	ca 30 g	n.B.	g.T.
Std	130,5	T500	2*50 ml PE		x	31	30	61	20	23	110,5	84,7%	ca 30 g	n.B.	S.T.
Std	130,5	T500	2*50 ml PE		x	32	31	63	20	23	118,5	90,8%	ca 30 g	n.B.	S.T.
Std	130,5	T500	2*50 ml PE		x	33	28	61	20	23	127	97,3%	ca 30 g	n.B.	S.T.

Probe	Einwaage Std in 500 ml	Tensid-Zugabe in mg/500 ml	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Ausgabe in mg	% WdF	MgSO ₄	Na ₂ SO ₄	Bemerkungen
Std	130,5	T2500	2*50 ml PE		x	28	17	45	20	23	77	59,0%	ca 30 g	n.B.	S.T.
Std	130,5	T2500	2*50 ml PE		x	28	22	50	20	23	87	66,7%	ca 30 g	n.B.	S.T.
Std	130,5	T2500	2*50 ml PE		x	28	25	53	20	23	105,5	80,8%	ca 30 g	n.B.	S.T.
Std	130,5	S500	2*50 ml PE		x	24	33	57	20	23	99,2	76,0%	ca 30 g	n.B.	offensichtlich NaSO ₄ , S.T.
Std	130,5	S500	2*50 ml PE		x	22	25	47	20	23	147,5	113,0%	ca 30 g	n.B.	NaSO ₄ ? S.T.
Std	130,5	S500	2*50 ml PE		x	20	32	52	20	23	427	327,2%	ca 30 g	n.B.	offensichtlich NaSO ₄ S.T.
Std	130,5	S2500	2*50 ml PE		x	27	30	57	20	23	142	108,8%	ca 30 g	n.B.	S.T.
Std	130,5	S2500	2*50 ml PE		x	20	30	50	20	23	134	102,7%	ca 30 g	n.B.	offensichtlich NaSO ₄ , S.T.
Std	130,5	S2500	2*50 ml PE		x	22	29	51	20	23	109	83,5%	ca 30 g	n.B.	S.T.
Std	125	Texapon (250)	2*50 ml PE	x		48,5	47,5	96	90		122,1	97,7%	20g	20g	
Std	125	Texapon (250)	2*50 ml PE	x		48,5	48	96,5	90		128,7	103,0%	20g	20g	
Std	125	Pril (250)	2*50 ml PE	x		32	40	72	90		126,2	101,0%	20g	20g	
Std	125	Pril (250)	2*50 ml PE	x		33	46	79	90		119,5	95,6%	20g	20g	

5 Reagenzien

Mittels Prüfung des Blindwertes sind alle Reagenzien zu prüfen, ob sie geeignet sind.

Für das Extraktionsmittel wurde der Kohlenwasserstoff aus der H 53 übernommen, um im Laboralltag für ähnliche Verfahren die gleichen Reagenzien einsetzen zu können.

Die eingesetzten Salze Natriumsulfat und Magnesiumsulfat-Heptahydrat sollten nicht zu fein gemahlen eingesetzt werden, da dann die Filtriereigenschaften leiden.

Verschiedene **handelsübliche Öle** wurden als Standard getestet. Bei Olivenöl ist ein hoher Qualitätsstandard aufgrund des Lebensmitteleinsatzes gewährleistet. In **Vergleichsuntersuchungen** erwies er sich als am besten geeignet.

Labor	Probe	Einwaage Std in 500 ml	Zugabe dest. Wasser in ml	Extraktion	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion g...	Absetzzeit in Min./Extraktion	Auswaage in mg	% Wdf	MgSO4	Na2SO4	Be- merkungen	Na2SO4 in g	PE zum Waschen des Na2SO4 in ml	Na2SO4 in der Auswaage	Bemerkung
	Olivenöl	127,2	0 ohne						126,9	99,8%			nur Trockenschrank				
	Olivenöl	246,6	0 ohne						244,9	99,3%			nur Trockenschrank				
	Olivenöl	120	0 2*50 ml PE						122,7	102,3%			nur Einengen				
	Olivenöl	252,7	0 2*50 ml PE						261	103,3%			nur Einengen über hydroph. Filter + Einengen				
	Olivenöl	119,7	0 2*50 ml PE						119,4	99,7%			über hydroph. Filter + Einengen				
	Olivenöl	256,5	0 2*50 ml PE						250,5	97,7%			über hydroph. Filter + Einengen				
	Olivenöl	124	0 2*50 ml PE						119	96,0%			über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen				
	Olivenöl	243,2	0 2*50 ml PE						231,2	95,1%			über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen				
	Olivenöl	126,5	500 2*50 ml PE		43	48	91	20	117,8	93,1%							
	Olivenöl	128,4	500 2*50 ml PE		43	48	91	20	122,7	95,6%							
	Olivenöl	245,7	500 2*50 ml PE		43	48	91	20	233,8	95,2%							
	Olivenöl	249,4	500 2*50 ml PE		47	46	93	20	240,2	96,3%							
	Olivenöl	137,2	0 ohne						137,2	100,0%			nur Trockenschrank	0	0 Nein		
	Olivenöl	128,8	0 ohne						128,9	100,1%			nur Trockenschrank	0	0 Nein		
	Olivenöl	163,4	0 2*50 ml PE						165,5	101,3%			nur Einengen	0	0 Nein		
	Olivenöl	125,1	0 2*50 ml PE						126,7	101,3%			nur Einengen über hydroph. Filter + Einengen	0	0 Nein		
	Olivenöl	128,4	0 2*50 ml PE						126,7	98,7%			über hydroph. Filter + Einengen	0 3*10ml	Nein		
	Olivenöl	132,7	0 2*50 ml PE						136,2	102,6%			über hydroph. Filter mit Einengen	0 3*10ml	Nein		
	Olivenöl	127,1	0 2*50 ml PE						120,6	95,0%			über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10 3*10ml	Nein		
	Olivenöl	129,6	0 2*50 ml PE						121,5	93,7%			über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10 3*10ml	Nein		
	Olivenöl	167,9	500 2*50 ml PE		46,5	47,5	94	20	163	97,1%			über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10 3*10ml	Nein		

Labor	Probe	Einwaage Std in 500 ml	Zugabe dest. Wasser in ml	Extraktion	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ge...	Absetzzeit in Min./Extraktion	Auswaage in mg	% Wdf	MgSO4	Na2SO4	Bemerkungen	Na2SO4 in g	PE zum Waschen des Na2SO4 in ml	Na2SO4 in der Auswaage	Bemerkung
	Olivenöl	136,6	500	2*50 ml PE	46,5	46,5	93	20	132,8	97,2%			Über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10,3*10ml	Nein	Nein	
	Rapsöl	132,5	0	ohne					132,8	100,2%			nur Trockenschrank	0	0	Nein	
	Rapsöl	135,7	0	ohne					135,9	100,1%			nur Trockenschrank	0	0	Nein	
	Rapsöl	181,1	0	2*50 ml PE					182,6	100,8%			nur Einengen	0	0	Nein	
	Rapsöl	119,9	0	2*50 ml PE					120,2	100,3%			nur Einengen	0	0	Nein	
	Rapsöl	124,1	0	2*50 ml PE					123,3	99,4%			Über hydroph. Filter + Einengen	0,3*10ml	Nein		
	Rapsöl	133,9	0	2*50 ml PE					133,1	99,4%			Über hydroph. Filter + Einengen	0,3*10ml	Nein		
	Rapsöl	122,5	0	2*50 ml PE					123,8	101,1%			Über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10,3*10ml	Nein		
	Rapsöl	121,9	0	2*50 ml PE					118,9	97,5%			Über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10,3*10ml	Nein		
	Rapsöl	136,6	500	2*50 ml PE	46,5	47,5	94	20	131,4	96,2%			Über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10,3*10ml	Nein		
	Rapsöl	156,4	500	2*50 ml PE	47	47	94	20	147,6	94,4%			Über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10,3*10ml	Nein		
	Weizenkeimöl	131,6	0	ohne					131,8	100,2%			nur Trockenschrank	0	0	Nein	
	Weizenkeimöl	135,1	0	ohne					135,1	100,0%			nur Trockenschrank	0	0	Nein	
	Weizenkeimöl	129,8	0	2*50 ml PE					131,1	101,0%			nur Einengen	0	0	Nein	
	Weizenkeimöl	129,3	0	2*50 ml PE					130,8	101,2%			nur Einengen	0	0	Nein	
	Weizenkeimöl	129,1	0	2*50 ml PE					128,5	99,5%			Über hydroph. Filter + Einengen	0,3*10ml	Nein		
	Weizenkeimöl	128,0	0	2*50 ml PE					126,4	98,7%			Über hydroph. Filter + Einengen	0,3*10ml	Nein		
	Weizenkeimöl	126,6	0	2*50 ml PE					127,6	100,8%			Über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10,3*10ml	Nein		
	Weizenkeimöl	126,6	0	2*50 ml PE					125,7	99,3%			Über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10,3*10ml	Nein		
	Weizenkeimöl	133,9	500	2*50 ml PE	46	47	93	20	131,8	98,4%			Über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10,3*10ml	Nein		
	Weizenkeimöl	139,9	500	2*50 ml PE	47	48	95	20	135,4	96,8%			Über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen	10,3*10ml	Nein		

Labor	Probe	Einwaage Std in 500 ml	Zugabe dest. Wasser in ml	Extraktion	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion g.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Auswaage in mg	% Wdf	MgSO4	Na2SO4	Be- merkungen	Na2SO4 in g	PE zum Waschen des Na2SO4 in ml	Na2SO4 in der Auswaage	Bemerkung
	Sonnen blumenöl	202,5	0 ohne						201,7	99,6%			nur Trockenschrank	0	0 Nein		
	Sonnen blumenöl	166,6	0 ohne						166,3	99,8%			nur Trockenschrank	0	0 Nein		
	Sonnen blumenöl	121,0	0 ohne						120,3	99,4%			nur Trockenschrank	0	0 Nein		
	Sonnen blumenöl	126,3	0 ohne						125,6	99,4%			nur Trockenschrank	0	0 Nein		
	Sonnen blumenöl	141,4	0 2*50 ml PE						142,6	100,8%			Einengen und Trockenschrank	0	0 Nein		
	Sonnen blumenöl	184,6	0 2*50 ml PE						186	100,8%			Einengen und Trockenschrank	0	0 Nein		
	Sonnen blumenöl	165,6	0 2*50 ml PE						166,8	100,7%			Einengen und Trockenschrank	0	0 Nein		
	Sonnen blumenöl	159,5	0 2*50 ml PE						160,5	100,6%			Einengen und Trockenschrank	0	0 Nein		
	Sonnen blumenöl	167,5	0 2*50 ml PE						164,2	98,0%			Filteren, Einengen und Trockenschrank	0	25 Nein		S&S
	Sonnen blumenöl	192,0	0 2*50 ml PE						185,9	96,8%			Filteren, Einengen und Trockenschrank	0	25 Nein		
	Sonnen blumenöl	172,2	0 2*50 ml PE						170,3	98,9%			Filteren, Einengen und Trockenschrank	0	25 Nein		
	Sonnen blumenöl	193,6	0 2*50 ml PE						189,1	97,7%			Filteren, Einengen und Trockenschrank	0	25 Nein		
	Sonnen blumenöl	158,7	0 2*50 ml PE						153,2	96,5%			Filteren (Na2SO4), Einengen und Trockenschrank	10	25 Nein		
	Sonnen blumenöl	181,1	0 2*50 ml PE						173,7	95,9%			Filteren (Na2SO4), Einengen und Trockenschrank	10	25 Nein		
	Sonnen blumenöl	166,0	0 2*50 ml PE						159,7	96,2%			Filteren (Na2SO4), Einengen und Trockenschrank	10	25 Nein		
	Sonnen blumenöl	192,3	0 2*50 ml PE						183,6	95,5%			Filteren (Na2SO4), Einengen und Trockenschrank	10	25 Nein		
	Sonnen blumenöl	135,8	500 2*50 ml PE		44	45	89	30	123,2	90,7%				10	25 Nein		
	Sonnen blumenöl	148,9	500 2*50 ml PE		44	44	88	30	136,1	91,4%				10	25 Nein		

Labor	Probe	Einwaage Std in 500 ml	Zugabe dest. Wasser in ml	Extraktion	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion g...	Absetzzeit in Min./Extraktion	Auswaage in mg	% Wdf	MgSO4	Na2SO4	Bemerkungen	Na2SO4 in g	PE zum Waschen des Na2SO4 in ml	Na2SO4 in der Auswaage	Bemerkung
	Sonnenblumenöl	140,6	500	2*50 ml PE	44	45	89	30	130,6	92,9%				10	25 Nein		
	Sonnenblumenöl	137,2	500	2*50 ml PE	45	44	89	30	125,8	91,7%				10	25 Nein		
	Sonnenbl. ö	134,8		ohne					134,2	99,6%			nur Trockenschrank				
	1	128,1		ohne					126,5	98,8%			nur Trockenschrank				
	2	131,9		100 ml PE					130,1	98,6%			Einengen + TSCH				
	2	135,9		100 ml PE					133,3	98,1%			Einengen + Tsch Filter: Schliecher & Schöll 595 1/2				
	3	149,8		100 ml PE					152	101,5%			Filter: Schliecher & Schöll 595 1/2				
	3	142,0		100 ml PE					144,2	101,5%			Filter wie 3 Na2SO4: 15 g				
	4	155,5		100 ml PE					158	101,6%			Filter wie 3 Na2SO4: 15 g				
	4	127,6		100 ml PE					133,4	104,6%			Filter wie 3 Na2SO4: 15 g				
	5	130,2		500	2*50 ml PE	45,5	47	93	124	95,2%	0	0		20	0		
	5	145,6		500	2*50 ml PE	47	49	96	138,6	95,2%	0	0		20	0		
	Distelöl	131,0							131,4	100,3%			nur Trockenschrank				
	Distelöl	128,8							130,2	101,1%			nur Trockenschrank				
	Distelöl	129,3		1*100ml PE					131	101,3%			nur Einengen				
	Distelöl	135,9		1*100ml PE					137,8	101,4%			nur Einengen über hydroph. Filter + Einengen				
	Distelöl	123,3		1*100ml PE					124	100,6%			über hydroph. Filter + Einengen				
	Distelöl	133,3		1*100ml PE					134	100,5%			über hydroph. Filter + Einengen				
	Distelöl	130,0		500	2*50 ml PE	46	48	94	125,4	96,5%			über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen				
	Distelöl	140,0		500	2*50 ml PE	47	48	95	133,1	95,1%			über hydroph. Filter mit Na2SO4 + Einengen				

Labor	Probe	Einwaage Std in 500 ml	Zugabe dest. Wasser in ml	Extraktion	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion gl.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Auswaage in mg	% Wdf	MgSO ₄	Na ₂ SO ₄	Be- merkungen	Na ₂ SO ₄ in g	PE zum Waschen des Na ₂ SO ₄ in ml	Na ₂ SO ₄ in der Auswaage	Bemerkung
	Distelöl	133,5	500 2*50 ml PE		45	47	92	20	125,5	94,0%			über hydroph. Filter mit Na ₂ SO ₄ + Einengen				
	Distelöl	126,8	500 2*50 ml PE		45	47	92	20	119,3	94,1%			über hydroph. Filter mit Na ₂ SO ₄ + Einengen				
	Sonnenöl	126,7							129,5	102,2%			nur Trockenschrank				
	Sonnenöl	123,3							125,8	102,0%			nur Trockenschrank				
	Sonnenöl	122,1							124,9	102,3%			nur Einengen				
	Sonnenöl	132,2							135,3	102,3%			nur Einengen				
	Sonnenöl	123,9							124,6	100,6%			über hydroph. Filter + Einengen				
	Sonnenöl	134,0							134,2	100,1%			über hydroph. Filter + Einengen				
	Sonnenöl	120,0							116	96,7%			über hydroph. Filter mit Na ₂ SO ₄ + Einengen				
	Sonnenöl	130,0							124,8	96,0%			über hydroph. Filter mit Na ₂ SO ₄ + Einengen				
	Sonnenöl	143,2							136,5	95,3%			über hydroph. Filter mit Na ₂ SO ₄ + Einengen				
	Sonnenöl	124,5							118,4	95,1%			über hydroph. Filter mit Na ₂ SO ₄ + Einengen				
	Mohröl									100,0%			15min Trockenschrank				
	Sonnenblumenöl	269,3							269	99,9%			Einengen und Trockenschrank				
	Ölkeröl	126,8							125,9	99,3%			Einengen und Trockenschrank				
	Weizenkeimöl	128,1							127,4	99,5%			Einengen und Trockenschrank				
	Pistazienöl	132,8							129,9	97,8%			Einengen und Trockenschrank				
	Kürbiskernöl 1	129,9							128,2	98,7%			Einengen und Trockenschrank				
	Kürbiskernöl 2	129,7							127,6	98,4%			Einengen und Trockenschrank				
	Mohröl	130,9							127,4	97,3%			Einengen und Trockenschrank				
	Pistazienöl	125,6							126,8	101,0%			Gesamtverfahren ohne Na ₂ SO ₄				

Labor	Probe	Einwaage Std in 500 ml	Zugabe dest. Wasser in ml	Extraktion	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ge.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Auswaage in mg	% Wdf	MgSO4	Na2SO4	Bemerkungen	Na2SO4 in g	PE zum Waschen des Na2SO4 in ml	Na2SO4 in der Auswaage	Bemerkung
	Kürbiskernöl	129,0	500	2*50ml PE			88,2	15	130,1	100,9%			Gesamtverfahren ohne Na2SO4				
	Mohnöl	148,0	500	2*50ml PE			87	15	150	101,0%			Gesamtverfahren ohne Na2SO4				
	Pistazienöl	127,8	500	2*50ml PE			88,2	15	128,7	100,7%		ja	Gesamtverfahren mit Na2SO4	7,5	15	nein	
	Kürbiskernöl	127,0	500	2*50ml PE			91,8	15	126,6	99,7%		ja	Gesamtverfahren mit Na2SO4	7,5	15	nein	
	Mohnöl	137,4	500	2*50ml PE			91,9	15	134,8	98,1%		ja	Gesamtverfahren mit Na2SO4	7,5	15	nein	
	Olivenöl	133,6	400	2*50 ml PE	46,5	47	94	15	141,6	106,0%		20					
	Sonnenblumen	131,4	400	2*50 ml PE	46,5	47,5	94	15	150,8	114,8%		20					
	Sonnenblumen	124,5	400	2*50 ml PE	47	47,5	95	15	138,9	111,6%		20					
	Sonnenblumen	129,3	400	2*50 ml PE	46	48	94	15	130,3	100,8%		20					
	Sonnenblumen	124,5	400	2*50 ml PE	47	47,5	95	15	138,9	111,6%		20					
	Distelöl	127,2	400	2*50 ml PE	46	46	92	15	134,2	105,5%		20					
	Maiskeimöl	125,7	400	2*50 ml PE	47,5	48,5	96	15	172,2	137,0%		20					
	Maiskeimöl	114,2	400	2*50 ml PE	46	47	93	15	110	96,3%		20					

6 Geräte

Da es sich bei diesem Verfahren um ein Konventionsverfahren handelt, wurden in vergleichenden Untersuchungen die Einflüsse der verwendeten Geräte auf die Ergebnisse untersucht.

6.1 Homogenisiereinrichtung, z.B. Ultra-Turrax

Hier wurde ein Markenname eingefügt, um dem Anwender der Norm zu verdeutlichen, dass für die Probenteilung großer Wert auf eine gute Homogenisierung zu legen ist. Das genannte Gerät erfüllte die Anforderungen in vergleichenden Untersuchungen.

6.2 Schüttler oder Magnetrührgerät

Wenn die in der Norm unter 10.3 Extraktion genannten Bedingungen eines Rührkegels bis zum Boden bei Magnetrührern erfüllt werden, ist eine gute Vermischung gewährleistet. Alternativ können Schüttelgeräte eingesetzt werden. Mit der Angabe einer erforderlichen Extraktionszeit von 15 min wird eine gute Extraktionsausbeute erreicht.

6.3. Scheidetrichter

Neben Scheidetrichtern werden auch andere Geräte, z.B. Mikroseparatoren zugelassen.

6.4 Glastrichter mit hydrophobem Filter

Die Angabe eines Filtertyps ist erforderlich.

6.5 Geeignete Konzentriereinrichtung

Mit der Formulierung „z.B. Rotationsverdampfer“ werden dem Anwender alternative Verfahren zur Konzentrierung ermöglicht.

6.6 Analysenwaage

Eine Angabe der erforderlichen Fehlergrenze von 0,1 mg wird vorgenommen.

7 Probenahme

Die Probenahmeflaschen sollen nur bis zu etwa 80 % des Füllvolumens gefüllt werden, um für Homogenisierungsschritte Volumen bereitzustellen.

Die Zugabe von Mineralsäure ist erforderlich, um Verkeimung und mikrobiellen Abbau zu verhindern. Dazu dient auch die Vorschrift, die Proben gekühlt aufzubewahren und innerhalb von 7 Tagen zu analysieren.

8 Durchführung

8.1 Arbeitssicherheit

Bei diesem Verfahren wird mit entzündlichen organischen Lösungsmitteln im Labor umgegangen. Die einschlägigen Unfallverhütungsvorschriften der Berufsgenossenschaften sind zu beachten.

8.2 Blindwertuntersuchung

Dieses Verfahren bedarf als Konventionsverfahren einer gewissen handwerklichen Geübtheit.

Um diese sicherzustellen, wurde der erforderliche Blindwert mit 3 mg/ festgelegt. Die Bestimmungsgrenze wurde aus Erfahrungswerten mit 10 mg/l festgelegt.

8.3 Prüfung der Wiederfindung

Die Bandbreite für die Wiederfindung des Standards wird zwischen 90 % und 105 % vorgegeben.

Speiseöl ist direkt in Wasser schwer löslich. Daher wird vorgeschrieben, den Standard in Aceton zunächst vorzulösen.

8.4 Extraktion

8.4.1 Homogenisierung

Als Verfahrensalternative zur Homogenisierung und Probenteilung wurde die vollständige Aufarbeitung der Wasserprobe aus der ursprünglichen Probenahmeflasche diskutiert. Das letztgenannte Verfahren weist den Vorteil auf, dass Fehler aufgrund unzureichender Homogenisierung sicher vermieden werden. Allerdings ist es wegen des begrenzten oberen Anwendungsbereiches des Verfahrens möglich, dass hochbelastete Proben unverdünnt nicht richtig analysiert werden können. Im Routinebetrieb des Personals zur Probenahme ist eine wiederholte Beprobung aufgrund nicht erfolgter Analyse nicht realistisch. Es werden daher mögliche Fehler aufgrund unzureichender Homogenisierung in Kauf genommen, um die wiederholte Bearbeitung einer Wasserprobe in verschiedenen Verdünnungen zu ermöglichen.

8.4.2 Verdünnung

Vergleichsversuche zeigten auf, dass das Verfahren reproduzierbarere Ergebnisse liefert, wenn einheitlich von einem zu extrahierenden Volumen von etwa 500 ml ausgegangen wird. Daher wird gefordert, kleinere Volumina mit Wasser auf etwa 500 ml aufzufüllen.

8.4.3 Extraktionsvorgang

Etwa 50 ml des Extraktionsmittels werden der Probe zugefügt und nach Druckausgleich mittels Schüttler oder Rührer intensiv durchmischt. Bei Magnetrührern hat sich die Angabe „unter Ausbildung eines Rührkegels bis zum Boden des Gefäßes rühren“ als erforderlich erwiesen, da ansonsten unzureichende Extraktionsausbeuten erzielt wurden.

8.4.4 Absetzzeit

Eine Wartezeit von 20 min ist hinreichend.

8.4.5 Brechen von Emulsionen

Häufig sind bei Realproben stabile Emulsionen zu beobachten, z. B. bei Abwässern von Fleischereien, Bäckereien oder anderen Betrieben, die Lebensmittel verarbeiten. Die Zugabe der Salze Magnesiumsulfat-Heptahydrat oder Natriumsulfat wies in vergleichenden Untersuchungen die besten Erfolge zum Brechen der Emulsionen auf. Die Formulierung „kann“ erlaubt es, ohne Zugabe von Salzen zu arbeiten, wenn keine Emulsionen vermutet werden. Teilweise wurden bei Realproben völlig klare Phasen festgestellt und keine Emulsionen vermutet, die aber aufgrund enthaltener Tenside dennoch vorhanden waren. Daraus folgende Minderbefunden werden vermieden mit der Forderung, dass mindestens 75 % des eingesetzten Extraktionsmittels wiedergefunden werden müssen.

Ebenfalls wurde der Einsatz von NaCl überprüft. Die in der Norm vorgeschlagenen Salze sind aufgrund der höheren Ionenstärke besser geeignet. Der Einsatz von Ultraschallgeräten zur Emulsionsbrechung war nur teilweise erfolgreich.

Alternativ wurde z. B. der Einsatz von Zentrifugen vorgeschlagen. Aufgrund der Gefährdung durch entzündliche Lösungsmittel wurde darauf verzichtet, die Verfahren in der Norm zu nennen.

8.4.6 Wiederholung des Extraktionsvorganges

Trotz des erheblichen Aufwandes zeigten Vergleichsmessungen, dass auf eine wiederholte Extraktion nicht verzichtet werden kann, da Minderbefunde von bis zu 25 % auftreten.

Vergleich H 17 und H 56

H17 mod. 1X 100 ml PE Verlust PE [ml]	H17 mod. 1X 100 ml PE ohne Volkorr. [mg/l]	H17 mod. 1X 100 ml PE mit Volkorr. [mg/l]	H56 2X 50 ml PE 1. Extraktion [mg/l]	H56 2X 50 ml PE 2. Extraktion [mg/l]	H56 2X 50 ml PE gesamt [mg/l]	Differenz H17m zu H56 [%]
1	32	113	77,0	31,0	108	139
2	24	161	151,8	15,0	167	120
3	25	122	108,6	25,4	134	114
4	30	116	105,4	20,0	125	120
5	37	116	100,0	46,4	146	108
6	29	123	112,8	30,0	143	111
7	39	77	65,4	27,6	93	115
8	30	119	108,2	31,8	140	110
9	32	120	107,6	20,2	128	124
10	25	159	149,2	18,2	167	119
11	30	117	106,0	22,0	128	118
12	35	169	148,4	57,4	206	111
13	24	188	177,2	28,6	206	113
14	25	143	134,6	25,0	160	112
15	30	117	106,2	24,8	131	116
Mittel:	29,8	131	117,2	28,2	145	117

Eine Wiederholung der Extraktion z. B. mit Ethanol führte zu mehrphasigen Systemen und zu Problemen bei der Trocknung der Extrakte hinsichtlich Gewichtskonstanz.

8.4.7 Volumenprüfung

Minderbefunde werden u. a. durch Einschluss von Extraktionsmittel in die Wasserphase verursacht. Dem kann entgegengewirkt werden durch die Forderung, dass mindestens 75 % des eingesetzten Extraktionsmittels wiedergefunden werden müssen. Falls diese Forderung nicht erfüllt wird, ist die gesamte Extraktion mit einem kleineren Probevolumen zu wiederholen. Auch die Geübtheit des Labormitarbeiters kann auf diese Weise überprüft werden.

8.4.8 Trocknung

Die Trocknung des Extraktes mit etwa 10 g wasserfreiem Natriumsulfat ist hinreichend.

8.4.9 Nachspülen

Filter, Trichter und Gefäß sind mehrfach mit Extraktionsmittel zu spülen, um keine Minderbefunde zu erhalten.

9 Konzentrierungsschritt

Gelegentlich werden auch für die ersten Trocknungsschritte Trockenschränke eingesetzt. Die dafür notwendigen ex-geschützten Trockenschränke sind sehr aufwendig. Nicht ex-geschützte Trockenschränke werden über die Warnung im Vorwort, dass angemessene Sicherheitsmassnahmen zu treffen sind, ausgeschlossen.

Dem Labor werden Freiheiten in der Auswahl der Konzentrierungsgeräte eingeräumt. Es ist bis auf etwa 2 ml einzuengen. Anschließend wird mit Stickstoff restliches Lösungsmittel entfernt und im Trockenschrank bei 80° etwa 15 min nachgetrocknet. Es wird keine Gewichtskonstanz gefordert.

Die Forderung, dass kein kristallines Natriumsulfat sichtbar sein darf, soll Mehrbefunde aufgrund Passage dieser Substanz durch das Filter vermeiden.

10 Berechnung

Den Gehalt an schwerflüchtigen lipophilen Stoffen nach folgender Gleichung (1) berechnen:

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad (1)$$

Dabei ist

ρ die Massenkonzentration an schwerflüchtigen lipophilen Stoffen in Milligramm je Liter (mg/l);

m_1 die Masse des leeren Kolbens in Milligramm (mg);

m_2 die Masse des Kolbens mit Inhalt in Milligramm (mg);

V das Volumen der Wasserprobe in Liter (l).

11 Vergleichbarkeit mit dem vorher anzuwendenden Verfahren DEV H 17

In vergleichenden Untersuchungen werden mit dem Verfahren H17 andere Gehalte an lipophilen Stoffen nachgewiesen. Mehrere Ursachen tragen dazu bei:

- niedrigere Kohlenwasserstoffe erfassen weniger Tenside als FCKW
- zwei Extraktionen bei H56 führen zu erhöhten Wiederfindungen
- H17 nimmt eine Volumenkorrektur für Extraktionsmittelverluste vor. Dabei wird (fälschlicherweise) davon ausgegangen, dass verlorenes Extraktionsmittel gleiche Mengen von lipophilen Stoffen austrägt. Es erfolgt ein Mehrbefund.
- H56 kompensiert Fehler durch verbleibende Mengen am Filter/Gefäß durch Spülen der Apparatur.

12 Ringversuche

12.1 Ringversuch AQS-Ruhrgebiet West

Im Dezember 2002 wurde ein Validierungsringversuch mit den Mitgliedern des AQS-Arbeitskreises Ruhrgebiet West durchgeführt. Nach dem Rücklauf der ersten Ergebnisse von Standards und Übungsmustern konnten wir eine eindeutige Diskrepanz zwischen den Labors aus dem ad-hoc Kreis „H56“ und den für den Ringversuch neu hinzugewonnenen Teilnehmern feststellen. Nach intensiver Diskussion und Telefonaten mit den beteiligten Labors kamen wir zu der Feststellung, dass die für die Durchführung der Analysen notwendige Übung teilweise noch nicht erreicht wurde.

12.2 Validierungsringversuch zum Blaudruck

Der Validierungsringversuch hat im Frühjahr 2007 stattgefunden. Folgende Ergebnisse wurden erzielt:

Labor	Probe	Einwaage in ml (Std in mg)	ml gesamtes Volumen	Bearbeitungstag	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	Geschwindigkeit Mot/min	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Auswaage in mg	Ergebnis in mg/l (Standard % WdF)	Trennhilfsmittel 1 (MgSO4)	Trennhilfsmittel 2 (Na2SO4)	Bemerkungen
Beispiel	Abwasser	200	500	6.12.02	2*50 ml PE	X		schnell	48	48	96	20	21	47,2	236	20 g	0 g	schlechte Phasentrennung
1	Blindwert		500	14.5.07	2*50 ml n-H ₄	X		schnell	50	49	99	20	23	0,5	1,0	0 g	0 g	sehr gute Phasentrennung
1	Blindwert		500	14.5.07	2*50 ml Petr	X		schnell	47	47	94	20	23	0,4	0,8	0 g	0 g	sehr gute Phasentrennung
2	Blindwert		500	10.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	45	46	91		24	0	0,0	0	0	sehr gute Phasentrennung
2	Blindwert		500	10.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	45	46	91		24	0	0,0	0	0	sehr gute Phasentrennung
3	Blindwert		500	18.5.7			x	750/min	50	50	100	20	22	0	0,0	0	20	
3	Blindwert		500	18.5.7			x	750/min	50	50	100	20	22	0,3	0,6	0	20	
4	Blindwert		500	08.05.07	2*50 ml PE		x	schnell	45	45	90	20	23,5	0,9	1,8	-	-	
4	Blindwert		500	09.05.07	2*50 ml PE		x	schnell	44	45	89	20	23	1,3	2,6	-	-	
5	Blindwert		500	09.05.07	2*50 ml PE		X	schnell				20	24	0,2	0,4			
5	Blindwert		500	09.05.07	2*50 ml PE		X	schnell				20	24	1,2	2,4			
6	Blindwert	500	500	08.05.2007	2*50 ml PE		X	schnell	48	48	96	20	23	2,3	4,6	0	0	
6	Blindwert	500	500	08.05.2007	2*50 ml PE		X	schnell	48	47	95	20	23	1,2	2,4	0	0	
7	Blindwert	500	500	7.05.07	2*50 ml PE	X		280	48	48	96	20	20,5	0,7	1,4	0 g	0 g	
7	Blindwert	500	500	7.05.07	2*50 ml PE	X		280	48	48	96	20	20,5	0,6	1,2	0 g	0 g	
8	Blindwert	500	500	10.05.07	2*50	x		schnell	47,0	47,5	94,5	20	18	1,1	2,2	0g	0g	gute Phasentrennung
8	Blindwert	500	500	10.05.07	2*50	x		schnell	47,5	48,5	96,0	20	18	0,7	1,4	0g	0g	gute Phasentrennung
9	Blindwert		500	07.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	44	46	90	20	22	0,6	1,2	/	/	sehr gute Phasentrennung

Labor	Probe	Einwaage in ml (Std in mg)	ml gesamtes Volumen	Bearbeitungstag	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	Geschwindigkeit Mot/min	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Ausgabe in mg	Ergebnis in mg/l (Standard % WdN)	Trennhilfsmittel 1 (MgSO4)	Trennhilfsmittel 2 (Na2SO4)	Bemerkungen
	Abwasser	200	500	6.12.02	2*50 ml PE	X		schnell	48	48	96	20	21	47,2	236	20 g	0 g	schlechte Phasentrennung
1	Standard	100,2	500	14.5.07	2*50 ml n-Hex	X		schnell	50	49	99	20	23	94,1	93,91%	0 g	0 g	sehr gute Phasentrennung
1	Standard	100,2	500	14.5.07	2*50 ml Petr	X		schnell	47	47	94	20	23	91,3	91,12%	0 g	0 g	sehr gute Phasentrennung
2	Standard	166,8	500	11.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	47	47	94		23	158	94,72%	0	0	sehr gute Phasentrennung
2	Standard	166,8	500	11.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	47	47	94		23	162	97,12%	0	0	sehr gute Phasentrennung
3	Standard	100	500	18.5.7			X	750/min	48	50	98	20	22	96,6	96,60%	0	20	
3	Standard	100	500	18.5.7			X	750/min	50	50	100	20	22	96,9	96,90%	0	20	
4	Standard	120,9	500	08.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	44	44	88	20	23,5	117	96,44%	-	-	
4	Standard	118,4	500	09.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	44	44	88	20	23	121	101,77%	10 g	-	
5	Standard	105,8	500	09.05.07	2*50 ml PE		X	schnell				20	24	105	98,87%			
5	Standard	100,8	500	09.05.07	2*50 ml PE		X	schnell				20	24	98,1	97,32%			
6	Standard	100	500	08.05.2007	2*50 ml PE		X	schnell	48	47	95	20	23	100	100,00%	0	0	
6	Standard	100	500	08.05.2007	2*50 ml PE		X	schnell	48	48	96	20	23	101	101,00%	0	0	
7	Standard	112	500	7.05.07	2*50 ml PE	X		280	46	47	93	20	20,5	109	97,14%	0 g	0 g	
7	Standard	109	500	7.05.07	2*50 ml PE	X		280	47	47	94	20	20,5	108	99,08%	0 g	0 g	
8	Standard	100	500	10.05.07	2*50		X	schnell	47,5	47,5	95,0	20	18	92,3	92,30%	0g	0g	gute Phasentrennung
8	Standard	100	500	10.05.07	2*50		X	schnell	47,5	47,0	94,5	20	18	94,1	94,10%	0g	0g	gute Phasentrennung
9	Standard	50,35	500	08.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	44	46	90	20	22	48,8	96,92%	/	/	sehr gute Phasentrennung
9	Standard	100,7	500	08.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	44	46	90	20	22	98,1	97,42%	/	/	sehr gute Phasentrennung
9	Standard	100,7	500	08.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	44	46	90	20	22	97,5	96,82%	/	/	sehr gute Phasentrennung

Labor	Probe	Einwaage in ml (Std in mg)	ml gesamtes Volumen	Bearbeitungstag	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	Geschwindigkeit Mot/min	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Ausgabe in mg	Ergebnis in mg/l (Standard % Wtd)	Trennhilfsmittel 1 (MgSO4)	Trennhilfsmittel 2 (Na2SO4)	Bemerkungen
Beispiel	Abwasser	200	500	6.12.02	2*50 ml PE	X		schnell	48	48	96	20	21	47,2	236	20 g	0 g	schlechte Phasentrennung
1	Proben-Flasche Nr. 33		516,000	14.5.07	2*50 ml n-Hl	X		schnell	48	48	96	20	23	27,9	54,1	0 g	0 g	sehr gute Phasentrennung
1	Proben-Flasche Nr. 34		496,000	14.5.07	2*50 ml Petr	X		schnell	42	43	85	20	23	22,6	45,6	0 g	0 g	sehr gute Phasentrennung
2	Proben-Flasche Nr. 3	494,38	494,38	09.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	46	48	94		24	4	8,1	0	0	sehr gute Phasentrennung
2	Proben-Flasche Nr. 4	494,94	494,94	09.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	47	48	95		24	5	10,1	0	0	sehr gute Phasentrennung
3	Proben-Flasche Nr. 5	491,7	491,7	21.05.7			X	750/min	49	50	99	20	23	8,9	18,1	0	20	
3	Proben-Flasche Nr. 6	513,7	513,7	21.05.7			X	750/min	50	49	99	20	23	10,4	20,2	0	20	
4	Proben-Flasche Nr. 11		507	08.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	46	45	91	20	23,5	1,4	2,8	10 g	-	
4	Proben-Flasche Nr. 12		518	08-05.07	2*50 ml PE		X	schnell	46	46	92	20	23,5	2,4	4,6	10 g	-	
5	Proben-Flasche Nr. 15		511,79	09.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	43	47	95	20	24	9,2	18,0	20		
5	Proben-Flasche Nr. 16		496,92	09.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	46	49	95	20	24	7,7	15,5	20		
6	Proben-Flasche Nr. 504		504	07.05.2007	2*50 ml PE		X	schnell	49	48	97	20	24	7,2	14,3	0 g	0 g	
6	Proben-Flasche Nr. 499		499	07.05.2007	2*50 ml PE		X	schnell	48	49	97	20	24	3,9	7,8	0 g	0 g	< Bestimmungsgrenze H56
7	Proben-Flasche Nr. 39		493	7.05.07	2*50 ml PE	X		280	47	48	95	20	20,5	9,4	19,1	0 g	0 g	*
7	Proben-Flasche Nr. 40		502	7.05.07	2*50 ml PE	X		280	47	48	95	20	20,5	8,6	17,1	0 g	0 g	*
8	Flasche 37	250	500,000	10.05.07	2*50		X	schnell	46,0	48,0	94,0	20	18	6,9	13,8	0g	0g	gute Phasentrennung
8	Flasche 37	250	500,000	10.05.07	2*50		X	schnell	49,0	45,5	94,5	20	18	6,3	12,6	0g	0g	gute Phasentrennung
8	Flasche 38	250	500,000	10.05.07	2*50		X	schnell	48,5	47,0	95,5	20	18	7,2	14,4	0g	0g	gute Phasentrennung
8	Flasche 38	250	500,000	10.05.07	2*50		X	schnell	49,0	48,5	97,5	20	18	7,9	15,8	0g	0g	gute Phasentrennung

9	Proben-Flasche Nr. 17	503	07.05.07	2*50 ml PE	X	schnell	44	46	90	20	22	8,0	15,9	/	/	sehr gute Phasentrennung
9	Proben-Flasche Nr. 18	502	07.05.07	2*50 ml PE	X	schnell	44	46	90	20	22	8,1	16,1	/	/	sehr gute Phasentrennung
10	Proben-Flasche Nr. 23	489	07.05.07	2*50 ml PE	x	schnell	36	46	82	20	26	6,1	12,5		8	
10	Proben-Flasche Nr. 24	481	07.05.07	2*50 ml PE	x	schnell	35	43	78	20	26	7,5	15,6		8	
11	Proben-Flasche Nr. 9	514	8.5.07	2*50 ml P-benzin	X	000 U/m	48	48	96	20	22	9,5	18,5	-	-	
11	Proben-Flasche Nr. 10	496	8.5.07	2*50 ml P-benzin	X	000 U/m	48	48	96	20	22	9,3	18,8	-	-	
12	Proben-Flasche Nr. 35	494,87	11.05.07	2*50 ml PE	X	125	46	46	92	20	24	3,8	7,7	20 g	0 g	*
12	Proben-Flasche Nr. 36	507,67	11.05.07	2*50 ml PE	X	125	47	47	94	20	24	2,8	5,5	20 g	0 g	*
13	Proben-Flasche Nr. 25	500,6	7.05.07	2*50 ml PE	X	schnell	46	45	91	20	22	7,3	14,6	0 g	0 g	*
13	Proben-Flasche Nr. 26	495,2	7.05.07	2*50 ml PE	X	schnell	47	46	93	20	22	7,2	14,5	0 g	0 g	*
14	Proben-Flasche Nr. 31	494,86	7.-14.5.07	2x50 ml PE	x	800/min	44	46	90	20	22	9,5	19,2	0	11	
14	Proben-Flasche Nr. 32	505,78	7.-14.5.07	2x50 ml PE	x	800/min	43	45	88	20	22	11,8	23,3	0	15	
15	Proben-Flasche Nr. 13	510ml	08.05.2007	2*50ml PE	X	schnell	46	47	93	20	23	7,4	14,5			
15	Proben-Flasche Nr. 14	492ml	08.05.2007	2*50ml PE	X	schnell	45	47	92	20	23	6,7	13,6			
16	Proben-Flasche Nr. 19	519,67	9.5.07	2*50 ml PE	x	schnell	45	47	92	20	21,2	5,3	10,2	0 g	0 g	pH-Elektrode in Probe getaucht; vielleicht der
16	Proben-Flasche Nr. 20	503,84	9.5.07	2*50 ml PE	x	schnell	45	47	92	20	21,2	9,6	19,1	0 g	0 g	
17	Proben-Flasche Nr. 21	500	09.05.07	2*50ml GL	X	schnell	38	41	79	20	20	4,53	9,1	-	-	
17	Proben-Flasche Nr. 22	500	09.05.07	2*50ml GL	X	schnell	34	37	71	20	20	5,29	10,6	-	-	
18	Proben-Flasche Nr. 1	-	8.5.07	2*50 ml Hex	X	schnell	46	50	96	20	22	8,4	16,9	ohne	ohne	ohne
18	Proben-Flasche Nr. 2	-	9.5.07	2*50 ml Hex	X	schnell	49	49	98	20	22	9,5	18,1	ohne	ohne	ohne
19	Proben-Flasche Nr. 27	448	16.05.07	Isohexan 2*50ml	X	schnell	39	33,5	72,5	20	22	8	17,9	0	10	
19	Proben-Flasche Nr. 28	460	16.05.07	Isohexan 2*50ml	X	schnell	40	33,5	73,5	20	22	5	10,9	0	10	
	Mittelwert												14,25			
	Standardabweichung												4,68			

Labor	Probe	Einwaage in ml (Std in mg)	ml gesamtes Volumen	Bearbeitungstag	Extraktion	geschüttelt	gerührt schnell	Geschwindigkeit Mot/min	ml PE nach 1. Extraktion	ml PE nach 2. Extraktion	ml PE nach Extraktion ges.	Absetzzeit in Min./Extraktion	Raumtemperatur in °C	Auswaage in mg	Ergebnis in mg/l (Standard % WdF)	Trennhilfsmittel 1 (MgSO4)	Trennhilfsmittel 2 (Na2SO4)	Bemerkungen
	Beispiel	200	500	6.12.02	2*50 ml PE	X		schnell	48	48	96	20	21	47,2	236	20 g	0 g	schlechte Phasentrennung
1	Proben-Flasche Nr. 83		542,000	14.5.07	2*50 ml n-H	X		schnell	48	48	96	20	23	184	303,0	0 g	0 g	sehr gute Phasentrennung
1	Proben-Flasche Nr. 84		534,000	14.5.07	2*50 ml Petr	X		schnell	42	43	85	20	23	156	291,2	0 g	0 g	sehr gute Phasentrennung
2	Proben-Flasche Nr. 53	519,18	519,18	09.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	47	47	94	20	24	90	173,4	0	0	sehr gute Phasentrennung
2	Proben-Flasche Nr. 54	538,18	538,18	09.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	48	47	95	20	24	99	184,0	0	0	sehr gute Phasentrennung
3	Proben-Flasche Nr. 55	511,0	511	21.05.7			X	750/min	50	50	100	20	23	95,6	187,1	0	20	Phasentrennung
3	Proben-Flasche Nr. 56	538,0	538	21.05.7			X	750/min	50	50	100	20	23	106	197,4	0	20	Phasentrennung
4	Proben-Flasche Nr. 61		545	08.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	45	45	90	20	23,5	105	192,5	10 g	-	Phasentrennung
4	Proben-Flasche Nr. 62		528	08.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	45	45	90	20	23,5	97	183,7	10 g	-	Phasentrennung
5	Proben-Flasche Nr. 65		482,33	09.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	48	50	98	20	24	89,1	184,7	20		Phasentrennung
5	Proben-Flasche Nr. 66		478,18	09.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	45	47	92	20	24	95,9	200,6	20		Phasentrennung
6	Proben-Flasche Nr. 514		514	07.05.2007	2*50 ml PE		X	schnell	49	48	97	20	24	93,9	182,7	0 g	0 g	Phasentrennung
6	Proben-Flasche Nr. 502		502	07.05.2007	2*50 ml PE		X	schnell	48	48	96	20	24	75,2	149,8	0 g	0 g	Phasentrennung
7	Proben-Flasche Nr. 89		451	7.05.07	2*50 ml PE	X		280	47	47	94	20	20,5	89,3	198,0	20 g	0 g	Phasentrennung
7	Proben-Flasche Nr. 90		498	7.05.07	2*50 ml PE	X		280	46	48	94	20	20,5	104	208,0	20 g	0 g	Phasentrennung
8	Flasche 87	200	500	10.05.07	2*50		X	schnell	48,0	49,5	97,5	20	18	47,2	236,0	0g	10g	gute Phasentrennung
8	Flasche 87	200	500	10.05.07	2*50		X	schnell	46,0	47,0	93,0	20	18	45,2	226,0	0g	10g	gute Phasentrennung
8	Flasche 88	200	500	10.05.07	2*50		X	schnell	46,5	40,0	86,5	20	18	40,7	203,5	0g	10g	gute Phasentrennung
8	Flasche 88	200	500	10.05.07	2*50		X	schnell	40,0	44,5	84,5	20	18	40,9	204,5	0g	10g	gute Phasentrennung

9	Proben-Flasche Nr. 67	467		07.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	44	46	90	20	22	87,5	187,4	/		sehr gute Phasentrennung
9	Proben-Flasche Nr. 68	467		07.05.07	2*50 ml PE	X		schnell	40	48	88	20	22	89,1	190,3	/	Spatel spitze	sehr gute Phasentrennung
10	Proben-Flasche Nr. 73/473	473		07.05.07	2*50 ml PE	x	x	schnell	34	45	79	20	26	94,1	198,9		10	
10	Proben-Flasche Nr. 74/492	492		07.05.07	2*50 ml PE	x	x	schnell	36	44	80	20	26	85,6	174,0		10	
11	Proben-Flasche Nr. 59/521	521		8.5.07	2*50 ml P-benzin	X		000 U/m	48	48	96	20	22	104	199,6	-	-	
11	Proben-Flasche Nr. 60/550	550		8.5.07	2*50 ml P-benzin	X		000 U/m	48	48	96	20	22	110	200,0	-	-	
12	Proben-Flasche Nr. 85/533,64	533,64		11.05.07	2*50 ml PE	X		125	46	46	92	20	24	66	123,7	20 g	0 g	
12	Proben-Flasche Nr. 86/533,68	533,68		11.05.07	2*50 ml PE	X		125	46	46	92	20	24	66	123,7	20 g	0 g	
13	Proben-Flasche Nr. 75/491,1	491,1		7.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	46	43	89	20	22	92,5	188,4	20 g	0 g	
13	Proben-Flasche Nr. 76/487,7	487,7		7.05.07	2*50 ml PE		X	schnell	46	44	90	20	22	92,8	190,3	20 g	0 g	
14	Proben-Flasche Nr. 81	517,66		7.-14.5.07	2x50 ml PE		x	800/min	30	43	73	30	22	110	213,3	0	10	
14	Proben-Flasche Nr. 82	501,57		7.-14.5.07	2x50 ml PE		x	800/min	30	44	74	30	22	109	217,5	0	12	
15	Proben-Flasche Nr. 63/500ml	500		08.05.2007	2*50ml PE	X		schnell	44	46	90	20	23	120	239,4			
15	Proben-Flasche Nr. 64/456ml	456		08.05.2007	2*50ml PE	X		schnell	43	47	90	20	23	107	234,4			
16	Proben-Flasche Nr. 69/480,64	480,64		9.5.07	2*50 ml PE	x		schnell	45	46,5	91,5	20	21,2	90,1	187,5	0 g	0 g	
16	Proben-Flasche Nr. 70/510,86	510,86		9.5.07	2*50 ml PE	x		schnell	45	46,5	91	20	21,2	92,1	180,3	0 g	0 g	
17	Proben-Flasche Nr. 71/500	500		09.05.07	2*50ml GL	X		schnell	40	38	78	20	20	31,1	62,2	-	-	
17	Proben-Flasche Nr. 72/500	500		09.05.07	2*50ml GL	X		schnell	36	35	71	20	20	29,3	58,6	-	-	
18	Proben-Flasche Nr. 51	-		8.5.07	2*50 ml Hex	X		schnell	48	48	96	20	22	117	241,9	ohne	ohne	ohne
18	Proben-Flasche Nr. 52	-		9.5.07	2*50 ml Hex	X		schnell	48	48	96	20	22	98,1	220,3	ohne	ohne	ohne
19	Proben-Flasche Nr. 77/459	459		16.05.07	Isohexan 2*50ml	X		schnell	40,5	32	72,5	20	22	74	161,2	0	10	
19	Proben-Flasche Nr. 78/454	454		16.05.07	Isohexan	X		schnell	41	34	75	20	22	68	149,8	0	10	
	Mittelwert														185,99			
	Standardabweichung														40,94			

1. Teilnehmerzahl: 19 Labore, davon eines aus Österreich

2. Prüfung des Blindwertes: hier hat das Labor Nr. 6 die Bedingungen ("Blindwert darf 3 mg/l nicht überschreiten") nur in einem Versuch erfüllt, auch im Mittel beider Blindwerte ergeben sich 3,5 mg/l. Das Labor hat damit die Qualifizierungskriterien nicht erfüllt.

3. Prüfung auf Wiederfindung: hier bestätigt sich der Vorbehalt gegen Isohexan, da das Labor Nr. 19 als einziges die Prüfung der Norm auf Wiederfindung mit im Mittel 89 % (gegenüber 90 % bis 105 %) der Norm nicht erfüllt.

4. Probe 1 (niedrige Realprobe nahe/unter Bestimmungsgrenze der Norm (10 mg/l):
Abweichungen der Ergebnisse der Labore 1 und 4, die sich aus den übermittelten Daten nicht erklären lassen.

5. Probe 2 (Realprobe im mittleren Anwendungsbereich der Norm (10 bis 500 mg/l):
Abweichungen der Ergebnisse der Labore 1, 12, 17 und 19, wobei nur Labor Nr. 19 die relativ niedrigen Ergebnisse aus den Befunden der Wiederfindungsprüfung bestätigt.

6. Ergebnisse der Ringversuches sind im Detail in der Anlage Ringanonym.pdf zu finden, die Auswertung ergibt sich aus den Dateien Grafiken und Verfahrenskennndaten H56

Ringversuch zu DIN 38409-56 „Bestimmung von schwerflüchtigen lipophilen Stoffen nach Lösemittelextraktion und Gravimetrie“

Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 bzw. DIN/ISO 5725-2

(alle Massenkonzentrationen in mg/l)

Probe	Matrix	l	n	n _{AP} in %	\bar{x}	x _{soll}	η in %	s _R	CV _R in %	s _r	CV _r in %
1	Abwasser real	18	38	5,0	14,1	-	-	4,78	33,9	2,44	17,3
2	Abwasser real	16	34	15,0	196,7	-	-	23,24	11,8	11,32	5,8

Nach Disqualifizierung von Labor 19 (Wiederfindung < 90 %)

Probe	Matrix	l	n	n _{AP} in %	\bar{x}	x _{soll}	η in %	s _R	CV _R in %	s _r	CV _r in %
1	Abwasser real	17	36	5,3	14,1	-	-	4,85	34,5	2,24	15,9
2	Abwasser real	15	32	15,8	199,2	-	-	21,29	10,7	11,49	5,8

Nach Disqualifizierung von Labor 6 (zu hoher Blindwert) und Labor 19 (Wiederfindung < 90 %)

Probe	Matrix	l	n	n _{AP} in %	\bar{x}	x _{soll}	η in %	s _R	CV _R in %	s _r	CV _r in %
1	Abwasser real	16	34	5,6	14,3	-	-	4,88	34,2	2,03	14,2
2	Abwasser real	14	30	16,7	201,4	-	-	19,59	9,7	10,31	5,1

- l Anzahl der Laboratorien nach Ausreißereliminierung
- n Anzahl der Analyseergebnisse nach Ausreißereliminierung
- n_{AP} Ausreißeranteil in Prozent
- \bar{x} Gesamtmittelwert aller ausreißerfreien Analysenwerte im Ringversuch
- x_{soll} Sollwert
- η Wiederfindungsrate in %
- s_R Vergleichsstandardabweichung
- CV_R Vergleichsvariationskoeffizient in %
- s_r Wiederholstandardabweichung
- CV_r Wiederholvariationskoeffizient in %

Ringversuch zu DIN 38409-56 (DEV H 56) „Bestimmung von schwerflüchtigen lipophilen Stoffen nach Lösemittelextraktion und Gravimetrie“

Graphische Darstellung der Ringversuchsergebnisse

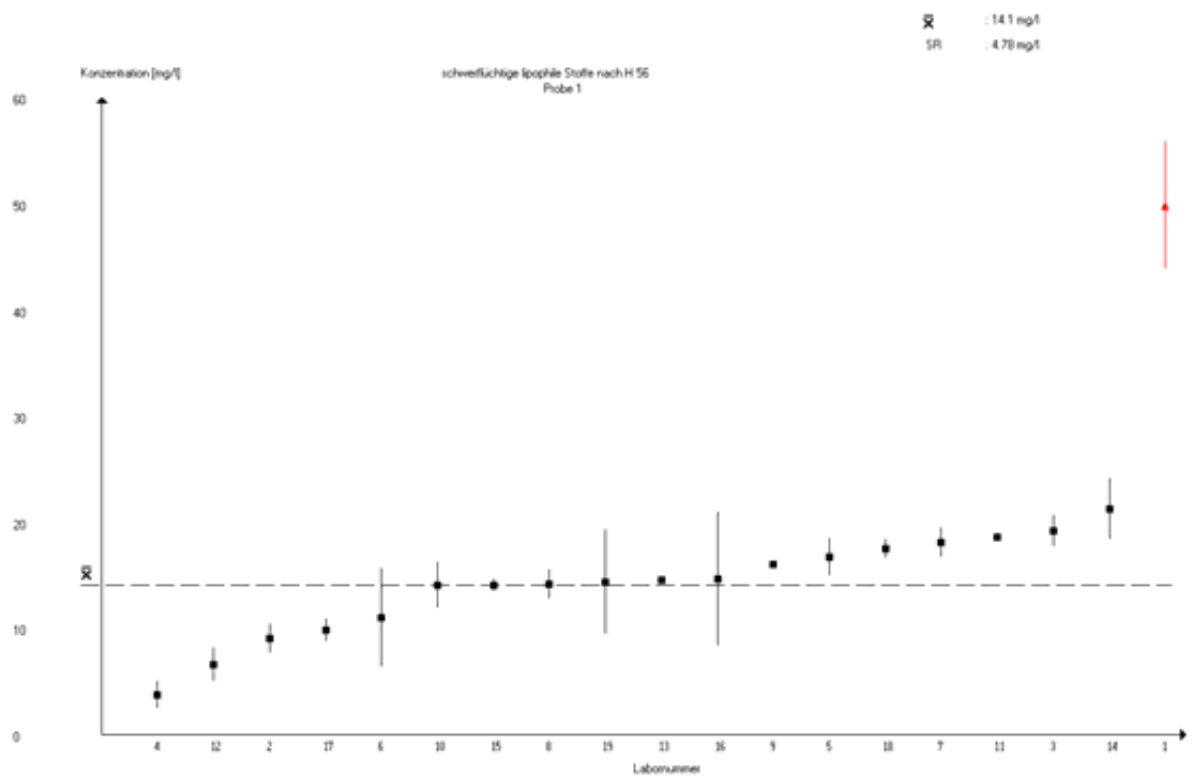


Bild 1: Probe 1, ein Ausreißer Typ 2

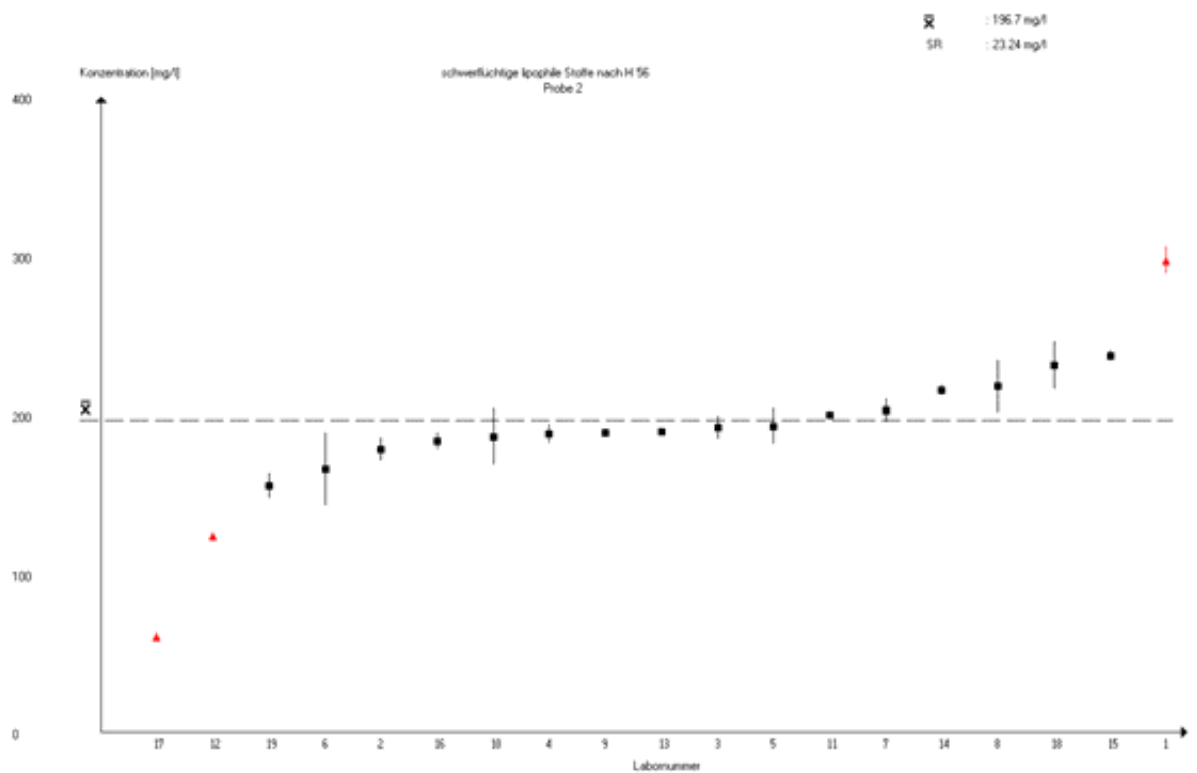


Bild 2: Probe 2, drei Ausreißer Typ 2

7. Auf den DIN-NAW Sitzung im März 2008 wurden die Ergebnisse diskutiert und die Labore mit Abweichungen aus der Auswertung eliminiert.

Ringversuch zu DIN 38409-56 „Bestimmung von schwerflüchtigen lipophilen Stoffen nach Lösemittlextraktion und Gravimetrie“
 Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 bzw. DIN/ISO 5725-2

Probe	Matrix	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>n</i> _{AP}	\bar{x}	<i>x</i> _{soil}	η	<i>s</i> _R	CV _R	<i>s</i> _r	CV _r
1	Abwasser real	16	34	5,6	14,3	-	-	4,88	34,2	2,03	14,2
2	Abwasser real	13	28	12,5	200,4	-	-	19,93	9,9	10,62	5,3

- l* Anzahl der Laboratorien nach Ausreißereliminierung
- n* Anzahl der Analyseergebnisse nach Ausreißereliminierung
- n*_{AP} Ausreißeranteil in %
- \bar{x} Gesamtmittelwert aller ausreißerfreien Analysenwerte im Ringversuch in mg/l
- x*_{soil} Sollwert in mg/l
- η Wiederfindungsrate in %
- s*_R Vergleichsstandardabweichung in mg/l
- CV_R Vergleichsvariationskoeffizient in %
- s*_r Wiederholstandardabweichung in mg/l
- CV_r Wiederholvariationskoeffizient in %

Ringversuch zu DIN 38409-56 (DEV H 56) „Bestimmung von schwerflüchtigen lipophilen Stoffen nach Lösemittlextraktion und Gravimetrie“

Graphische Darstellung der Ringversuchsergebnisse

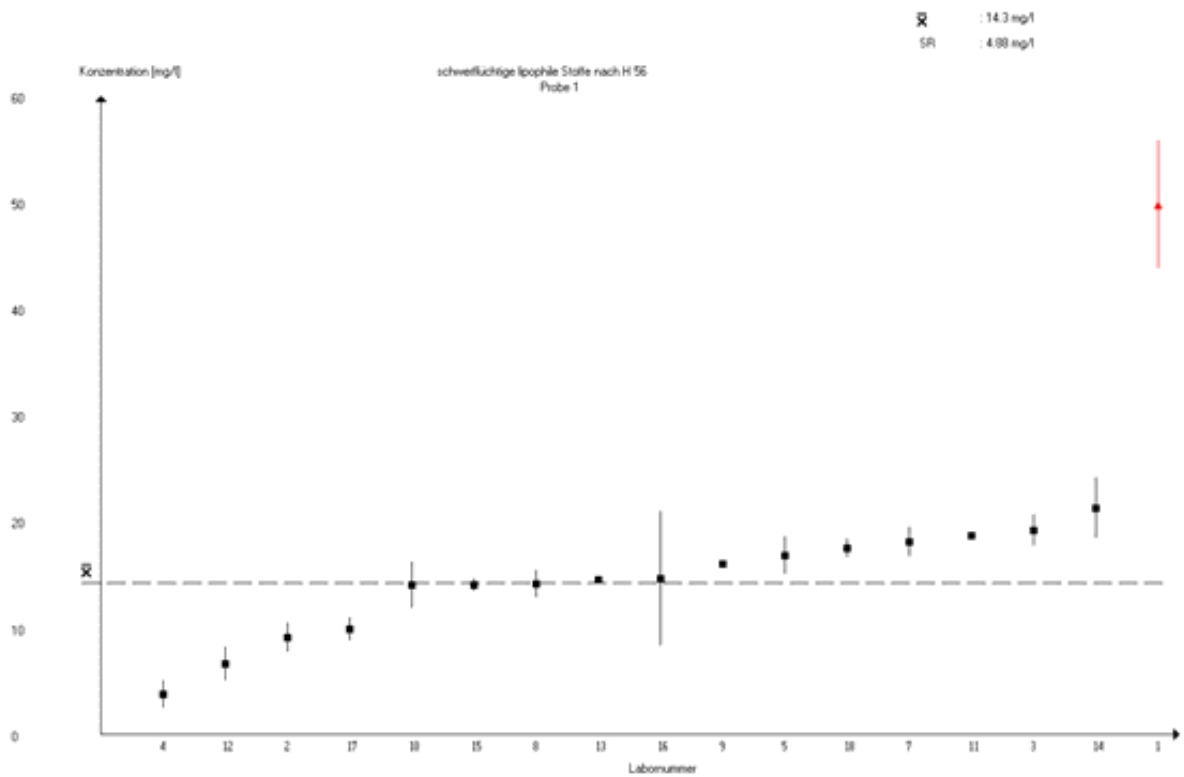


Bild 1: Probe 1, ein Ausreißer Typ 2

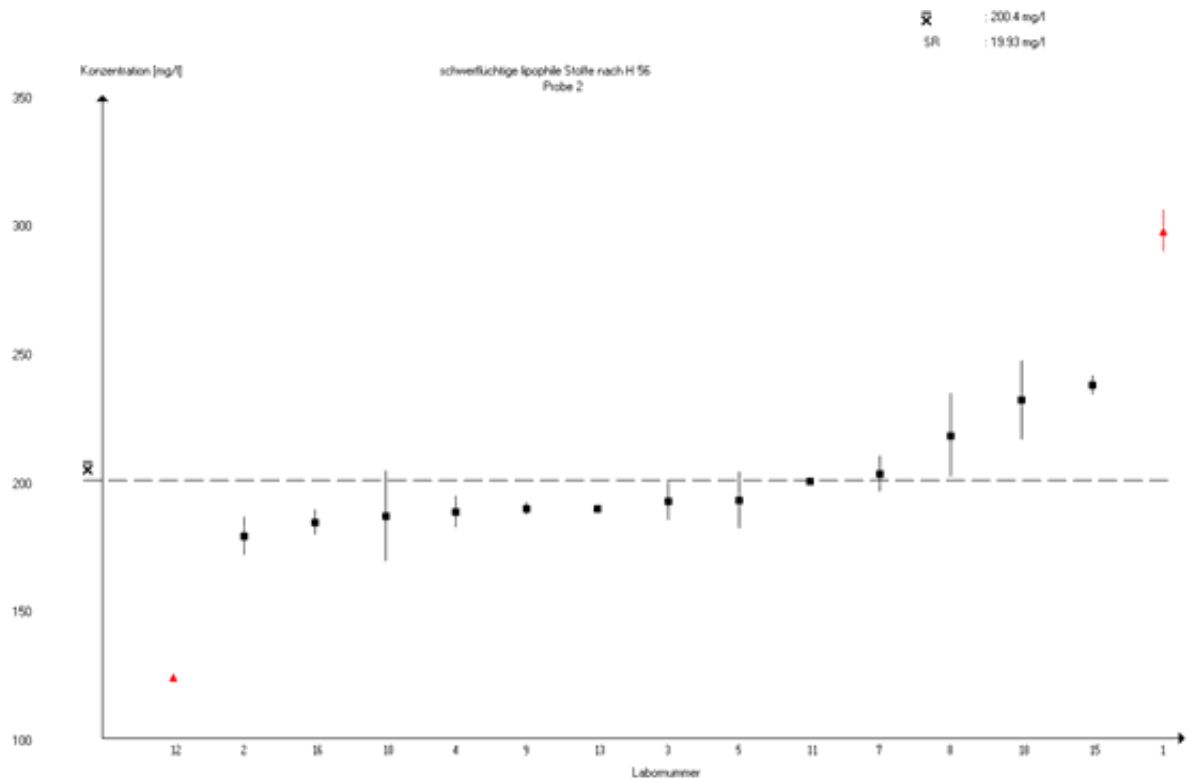


Bild 2: Probe 2, zwei Ausreißer Typ 2