

# Ausschnitt aus dem Ringversuch des FGAA-Arbeitskreises

LHKW/BTEX in Boden; dotiert, mit und ohne Übersichtung von Methanol

## Die Sonderuntersuchungen des Labor # 4

Bei der systematischen Untersuchungsreihe in Labor # 4 wurden bei der angewandten statischen Dampfmananalyse stets dieselben Phasenvolumenverhältnisse eingehalten:

Versuche **A** bis **H**: stets 80  $\mu$ l Extrakt in 8 ml Wasser, stat. DR  
Versuch **I**: 0,8 g Boden + 7,2 ml Wasser, stat. DR

Die analytischen Untersuchungen erfolgten jeweils sofort, mit Wiederholungen nach 2, 5 und 10 Tagen Lagerung bei Raumtemperatur im Dunkeln.

Einmal wurden die Extrakte sofort abgenommen und sofort untersucht (Versuch **A** sowie jeweils die erste Messung der Reihen **B** bis **I**). Zum anderen wurden die Extrakte auf den Bodenproben gelagert und erst kurz vor der Untersuchung abgenommen (Versuchsreihe **B**). In der Versuchsreihe **C** wurde ein Teil des Extraktes sofort abgenommen und untersucht, ein weiterer Teil wurde abgenommen und 10 Tage lang gelagert und schließlich wurde der Rest 10 Tage lang auf der Probe belassen und am 10 Tage zusammen mit dem zwischengelagerten Extrakt analytisch untersucht.

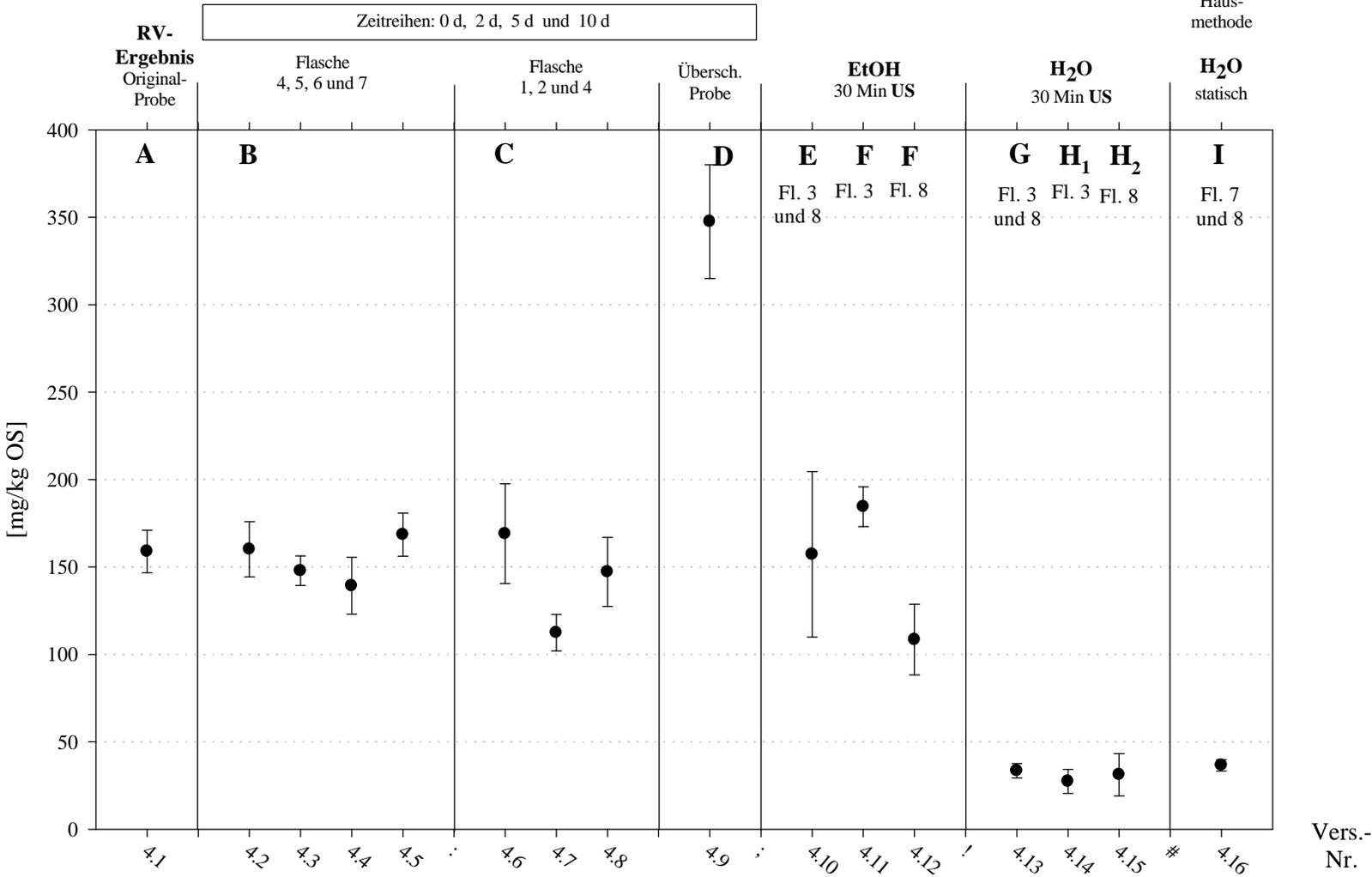
Die Versuchsreihen **E** und **F** dokumentieren die Ergebnisse, wenn alternativ ETHANOL statt METHANOL als Extraktionsmittel eingesetzt wird.

Schließlich wird Wasser als Extraktionsmittel (Versuchsreihe **G** und **H**) eingesetzt und zuletzt (**I**) wird das Hausverfahren mit direkter Übersichtung der originalen Probe mit Wasser und Äquilibrierung für die Dampfmananalyse getestet.

Als Ergebnisse sind folgende Erkenntnisse abzuleiten:

- 1. Die Extrakte in METHANOL oder ETHANOL können ohne signifikanten Einfluß sowohl auf der Probe als auch separiert bei Raumbedingungen im Dunkeln mindestens bis zu 10 Tagen gelagert werden.**
- 2. Die Art des organischen Extraktionsmittels METHANOL oder ETHANOL hatte keinen signifikanten Einfluß auf das Analysenresultat.**
- 3. Die Gleichgewichtseinstellungen mit WASSER als Extraktionsmittel führten zu massiven Unterbefunden.**
- 4. Die Gleichgewichtseinstellungen mit WASSER direkt im Dampfraumgefäß führten ebenfalls zu massiven Unterbefunden.**
- 5. Die höchsten Befunde wurden mit der sofort bei der Probenherstellung überschichteten Probe erzielt (Versuchsreihe **D**): MW = 370 mg/kg Summe LHKW/BTEX statt 160 mg/kg.**

### Labor 4, zusätzliche Untersuchungen Summe LHKW/BTEX



Legende zur Sonderuntersuchung von Labor 4

Labor Nr.	Variante	Blatt	Messung	Extraktion	Vorbereitung/ Bemerkung	Analyse	FL. Nr.
4.1	A	1	1	25 g/25 ml MeOH 30 min <b>US</b>	eigentlich FGAA- Methode	80 µl Extrakt in 8,0 ml Wasser stat. DR, GC/MS	4
			2				5
			3				6
			4				7
4.2	B	2	1	wie 4.1	Zeitreihe aus <b>Flasche 4</b>	umgehend	4
			2	wie 4.1	nach 2 d abgenommen	nach 2 d *)	4
			3	wie 4.1	nach 5 d abgenommen	nach 5 d	4
			4	wie 4.1	nach 10 d abgenommen	nach 10 d	4
4.3	B	3	1	wie 4.1	Zeitreihe aus <b>Flasche 5</b>	umgehend	5
			2	wie 4.1	nach 2 d abgenommen	nach 2 d *)	5
			3	wie 4.1	nach 5 d abgenommen	nach 5 d	5
			4	wie 4.1	nach 10 d abgenommen	nach 10 d	5
4.4	B	4	1	wie 4.1	Zeitreihe aus <b>Flasche 6</b>	umgehend	6
			2	wie 4.1	nach 2 d abgenommen	nach 2 d *)	6
			3	wie 4.1	nach 5 d abgenommen	nach 5 d	6
			4	wie 4.1	nach 10 d abgenommen	nach 10 d	6
4.5	B	5	1	wie 4.1	Zeitreihe aus <b>Flasche 7</b>	umgehend	7
			2	wie 4.1	nach 2 d abgenommen	nach 2 d *)	7
			3	wie 4.1	nach 5 d abgenommen	nach 5 d	7
			4	wie 4.1	nach 10 d abgenommen	nach 10 d	7
4.6	C	6	1	wie 4.1	Zeitreihe aus <b>Flasche 1</b>	umgehend	1
			2	wie 4.1	nach 10 d abgenommen	nach 10 d	1
			3	wie 4.1	<b>sofort 4 ml abgenommen</b> und nach 10 Tagen verdünnt	nach 10 d	1
4.7	C	7	1	wie 4.1	Zeitreihe aus <b>Flasche 2</b>	umgehend	2
			2	wie 4.1	nach 10 d abgenommen	nach 10 d	2
			3	wie 4.1	<b>sofort 4 ml abgenommen</b> und nach 10 Tagen verdünnt	nach 10 d	2
4.8	C	8	1	wie 4.1	Zeitreihe aus <b>Flasche 4</b>	umgehend	4
			2	wie 4.1	nach 10 d abgenommen	nach 10 d	4
			3	wie 4.1	<b>sofort 4 ml abgenommen</b> und nach 10 Tagen verdünnt	nach 10 d	4

4.2 ist aus der Flasche Nr. 1 der Untersuchungsserie !

\*) wegen Geräteproblem erst nach 5 d gemessen

Legende zur Sonderuntersuchung von Labor 4

Labor Nr.	Variante	Blatt	Messung	Extraktion	Vorbereitung/ Bemerkung	Analyse	FL. Nr.
<b>4.9</b>	<b>D</b>	-	1	überschichtete Probe	Zeitreihe aus <b>Flasche Ü</b>	umgehend	<b>Ü</b>
			2	überschichtete Probe	nach 2 d abgenommen	nach 2 d *)	<b>Ü</b>
			3	überschichtete Probe	nach 5 d abgenommen	nach 5 d	<b>Ü</b>
			4	überschichtete Probe	nach 10 d abgenommen	nach 10 d	<b>Ü</b>
<b>4.10</b>	<b>E</b>	-	1	<b>20 g/20 ml EtOH</b> <b>30 min US</b>	Extraktionsmittel: <b>Ethanol</b>	umgehend	<b>3</b>
			2	dto	dto	umgehend	<b>8</b>
<b>4.11</b>	<b>F</b>	<b>2</b>	1	wie E /4.10	Zeitreihe aus <b>Flasche 3</b>	umgehend	<b>3</b>
			2		nach 2 d abgenommen	nach 2 d *)	<b>3</b>
			3		nach 5 d abgenommen	nach 5 d	<b>3</b>
			4		nach 10 d abgenommen	nach 10 d	<b>3</b>
<b>4.12</b>	<b>F</b>	<b>3</b>	1	wie E /4.10	Zeitreihe aus <b>Flasche 8</b>	umgehend	<b>8</b>
			2		nach 2 d abgenommen	nach 2 d *)	<b>8</b>
			3		nach 5 d abgenommen	nach 5 d	<b>8</b>
			4		nach 10 d abgenommen	nach 10 d	<b>8</b>
<b>4.13</b>	<b>G</b>	<b>1</b>	1	<b>20 g/20 ml Wasser</b> <b>30 min US</b>	Extraktionsmittel: <b>Wasser</b>	umgehend	<b>3</b>
			2	dto	dto	umgehend	<b>8</b>
<b>4.14</b>	<b>H1</b>	<b>2</b>	1	<b>wie G</b>	Zeitreihe aus <b>Flasche</b>	umgehend	<b>3</b>
			2		nach 2 d abgenommen	nach 2 d *)	<b>3</b>
			3		nach 5 d abgenommen	nach 5 d	<b>3</b>
			4		nach 10 d abgenommen	nach 10 d	<b>3</b>
<b>4.15</b>	<b>H2</b>	<b>3</b>	1	<b>wie G</b>	Zeitreihe aus <b>Flasche 8</b>	umgehend	<b>8</b>
			2		nach 2 d abgenommen	nach 2 d *)	<b>8</b>
			3		nach 5 d abgenommen	nach 5 d	<b>8</b>
			4		nach 10 d abgenommen	nach 10 d	<b>8</b>
<b>4.16</b>	<b>I</b>	-	1	0,8 g Boden 7,2 ml Wasser	<b>Hausmethode</b> neue Einwaage aus	umgehend	<b>7</b>
			2	dto.	angebrog. Flasche !	dto.	<b>8</b>

\*) wegen Geräteproblem erst nach 5 d gemessen

