



HESSISCHES LANDESAMT FÜR
UMWELT UND GEOLOGIE

Ringversuch

Sprengstofftypische Verbindungen (NA) in Böden

Ergebnisse

durchgeführt vom

SGS Institut Fresenius GmbH
Im Maisel 14
65232 Taunusstein

Januar 2005

Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie
Rheingastr. 186, 65203 Wiesbaden

1. Bericht des HLOG zum Ringversuch *ausgewählter sprengstofftypischer Verbindungen in Feststoffen* vom Februar 2004

Ziele des Ringversuchs:

Im Land Hessen werden seit dem Jahr 1999 an zwei großen Sanierungsstandorten Böden mit einer hierfür entwickelten Verfahrensvorschrift routinemäßig untersucht. Dieses Verfahren ist nicht genormt und soll daher durch einen öffentlichen Ringversuch validiert werden.

Arbeitsgrundlage:

HANDBUCH ATTLASTEN, Band 7, Teil 5
Analyseverfahren – Fachgremium Altlastenanalytik –
Bestimmung von ausgewählten sprengstofftypischen Verbindungen in Feststoffen aus dem Altlastenbereich

Quelle im Internet unter:

<http://www.hlug.de/medien/altlasten/dokumente/11b7t5.pdf>

Grundprinzip des Verfahrens:

Die originalfeuchte Bodenprobe (ca. 50 g) wird 4 Stunden lang isotherm in der Siedehitze mit METHANOL (150 ml) in einem außen isolierten Soxhlet extrahiert. Der abgekühlte Extrakt wird in TOLUOL (10 ml) gelöst, anschließend wird ca. 1 l WASSER hinzugegeben. Der getrocknete TOLUOL-Extrakt wird direkt in einen Gaschromatographen injiziert.

Die Identifizierung wird auf die Stufe gesichert gestellt, indem entweder GC-MS oder die Zweisäulentechnik mit ECD angewandt wird.

Die Kalibrierung erfolgt gegen eine Lösung der Analyten in TOLUOL (externer Standard). Die Wiederfindungsraten werden nicht in das Ergebnis eingerechnet.

Probenbeschreibung:

Als Ringversuchsproben erhielt jedes Labor **zwei** real kontaminierte **Bodenproben (A und B)** von hessischen Sanierungsstandorten sowie eine **Standardlösung** unbekannter Konzentration. Zusätzlich wurde jeweils eine Probe des „**Trihalden-Schlammes**“ aus Stadtallendorf zu Testzwecken versandt.

Die **Bodenproben A und B** waren sorgfältigst homogenisiert und geteilt worden (siehe Bericht Inst. Fres. Abschnitt 2). Die Kontaminationen beider Proben lagen in Hinblick auf 2,4,6-TNT in etwa der gleichen Höhe. Unterschiede bei der Kontamination ergaben sich hinsichtlich der flüchtigen einfach nit-

rierten und der zweifach nitrierten Toluole, die bei Boden A ca. 1 Größenordnung über der des Bodens B lagen. Dagegen enthielt der Boden B nahezu 1 Größenordnung mehr an den Aminodinitrotoluolen und 1,3,5-TNB als Boden A.

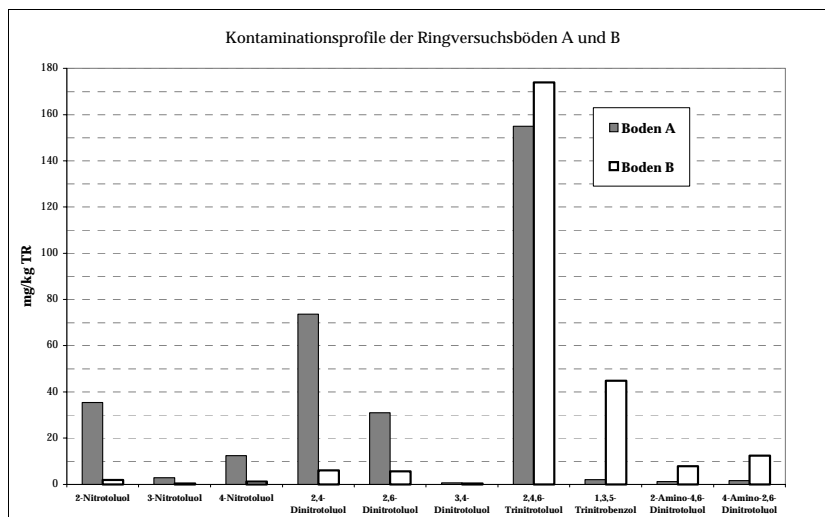


Abbildung 1: Kontaminationsprofile der Bodenproben (siehe **Anhang B**, Seite 13)

Die **Standardlösung** enthielt alle 10 Analyten, die in einem sehr engen Konzentrationsbereich zwischen 0,6 bis 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ in TOLUOL eingewogen (siehe **Anhang C**, Seite 17) worden waren.

Der „**Trihalden**“-**Schlamm** stammte aus der Abwasserneutralisation der ehemaligen Sprengstoffproduktion mit Kalkmilch und zeichnete sich durch einen sehr hohen Gehalt an Nitroaromaten und Wasser aus. Durch Reste von nicht umgesetztem Kalk war eine stark alkalische Reaktion zu vermuten.

Da das Material so stark zähplastisch war, daß es nicht ohne gravierende Veränderung vergleichmäßig werden konnte, wurde es direkt aus einem Haldenabstich in die Probenfläschchen abgefüllt, d.h. das Material wurde nicht homogenisiert.

Das gefundene Kontaminationsprofil ist in der folgenden Abbildung wiedergegeben. Daraus geht hervor, daß die Hauptbestandteile 2-NT bis 2,6-DNT im Mittel über 20 Gewichtsprozent ausmachen, während die restlichen Substanzen nur in 3 - 5 Zehnerpotenzen geringeren Konzentrationen nachgewiesen werden konnten.

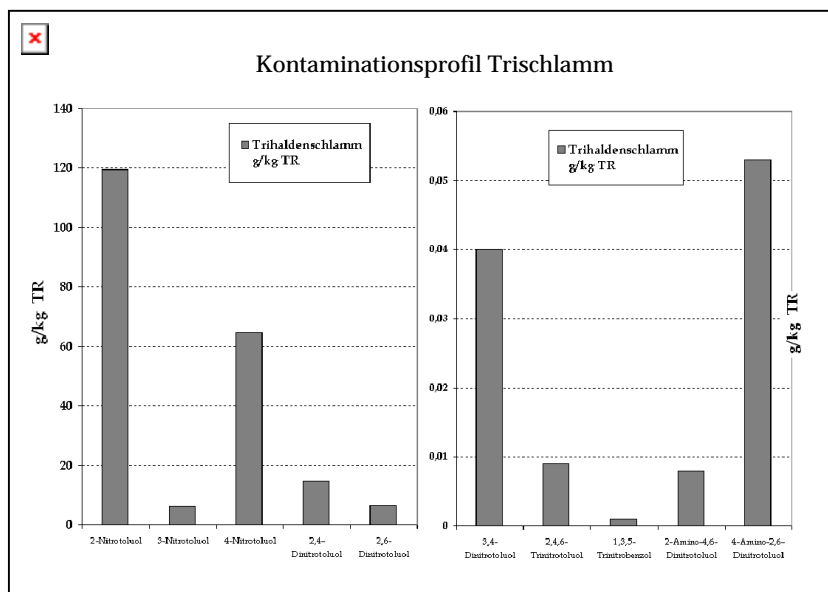


Abbildung 2: Kontaminationsprofil des „Trihalden“-Schlammes (siehe **Anhang B**, Seite 13)

Teilnehmerkreis:

Die Teilnehmer sollten eine gewisse Erfahrung oder Interesse für die Palette der 10 ausgewählten sprengstofftypischen Verbindungen in Boden haben.

Da die Anzahl von Vertragslaboratorien, die mit diesem Verfahren im Auftrag des Landes Hessen arbeiten, zu gering für einen echten Ringversuch war, wurden andere Landesämter angesprochen, die dann ihrerseits potentielle Kandidaten benachrichtigten bzw. benannten. Darüber hinaus haben sich zusätzlich Laboratorien interessiert, die von dem Ringversuch erfahren hatten.

Am 9.12.03 wurden **23** Laboratorien angeschrieben. Diesen wurde eine Prinzipskizze des Verfahrens zur Verfügung gestellt (siehe **Anhang G**).

Der Ringversuch war nur für **15** Teilnehmer konzipiert. Das Interesse an der Teilnahme war schließlich größer als die verfügbaren Probenkontingente. Unter den dann berücksichtigten **17** Teilnehmern konnten 3 daher nur mit weniger Probenmaterial versorgt werden. Diese sollten bzw. konnten demgemäß keine vierfache Aufarbeitung vornehmen.

Mit Schreiben vom 16.1.04 wurde schließlich das Arbeitsmanuskript (Verfahrensvorschrift) an die Teilnehmer versandt.

Bearbeitungszeitraum:

Die Proben wurden am 16.2.04 versandt. Die Ergebnisse und die von uns angeforderten Dokumente zur Methode sollten bis zum **17. März** bei uns vorliegen.

Bei einigen Laboratorien traten zeitliche Verzögerungen auf weil sie den erforderlichen modifizierten Soxhlet nicht zur Ver-

fügung hatten. Bei einigen Laboratorien traten gerätetechnische Schwierigkeiten auf, weshalb der Rücklauf sich stark verzögert hatte. Die Extrakte waren jedoch alle kurzfristig in der vorgegebenen Zeit hergestellt worden.

Mit Schreiben vom 20.4.04 wurden die bis dahin fertiggestellten statistischen Rohdatentabellen zur Kontrolle den Einsendern zugeleitet.

Auswertung:

1. Kombinationen der Chromatographie

Von 17 Teilnehmern hatten 4 Laboratorien die **Doppelsäulentechnik mit ECD** gewählt. In einem Fall wurde statt des zweiten ECD ein stickstoffspezifischer NPD eingesetzt. 12 Teilnehmer hatten **GC-MS** eingesetzt. Von diesen wiederum hatten 6 Laboratorien im **SCAN-modus** gearbeitet und 6 Laboratorien hatten mittels **SIM** detektiert.

Ein Labor Labor hatte außer Konkurrenz **ausschließlich HPLC-DAD** gewählt. Bei drei weiteren Laboratorien wurden zusätzlich einige Daten geliefert, die ebenfalls mit HPLC-DAD erzeugt worden sind.

2. Prüfung der Methodenkonformität

Die statistische Auswertung der Analysenergebnisse setzt die methodenkonforme Arbeitsweise voraus. Hierzu wurden die eingesandten Daten entsprechend den Vorgaben des Arbeitsmanuskriptes geprüft.

Als Eckpunkte für die Konformität galten die Einhaltung folgender Vorgaben aus der Verfahrensvorschrift:

- die Extraktionsbedingungen
 - der speziell modifizierte Soxhlet/Büchi-Extraktor
 - das Verhältnis von Feststoffeinwaage zu Extraktionsmittel sowie
 - die Dauer der Extraktion
- Umlösung des Methanolextraktes in TOLUOL
- gaschromatographische Trennung
 - auf einer GC-Säule mit MS-Detektion oder
 - zwei unterschiedlichen GC-Säulen mit EC-Detektion

Die Ergebnisse dieser Prüfungen sind in **Anhang F** in den Tabellen F-1a und F-1b, F-2, F-3a und F-3b dargestellt.

Als **nicht methodenkonform** wurden eingestuft:

1. alle Datenkollektive, die mit **HPLC** erzeugt worden sind (Labor Nr. **3b**, **11b**, **14** und **15a**). Sie sind in der graphischen Auswertung als solche gekennzeichnet und den konformen Ergebnissen gegenüber gestellt. Labor Nr. **14** hatte sich von vorn herein nur mit einem alternativen Extraktionsverfahren (pfe¹ / ASE[®]) und mit der chromatographischen Alternative HPLC-DAD beteiligt.
2. Labor Nr. **2** hatte eine nicht näher erläuterte Extraktions-einrichtung („IKA“) verwendet. Gleichzeitig wurde dort nur 1/5 der vorgegebenen Probeneinwaage zusammen mit einem extrem geringen Volumen des Extraktionsmittels eingesetzt. Somit ist das Phasen-Volumenverhältnis beim Umlösen stark abweichend von den Vorgaben.

Trotz einiger Abweichungen wurden folgende Datenkollektive als **noch konform** eingestuft:

1. Labor Nr. **9** hatte statt des zweiten ECD einen NPD eingesetzt. Da dieser Stickstoff im Molekül spezifisch anzeigt, wurde dieses als methodenkonform gewertet.
2. Das Labor Nr. **12** hatte wesentlich geringere Einwaagen als vorgegeben (1/5 und 2/5) eingesetzt. Das Labor Nr. **16** hatte nur die Hälfte der vorgegebenen Einwaage von 50 g verwendet. Die weiteren Phasen-Volumenverhältnisse wurden jedoch bei beiden Laboratorien nachprüfbar eingehalten.

Bei den als nicht konform eingestuften Datenkontingenten gibt es eine Reihe interessanter Einzelvarianten, (neben der Trennung auf HPLC und der optischen Detektion mit DAD Kollektive sind das alternative Extraktionstechniken (pse und Ultraschall)) über die in Anhang F (und Tabellen F-5) berichtet wird.

Ergebnis:

Die Einzelergebnisse der Laboratorien (Rohdaten) sind in **Anhang A**, Seiten 1 - 20, zahlenmäßig tabelliert.

Die statistischen Ringversuchsergebnisse /-kenngrößen sind in Tabelle 1 (siehe auch **Anhang B**, Seite 13) zusammengestellt.

¹ pfe = pressurised fluid extraktion; ASE[®] = accellerated solvent extraktion

Tabelle 1 Zusammenfassung der statistischen Kennzahlen

Parameter	Boden A					Boden B					Standardlösung					Trihaldenschlamm						
	m	sR	sr	N		m	sR	sr	N		m	sR	N	Sollwert			m	sR	sr	N		
	mg/kg TR	%		-		mg/kg TR	%		-		µg/ml	%		-		µg/ml	%		g/kg TR	%		-
2-Nitrotoluol	35,4	6,3	18	5,7	15	1,9	0,5	26	12,0	15	0,64	0,11	17,3	15	0,65	-1,1	119,5	43,4	36	12	16	
3-Nitrotoluol	2,83	0,54	19	7,1	14	0,41	0,11	27	15,1	13	0,68	0,10	14,1	15	0,69	-2,8	6,44	2,02	31	11	16	
4-Nitrotoluol	12,4	1,90	15	6,3	15	1,2	0,37	29	14,6	14	0,73	0,09	12,1	15	0,75	-2,2	64,7	16,2	25	14	16	
2,4-Dinitrotoluol	73,7	10,9	15	6,9	15	6,1	1,3	21	6,3	15	0,83	0,08	10,0	16	0,85	-2,0	14,9	5,0	34	12	16	
2,6-Dinitrotoluol	30,9	3,77	12	5,5	15	5,6	0,91	16	4,5	15	0,69	0,05	6,5	16	0,71	-2,4	6,5	2,44	38	12	16	
3,4-Dinitrotoluol	0,66	0,10	15	7,0	13	0,34	0,17	50	10,1	13	0,69	0,07	10,7	16	0,71	-2,6	0,040	0,028	69	10	3	
2,4,6-Trinitrotoluol	155	21,2	14	7,3	15	174	34,5	20	6,8	15	0,89	0,11	12,2	16	0,90	-1,7	0,009	0,006	60	16	8	
1,3,5-Trinitrobenzol	2,09	0,54	26	7,0	13	44,9	9,46	21	6,6	13	1,02	0,10	10,1	14	0,94	8,4	0,001	0,001	67	16	5	
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	1,20	0,62	52	15,1	13	7,83	2,34	30	6,2	15	0,96	0,08	8,3	16	0,94	1,9	0,008	0,004	48	14	8	
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	1,57	0,67	42	10,4	13	12,5	2,90	23	7,5	15	0,88	0,13	14,3	16	0,79	11,3	0,053	0,019	36	12	11	
Summe	316	27,8	8,8	4,7	15	247	44,5	18	5,5	15	7,98	0,84	10,5	17	7,93	0,6	212	72,3	34	15	16	

m Mittelwert der Ergebnisse gemäß ISO 5725 Teil Adolph !
sR Vergleichsstandardabweichung (reproducibility standard deviation and relative Rsd)
sr Wiederholstandardabweichung (repeatability standard deviation, relative rsd)
N Anzahl von Teilnehmern

Abw. Differenz von Sollwert zu Mittelwert

In **Anhang B**, 1 – 13 sind die statistischen Daten parameterspezifisch wiedergegeben.

Die in den Tabellen grau unterlegten Meßwerte sind nicht in die statistische Auswertung einbezogen worden, weil es sich dabei einwandfrei um Ausreißer (nach Gruppis I) handelt.

In **Anhang C**, Seite 1 – 13, sind die Zahlenkollektive graphisch wiedergegeben, geordnet nach Parametern und Proben sowie nach konformen und nicht konformen Kollektiven. Daneben finden sich die Meßergebnisse aus der Prüfung auf Homogenität und Stabilität vom Labor Institut Fresenius.

Bewertung:

Die Ergebnisse dieses Ringversuches zeigten, daß die Methode auch von darin noch nicht geübten Laboratorien recht schnell beherrscht werden kann.

Nur ein einziges Labor (Nr. 2) lag generell daneben.

Die **Vergleichsstandardabweichungen (sR)** und die **Wiederholstandardabweichungen (sr)** der Summen aller Analyten (Summe 10 STV) sind in der Tabelle 2 zusammengestellt:

Tabelle 2 Verfahrenskenndaten für die **Summe der 10 STV**

Probe	Konzentration	sR	sr
	<i>mg/kg TR</i>	%	%
A	316	8,8	4,7
B	247	18	5,5
„Trihalden“- schlamm	212.000	34	15
	<i>µg/ml</i>		
Standardlösung	7,98	10,5	-

Nur bei der **Standardlösung** gab es Sollwerte, da diese gezielt hergestellt wurde. Die anderen Proben waren original kontaminierte Altlastenmaterialien, bei denen die echten, wahren Konzentrationen der Analyten nicht bekannt sind.

Bei der Standardlösung traten Differenzen zwischen den Sollwerten und den gemessenen Mittelwerten der einzelnen Analyten auf, die kleiner als 3 % sind. Nur bei 4-AMINO-2,6-DINITROTOLUOL (11,3 %) und bei 1,3,5-TNB (8,4 %) sind diese Abweichungen von der Richtigkeit größer.

Bei der Standardlösung liegt die **sR** mit ca. 10 % relativ gut. **(Eigentlich liegt hier nur der Variationskoeffizient zwischen den Laboratorien vor).** Bei der Standardlösung können **sR** und

sr nicht angegeben werden, da keine Mehrfachbestimmungen in den Laboratorien durchgeführt wurden und auch nicht abgefragt worden sind.

Die Vergleichsstandardabweichungen **sR** der **Böden** sind als sehr gut zu bewerten, da sie weit unter 30 % liegen. Erfahrungsgemäß werden bei der Bestimmung von organischen Verbindungen in Böden bei Ringversuchen durchschnittlich 20 bis 30 % sR erzielt (z.B. MKW in Böden, ISO 16703 und PAK in Böden, ISO/DIS 18287).

Die Wiederholstandardabweichungen **sr** sind für beide **Bödenproben** bei ca. 5 % zufriedenstellend ausgefallen. Damit liegen die Ergebnisse für **sr** in demselben Niveau wie die bei den o.g. Ringversuchen, obwohl die Mehrzahl der Laboratorien mit dem Verfahren hier nicht vertraut waren und kaum die notwendige Zeit für die Einübung der Methode hatten.

Grundsätzlich ist auch bei diesem Ringversuch wiederum festzustellen, daß in der Regel die Verfahrenskenngrößen sR und sr der Summen von Einzelparametern (Summe STV) stets geringer sind als der Durchschnitt von sR und sr der einzelnen Analyten (siehe hierzu Anhang B, Tabelle 13).

Die Bearbeitung der **Trihaldenschlamm-Probe** war nicht obligatorisch für den Ringversuch und stellte extreme Anforderungen an die Laboratorien.

Diese Probe war **nicht homogenisiert**.

Bei dieser Matrix handelte es um einen Neutralisationsschlamm aus der Abwasserbehandlung und daher **nicht** um Boden. Der Schlamm zeichnet sich durch einen sehr hohen Wasser- und sehr hohen Produktgehalt aus; die Konzentrationsunterschiede zwischen den einzelnen Analyten betragen bis zu 5 Zehnerpotenzen.

Die methodische Herangehensweise an dieses Material war den Laboratorien freigestellt. Wegen der Höhe der Kontamination konnte eigentlich nicht methodenkonform nach den Vorgaben für Böden gearbeitet werden (Einwaagen gewählt zwischen 0,1 und 20 g, statt 50 g). Trotzdem wurde das für den Ringversuch vorgegebene Bestimmungsverfahren angewandt. Besondere Schwierigkeiten wurden nicht berichtet.

Die Vergleichsstandardabweichung **sR** bei der Untersuchung des **Trihaldenschlamm**s ergab 34 %. Damit liegt diese fast um den Faktor 2 über der des **Boden B**, aber nur knapp über denen der oben zitierten ISO-Normen. Somit ist sie trotz der oben dargelegten Randbedingungen als ein überraschend gutes Resultat zu werten.

Die Wiederholstandardabweichungen **sr** von 15 % spiegelt u.a. die Inhomogenität der Matrix und der deutlich unterschiedlichen Konzentrationen wieder.

2. Bericht des Institut Fresenius

2.1 Herstellung der Ringversuchsböden

Vorgabe für die Herstellung der Ringversuchsböden war, die original mit sprengstofftypischen Verbindungen verunreinigten Böden möglichst wenig in ihrer Eigenschaft und Zusammensetzung (Korngrößen, Feuchte und flüchtige Verbindungen) zu verändern.

Die Originalböden stammen von 2 verschiedenen Sprengstoffproduktionsstandorten und wurden von dem HLUG zur Verfügung gestellt. Die Böden wurden in mit Silikondichtungen fest verschlossenen Edelstahlbehältern angeliefert. Aus insgesamt fünf verschiedenen Böden wurden zwei für die Herstellung der Ringversuchsproben ausgewählt. Die beiden ausgewählten Böden wurden im Mai 2003 durch ein Drahtsieb aus Edelstahl auf $<5\text{ mm}$ abgesiebt und in den Edelstahlbehältern bei ca. $+4\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis zur weiteren Verarbeitung eingelagert.

Im August 2003 wurden die beiden ausgewählten Böden durch ein Edstahlsieb auf eine Korngröße $<2\text{ mm}$ abgesiebt und eine Probemischung zur Überprüfung einer guten Mischbarkeit (Homogenität) durchgeführt.

Boden A

Der Boden war relativ feinkörnig, sandig, rötlich gefärbt und sehr feucht. Es wurde ein starker Geruch nach Nitrotoluol festgestellt. Bei der Probemischung bildeten sich Klumpen, eine gute Durchmischung war wegen des hohen Feuchtegehaltes nicht möglich.

Versuche zur gezielten Reduktion der Feuchte (Antrocknen an der Luft; oder Trocknen über P_2O_5) scheiterten, da die Nitrotoluol-Gehalte zu stark absanken. Deshalb wurde ein Teil dieses Bodens luftgetrocknet und anschließend dem Originalboden wieder zugesetzt. Auf diese Weise wurde die Feuchte so weit abgesenkt, daß eine gute Mischbarkeit erzielt wurde, ohne die Struktur und Zusammensetzung des Bodens wesentlich zu verändern.

Am 29. August 2003 wurde Boden A abgesiebt:

Fraktion	$<2\text{ mm}$ ca. 70 %	TR: 89,2 %
	$>5\text{ mm}$ ca. 30 %	

Ein Teil der Fraktion $<2\text{ mm}$ wurde an der Luft getrocknet. Der Trockenrückstand betrug nach der Lufttrocknung 99,8 %. Der luftgetrocknete Boden wurde der Originalfraktion $<2\text{ mm}$ zugesetzt und gemischt. Die Mischung erfolgte in einer mit Silikondichtung fest verschlossenen Edstahltrommel (Durchmesser 26 cm , Höhe 37 cm). Die Trommel wurde in eine alte Kugelmühle eingespannt und im Intervall gemischt (3 Minuten Mischen; 5 Minuten Pause), um einer Erwärmung des Bodens und einer daraus folgenden Kondensat- und Klumpenbildung vorzubeugen. Die Mischzeit betrug insgesamt 48 Stunden, die Umgebungstemperatur schwankte zwischen $+5\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $+10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Luftgetrockneter Boden	1,25 kg	TR: 99,8 %
Fraktion $<2\text{ mm}$	6,10 kg	TR: 89,2 %

Nach dem Mischen wurde der Boden direkt aus der Trommel in die Versandgefäße abgepackt. Als Versandflaschen wurden 250 ml Braunglasflaschen mit Kunststoffschraubverschluß und teflonkaschierter Gummidichtung verwendet.

Boden B

Der Originalboden war humusartig, dunkel gefärbt, hatte eine lockere, feuchte Konsistenz und enthielt Beimengungen von Steinen, Stoff, und Holz. Der Geruch war unauffällig.

Am 29. August 2003 wurde Boden B abgesiebt:

Fraktion	<2 mm ca. 46 %	TR: 83,5 %
	>2 mm ca. 54 %	

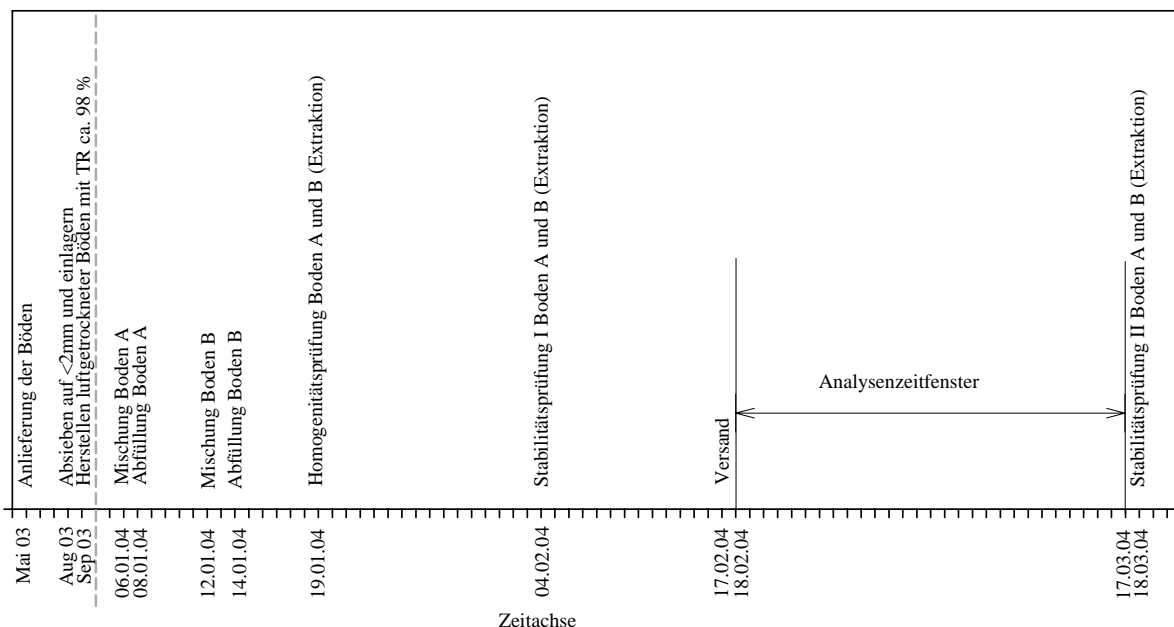
Bei einer Probemischung klebte der gesamte Boden an der Trommelwand. Deshalb wurde wie beim Boden A beschrieben, ein Teil des Bodens an der Luft getrocknet und anschließend wieder dem Originalboden zugesetzt, um die Feuchtigkeit zu reduzieren und eine gute Mischbarkeit zu erreichen.

Luftgetrockneter Boden	1,25 kg	TR: 99,7 %
Fraktion <2 mm	4,50 kg	TR: 83,5 %

Die weitere Behandlung erfolgte wie beim Boden A beschrieben.

Die Abb. 3 zeigt den Zeitablauf der Probenherstellung, der Homogenitäts- und der Stabilitätsprüfung, Probenversand und des Analysenzeitfensters.

Abb. 3



Trihaldenschlamm

Der Trihaldenschlamm wurde nicht homogenisiert, sondern wurde ohne Durchmischung am 16.02.2004 abgefüllt. An dieser Probe wurden vom Institut Fresenius keine Untersuchungen durchgeführt.

Standardlösung in Toluol

Zunächst wurden von allen 10 Parametern Stockstandardlösungen durch Einwägen von 30 bis 50 mg der Reinsubstanzen in 25 ml Toluol hergestellt. Aus diesen Stocklösungen wurden jeweils 2,00 bis 4,00 ml in einen 25 ml Meßkolben überführt und zur Marke aufgefüllt. Aus dem Arbeitsstandard wurde durch Verdünnen (1:200) die Versandlösung hergestellt. Jeweils ca. 1 ml dieser Lösung wurde in GC-Fläschchen versendet. In der Tabelle 3 sind die Daten aufgelistet.

Tabelle 3: Herstellung der Standardlösung

Parameter	Stockstandard		Arbeitsstandard		Versand- lösung
	25 ml Toluol		25 ml		Verd. 1:200
	mg	µg/ml	ml	µg/ml	µg/ml
2-NT	40,7	1.628	2,00	130	0,65
3-NT	43,4	1.736	2,00	139	0,69
4-NT	46,7	1.868	2,00	149	0,75
2,4-DNT	53,2	2.128	2,00	170	0,85
2,6-DNT	44,4	1.776	2,00	142	0,71
3,4-DNT	44,1	1.764	2,00	141	0,71
2,4,6-TNT	45,2	1.808	2,50	181	0,90
1,3,5-TNB	29,3	1.172	4,00	188	0,94
2-A-4,6-DNT	46,9	1.876	2,50	188	0,94
4-A-2,6-DNT	49,6	1.984	2,00	159	0,79
Summe NA					7,93

Das Labor Nr. 14 erhielt den Arbeitsstandard, da dieser wegen der verwendeten HPLC-Methode in Methanol umgelöst werden mußte.

2.2 Kurzzangaben zur Methode

Aufarbeitung: 50 g Boden
 75 ml Methanol
 Extraktion mit „BÜCHI Extraction System B-811
 Dauer ca. 4 h; „hot extraction“
 50 ml Extrakt (Anteil durch Wägung bestimmt)
 + 5 ml Toluol in 500 ml Wasser; Zusatz von ca. 20 g NaCl
 Trocknung des Extraktes mit Na₂SO₄

GC-Bedingungen Säule: ZebtronTM; ZB-5; 30 m * 0,25 mm * 0,25 µm
 Trägergas: Helium; 10 PSI
 Injektor: 0,7 µl; splittlos 0,6 min; 270 °C
 Ofen: 75 bis 85 20 °C/min.
 85 bis 240; 8°C/min
 240 bis 320°C; 40°C/min
 320 °C 4 min.; Transfer Line 250 °C
 MS Finnigan MAT; Magnum ITS 40

Die Auswertung erfolgte mit Acenaphthene-d₁₀ (Masse 162 + 164) als Internem Standard.
Tabelle: 4 Zur Quantifizierung verwendete Massen

Parameter	Masse 1	Masse 2	Masse 3
2-NT	65	120	
3-NT	65	91	137
4-NT	91	107	
2,4-DNT	89	165	
2,6-DNT	89	165	
3,4-DNT	89	182	
2,4,6-TNT	210		
1,3,5-TNB	75		
2-A-4,6-DNT	104	180	
4-A-2,6-DNT	104	180	

2.3 Homogenitäts- und Stabilitätsstudie

Die Homogenitätsprüfung für Boden A und B erfolgte am 19.01.2004, die Prüfung auf Stabilität vor dem Probenversand am 04.02.2004 und nach dem Ablauf der vorgegebenen Bearbeitungszeit am 18.03.2004.

Die Ergebnisse der Prüfungen sind im Anhang D, Seite 1 und 2 aufgeführt. In den graphischen Darstellungen der Kollektive (Anhang C, Seite 1 bis 16) sind auch die Ergebnisse dieser Prüfungen neben denen der Ringversuchsteilnehmer enthalten.

Bewertung der Homogenitätsprüfung:

Boden A

Der Variationskoeffizient VK lag bei sechs untersuchten Proben zwischen 2,4 % (3-NT) und 9,7 % (1,3,5-TNB). Der Mittelwert aller Parameter liegt bei 4,4 % und ist als sehr gut geeignet zu beurteilen.

Boden B

Der Variationskoeffizient VK lag bei sechs untersuchten Proben zwischen 2,2 % (3-NT) und 15,9 % (4-NT). Der Mittelwert aller Parameter liegt bei 7,1%. Insbesondere bei den drei Mononitrotoluolen liegen die Streuungen mit 12,9 % bis 15,9 % deutlich über denen der anderen sieben Parameter (MW=4,7 %). Dies deutet auf eine ungleichmäßigere Verteilung der drei Nitrotoluole hin.

Bewertung der Stabilitätsprüfungen:

Mit einem Statistikprogramm (SigmaStat 2.0) wurde geprüft, ob die Mittelwerte der einzelnen Meßreihen statistisch signifikante Unterschiede aufweisen.

Boden A

Bei neun von zehn Parametern konnten keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten der Homogenitätsprüfung und den Stabilitätsprüfungen I und II festgestellt werden.

Lediglich beim Parameter 2-A-4,6-DNT wird ein statistisch signifikanter Unterschied festgestellt. Beim Vergleich der einzelnen Meßreihen fällt auf, daß der Mittelwert aus der Homogenitätsprüfung mit 0,65 mg/kg TR deutlich niedriger gefunden wurde als bei den beiden Stabilitätsprüfungen mit jeweils 1,0 mg/kg TR. Da der Mittelwert in aller Teilnehmer 1,2 mg/kg TR beträgt, werden die beiden letzten Stabilitätsuntersuchungen bestätigt. Der Wert aus der Homogenitätsstudie wird als Ausreißer bewertet.

Boden B

Bei acht von zehn Parametern wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede nachgewiesen.

Bei 2,6-DNT wurde zwar ein signifikanter Unterschied nachgewiesen, jedoch liegt die Streuung der drei Mittelwerte bei nur 5,1 %. Die Unterschiede sind deshalb statistisch signifikant, weil die Streuungen innerhalb der einzelnen Prüfungen sehr gering sind (Hom 2,2 %, Stab-I 2,1 % und Stab-II 0,4 %). Der Boden wird deshalb als homogen betrachtet.

Beim Parameter 2,4,6-TNT im Boden B wurde ein deutlicher Abfall der Mittelwerte von der Homogenitätsstudie über die Stabilitätsstudien I und II gefunden (siehe Anhang D, Seite 2). Um eine evtl. Instabilität des Boden B auszuschließen, wurden vom Labor 17 die Böden A und B nach Abschluß der vorgegebenen Analysenzeit nochmals extrahiert und analysiert (siehe Anhang D, S. 3).

Extraktionsdatum:	20. bzw. 24.02.04	142 mg/kg TR
Extraktionsdatum:	17.03.04	136 mg/kg TR

Durch die Ergebnissen des Labor 17 ist belegt, dass auch Boden B sowohl homogen als auch stabil ist.

Die Ergebnisse des Institut Fresenius werden als Ausreißer bewertet. Es lagen offenbar Laborprobleme vor.

2.4 Statistische Auswertung

Die statistische Auswertung erfolgte mittels Robust Statistik nach DIN ISO 5725-5. Lediglich die statistischen Kennzahlen des Trockenrückstandes (TR) wurden als Mittelwert (MW) und Standardabweichung (Stabw) nach Eliminierung von Ausreißern nach Grupp's I (siehe Anhang B, Seite 12) bestimmt.

Obwohl der Trihaldenschlamm nicht homogenisiert wurde und damit die Voraussetzungen für eine statistische Auswertung nicht gegeben sind, wurden diese auf Wunsch des HLUG berechnet und sind im Anhang B bei den einzelnen Parametern mit aufgeführt.

Alle Laboratorien die nicht methodenkonform (siehe Kap. 1; Seite 4-5 bzw. Anhang F 1a) gearbeitet hatten, wurden von der Berechnung der statistischen Kennzahlen ausgeschlossen.

Darüber hinaus wurde für alle Parameter der Böden A und B sowie für die Standardlösung eine Vereinbarkeitsprüfung nach Mandel durchgeführt (DIN ISO 5725-2). Bei diesem Test wird geprüft, ob die Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer mit der Annahme einer Normalverteilung aller Teilnehmer vereinbar sind. Hierzu wird die Prüfgröße h berechnet und mit den Bewertungsgrenzen (Signifikanzniveau 95 % bzw. 99 %) verglichen. Eine Überschreitung der Bewertungsgrenze bedeutet, dass die Ergebnisse nicht mit der oben genannten Annahme vereinbar sind. In der Tabelle 5 ist aufgelistet wie häufig die einzelnen Teilnehmer diese Bewertungsgrenzen überschritten haben. Die Ergebnisse sind im Anhang E auch graphisch auf den Seiten 12 bis 15 dargestellt.

Tabelle 5: Mandels Vereinbarkeitstest

Labor	Summe		
	5% ^{*1}	1% ^{*1}	Überschreitungen
1		1	1
2	4	16	20
3a	1	1	2
3b			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11a		1	1
11b		1	1
12			
13			
14		2	2
15a	1		1
15b			
16		1	1
17		1	1

^{*1} Signifikanzniveau nach Mandel

Aus Tabelle 5 ist ersichtlich, dass das Labor 2 mit 20 Überschreitungen deutlich häufiger als die übrigen Teilnehmer die Bewertungsgrenzen für die Prüfgröße h überschreitet. Dieses Labor wurde deshalb als Ausreißer-Labor von der Berechnung aller statistischen Kennzahlen der Böden A und B sowie der Standardlösung ausgeschlossen. In den Graphiken des Anhang C sind die Ergebnisse dieses Teilnehmers im Kollektiv „Ausreißer“ dargestellt.

Anhang A

Labor 1

Flaschen Nr.:	Boden A							Boden B						
	10							30						
	92,46							87,69						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%
2-NT	29,0	30,3	29,6	28,8	29,4	0,68	2	1,50	1,96			1,73	0,33	19
3-NT	3,19	3,19	3,35	3,37	3,28	0,10	3	0,330	0,479			0,40	0,11	26
4-NT	10,6	11,2	10,8	10,6	10,8	0,28	3	0,990	1,35			1,17	0,25	22
2,4-DNT	56,7	47,2	51,5	48,0	50,9	4,32	9	4,89	5,10			5,00	0,15	3
2,6-DNT	21,9	22,9	22,6	21,6	22,3	0,60	3	5,25	5,23			5,24	0,01	0
3,4-DNT	0,753	0,744	0,796	0,792	0,771	0,03	3	1,25	1,41			1,33	0,11	9
2,4,6-TNT	148	161	145	125	145	14,9	10	173	164			169	6,4	4
1,3,5-TNB	1,64	1,63	1,71	1,68	1,67	0,04	2	31,7	33,0			32,4	0,92	3
2-A-4,6-DNT	1,50	1,39	1,57	1,63	1,52	0,10	7	9,98	9,81			9,90	0,12	1
4-A-2,6-DNT	1,44	1,51	1,55	1,64	1,54	0,08	5	11,5	10,5			11,0	0,71	6
Summe	275	281	268	243	267	16,63	6	240	233			237	5,34	2
Einwaage [g]	50,0	50,0	50,0	50,0				50,0	50,0					

Standardlösung					
4					
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	
		SCAN	SIM	DAD	
<i>µg/ml</i>					
			0,51		
			0,57		
			0,63		
			0,60		
			0,67		
			0,60		
			0,85		
			0,91		
			0,98		
			0,92		

Summe [µg/ml] 7,24

Labor 2

Flaschen Nr.:	Boden A							Boden B						
	kA							23						
TR [%]	92,3							87,7						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%
2-NT	60	51	49	45	51,3	6,34	12	3,0	2,7	2,8	2,5	2,75	0,21	8
3-NT	4,8	5,3	6,1	5,5	5,43	0,54	10	0,83	1,0	1,2	0,95	1,00	0,15	15
4-NT	13	15	20	17	16,3	2,99	18	3,0	2,7	2,5	2,8	2,75	0,21	8
2,4-DNT	23	30	30	28	27,8	3,3	12	6,9	6,8	7,1	6,5	6,83	0,25	4
2,6-DNT	20	26	28	24	24,5	3,42	14	7,6	8,0	8,3	7,9	7,95	0,29	4
3,4-DNT	11	15	19	17	15,5	3,42	22	10	13	15	12	12,5	2,08	17
2,4,6-TNT	270	250	300	280	275	20,8	8	450	500	530	480	490	33,7	7
1,3,5-TNB														
2-A-4,6-DNT	38	42	45	40	41,3	2,99	7	35	39	45	38	39,3	4,19	11
4-A-2,6-DNT	55	60	65	63	60,8	4,35	7	68	63	60	58	62,3	4,35	7
Summe	495		562	520	518	34,04	7	584	636	672	609	625	37,62	6
Einwaage [g]	10,0	10,0	10,0	10,0				40,1	40,0	40,0	40,0			

Trihaldenschlamm							
Flaschen Nr.:	3						
TR [%]	40,1						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	g/kg TR				g/kg TR		%
2-NT	185,0	190,0	195,0	187,5	189,4	4,27	2
3-NT	13,50	13,25	12,50	13,75	13,3	0,54	4
4-NT	70,0	80,0	75,0	77,5	75,6	4,27	6
2,4-DNT	21,5	21,0	20,8	21,3	21,1	0,32	2
2,6-DNT	21,5	9,25	22,0	21,5	18,6	6,21	33
3,4-DNT	<0,010	<0,010	<0,010	<0,010	<0,010		
2,4,6-TNT	1,000	0,950	0,875	0,925	0,94	0,05	6
1,3,5-TNB							
2-A-4,6-DNT	0,325	0,375	0,450	0,500	0,41	0,08	19
4-A-2,6-DNT	0,750	0,825	0,725	0,775	0,77	0,04	6
Summe	314	316	327	324	320	6,51	2

Standardlösung				
12				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
			2,20	
			3,00	
			1,20	
			0,79	
			0,32	
			1,60	
			0,65	
			0,69	
			0,50	
Summe [µg/ml]			10,95	

Labor 3a

Methode: GC-MS

Flaschen Nr.:	Boden A							Boden B						
	29							29						
	95,4							91,8						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%
2-NT	41,8	44,4			43,1	1,84	4	2,66	2,70			2,68	0,03	1
3-NT	3,47	3,13			3,30	0,24	7	0,57	0,54			0,56	0,02	4
4-NT	14,6	13,1			13,9	1,06	8	1,69	1,55			1,62	0,10	6
2,4-DNT	88,3	83,0			85,7	3,75	4	7,13	7,09			7,11	0,03	0
2,6-DNT	35,4	33,5			34,5	1,34	4	6,25	6,35			6,30	0,07	1
3,4-DNT	0,39	0,52			0,46	0,09	20	0,21	0,14			0,18	0,05	28
2,4,6-TNT	115	157			136	29,7	22	173	181			177	5,7	3
1,3,5-TNB														
2-A-4,6-DNT	1,15	1,46			1,31	0,22	17	7,12	7,63			7,38	0,36	5
4-A-2,6-DNT	1,67	2,35			2,01	0,48	24	12,4	13,2			12,8	0,57	4
Summe	302	338			320	25,94	8	211	220			216	6,48	3
Einwaage [g]	50,0	41,8						50,0	33,7					

Standardlösung				
5				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
		µg/ml		
		0,44		
		0,47		
		0,48		
		0,88		
		0,64		
		0,58		
		0,66		
		1,32		
		1,25		

Summe [µg/ml] 6,72

Labor 3b

Methode: HPLC

	Boden A							Boden B						
	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
Flaschen Nr.:	29							29						
TR [%]	95,4							91,8						
Messung Nr.	mg/kg TR			mg/kg TR			%	mg/kg TR			mg/kg TR			%
2-NT	35,29	34,7			35,0	0,42	1	2,38	2,57			2,48	0,13	5
3-NT	2,88	3,17			3,03	0,21	7	0,96	1,05			1,01	0,06	6
4-NT	11,75	12,22			12,0	0,33	3	1,63	1,11			1,37	0,37	27
2,4-DNT	77,85	84,42			81,1	4,65	6	5,94	7,9			6,92	1,39	20
2,6-DNT	31,92	35,61			33,8	2,61	8	7,14	8,4			7,77	0,89	11
3,4-DNT								0,94	1,33			1,14	0,28	24
2,4,6-TNT	150,3	142,91			146,6	5,2	4	180,7	204,4			192,6	16,7	9
1,3,5-TNB	2,20	1,99			2,10	0,1	7	49,8	53,4			51,6	2,5	5
2-A-4,6-DNT	0,87	1,45			1,16	0,41	35	7,88	9,35			8,62	1,04	12
4-A-2,6-DNT	2,06	2,97			2,52	0,64	26	13,7	16,15			14,9	1,73	12
Summe	315	319			317	3,05	1	271	306			288	24,42	8
Einwaage [g]	10,0	10,0						10,0	10,0					

Labor 4

		Boden A							Boden B						
Flaschen Nr.:	16								14						
TR [%]	92,5								87,9						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%	
2-NT	41,1	38,5	38,9	35,7	38,6	2,22	6	1,53	2,50	2,29	2,15	2,12	0,42	20	
3-NT	2,98	2,92	2,73	2,58	2,80	0,18	7	0,34	0,51	0,44	0,45	0,44	0,07	16	
4-NT	13,7	12,9	12,5	11,6	12,7	0,87	7	1,13	1,66	1,50	1,36	1,41	0,22	16	
2,4-DNT	81,8	73,4	74,2	68,9	74,6	5,35	7	6,43	6,84	6,54	6,26	6,52	0,24	4	
2,6-DNT	32,0	28,7	29,3	26,9	29,2	2,11	7	5,45	5,80	5,75	5,45	5,61	0,19	3	
3,4-DNT	0,70	0,61	0,60	0,57	0,62	0,06	9	0,19	0,20	0,19	0,19	0,19	0,00	3	
2,4,6-TNT	166	160	166	159	163	3,8	2	198	153	152	145	150	4,4	3	
1,3,5-TNB	2,04	1,66	1,74	1,65	1,77	0,18	10	48,9	46,0	43,8	40,4	44,8	3,59	8	
2-A-4,6-DNT	0,71	0,89	0,83	0,92	0,84	0,09	11	8,00	7,59	7,96	7,28	7,71	0,34	4	
4-A-2,6-DNT	1,36	1,51	1,46	1,46	1,45	0,06	4	15,8	15,4	16,5	15,1	15,7	0,61	4	
Summe	342	321	328	309	325	13,85	4	240	237	224	234	8,52	4		
Einwaage [g]	50,1	50,0	50,0	50,0				50,1	50,0	50,0	50,0				

Ausreißer Grupp I; von der Berechnung ausgeschlossen

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	1							
TR [%]	kA							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	117,0	132,0	109,0	153,0	127,8	19,3	15	
3-NT	5,71	6,45	5,28	6,78	6,06	0,68	11	
4-NT	60,8	73,4	56,7	80,4	67,8	11,0	16	
2,4-DNT	14,4	16,6	13,4	16,4	15,2	1,56	10	
2,6-DNT	6,19	7,10	5,56	6,92	6,44	0,71	11	
3,4-DNT	<0,0005	<0,0005	<0,0005	<0,0005	<0,0005			
2,4,6-TNT	0,005	0,0069	0,0052	0,0072	0,006	0,001	19	
1,3,5-TNB	0,0010	0,0012	0,0009	0,0010	0,001	0,0001	11	
2-A-4,6-DNT	0,008	0,008	0,008	0,009	0,008	0,001	10	
4-A-2,6-DNT	0,0533	0,0534	0,0498	0,0585	0,054	0,004	7	
Summe	204	236	190	264	223	32,91	15	

Standardlösung				
7				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
			0,59	
			0,64	
			0,71	
			0,96	
			0,72	
			0,74	
			0,92	
			0,95	
			0,94	
			1,05	

Summe [µg/ml] 8,22

Labor 5

		Boden A							Boden B							
Flaschen Nr.:	20								26							
TR [%]	92,3								87,4							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK		
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%		
2-NT	40	40	42	42	41,0	1,15	3	2,0	2,0	2,1	1,7	1,95	0,17	9		
3-NT	3,0	3,1	3,2	3,4	3,18	0,17	5	0,44	0,46	0,50	0,46	0,47	0,03	5		
4-NT	16	14	15	14	14,8	0,96	6	1,3	1,4	1,7	1,7	1,53	0,21	14		
2,4-DNT	88	90	95	100	93,3	5,38	6	6,6	7,4	6,8	6,5	6,83	0,40	6		
2,6-DNT	37	33	36	37	35,8	1,89	5	5,8	5,3	5,0	5,0	5,28	0,38	7		
3,4-DNT	0,65	0,66	0,72	0,64	0,67	0,04	5	0,32	0,52	0,40	0,40	0,41	0,08	20		
2,4,6-TNT	180	170	160	180	173	9,6	6	220	180	200	180	195	19,1	10		
1,3,5-TNB	2,5	2,2	2,3	2,5	2,38	0,15	6	54	45	51	51	50,3	3,77	8		
2-A-4,6-DNT	0,78	0,80	0,78	0,79	0,79	0,01	1	5,5	5,6	5,6	5,8	5,63	0,13	2		
4-A-2,6-DNT	1,1	1,2	1,3	1,2	1,20	0,08	7	14	13	11	13	12,8	1,26	10		
Summe	369	355	356	382	365	12,45	3	310	261	284	266	280	22,33	8		
Einwaage [g]	50,17	49,09	49,95	50,50				36,1	35,1	37,0	37,3					

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	2							
TR [%]	33,6							
Messung Nr.	1 ^{*1}	2 ^{*1}	3 ^{*2}	4 ^{*2}	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	120	130	87	120	114,3	18,77	16	
3-NT	5,9	9,0	6,2	9,1	7,55	1,74	23	
4-NT	64	69	50	84	66,8	14,03	21	
2,4-DNT	14	23	17	23	19,3	4,50	23	
2,6-DNT	6,6	8,7	7	8,7	7,8	1,11	14	
3,4-DNT	<0,850	<0,400	<0,400	<0,400	< 0,400			
2,4,6-TNT	<0,850	<0,400	<0,400	<0,400	< 0,400			
1,3,5-TNB	<0,850	<0,400	<0,400	<0,400	< 0,400			
2-A-4,6-DNT	<0,850	<0,400	<0,400	<0,400	< 0,400			
4-A-2,6-DNT	<0,850	<0,400	<0,400	<0,400	< 0,400			
Summe	211	240	167	245	216	35,60	17	

^{*1} Einwaage ca. 1,8 g; 50 ml Methanol; 1 h geschüttelt

^{*2} Nach Manuskript gearbeitet

Standardlösung				
1				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
		0,77		
		0,82		
		0,93		
		0,89		
		0,69		
		0,79		
		0,95		
		1,00		
		1,10		
		0,98		
Summe [µg/ml]		8,92		

Labor 6

GC/MS

		Boden A							Boden B						
Flaschen Nr.:	15								8						
TR [%]	92,8								87,8						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%	
2-NT	40,5	40,9	42,7	40,7	41,2	1,01	2	2,25	2,54	2,16	2,38	2,33	0,17	7	
3-NT	3,28	3,36	3,43	3,41	3,37	0,07	2	0,56	0,66	0,44	0,52	0,55	0,09	17	
4-NT	13,5	13,7	14,3	13,7	13,8	0,35	3	1,62	1,88	1,32	1,55	1,59	0,23	14	
2,4-DNT	69,7	74,0	75,0	71,3	72,5	2,43	3	7,83	8,54	7,92	8,05	8,09	0,32	4	
2,6-DNT	30,5	31,9	33,2	31,2	31,7	1,15	4	6,87	7,21	7,14	7,13	7,09	0,15	2	
3,4-DNT	0,66	0,73	0,75	0,74	0,72	0,04	6	0,36	0,37	0,35	0,41	0,37	0,03	7	
2,4,6-TNT	141	143	144	143	143	1,3	1	175	173	172	166	172	3,9	2	
1,3,5-TNB	2,25	2,33	2,31	2,18	2,27	0,07	3	41,4	46,5	45,3	40,8	43,5	2,82	6	
2-A-4,6-DNT	1,02	1,00	1,01	0,86	0,97	0,08	8	10,0	10,8	10,4	8,02	9,81	1,23	13	
4-A-2,6-DNT	1,13	1,18	1,17	1,09	1,14	0,04	4	13,2	14,8	14,1	12,4	13,6	1,05	8	
Summe	304	312	318	308	310	6,07	2	259	266	261	247	258	8,05	3	
Einwaage [g]	50,1	49,9	50,0	49,8				49,8	50,0	50,0	50,0				

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	16							
TR [%]	38,7							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	168,0	126,0	140,0	121,0	138,8	21,09	15	
3-NT	8,76	6,7	7,56	6,21	7,31	1,12	15	
4-NT	89,9	67,4	73,3	63,4	73,5	11,67	16	
2,4-DNT	21,4	15,7	17,2	13,9	17,1	3,20	19	
2,6-DNT	7,94	5,95	6,9	5,63	6,61	1,04	16	
3,4-DNT	<0,009	<0,008	<0,009	<0,008	<0,008			
2,4,6-TNT	<0,029	<0,026	<0,027	<0,026	<0,026			
1,3,5-TNB	<0,057	<0,052	<0,055	<0,052	<0,052			
2-A-4,6-DNT	<0,016	<0,015	<0,015	<0,015	<0,015			
4-A-2,6-DNT	0,051	0,038	0,043	0,034	0,042	0,007	18	
Summe	296	222	245	210	243	38,06	16	

Standardlösung				
2				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
			0,63	
			0,66	
			0,70	
			0,78	
			0,65	
			0,61	
			0,83	
			0,91	
			0,87	
			0,77	
Summe [µg/ml]			7,41	

Labor 7

		Boden A							Boden B						
Flaschen Nr.:	11								16						
TR [%]	93,2								88,8						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%	
2-NT	34,0	34,0	35,0	36,7	34,9	1,27	4	1,52	2,06	1,87	1,84	1,82	0,22	12	
3-NT	2,39	2,42	2,46	2,52	2,45	0,06	2	0,293	0,408	0,307	0,374	0,35	0,05	16	
4-NT	12,8	12,9	12,9	13,1	12,9	0,13	1	1,11	1,46	1,28	1,22	1,27	0,15	12	
2,4-DNT	72,7	78,9	76,2	87,7	78,9	6,41	8	5,89	6,79	6,51	6,67	6,47	0,40	6	
2,6-DNT	31,7	32,5	32,6	32,7	32,4	0,46	1	5,86	6,30	6,25	6,19	6,15	0,20	3	
3,4-DNT	0,578	0,571	0,589	0,591	0,58	0,01	2	0,197	0,212	0,211	0,207	0,21	0,01	3	
2,4,6-TNT	162	153	174	182	168	12,8	8	190	194	216	193	198	12,0	6	
1,3,5-TNB	1,85	1,83	1,87	1,82	1,84	0,02	1	49,8	51,0	51,9	50,9	50,9	0,86	2	
2-A-4,6-DNT	0,805	0,764	0,766	0,794	0,78	0,02	3	4,81	4,82	5,03	4,93	4,90	0,10	2	
4-A-2,6-DNT	1,06	1,00	0,995	1,00	1,01	0,03	3	9,45	9,56	9,77	9,58	9,59	0,13	1	
Summe	320	318	337	359	334	19,07	6	269	277	299	275	280	13,24	5	
Einwaage [g]	50,0	50,0	50,0	50,0				50,0	50,0	50,0	50,0				

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	14							
TR [%]	38,2							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	136,0	146,0	123,0	153,0	139,5	13,03	9	
3-NT	7,07	7,67	6,26	7,64	7,16	0,66	9	
4-NT	70,7	75,4	63,1	77,7	71,7	6,45	9	
2,4-DNT	17,4	18,9	15,7	19,0	17,8	1,55	9	
2,6-DNT	7,59	8,27	7,04	8,48	7,8	0,66	8	
3,4-DNT	<0,00033	<0,00033	<0,00066	<0,00066	<0,00033			
2,4,6-TNT	0,0101	0,0122	0,0150	0,0147	0,013	0,002	18	
1,3,5-TNB	0,0008	0,0009	0,0009	0,0010	0,001	0,0001	11	
2-A-4,6-DNT	0,0069	0,0076	0,0067	0,0079	0,007	0,001	8	
4-A-2,6-DNT	0,050	0,056	0,061	0,063	0,058	0,006	10	
Summe	239	256	215	266	244	22,28	9	

		Standardlösung			
		9			
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	
		SCAN	SIM	DAD	
µg/ml					
0,751	0,643				
0,665	0,576				
0,791	0,723				
0,814	0,811				
0,708	0,695				
0,662	0,658				
0,834	0,831				
1,12	1,03				
0,902	0,915				
0,792	0,798				
8,04		7,68			
Summe [µg/ml]					

Labor 8

Flaschen Nr.:	Boden A							Boden B						
	2							2						
	92,6							87,0						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%
2-NT	42,0	41,9	37,4	36,3	39,4	2,98	8	1,85	2,10	2,16	1,90	2,00	0,15	8
3-NT	3,11	3,55	3,13	3,01	3,20	0,24	7	0,448	0,487	0,51	0,445	0,47	0,03	7
4-NT	14,7	15,4	13,9	13,5	14,4	0,85	6	1,30	1,50	1,49	1,26	1,39	0,13	9
2,4-DNT	79,5	82,7	75,2	75,1	78,1	3,68	5	5,82	6,75	6,69	7,25	6,63	0,59	9
2,6-DNT	32,3	34,2	30,8	29,4	31,7	2,06	6	5,68	5,97	5,91	6,45	6,00	0,32	5
3,4-DNT	0,650	0,716	0,641	0,638	0,66	0,04	6	0,271	0,284	0,278	0,278	0,28	0,01	2
2,4,6-TNT	138	145	143	139	141	3,3	2	153	170	186	212,6	180	25,3	14
1,3,5-TNB	1,77	2,01	1,83	1,76	1,84	0,12	6	42,3	45,6	46,4	52,6	46,73	4,30	9
2-A-4,6-DNT	0,757	0,756	0,698	0,666	0,72	0,04	6	5,21	5,98	6,02	6,57	5,95	0,56	9
4-A-2,6-DNT	1,10	1,11	1,03	0,97	1,05	0,07	6	9,74	10,7	10,8	11,5	10,69	0,72	7
Summe	314	327	308	300	312	11,45	4	226	249	266	301	261	31,63	12
Einwaage [g]	50,0	50,0	50,0	50,0				50,0	50,0	50,0	50,0			

Trihaldenschlamm							
Flaschen Nr.:	6						
TR [%]	33,3						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	g/kg TR				g/kg TR		%
2-NT	146	148	134	141	142,3	6,24	4
3-NT	8,20	8,32	7,48	7,92	7,98	0,37	5
4-NT	80,2	81,5	72,8	76,5	77,8	3,92	5
2,4-DNT	17,0	17,1	15,6	16,4	16,5	0,69	4
2,6-DNT	7,71	7,56	6,95	7,36	7,40	0,33	4
3,4-DNT	*1	*1	*1	*1	*1		
2,4,6-TNT	0,0112	0,0113	0,0109	0,0112	0,011	0,0002	2
1,3,5-TNB	0,0009	0,0012	0,0011	0,0012	0,001	0,0001	12
2-A-4,6-DNT	0,0078	0,0082	0,0064	0,0064	0,007	0,001	13
4-A-2,6-DNT	0,063	0,064	0,051	0,053	0,058	0,006	11
Summe	259	263	237	249	252	11,53	5

*1 angegeben: <0,000751

Standardlösung				
16				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
0,72	0,702			
0,696	0,75			
0,794	0,833			
0,819	0,845			
0,69	0,712			
0,671	0,698			
0,71	0,755			
1,08	1,06			
0,996	0,916			
0,83	0,784			

8,01 8,06
Summe [µg/ml]

Labor 9

		Boden A							Boden B							
Flaschen Nr.:	5								25							
TR [%]	91,5								86,4							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK		
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%		
2-NT	30,7	29,3	33,6	32,6	31,6	1,92	6	1,87	2,27	1,93	1,96	2,01	0,18	9		
3-NT	3,17	3,02	3,27	3,21	3,17	0,11	3	0,42	0,52	0,38	0,35	0,42	0,07	18		
4-NT	13,2	12,6	13,9	13,4	13,3	0,54	4	1,22	1,50	1,22	1,31	1,31	0,13	10		
2,4-DNT	68,2	73,5	69,3	65,7	69,2	3,25	5	6,27	6,27	6,23	5,82	6,15	0,22	4		
2,6-DNT	32,5	31,0	33,9	31,0	32,1	1,39	4	6,07	5,92	6,15	5,75	5,97	0,18	3		
3,4-DNT	0,66	0,66	0,70	0,69	0,68	0,02	3	0,29	0,29	0,27	0,26	0,28	0,02	5		
2,4,6-TNT	142	135	136	129	136	5,3	4	167	161	163	153	161	5,9	4		
1,3,5-TNB	1,77	1,87	1,89	1,87	1,85	0,05	3	37,1	33,6	35,2	35,4	35,3	1,43	4		
2-A-4,6-DNT	7,27	8,17	7,31	7,18	7,48	0,46	6	10,6	10,2	10,5	11,1	10,6	0,37	4		
4-A-2,6-DNT	6,38	6,55	6,44	6,61	6,50	0,10	2	14,0	13,0	13,8	14,8	13,9	0,74	5		
Summe	306	302	306	291	301	6,99	2	245	235	239	230	237	6,40	3		
Einwaage [g]	50,00	50,00	50,00	50,00				50,00	50,00	50,00	50,00					

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	17							
TR [%]	38,1							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	122,0	103,0	126,0	102,0	113,3	12,53	11	
3-NT	7,14	6,3	7,61	6,05	6,8	0,73	11	
4-NT	68,7	57	76,4	61,5	65,9	8,50	13	
2,4-DNT	12,1	10,2	12,0	9,4	10,9	1,35	12	
2,6-DNT	5,99	5,3	6,1	4,9	5,6	0,56	10	
3,4-DNT	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002			
2,4,6-TNT	0,0084	0,0093	0,0091	0,0084	0,009	0,0005	6	
1,3,5-TNB	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001			
2-A-4,6-DNT	0,004	0,005	0,005	0,004	0,004	0,0004	9	
4-A-2,6-DNT	0,0367	0,0403	0,0441	0,039	0,040	0,003	8	
Summe	216	182	228	184	202	23,18	11	

Standardlösung				
17				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
0,834				
0,802				
0,867				
0,858				
0,757				
0,738				
0,900				
1,05				
0,964				
0,854				
8,62				
Summe [µg/ml]				

Labor 10

		Boden A							Boden B						
Flaschen Nr.:	24								18						
TR [%]	92,5								97,9						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%	
2-NT	26,9	28,4	33,3	28,2	29,2	2,81	10	1,87	1,76	1,57	1,70	1,73	0,13	7	
3-NT	2,47	2,60	2,77	3,12	2,74	0,28	10	0,374	0,425	0,322	0,325	0,36	0,05	13	
4-NT	10,6	10,7	12,4	11,9	11,4	0,89	8	1,13	1,10	0,907	1,02	1,04	0,10	10	
2,4-DNT	56,6	59,6	66,0	70,8	63,3	6,38	10	5,21	4,71	5,08	5,05	5,01	0,21	4	
2,6-DNT	32,4	29,5	31,4	29,4	30,7	1,47	5	5,16	4,95	5,03	4,94	5,02	0,10	2	
3,4-DNT	0,81	0,79	0,82	0,85	0,82	0,03	3	0,589	0,615	0,630	0,670	0,63	0,03	5	
2,4,6-TNT	153	152	154	157	154	2,2	1	107	118	106	113	111	5,6	5	
1,3,5-TNB	3,26	3,14	3,16	3,30	3,22	0,08	2	51,0	49,7	51,4	53,3	51,4	1,49	3	
2-A-4,6-DNT	2,14	1,47	1,55	2,04	1,80	0,34	19	7,89	7,63	8,55	7,49	7,89	0,47	6	
4-A-2,6-DNT	1,94	1,61	1,49	2,19	1,81	0,32	18	13,3	11,0	13,7	12,3	12,6	1,20	10	
Summe	290	290	307	309	299	10,35	3	194	200	193	200	197	3,75	2	
Einwaage [g]	30	30	30	30				30	30	30	30				

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	7							
TR [%]	40,3							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	130,0	130,0	132,0	129,0	130,3	1,26	1	
3-NT	7,45	7,33	8	7,17	7,49	0,36	5	
4-NT	69,6	65,8	66,1	63,8	66,3	2,41	4	
2,4-DNT	13,8	12,5	13,7	13,8	13,5	0,64	5	
2,6-DNT	6,39	6,71	7,37	7	6,87	0,42	6	
3,4-DNT	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100			
2,4,6-TNT	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100			
1,3,5-TNB	<0,200	<0,200	<0,200	<0,200	<0,200			
2-A-4,6-DNT	<0,200	<0,200	<0,200	<0,200	<0,200			
4-A-2,6-DNT	<0,200	<0,200	<0,200	<0,200	<0,200			
Summe	227	222	227	221	224	3,32	1	

Standardlösung				
6				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
			0,631	
			0,707	
			0,716	
			0,804	
			0,684	
			0,696	
			0,855	
			1,07	
			0,969	
			0,831	
Summe [µg/ml]			7,96	

Labor 11a

Methode: GC-MS

Flaschen Nr.:	Boden A							Boden B						
	8							22						
TR [%]	92,4							87,6						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%
2-NT	34,4	35,8	34,0	33,4	34,4	1,02	3	1,29	1,63	1,26	1,43	1,40	0,17	12
3-NT	1,61	2,11	1,97	2,05	1,94	0,22	12	<0,01	<0,03	<0,03	<0,03	<0,01		
4-NT	12,0	12,6	12,1	11,9	12,2	0,31	3	0,47	0,79	0,57	0,85	0,67	0,18	27
2,4-DNT	71,6	66,7	70,0	66,7	68,8	2,46	4	6,24	6,33	6,21	6,07	6,21	0,11	2
2,6-DNT	29,6	30,2	28,8	28,2	29,2	0,88	3	5,67	5,86	5,85	5,63	5,75	0,12	2
3,4-DNT	<0,01	<0,03	<0,03	<0,03	<0,01			<0,01	<0,03	<0,03	<0,03	<0,01		
2,4,6-TNT	160	154	136	149	150	10,2	7	187	176	199	215	194	16,7	9
1,3,5-TNB	7,72	4,91	5,41	4,78	5,71	1,37	24	37,6	40,3	39,6	42,2	39,9	1,90	5
2-A-4,6-DNT	<0,01	<0,03	<0,03	<0,03	<0,01			6,92	6,97	7,18	7,00	7,02	0,11	2
4-A-2,6-DNT	<0,01	<0,03	<0,03	<0,03	<0,01			9,79	10,1	10,8	8,92	9,90	0,78	8
Summe	317	306	288	296	302	12,46	4	255	248	270	287	265	17,40	7
Einwaage [g]	50,00	17,41	15,28	18,05				50,00	16,04	17,23	17,40			

Trihaldenschlamm							
Flaschen Nr.:	13						
TR [%]	38,5						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	g/kg TR				g/kg TR		%
2-NT	175	75	122	113	121	41,1	34
3-NT	10,6	3,79	6,62	6,03	6,76	2,84	42
4-NT	101,0	43,4	70,2	64,8	69,9	23,8	34
2,4-DNT	23,6	8,6	15,0	13,8	15,2	6,23	41
2,6-DNT	10,1	4,22	6,91	6,59	6,96	2,42	35
3,4-DNT	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150		
2,4,6-TNT	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150		
1,3,5-TNB	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150		
2-A-4,6-DNT	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150		
4-A-2,6-DNT	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150	<0,150		
Summe	320	135	221	204	220	76,35	35

Standardlösung				
15				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
		0,55		
		0,58		
		0,66		
		0,76		
		0,67		
		0,70		
		0,94		
		1,00		
		1,01		
		0,90		
Summe [µg/ml]		7,77		

Labor 11b

Methode: HPLC

		Boden A							Boden B						
Flaschen Nr.:	8								22						
TR [%]	92,4								87,6						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	mg/kg TR				mg/kg TR			%	mg/kg TR				mg/kg TR		%
2-NT	34,2				34,2		0	<0,3	<0,3			<0,3			
3-NT	2,89				2,89		0	<0,3	<0,3			<0,3			
4-NT	11,8				11,8		0	<0,3	<0,3			<0,3			
2,4-DNT	72,1				72,1		0	2,75	2,93			2,84	0,13	4	
2,6-DNT	25,3				25,3		0	3,81	3,64			3,73	0,12	3	
3,4-DNT	n.b.				n.b.			n.b.	n.b.			n.b.			
2,4,6-TNT	162,3				162		0	128,1	138,3			133	7,2	5	
1,3,5-TNB	2,69				2,69		0	32,6	33,8			33,2	0,85	3	
2-A-4,6-DNT	0,41				0,41		0	4,56	4,95			4,76	0,28	6	
4-A-2,6-DNT	0,71				0,71		0	8,82	9,78			9,30	0,68	7	
Summe	312				312		0	181	193			187	9,02	5	
Einwaage [g]	20,07							20,02	20,15						

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	13							
TR [%]	38,5							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	141,600				142			
3-NT	8,229				8,23			
4-NT	75,470				75,5			
2,4-DNT	17,720				17,7			
2,6-DNT	6,860				6,86			
3,4-DNT	<0,06				<0,06			
2,4,6-TNT	<0,06				<0,06			
1,3,5-TNB	<0,06				<0,06			
2-A-4,6-DNT	<0,06				<0,06			
4-A-2,6-DNT	<0,06				<0,06			
Summe	250				250		0	

Labor 12

		Boden A							Boden B						
Flaschen Nr.:	28								20						
TR [%]	93,28								88,9						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%	
2-NT	34,7	36,2	32,8	32,6	34,1	1,70	5	1,61	1,69	1,58	1,60	1,62	0,05	3	
3-NT	2,43	2,32	2,29	2,35	2,35	0,06	3	0,33	0,31	0,35	0,36	0,34	0,02	7	
4-NT	12,1	11,8	12,0	11,3	11,8	0,36	3	1,04	1,12	0,98	1,04	1,05	0,06	5	
2,4-DNT	81,2	88,1	82,1	83,2	83,7	3,08	4	6,37	6,42	6,06	6,35	6,30	0,16	3	
2,6-DNT	34,0	33,1	35,4	37,1	34,9	1,75	5	5,82	5,74	5,94	5,76	5,82	0,09	2	
3,4-DNT	0,52	0,61	0,58	0,61	0,58	0,04	7	0,24	0,26	0,25	0,27	0,26	0,01	5	
2,4,6-TNT	131	135	130	136	133	2,9	2	226	217	222	225	223	4,0	2	
1,3,5-TNB	0,98	0,85	0,86	0,93	0,91	0,06	7	46,7	46,5	48,9	47,2	47,3	1,09	2	
2-A-4,6-DNT	1,30	1,33	1,30	1,19	1,28	0,06	5	7,73	8,11	8,02	7,95	7,95	0,16	2	
4-A-2,6-DNT	2,06	2,20	2,24	1,91	2,10	0,15	7	15,0	14,8	14,9	15,4	15,0	0,26	2	
Summe	300	312	300	307	305	5,72	2	311	302	309	311	308	4,25	1	
Einwaage [g]	10,0	10,0	10,0	10,0				10,0	10,0	10,0	10,0				

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	8							
TR [%]	34,3							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	113	99,0	101	108	105	6,45	6	
3-NT	4,43	4,22	4,38	4,44	4,37	0,10	2	
4-NT	59,2	52	52,5	54,2	54,5	3,29	6	
2,4-DNT	16,7	15,8	16,3	16,0	16,2	0,39	2	
2,6-DNT	6,78	6,48	6,74	6,82	6,71	0,15	2	
3,4-DNT	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	< 0,100			
2,4,6-TNT	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	< 0,100			
1,3,5-TNB	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	< 0,100			
2-A-4,6-DNT	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	< 0,100			
4-A-2,6-DNT	0,060	0,060	0,060	0,060	0,06	0,00	0	
Summe	200	178	181	190	187	10,09	5	

		Standardlösung			
		13			
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	
		SCAN	SIM	DAD	
		µg/ml			
		0,68			
		0,72			
		0,77			
		0,96			
		0,75			
		0,71			
		1,03			
		1,03			
		1,01			
		0,89			
Summe [µg/ml]		8,55			

Labor 13

		Boden A							Boden B							
Flaschen Nr.:	18								12							
TR [%]	kA								kA							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK		
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%		
2-NT	32,4	31,6	30,8	32,3	31,8	0,74	2	1,17	1,44	1,26	1,55	1,36	0,17	13		
3-NT	2,35	2,06	2,42	2,33	2,29	0,16	7	0,274	0,303	0,314	0,332	0,31	0,02	8		
4-NT	10,8	9,58	9,50	9,99	10,0	0,60	6	0,734	0,904	0,828	1,070	0,88	0,14	16		
2,4-DNT	67,2	66,5	56,4	61,9	63,0	4,99	8	3,88	5,72	5,07	5,86	5,13	0,90	18		
2,6-DNT	23,2	22,3	21,3	22,7	22,4	0,81	4	3,88	4,71	4,91	5,61	4,78	0,71	15		
3,4-DNT	0,594	0,576	0,649	0,573	0,60	0,04	6	0,235	0,304	0,293	0,305	0,28	0,03	12		
2,4,6-TNT	176	161	151	162	163	10,3	6	136	152	136	136	140	8,0	6		
1,3,5-TNB	2,12	1,74	2,23	2,08	2,04	0,21	10	23,9	30,5	35,9	35,0	31,3	5,48	18		
2-A-4,6-DNT	0,916	0,694	0,804	0,776	0,80	0,09	12	4,53	6,85	6,24	7,02	6,16	1,14	18		
4-A-2,6-DNT	1,17	0,912	1,16	1,04	1,07	0,12	11	6,26	9,06	8,37	9,31	8,25	1,38	17		
Summe	317	297	276	296	296	16,54	6	181	212	199	202	198	12,92	7		
Einwaage [g]	50,0	50,0	50,0	50,0				50,0	50,0	50,0	50,0					

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	10							
TR [%]	kA							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	71,2	59,7	63,6	54,9	62,4	6,89	11	
3-NT	3,63	2,97	3,17	2,68	3,11	0,40	13	
4-NT	38,0	31,5	33,7	28,7	33,0	3,93	12	
2,4-DNT	9,06	6,80	7,42	5,85	7,28	1,35	19	
2,6-DNT	3,35	2,60	2,79	2,25	2,75	0,46	17	
3,4-DNT	0,0451	0,0416	0,0395	0,0375	0,04	0,00	8	
2,4,6-TNT	0,0050	0,0040	0,0042	0,0041	0,004	0,0004	10	
1,3,5-TNB								
2-A-4,6-DNT	0,0078	0,0062	0,0061	0,0053	0,006	0,001	17	
4-A-2,6-DNT	0,0322	0,0288	0,0284	0,0251	0,029	0,003	10	
Summe	125	104	111	94	109	13,03	12	

Standardlösung				
10				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
			0,57	
			0,62	
			0,65	
			0,75	
			0,64	
			0,65	
			0,84	
			0,88	
			0,93	
			0,73	
Summe [µg/ml]			7,27	

Labor 14

Flaschen Nr.:	Boden A							Boden B						
	14+30													
	TR [%]	kA					kA							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	3	4	MW	Stabw	VK	
	mg/kg TR			mg/kg TR			%	mg/kg TR			mg/kg TR			%
2-NT	27,2	30,4	27,9		28,5	1,68	6	2,72			2,64	0,11	4	
3-NT	2,33	2,62	2,46		2,47	0,15	6	2,34	*1		2,30	0,06	3	
4-NT	12,3	13,8	13,0		13,0	0,75	6	7,99	*1		7,74	0,35	5	
2,4-DNT	60,4	71,8	69,8		67,3	6,09	9	5,91			5,72	0,28	5	
2,6-DNT	23,3	27,2	26,1		25,5	2,01	8	6,84			6,68	0,23	3	
3,4-DNT	0,525	0,621	0,610		0,59	0,05	9	0,500	*1		0,49	0,01	3	
2,4,6-TNT	171,0	196,3	174,7		181	13,7	8	179,7			175	6,0	3	
1,3,5-TNB	1,42	1,72	1,68		1,61	0,16	10	41,1			39,8	1,91	5	
2-A-4,6-DNT	0,457	0,512	0,537		0,50	0,04	8	10,30			10,0	0,49	5	
4-A-2,6-DNT	1,18	1,40	1,22		1,27	0,12	9	16,2			15,7	0,71	5	
Summe	300	346	318		321	23,33	7	274			266	10,18	4	
Einwaage [g]	20,0	20,0	20,0					20,0						

1,3-DNB 1,09 1,30 1,25

*1 Störung durch überlappenden Peak aus der Probenmatrix

Trihaldenschlamm							
Flaschen Nr.:	12						
TR [%]	kA						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	g/kg TR			g/kg TR			%
2-NT	83,25	80,85			82,1	1,70	2
3-NT	4,670	4,886			4,78	0,15	3
4-NT	52,38	50,08			51,2	1,63	3
2,4-DNT	9,56	10,27			9,9	0,5	5
2,6-DNT	3,828	4,167			4,00	0,24	6
3,4-DNT	<NG	<NG			<NG		
2,4,6-TNT	<NG	<NG			<NG		
1,3,5-TNB	<NG	<NG			<NG		
2-A-4,6-DNT	<NG	<NG			<NG		
4-A-2,6-DNT	0,0581	0,0624			0,060	0,003	5
Summe	154	150			152	2,43	2
Einwaage [g]	1,0	1,0					
Extrak.Datum	18.2	18.2					
Anal.Datum	24.2	24.2					

1,3-DNB 0,583 0,614 0,5985 0,02192 4%
 Nitrobenzol 0,272 0,252 0,262 0,01414 5%

Standardlösung				
8				
ECD 2	MS-		HPLC	
	SCAN	SIM	DAD	*2
µg/ml				
			0,616	123
			0,660	132
			0,715	143
			0,814	163
			0,660	132
			0,680	136
			0,891	178
			0,946	189
			0,891	178
			0,770	154

7,64

Berichtete Ergebnisse

Labor 15a

Methode: HPLC

		Boden A							Boden B						
Flaschen Nr.:	6								10						
TR [%]	92,4								88,1						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%	
2-NT	24,9	26,2			25,6	0,92	4	<1,5	<1,5			<1,5			
3-NT	2,53	2,62			2,58	0,06	2	<1,5	<1,5			<1,5			
4-NT	10,7	11,4			11,1	0,49	4	1,56	<1,5			1,56		0	
2,4-DNT	64,2	69,7			67,0	3,89	6	5,66	4,30			4,98	0,96	19	
2,6-DNT	22,6	23,9			23,3	0,92	4	3,12	2,14			2,63	0,69	26	
3,4-DNT	<1,5	<1,5			<1,5			<1,5	<1,5			<1,5			
2,4,6-TNT	181	173			177	5,7	3	142	147			145	3,5	2	
1,3,5-TNB	<1,5	<1,5			<1,5			41,9	35,9			38,9	4,24	11	
2-A-4,6-DNT	<1,5	<1,5			<1,5			5,39	4,61			5,00	0,55	11	
4-A-2,6-DNT	<1,5	<1,5			<1,5			12,4	11,1			11,8	0,92	8	
Summe	306	307			306	0,63	0	212	205			209	4,94	2	
Einwaage [g]	41,0	40,2						39,8	38,0						

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	5							
TR [%]	36,3							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	71,5	79,7			75,6	5,80	8	
3-NT	4,91	5,7			5,31	0,56	11	
4-NT	46,0	51,9			49,0	4,17	9	
2,4-DNT	11,5	13,1			12,30	1,13	9	
2,6-DNT	4,14	4,68			4,41	0,38	9	
3,4-DNT	0,0157	0,0159			0,016	0,0001	1	
2,4,6-TNT	<0,015	<0,015			<0,015			
1,3,5-TNB	<0,015	<0,015			<0,015			
2-A-4,6-DNT	<0,015	<0,015			<0,015			
4-A-2,6-DNT	<0,015	<0,015			<0,015			
Summe	138	155			147	12,0	8	

Labor 15b

Methode: GC-MS

Flaschen Nr.:	Boden A							Boden B						
	6							10						
	92,4													
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%
2-NT	25,1	27,1	22,0	19,4	23,4	3,39	15	<3	<3	<3	<3	<3		
3-NT	<3	<3	<3	<3	<3			<3	<3	<3	<3	<3		
4-NT	10,1	11,1	8,64	8,47	9,6	1,25	13	<3	<3	<3	<3	<3		
2,4-DNT	82,9	88,3	68,7	81,5	80,4	8,30	10	4,08	4,60	4,0	5,1	4,43	0,51	11
2,6-DNT	30,5	30,3	22,7	26,6	27,5	3,68	13	3,96	4	3,02	3,72	3,68	0,45	12
3,4-DNT	<3	<3	<3	<3	<3			<3	<3	<3	<3	<3		
2,4,6-TNT	196	188	217	209	203	13,0	6	167	177	149	157	163	12,2	7
1,3,5-TNB	n.b. ^{*1}	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.			n.b. ^{*1}	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.		
2-A-4,6-DNT	<3	<3	<3	<3	<3			9,04	10,10	10,30	9,79	9,81	0,55	6
4-A-2,6-DNT	<3	<3	<3	<3	<3			13,9	15,2	13,1	15,1	14,33	1,01	7
Summe	345	345	339	345	343	2,88	1	198	211	179	191	195	13,21	7
Einwaage [g]	41,0	40,2	21,4	27,2				39,8	38,0	20,3	22,6			

^{*1} n.b. nicht bestimmt (Peaküberlagerung)

Standardlösung					
11					
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	
		SCAN	SIM	DAD	
<i>µg/ml</i>					
		0,624			
		0,739			
		0,793			
		0,813			
		0,675			
		0,738			
		1,025			
		n.b.			
		0,806			
		0,909			

Summe [$\mu\text{g/ml}$] 7,12

Labor 16

		Boden A							Boden B							
Flaschen Nr.:	13								27							
TR [%]	92,5								87,4							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK		
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%		
2-NT	44,1	44,1	42,4	42,2	43,2	1,05	2	2,52	3,11	2,64	2,87	2,78	0,26	9		
3-NT	3,20	2,98	3,47	2,73	3,09	0,31	10	0,442	0,414	0,4405	0,452	0,437	0,02	4		
4-NT	13,2	13,5	13,7	12,3	13,2	0,63	5	1,53	1,35	1,80	1,66	1,59	0,19	12		
2,4-DNT	67,4	68,2	64,7	71,7	68,0	2,87	4	7,34	8,13	7,66	7,45	7,64	0,35	5		
2,6-DNT	32,6	31,4	31,3	34,3	32,4	1,41	4	6,65	6,71	6,70	6,38	6,61	0,16	2		
3,4-DNT	0,68	0,70	0,64	0,68	0,67	0,03	4	0,25	0,25	0,26	0,26	0,25	0,01	3		
2,4,6-TNT	214,29	180,8	181,86	178,50	188,9	17,0	9	292,2	265,9	275,6	289,4	280,8	12,3	4		
1,3,5-TNB	1,99	2,27	2,09	1,85	2,05	0,17	9	54,1	51,2	54,3	51,4	52,7	1,67	3		
2-A-4,6-DNT	11,6	12,2	11,5	10,7	11,5	0,58	5	15,2	16,4	16,3	16,2	16,0	0,56	4		
4-A-2,6-DNT	8,27	8,73	8,49	7,74	8,31	0,42	5	18,3	16,2	17,0	16,9	17,1	0,88	5		
Summe	397	365	360	363	371	17,48	5	398	370	383	393	386	12,68	3		
Einwaage [g]	25,0	25,0	25,0	25,0				25,0	25,0	25,0	25,0					

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	9							
TR [%]	37,2							
Messung Nr.	1	2	3 ^{*1}	4 ^{*2}	MW ^{*3}	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	166,6	191,9		131,2	179,3	17,9	10	
3-NT	6,84	6,90		5,20	6,87	0,05	1	
4-NT	76,1	90,9		47,6	83,5	10,47	13	
2,4-DNT	19,8	21,8		15,8	20,8	1,38	7	
2,6-DNT	10,0	10,7		8,0	10,3	0,46	4	
3,4-DNT	n.b.	n.b.		n.b.	n.b.			
2,4,6-TNT	0,010	0,012		0,009	0,011	0,001	10	
1,3,5-TNB	0,005	0,0044		0,0023	0,005	0,0004	9	
2-A-4,6-DNT	0,012	0,010		0,01	0,011	0,001	10	
4-A-2,6-DNT	0,066	0,076		0,054	0,071	0,007	10	
Summe	279	322		208	301	57,76	19	

^{*1} Hülse geplatzt

^{*2} mit 5 ml Eisessig extrahiert

^{*3} Zur Berechnung des MW und der Stabw wurden nur Messung Nr. 1 und 2 herangezogen

		Standardlösung			
		14			
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	
		SCAN	SIM	DAD	
µg/ml					
1,0393	0,9785				
0,7979	0,7514				
0,7937	0,7240				
0,9004	0,9605				
0,9305	1,0412				
0,9687	1,0078				
0,9997	1,1056				
1,1182	1,2093				
0,9680	1,0396				
1,2207	1,1338				
9,74		9,95			
Summe [µg/ml]					

Labor 17

		Boden A							Boden B						
Flaschen Nr.:	22								4						
TR [%]	92								88						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	mg/kg TR				mg/kg TR		%	mg/kg TR				mg/kg TR		%	
2-NT	33,1	35,0	32,4	32,1	33,1	1,28	4	1,28	1,42	1,30	1,78	1,4	0,23	16	
3-NT	2,34	2,48	2,31	2,26	2,3	0,09	4	0,230	0,270	0,250	0,370	0,3	0,06	22	
4-NT	10,67	11,71	10,9	10,61	11,0	0,51	5	0,780	0,820	0,950	0,960	0,9	0,09	10	
2,4-DNT	72,6	75,2	71,2	69,5	72,1	2,43	3	4,52	4,67	4,29	5,03	4,6	0,31	7	
2,6-DNT	30,21	31,54	30,12	28,54	30,1	1,23	4	4,40	4,45	4,25	4,22	4,3	0,11	3	
3,4-DNT	0,670	0,770	0,830	0,750	0,8	0,07	9	0,550	0,540	0,500	0,530	0,5	0,02	4	
2,4,6-TNT	150,35	157,91	155,11	149,16	153	4,1	3	150,1	138,3	140,0	140,7	142	5,3	4	
1,3,5-TNB	2,49	2,56	2,42	2,34	2,5	0,09	4	59,26	57,01	55,6	54,66	56,6	2,00	4	
2-A-4,6-DNT	0,620	0,580	0,580	0,680	0,6	0,05	8	5,21	5,59	5,62	5,51	5,5	0,19	3	
4-A-2,6-DNT	1,00	0,930	0,980	0,990	1,0	0,03	3	9,50	10,41	10,36	10,32	10,1	0,43	4	
Summe	304	319	307	297	307	9,06	3	236	223	223	224	227	6,16	3	
Einwaage [g]	30,4	29,9	30,9	30,2				30,2	30,2	30,4	30,5				

		Trihaldenschlamm						
Flaschen Nr.:	11							
TR [%]	55							
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	
	g/kg TR				g/kg TR		%	
2-NT	36,6	38,4	35,4	30,4	35,2	3,46	10	
3-NT	3,62	3,50	3,55	3,15	3,5	0,21	6	
4-NT	23,1	25,8	22,9	17,8	22,4	3,35	15	
2,4-DNT	5,70	6,02	5,46	4,83	5,5	0,51	9	
2,6-DNT	3,22	3,59	3,12	2,79	3,2	0,33	10	
3,4-DNT	0,0659	0,0693	0,0666	0,0572	0,1	0,01	8	
2,4,6-TNT	0,0036	0,0038	0,0027	0,0016	0,0030	0,0010	34	
1,3,5-TNB	0,0004	0,0004	0,0005	0,0003	0,0004	0,0001	23	
2-A-4,6-DNT	0,0038	0,0036	0,0031	0,0033	0,0035	0,0003	9	
4-A-2,6-DNT	0,0312	0,0343	0,0279	0,0289	0,031	0,0028	9	
Summe	72	77	71	59	70	7,79	11	

Standardlösung				
3				
ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC
		SCAN	SIM	DAD
µg/ml				
			0,62	
			0,63	
			0,69	
			0,80	
			0,73	
			0,62	
			0,85	
			1,31	
			0,87	
			0,78	
Summe [µg/ml]			7,90	

Anhang B

Zusammenfassung der statistische Kennzahlen nach Labor und Proben

2-Nitrotoluol														
Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standardlsg.						
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	$\mu\text{g/ml}$						
Nr.	Konf.	mg/kg TR		mg/kg TR		g/kg TR		ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	Meßw.	
										SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
1	1	29,43	0,7	1,73	0,33						0,51		0,51	0,51
2	0	51,25	6,3	2,75	0,21	189,4	4,27				2,20		2,20	
3a	1	43,10	1,8	2,68	0,03					0,44			0,44	0,44
3b	0	35,00	0,4	2,48	0,13									
4	1	38,55	2,2	2,12	0,42	127,8	19,35				0,59		0,59	0,59
5	1	41,00	1,2	1,95	0,17	114,3	18,8			0,77			0,77	0,77
6	1	41,20	1,0	2,33	0,17	138,8	21,1				0,63		0,63	0,63
7	1	34,93	1,3	1,82	0,22	139,5	13,0	0,75	0,64				0,70	0,70
8	1	39,40	3,0	2,00	0,15	142,3	6,2	0,72	0,70				0,71	0,71
9	1	31,55	1,9	2,01	0,18	113,3	12,5	0,83					0,83	0,83
10	1	29,20	2,8	1,73	0,13	130,3	1,3			0,63			0,63	0,63
11a	1	34,40	1,0	1,40	0,17	121,3	41,1			0,55			0,55	0,55
11b	0	34,20		<0,3		141,6								
12	1	34,08	1,7	1,62	0,05	105,3	6,4			0,68			0,68	0,68
13	1	31,78	0,7	1,36	0,17	62,4	6,9				0,57		0,57	0,57
14	0	28,50	1,7	2,64	0,11	82,1	1,7					0,62	0,62	0,62
15a	0	25,55	0,9	<1,5		75,6	5,8							
15b	1	23,40	3,4	<3						0,62			0,62	0,62
16	1	43,19	1,0	2,78	0,26	179,3	17,9	1,04	0,98				1,01	1,01
17	1	33,13	1,3	1,445	0,23	35,21	3,46				0,62		0,62	0,62
Homogenitätspr.		34,6	1,22	1,79	0,244						IF, Soll		0,65	
Stabilitätspr. I		36,3	2,00	1,49	0,164									
Stabilitätspr. II		37,0	2,03	1,8	0,063									

m	35,4
sR	6,35
sR in %	17,9
sr	2,04
sr in %	5,7
N	15

1,91
0,50
26,1
0,228
12,0
15

120
43
36
14
12
16

0,84	0,77	0,62	0,59	0,62	0,75	0,64
17%	23%	18%	8%		53%	0,11
						17,30
						15

Zusammenfassung der statistische Kennzahlen nach Labor und Proben

		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	ECD 1	ECD 2	SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
Nr.	Konf.													
1	1	3,28	0,1	0,40	0,11						0,57		0,57	0,57
2	0	5,43	0,5	1,00	0,15	13,3	0,54				3,00		3,00	
3a	1	3,30	0,2	0,56	0,02					0,47			0,47	0,47
3b	0	3,03	0,2	1,01	0,06									
4	1	2,80	0,2	0,44	0,07	6,1	0,68				0,64		0,64	0,64
5	1	3,18	0,2	0,47	0,03	7,6	1,7			0,82			0,82	0,82
6	1	3,37	0,1	0,55	0,09	7,3	1,1				0,66		0,66	0,66
7	1	2,45	0,1	0,35	0,05	7,2	0,7	0,67	0,58				0,62	0,62
8	1	3,20	0,2	0,47	0,03	8,0	0,4	0,70	0,75				0,72	0,72
9	1	3,17	0,1	0,42	0,07	6,8	0,7	0,80					0,80	0,80
10	1	2,74	0,3	0,36	0,05	7,5	0,4			0,71			0,71	0,71
11a	1	1,94	0,2	<0,01		6,8	2,8			0,58			0,58	0,58
11b	0	2,89		<0,3		8,2								
12	1	2,35	0,1	0,34	0,02	4,4	0,1			0,72			0,72	0,72
13	1	2,29	0,2	0,31	0,02	3,1	0,4				0,62		0,62	0,62
14	0	2,47	0,1	2,30	0,06	4,8	0,2					0,66	0,66	0,66
15a	0	2,58	0,1	<1,5		5,3	0,6							
15b	1	<3		<3						0,74			0,74	0,74
16	1	3,09	0,3	0,44	0,02	6,9	0,0	0,80	0,75				0,77	0,77
17	1	2,35	0,1	0,28	0,06	3,5	0,2				0,63		0,63	0,63

Zusammenfassung der statistische Kennzahlen nach Labor und Proben

4-Nitrotoluol														
Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standardlsg.						
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	<i>µg/ml</i>						
Nr.	Konf.	<i>mg/kg TR</i>		<i>mg/kg TR</i>		<i>g/kg TR</i>		ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	Meßw.	
										SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
1	1	10,80	0,3	1,17	0,25						0,63		0,63	0,63
2	0	16,25	3,0	2,75	0,21	75,6	4,27				1,20		1,20	
3a	1	13,85	1,1	1,62	0,10					0,48			0,48	0,48
3b	0	11,99	0,3	1,37	0,37									
4	1	12,68	0,9	1,41	0,22	67,8	10,99				0,71		0,71	0,71
5	1	14,75	1,0	1,53	0,21	66,8	14,0			0,93			0,93	0,93
6	1	13,80	0,3	1,59	0,23	73,5	11,7				0,70		0,70	0,70
7	1	12,93	0,1	1,27	0,15	71,7	6,4	0,79	0,72				0,76	0,76
8	1	14,38	0,8	1,39	0,13	77,8	3,9	0,79	0,83				0,81	0,81
9	1	13,28	0,5	1,31	0,13	65,9	8,5	0,87					0,87	0,87
10	1	11,40	0,9	1,04	0,10	66,3	2,4			0,72			0,72	0,72
11a	1	12,15	0,3	0,67	0,18	69,9	23,8			0,66			0,66	0,66
11b	0	11,80		<0,3		75,5								
12	1	11,80	0,4	1,05	0,06	54,5	3,3			0,77			0,77	0,77
13	1	9,97	0,6	0,88	0,14	33,0	3,9				0,65		0,65	0,65
14	0	13,03	0,8	7,74	0,35	51,2	1,6					0,72	0,72	0,72
15a	0	11,05	0,5	1,56		49,0	4,2							
15b	1	9,58	1,3	<3						0,79			0,79	0,79
16	1	13,17	0,6	1,59	0,19	83,5	10,5	0,79	0,72				0,76	0,76
17	1	10,97	0,5	0,88	0,09	22,4	3,3				0,69		0,69	0,69
Homogenitätspr.		12,5	0,31	1,27	0,20							IF _s Soll		0,75
Stabilitätspr. I		12,1	0,27	1,04	0,094									
Stabilitätspr. II		12,42	1,091	1,05	0,056									

m	12,4
sR	1,90
sR in %	15,4
sr	0,78
sr in %	6,3
N	15

1,25
0,37
29,4
0,18
14,6
14

65	0,81	0,76	0,72	0,68	0,72	0,76	0,73
16	5%	8%	21%	5%		20%	0,09
25							12,10
9							
14							
16							15

**Zusammenfassung der statistische Kennzahlen
nach Labor und Proben**

2,4-Dinitrotoluol

Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standardlsg.						
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	<i>µg/ml</i>						
Nr.	Konf.	<i>mg/kg TR</i>		<i>mg/kg TR</i>		<i>g/kg TR</i>		ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	Meßw.	
										SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
1	1	50,85	4,3	5,00	0,15						0,60		0,60	0,60
2	0	27,75	3,3	6,83	0,25	21,1	0,32				0,79		0,79	
3a	1	85,65	3,7	7,11	0,03					0,88			0,88	0,88
3b	0	81,14	4,6	6,92	1,39									
4	1	74,58	5,4	6,52	0,24	15,2	1,56				0,96		0,96	0,96
5	1	93,25	5,4	6,83	0,40	19,3	4,5			0,89			0,89	0,89
6	1	72,50	2,4	8,09	0,32	17,1	3,2				0,78		0,78	0,78
7	1	78,88	6,4	6,47	0,40	17,8	1,6	0,81	0,81				0,81	0,81
8	1	78,13	3,7	6,63	0,59	16,5	0,7	0,82	0,85				0,83	0,83
9	1	69,18	3,3	6,15	0,22	10,9	1,4	0,86					0,86	0,86
10	1	63,25	6,4	5,01	0,21	13,5	0,6			0,80			0,80	0,80
11a	1	68,75	2,5	6,21	0,11	15,2	6,2			0,76			0,76	0,76
11b	0	72,10		2,84	0,13	17,7								
12	1	83,65	3,1	6,30	0,16	16,2	0,4			0,96			0,96	0,96
13	1	63,00	5,0	5,13	0,90	7,3	1,3				0,75		0,75	0,75
14	0	67,33	6,1	5,72	0,28	9,9	0,5					0,81	0,81	0,81
15a	0	66,95	3,9	4,98	0,96	12,3	1,1							
15b	1	80,35	8,3	4,43	0,51					0,81			0,81	0,81
16	1	68,00	2,9	7,64	0,35	20,8	1,4	0,90	0,96				0,93	0,93
17	1	72,11	2,4	4,63	0,31	5,50	0,51				0,80		0,80	0,80
Homogenitätspr.		67,4	3,48	6,44	0,31							IF _s Soll		0,85
Stabilitätspr. I		68,8	5,02	5,99	0,18									
Stabilitätspr. II		71,8	5,62	6	0,026									

m	73,7
sR	10,9
sR in %	14,8
sr	5,11
sr in %	6,9
N	15

6,13
1,27
20,7
0,39
6,3
15

15
5,0
34
1,7
12
16

0,85	0,87	0,85	0,78	0,81	0,83	0,83
5%	9%	9%	17%		11%	0,08
						10,0
						16

**Zusammenfassung der statistische Kennzahlen
nach Labor und Proben**

2,6-Dinitrotoluol

Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standardlsg.						
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	<i>µg/ml</i>						
Nr.	Konf.	<i>mg/kg TR</i>		<i>mg/kg TR</i>		<i>g/kg TR</i>		ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	Meßw.	
										SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
1	1	22,25	0,6	5,24	0,01						0,67		0,67	0,67
2	0	24,50	3,4	7,95	0,29	18,6	6,21				0,32		0,32	
3a	1	34,45	1,3	6,30	0,07					0,64			0,64	0,64
3b	0	33,77	2,6	7,77	0,89									
4	1	29,23	2,1	5,61	0,19	6,4	0,71				0,72		0,72	0,72
5	1	35,75	1,9	5,28	0,38	7,8	1,1			0,69			0,69	0,69
6	1	31,70	1,2	7,09	0,15	6,6	1,0				0,65		0,65	0,65
7	1	32,38	0,5	6,15	0,20	7,8	0,7	0,71	0,70				0,70	0,70
8	1	31,68	2,1	6,00	0,32	7,4	0,3	0,69	0,71				0,70	0,70
9	1	32,10	1,4	5,97	0,18	5,6	0,6	0,76					0,76	0,76
10	1	30,68	1,5	5,02	0,10	6,9	0,4			0,68			0,68	0,68
11a	1	29,20	0,9	5,75	0,12	7,0	2,4			0,67			0,67	0,67
11b	0	25,30		3,73	0,12	6,9								
12	1	34,90	1,7	5,82	0,09	6,7	0,2			0,75			0,75	0,75
13	1	22,38	0,8	4,78	0,71	2,7	0,5				0,64		0,64	0,64
14	0	25,53	2,0	6,68	0,23	4,0	0,2					0,66	0,66	0,66
15a	0	23,25	0,9	2,63	0,69	4,4	0,4							
15b	1	27,53	3,7	3,68	0,45					0,68			0,68	0,68
16	1	32,41	1,4	6,61	0,16	10,3	0,5	0,93	1,04				0,99	0,99
17	1	30,10	1,2	4,33	0,11	3,2	0,33				0,73		0,73	0,73
Homogenitätspr.		28,8	0,73	5,71	0,13							IF _s Soll		0,71
Stabilitätspr. I		27,8	1,25	5,24	0,10									
Stabilitätspr. II		31,9	2,1	5,15	0,020									

m	30,90
sR	3,77
sR in %	12,2
sr	1,70
sr in %	5,5
N	15

5,60
0,91
16,3
0,25
4,5
15

6,5
2,4
38
0,81
12
16

0,77	0,82	0,68	0,68	0,66	0,68	0,69
14%	24%	5%	6%		18%	0,05
						6,55
						16

**Zusammenfassung der statistische Kennzahlen
nach Labor und Proben**

3,4-Dinitrotoluol														
Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standardlsg.						
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	<i>µg/ml</i>						
Nr.	Konf.	<i>mg/kg TR</i>		<i>mg/kg TR</i>		<i>g/kg TR</i>		ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	Meßw.	
										SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
1	1	0,77	0,0	1,33	0,11						0,60		0,60	0,60
2	0	15,50	3,4	12,50	2,08	<0,010					1,60		1,60	
3a	1	0,46	0,1	0,18	0,05					0,58			0,58	0,58
3b	0			1,14	0,28									
4	1	0,62	0,1	0,19	0,00	<0,0005					0,74		0,74	0,74
5	1	0,67	0,0	0,41	0,08	<0,400				0,79			0,79	0,79
6	1	0,72	0,0	0,37	0,03	<0,008					0,61		0,61	0,61
7	1	0,58	0,0	0,21	0,01	<0,00033		0,66	0,66				0,66	0,66
8	1	0,66	0,0	0,28	0,01	*1		0,67	0,70				0,68	0,68
9	1	0,68	0,0	0,28	0,02	<0,002		0,74					0,74	0,74
10	1	0,82	0,0	0,63	0,03	<0,100				0,70			0,70	0,70
11a	1	<0,01		<0,01		<0,150				0,70			0,70	0,70
11b	0	n.b.		n.b.		<0,06								
12	1	0,58	0,0	0,26	0,01	<0,100				0,71			0,71	0,71
13	1	0,60	0,0	0,28	0,03	0,041	0,003				0,65		0,65	0,65
14	0	0,59	0,1	0,49	0,01	<NG						0,68	0,68	0,68
15a	0	<1,5		<1,5		0,016	0,0001							
15b	1	<3		<3						0,74			0,74	0,74
16	1	0,67	0,0	0,25	0,01	n.b.		0,97	1,01				0,99	0,99
17	1	0,76	0,1	0,53	0,02	0,065	0,005				0,62		0,62	0,62
Homogenitätspr.		0,67	0,030	0,39	0,010						IF _s Soll		0,71	
Stabilitätspr. I		0,65	0,017	0,45	0,014									
Stabilitätspr. II		0,66	0,036	0,36	0,011									

m	0,66
sR	0,10
sR in %	15,5
sr	0,046
sr in %	7,0
N	13

0,34
0,17
49,7
0,034
10,1
13

0,04
0,03
69
0,004
10
3

0,76	0,79	0,70	0,64	0,68	0,75	0,69
19%	24%	10%	9%		32%	0,07
						10,70
						16

**Zusammenfassung der statistische Kennzahlen
nach Labor und Proben**

2,4,6-Trinitrotoluol

Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standardlsg.						
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	<i>µg/ml</i>						
Nr.	Konf.	<i>mg/kg TR</i>		<i>mg/kg TR</i>		<i>g/kg TR</i>		ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	Meßw.	
										SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
1	1	144,75	14,9	168,50	6,36						0,85		0,85	0,85
2	0	275,00	20,8	490,00	33,67	0,94	0,052				0,65		0,65	
3a	1	136,00	29,7	177,00	5,66					0,66			0,66	0,66
3b	0	146,61	5,2	192,55	16,73									
4	1	162,75	3,8	150,00	4,36	0,006	0,0011				0,92		0,92	0,92
5	1	172,50	9,6	195,00	19,15	<0,400				0,95			0,95	0,95
6	1	142,75	1,3	171,50	3,87	<0,026					0,83		0,83	0,83
7	1	167,75	12,8	198,25	11,95	0,013	0,0023	0,83	0,83				0,83	0,83
8	1	141,25	3,3	180,40	25,35	0,011	0,0002	0,71	0,76				0,73	0,73
9	1	135,50	5,3	161,00	5,89	0,009	0,0005	0,90					0,90	0,90
10	1	154,00	2,2	111,00	5,60	<0,100				0,86			0,86	0,86
11a	1	149,75	10,2	194,25	16,72	<0,150				0,94			0,94	0,94
11b	0	162,30		133,20	7,21	<0,06								
12	1	133,00	2,9	222,50	4,04	<0,100				1,03			1,03	1,03
13	1	162,50	10,3	140,00	8,00	0,004	0,0004				0,84		0,84	0,84
14	0	180,67	13,7	175,45	6,01	<NG						0,89	0,89	0,89
15a	0	177,00	5,7	144,50	3,54	<0,015								
15b	1	202,50	13,0	162,50	12,15					1,03			1,03	1,03
16	1	188,86	17,0	280,77	12,27	0,011	0,0011	1,00	1,11				1,05	1,05
17	1	153,13	4,1	142,26	5,33	0,0030	0,0010				0,85		0,85	0,85
Homogenitätspr.		125,1	5,74	226,4	6,94						IF _s Soll		0,90	
Stabilitätspr. I		120,2	5,41	204,2	10,21									
Stabilitätspr. II		126,3	12,9	173,5	20,0									

m	154,8
sR	21,2
sR in %	13,7
sr	11,2
sr in %	7,3
N	15

174,09
34,5
19,8
11,8
6,8
15

0,009
0,006
60
0,002
16
8

0,86	0,90	0,91	0,86	0,89	0,87	0,89
14%	21%	15%	4%		13%	0,11
						12,18
						16

Zusammenfassung der statistische Kennzahlen nach Labor und Proben

1,3,5-Trinitrobenzol

Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standardlsg. $\mu\text{g/ml}$						
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	Meßw.	
Nr.	Konf.	mg/kg TR		mg/kg TR		g/kg TR				SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
1	1	1,67	0,0	32,35	0,92						0,91		0,91	0,91
2	0													
3a	1													
3b	0	2,10	0,1	51,58	2,53									
4	1	1,77	0,2	44,78	3,59	0,0010	0,0001				0,95		0,95	0,95
5	1	2,38	0,1	50,25	3,77	<0,400				1,00			1,00	1,00
6	1	2,27	0,1	43,50	2,82	<0,052					0,91		0,91	0,91
7	1	1,84	0,0	50,90	0,86	0,0009	0,0001	1,12	1,03				1,08	1,08
8	1	1,84	0,1	46,73	4,30	0,0011	0,0001	1,08	1,06				1,07	1,07
9	1	1,85	0,1	35,33	1,43	<0,001		1,05					1,05	1,05
10	1	3,22	0,1	51,35	1,49	<0,200				1,07			1,07	1,07
11a	1	5,71	1,4	39,93	1,90	<0,150				1,00			1,00	1,00
11b	0	2,69		33,20	0,85	<0,06								
12	1	0,91	0,1	47,33	1,09	<0,100				1,03			1,03	1,03
13	1	2,04	0,2	31,33	5,48						0,88		0,88	0,88
14	0	1,61	0,2	39,75	1,91	<NG						0,95	0,95	0,95
15a	0	<1,5		38,90	4,24	<0,015								
15b	1	n.b.		n.b.						n.b.				
16	1	2,05	0,2	52,73	1,67	0,0047	0,0004	1,12	1,21				1,16	1,16
17	1	2,45	0,1	56,63	2,00	0,0004	0,0001				1,31		1,31	1,31
Homogenitätspr.		1,72	0,17	35,8	2,35						IF _{Soll}		0,94	
Stabilitätspr. I		1,39	0,19	33,8	2,37									
Stabilitätspr. II		1,60	0,16	39,1	0,62									

m	2,09
sR	0,54
sR in %	25,7
sr	0,15
sr in %	7,0
N	13

44,9
9,5
21,1
3,0
6,6
13

0,0011
0,0007
67
0,0002
16
5

1,09	1,10	1,03	0,99	0,95	1,03	1,02
3%	9%	3%	18%		11%	0,10
						10,1
						14

Zusammenfassung der statistische Kennzahlen nach Labor und Proben

2-Amino-4,6-Dinitrotoluol

Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standardlsg.						
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	<i>µg/ml</i>						
Nr.	Konf.	<i>mg/kg TR</i>		<i>mg/kg TR</i>		<i>g/kg TR</i>		ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	Meßw.	
										SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
1	1	1,52	0,1	9,90	0,12						0,98		0,98	0,98
2	0	41,25	3,0	39,25	4,19	0,4	0,08				0,69		0,69	
3a	1	1,31	0,2	7,38	0,36					1,32			1,32	1,32
3b	0	1,16	0,4	8,62	1,04									
4	1	0,84	0,1	7,71	0,34	0,008	0,001				0,94		0,94	0,94
5	1	0,79	0,0	5,63	0,13	<0,400				1,10			1,10	1,10
6	1	0,97	0,1	9,81	1,23	<0,015					0,87		0,87	0,87
7	1	0,78	0,0	4,90	0,10	0,007	0,001	0,90	0,92				0,91	0,91
8	1	0,72	0,0	5,95	0,56	0,007	0,001	1,00	0,92				0,96	0,96
9	1	7,48	0,5	10,60	0,37	0,004	0,0004	0,96					0,96	0,96
10	1	1,80	0,3	7,89	0,47	<0,200				0,97			0,97	0,97
11a	1	<0,01		7,02	0,11	<0,150				1,01			1,01	1,01
11b	0	0,41		4,76	0,28	<0,06								
12	1	1,28	0,1	7,95	0,16	<0,100				1,01			1,01	1,01
13	1	0,80	0,1	6,16	1,14	0,006	0,001				0,93		0,93	0,93
14	0	0,50	0,0	9,95	0,49	<NG						0,89	0,89	0,89
15a	0	<1,5		5,00	0,55	<0,015								
15b	1	<3		9,81	0,55					0,81			0,81	0,81
16	1	11,50	0,6	15,99	0,56	0,011	0,001	0,97	1,04				1,00	1,00
17	1	0,62	0,0	5,4825	0,19	0,003	0,0003				0,87		0,87	0,87
Homogenitätspr.		0,65	0,026	5,88	0,45						IF _s Soll		0,94	
Stabilitätspr. I		1,01	0,052	5,71	0,29									
Stabilitätspr. II		1,00	0,088	6,59	0,35									

m	1,20
sR	0,62
sR in %	51,7
sr	0,18
sr in %	15,1
N	13

7,83
2,34
29,9
0,48
6,2
15

0,008
0,004
48
0,001
14
8

0,96	0,96	1,04	0,92	0,89	0,95	0,96
4%	7%	16%	5%		14%	0,08
						8,31
						16

**Zusammenfassung der statistische Kennzahlen
nach Labor und Proben**

4-Amino-2,6-Dinitrotoluol

Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standardlsg.						
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	<i>µg/ml</i>						
Nr.	Konf.	<i>mg/kg TR</i>		<i>mg/kg TR</i>		<i>g/kg TR</i>		ECD 1	ECD 2	MS-		HPLC	Meßw.	
										SCAN	SIM	DAD	alle	o. Ausr.
1	1	1,54	0,1	11,00	0,71						0,92		0,92	0,92
2	0	60,75	4,3	62,25	4,35	0,77	0,04				0,50		0,50	
3a	1	2,01	0,5	12,80	0,57					1,25			1,25	1,25
3b	0	2,52	0,6	14,93	1,73									
4	1	1,45	0,1	15,70	0,61	0,054	0,004				1,05		1,05	1,05
5	1	1,20	0,1	12,75	1,26	<0,400				0,98			0,98	0,98
6	1	1,14	0,0	13,63	1,05	0,042	0,007				0,77		0,77	0,77
7	1	1,01	0,0	9,59	0,13	0,058	0,006	0,79	0,80				0,80	0,80
8	1	1,05	0,1	10,69	0,72	0,058	0,006	0,83	0,78				0,81	0,81
9	1	6,50	0,1	13,90	0,74	0,040	0,003	0,85					0,85	0,85
10	1	1,81	0,3	12,58	1,20	<0,200				0,83			0,83	0,83
11a	1	<0,01		9,90	0,78	<0,150				0,90			0,90	0,90
11b	0	0,71		9,30	0,68	<0,06								
12	1	2,10	0,1	15,03	0,26	0,060	0,0000			0,89			0,89	0,89
13	1	1,07	0,1	8,25	1,38	0,029	0,003				0,73		0,73	0,73
14	0	1,27	0,1	15,70	0,71	0,060	0,003					0,77	0,77	0,77
15a	0	<1,5		11,75	0,92	<0,015								
15b	1	<3		14,33	1,01					0,91			0,91	0,91
16	1	8,31	0,4	17,08	0,88	0,071	0,007	1,22	1,13				1,18	1,18
17	1	0,98	0,0	10,15	0,43	0,031	0,003				0,78		0,78	0,78
Homogenitätspr.		0,96	0,063	11,3	0,68						IF _s Soll		0,79	
Stabilitätspr. I		1,14	0,071	11,6	0,46									
Stabilitätspr. II		0,94	0,067	10,8	0,13									

m	1,57
sR	0,67
sR in %	42,5
sr	0,16
sr in %	10,4
N	13

12,46
2,90
23,3
0,94
7,5
15

0,05
0,02
36
0,01
12
11

0,92	0,91	0,96	0,85	0,77	0,88	0,88
22%	22%	16%	15%		20%	0,13
						14,31
						16

**Zusammenfassung der statistische Kennzahlen
nach Labor und Proben**

Summen der 10 STV

Labor		Boden A		Boden B		Trihaldenschlamm		Standard- lösung
		MW	Stabw	MW	Stabw	MW	Stabw	
Nr.	Konf.	<i>mg/kg TR</i>				<i>g/kg TR</i>		<i>µg/ml</i>
1	1	267	16,6	237	5,3			7,24
2	0	518	34,0	625	37,6	320	6,5	10,95
3a	1	320	25,9	216	6,5			6,72
3b	0	317	3,1	288	24,4			
4	1	325	13,8	234	8,5	223	32,9	8,22
5	1	365	12,5	280	22,3	216	35,6	8,92
6	1	310	6,1	258	8,1	243	38,1	7,41
7	1	334	19,1	280	13,2	244	22,3	7,86
8	1	312	11,5	261	31,6	252	11,5	8,03
9	1	301	7,0	237	6,4	202	23,2	8,62
10	1	299	10,4	197	3,7	224	3,3	7,96
11a	1	302	12,5	265	17,4	220	76,3	7,77
11b	0	312		187	9,0	250	0	
12	1	305	5,7	308	4,2	187	10,1	8,55
13	1	296	16,5	198	12,9	109	13,0	7,27
14	0	321	23,3	266	10,2	152	2,4	7,64
15a	0	306	0,6	209	4,9	147	12,0	
15b	1	343	2,9	195	13,2			7,12
16	1	371	17,5	386	12,7	301	57,8	0,00
17	1	307	9,1	227	6,2	69,8	7,8	7,90
m		316		247		212		7,98
sR		28		45		72		0,84
sR in %		8,8		18		34		10,5
sr		15		14		33		
sr in %		4,7		5,5		15		
N		15		15		16		17

IF, Hom		275,3	8,4	295,3	7,4
IF, Stab-I		271,8	13,0	269,8	10,3
IF, Stab-II		286,4	23,9	244,5	19,6

IF, Soll	7,93
----------	------

Zusammenfassung der statistische Kennzahlen nach Labor und Proben

Trockenrückstand in %				
Labor	Konfor- mität	Boden A	Boden B	Trihalden- schlamm
1	1	92,5	87,7	
2	0	92,3	87,7	40,1
3a	1	95,4	91,8	
3b	0			
4	1	92,5	87,9	kA
5	1	92,3	87,4	33,6
6	1	92,8	87,8	38,7
7	1	93,2	88,8	38,2
8	1	92,6	87,0	33,3
9	1	91,5	86,4	38,1
10	1	92,5	97,9	40,3
11a	1	92,4	87,6	38,5
11b	0			38,5
12	1	93,3	88,9	34,3
13	1	kA	kA	kA
14	0	kA	kA	kA
15a	0		88,1	36,3
15b	1	92,4		
16	1	92,5	87,4	37,2
17	1	92,0	88,0	55,0
Kennzahlen ohne Ausreißer				
MW		92,5	87,7	37,3
Stabw		0,44	0,66	2,39
VK [%]		0,48%	0,76%	6,4%
Kennzahlen aller Meßwerte				
MW		92,7	88,7	38,6
Stabw		0,87	2,82	5,43
VK [%]		0,9%	3,2%	14,0%



Ausreißer Grupp's I

Bestimmung der Trockenmasse nach Karl Fischer

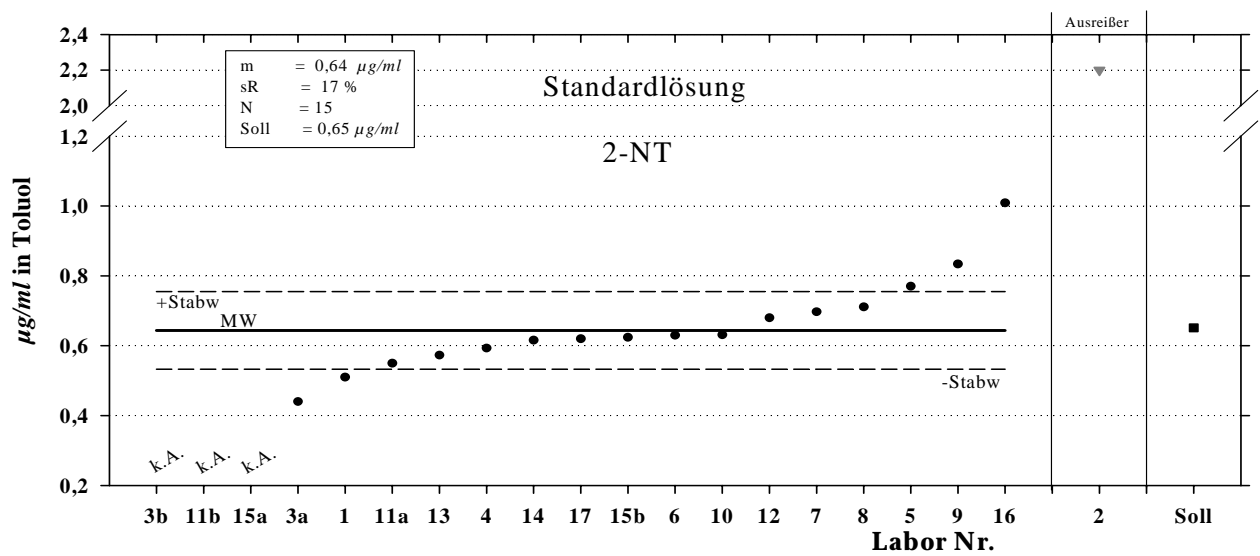
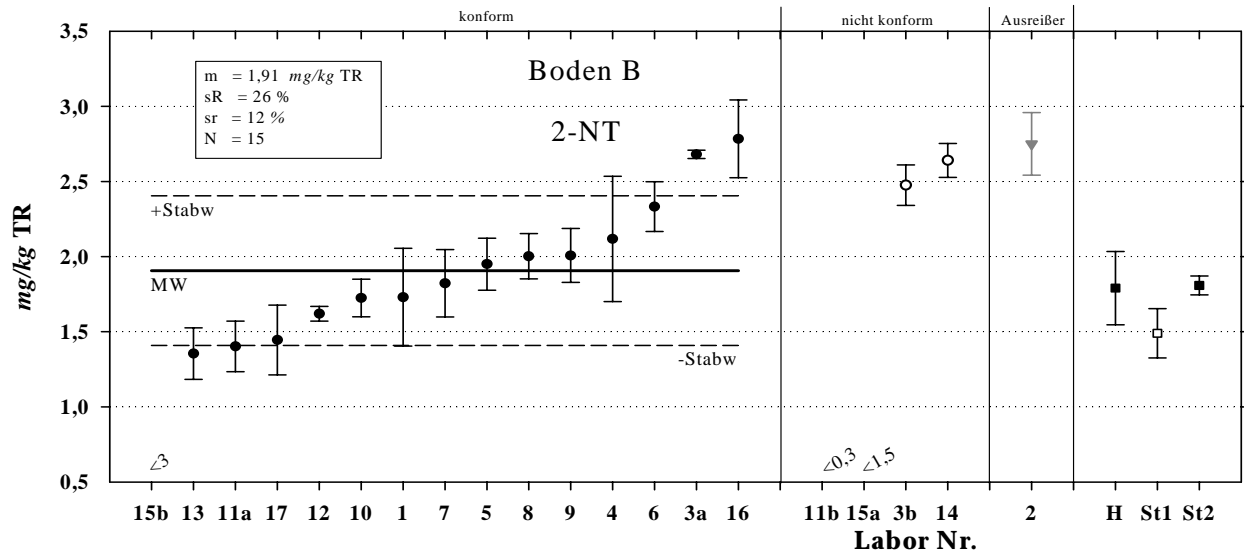
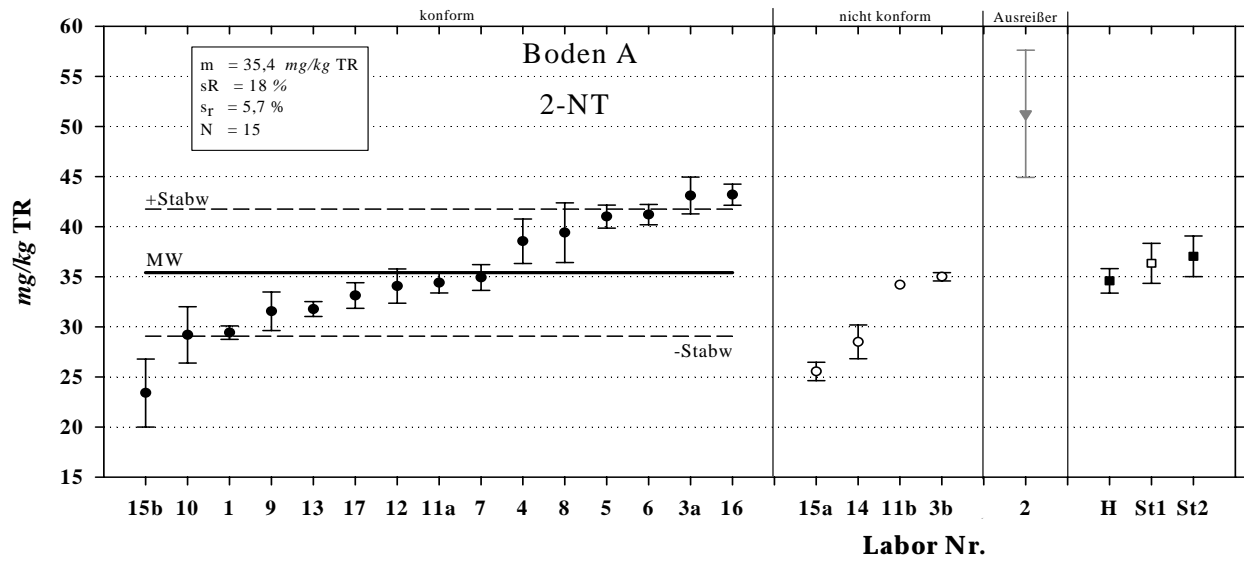
(nur Trischlamm; bei Berechnung von MW und Stabw eliminiert)

Zusammenfassung der statistischen Kennzahlen

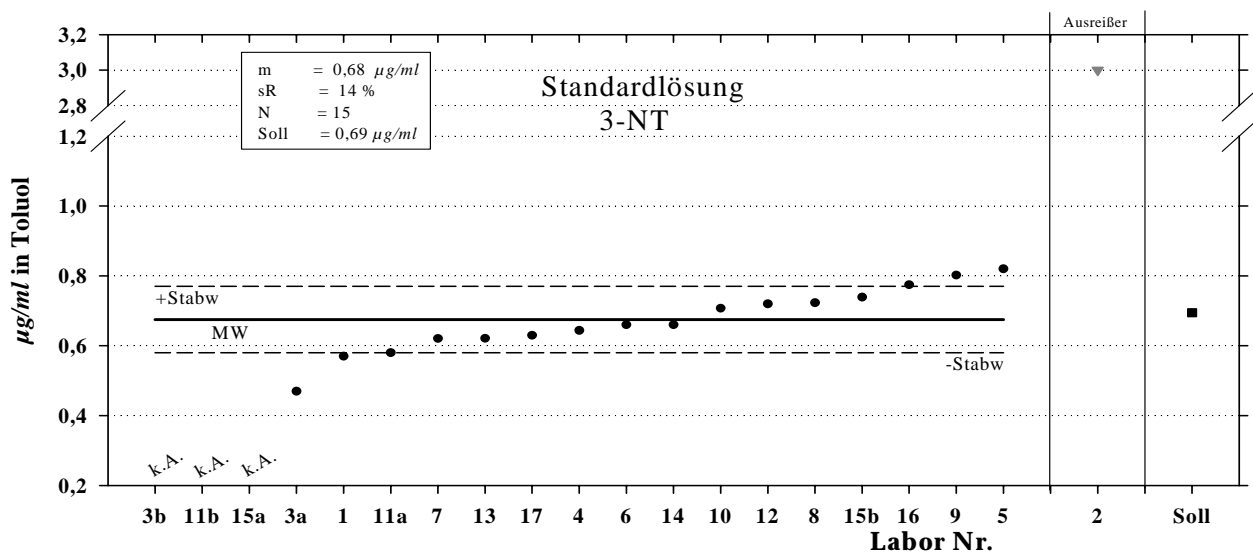
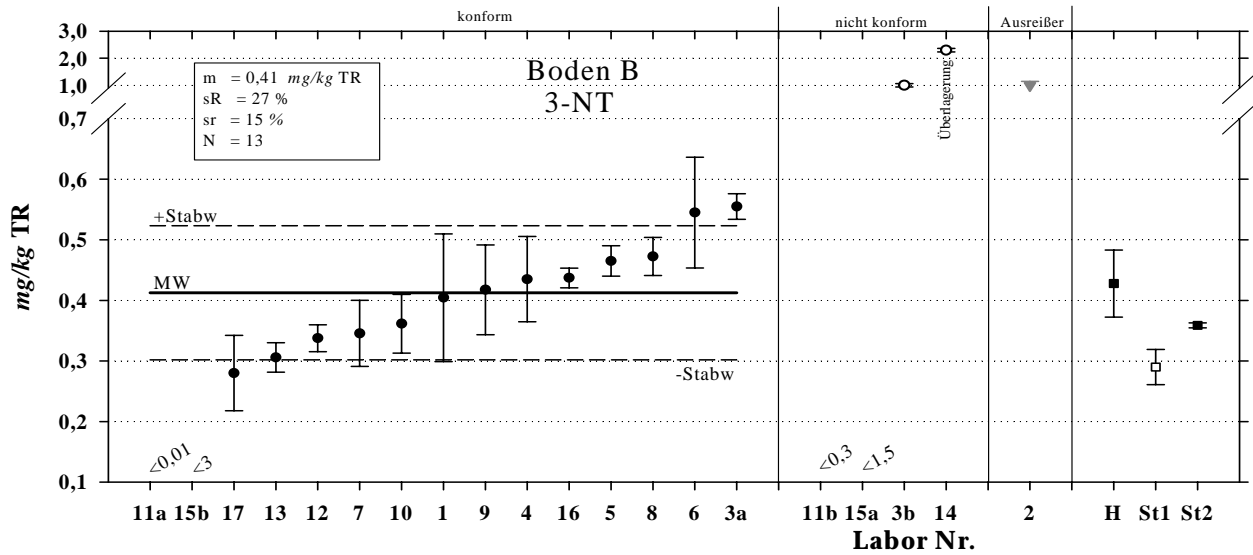
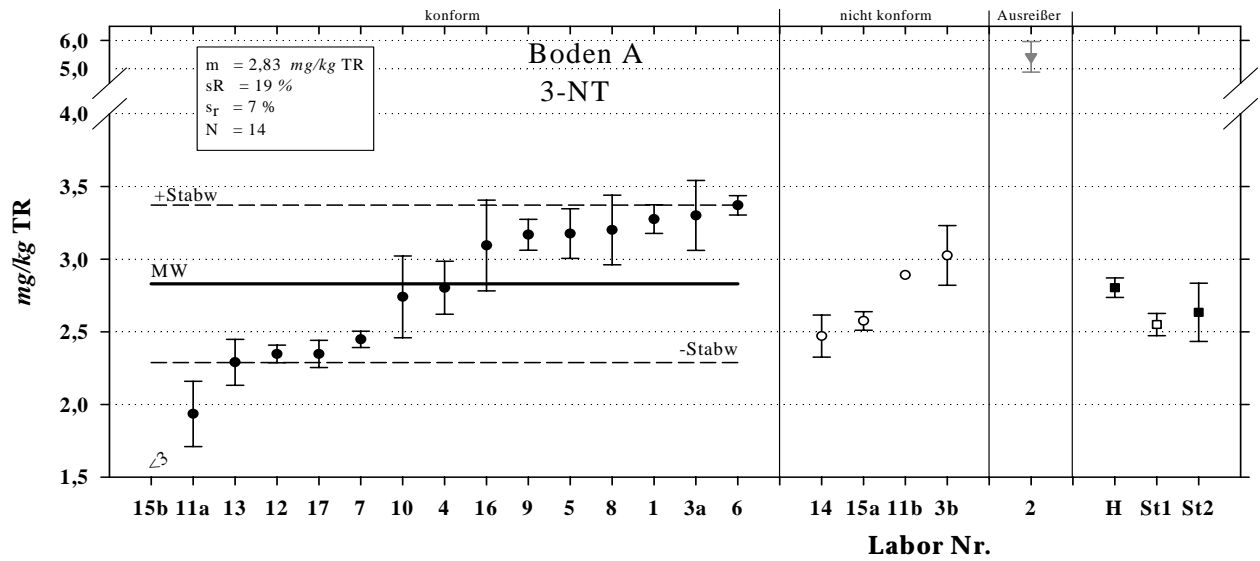
Parameter	Boden A					Boden B					Trihaldenschlamm					Standardlösung					
	m	sR		sr	N	m	sR		sr	N	m	sR		sr	N	m	sR		N	Sollwert	Abw.
	<i>mg/kg TR</i>	<i>%</i>				<i>mg/kg TR</i>	<i>%</i>				<i>g/kg TR</i>	<i>%</i>				<i>µg/ml</i>	<i>%</i>			<i>µg/ml</i>	<i>%</i>
2-Nitrotoluol	35,4	6,3	18	5,7	15	1,9	0,5	26	12,0	15	119,5	43,4	36	12	16	0,64	0,11	17,3	15	0,65	-1,1
3-Nitrotoluol	2,83	0,54	19	7,1	14	0,41	0,11	27	15,1	13	6,44	2,02	31	11	16	0,68	0,10	14,1	15	0,69	-2,8
4-Nitrotoluol	12,4	1,90	15	6,3	15	1,2	0,37	29	14,6	14	64,7	16,2	25	14	16	0,73	0,09	12,1	15	0,75	-2,2
2,4-Dinitrotoluol	73,7	10,9	15	6,9	15	6,1	1,3	21	6,3	15	14,9	5,0	34	12	16	0,83	0,08	10,0	16	0,85	-2,0
2,6-Dinitrotoluol	30,9	3,77	12	5,5	15	5,6	0,91	16	4,5	15	6,5	2,44	38	12	16	0,69	0,05	6,5	16	0,71	-2,4
3,4-Dinitrotoluol	0,66	0,10	15	7,0	13	0,34	0,17	50	10,1	13	0,04	0,03	69	10	3	0,69	0,07	10,7	16	0,71	-2,6
2,4,6-Trinitrotoluol	155	21,2	14	7,3	15	174	34,5	20	6,8	15	0,009	0,01	60	16	8	0,89	0,11	12,2	16	0,90	-1,7
1,3,5-Trinitrobenzol	2,09	0,54	26	7,0	13	44,9	9,46	21	6,6	13	0,001	0,001	67	16	5	1,02	0,10	10,1	14	0,94	8,4
2-Amino-4,6-Dinitrotoluol	1,20	0,62	52	15,1	13	7,83	2,34	30	6,2	15	0,008	0,004	48	14	8	0,96	0,08	8,3	16	0,94	1,9
4-Amino-2,6-Dinitrotoluol	1,57	0,67	42	10,4	13	12,5	2,90	23	7,5	15	0,053	0,02	36	12	11	0,88	0,13	14,3	16	0,79	11,3
Summe	316	27,8	8,8	4,7	15	247	44,5	18,0	5,5	15	212	72,3	34	15	16	7,98	0,84	10,5	17	7,93	0,6

Anhang C

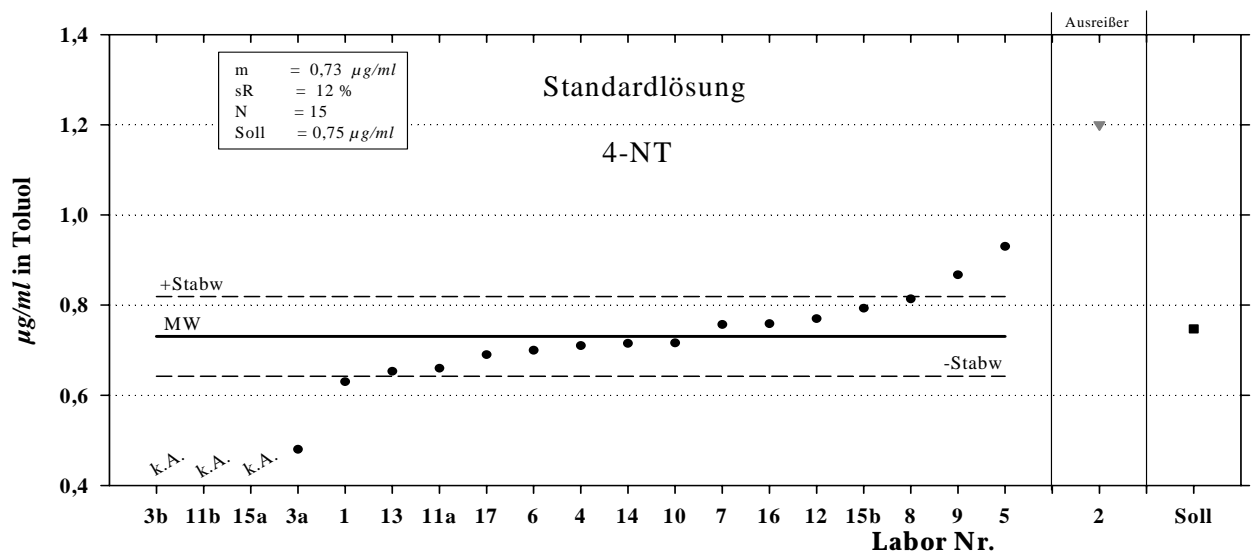
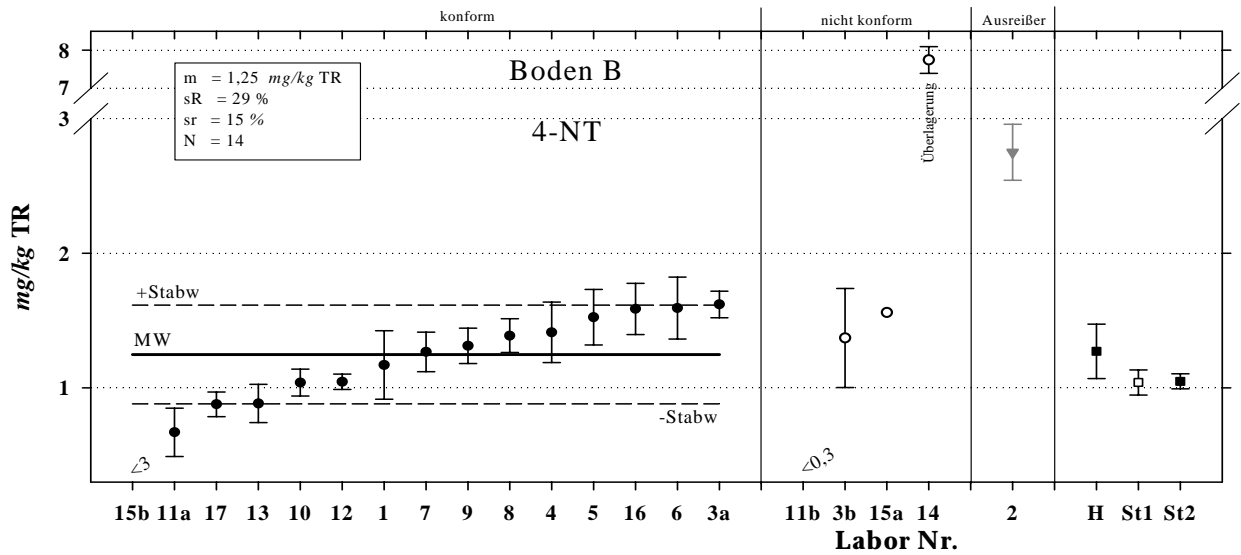
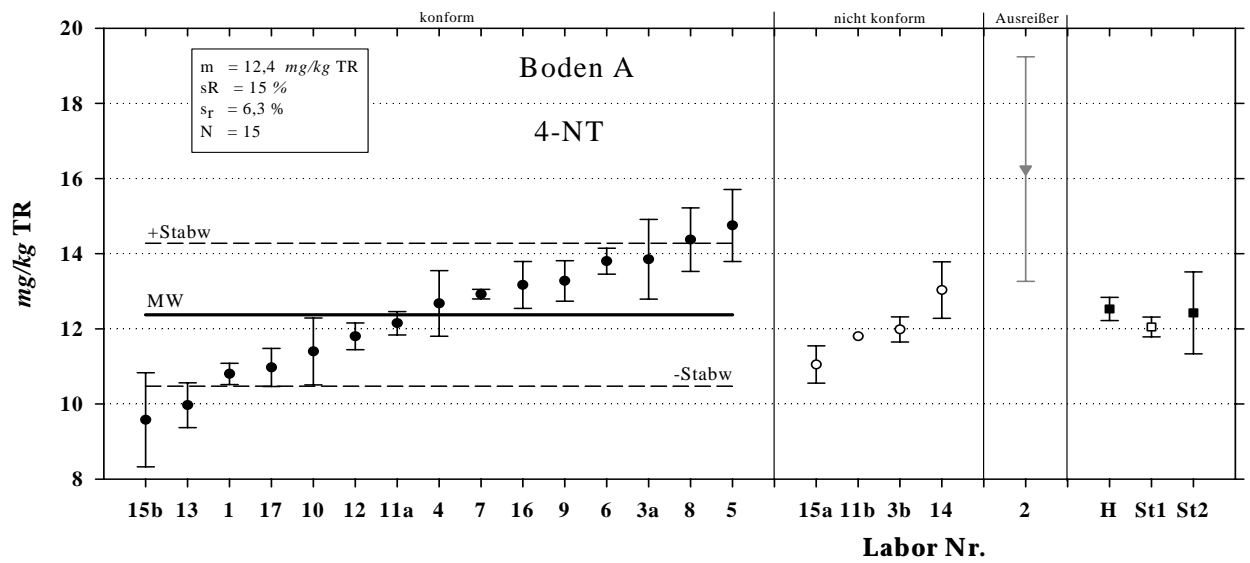
Graphische Darstellung der Kollektive



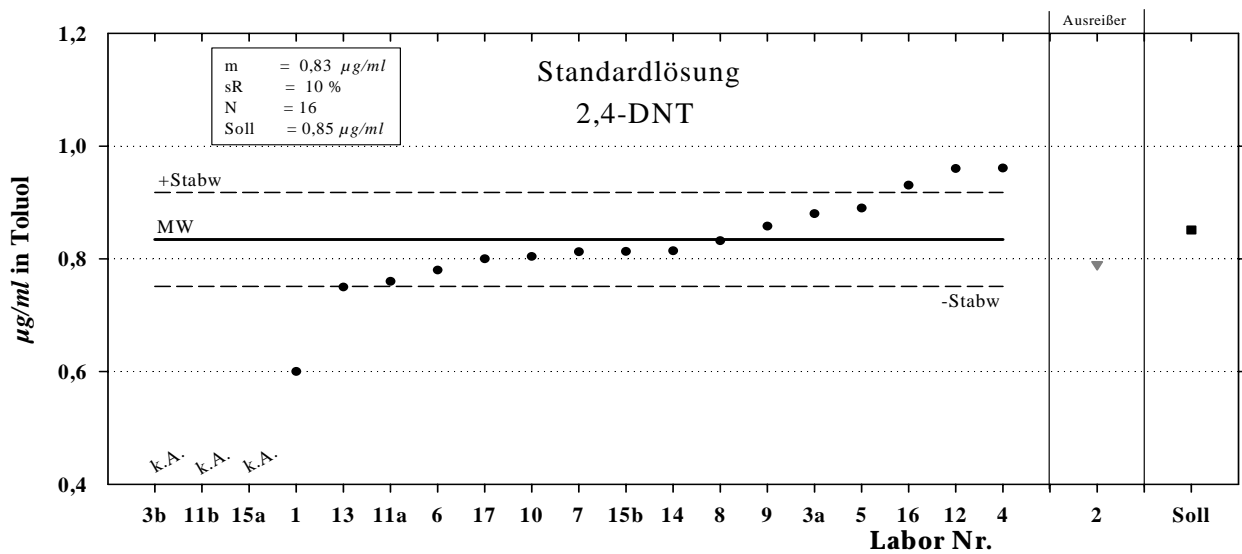
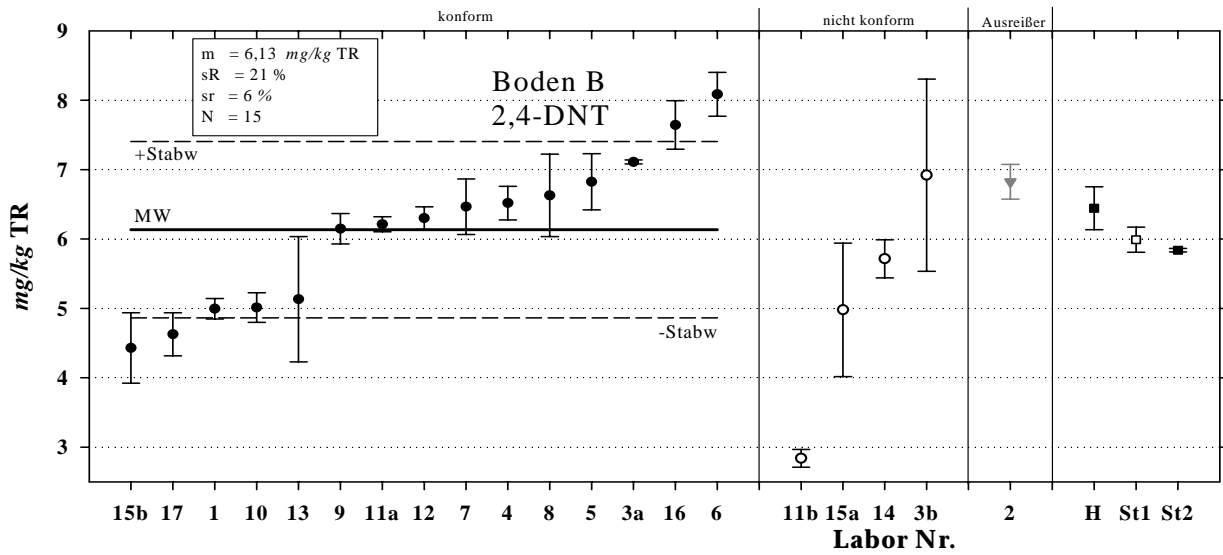
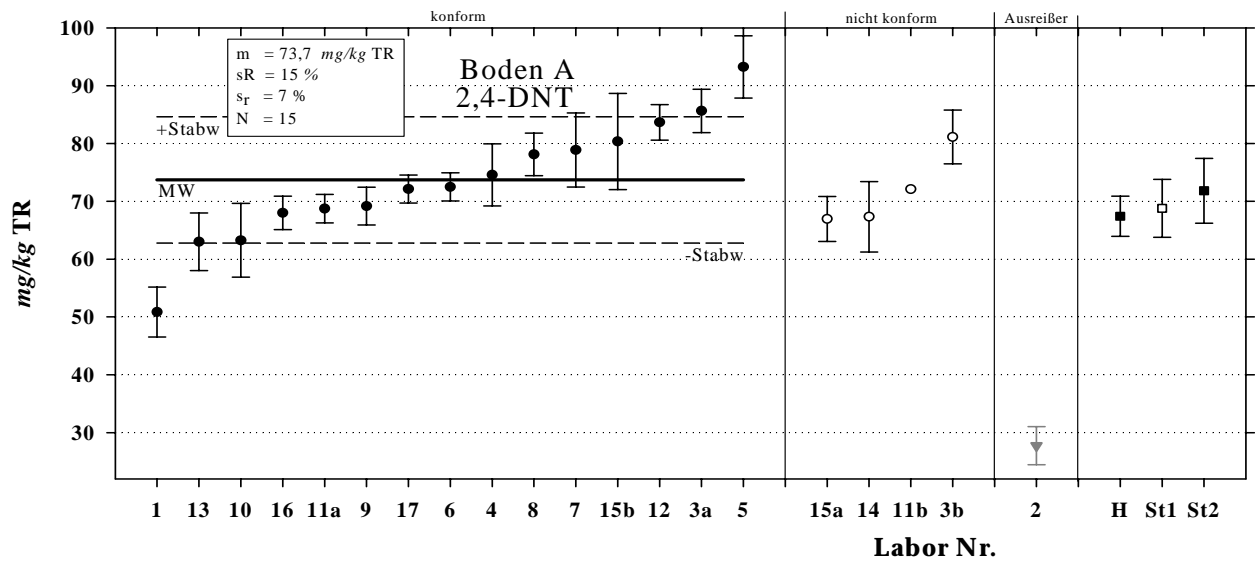
Graphische Darstellung der Kollektive



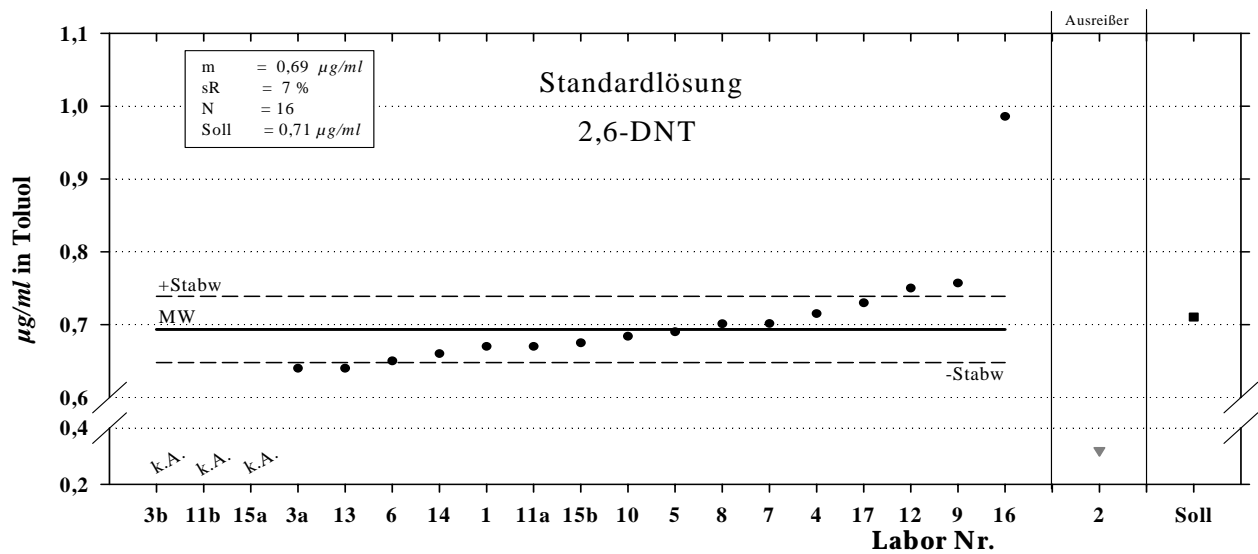
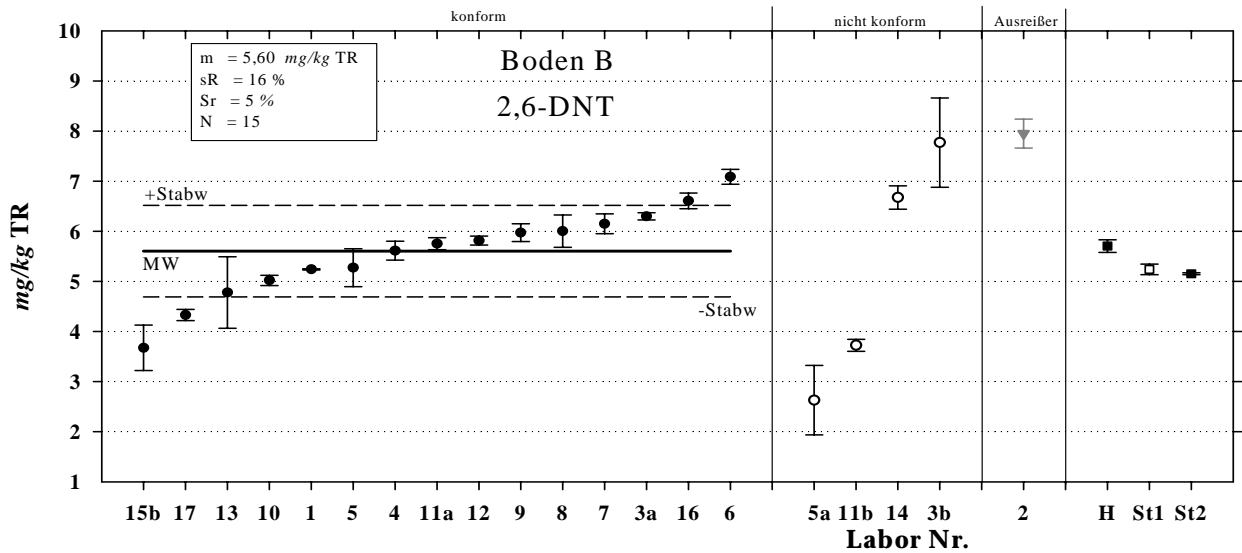
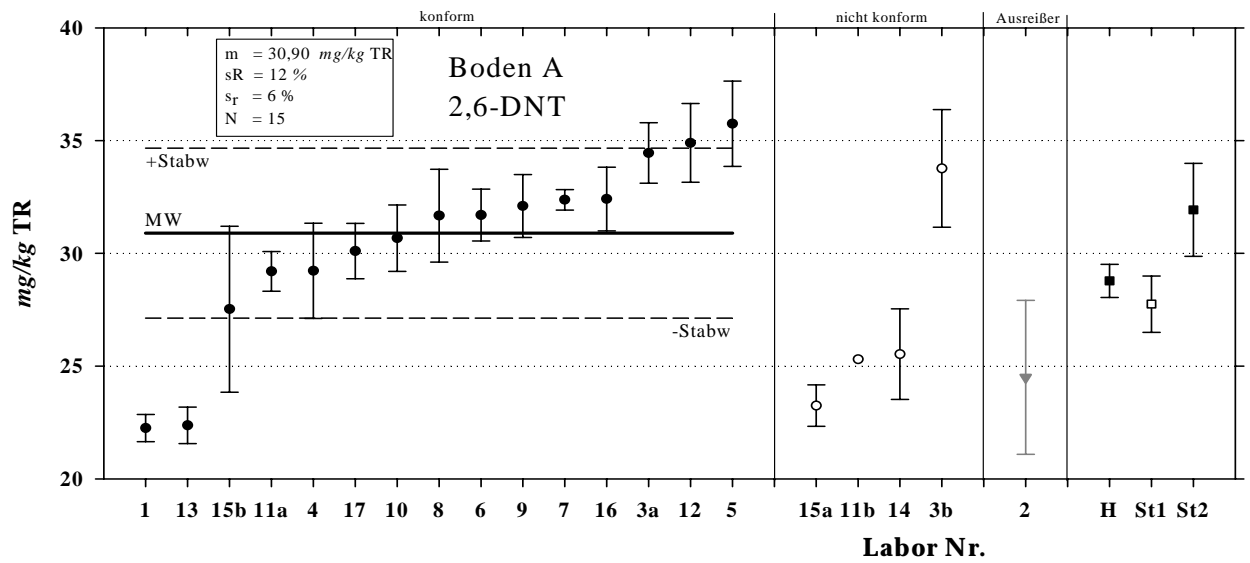
Graphische Darstellung der Kollektive



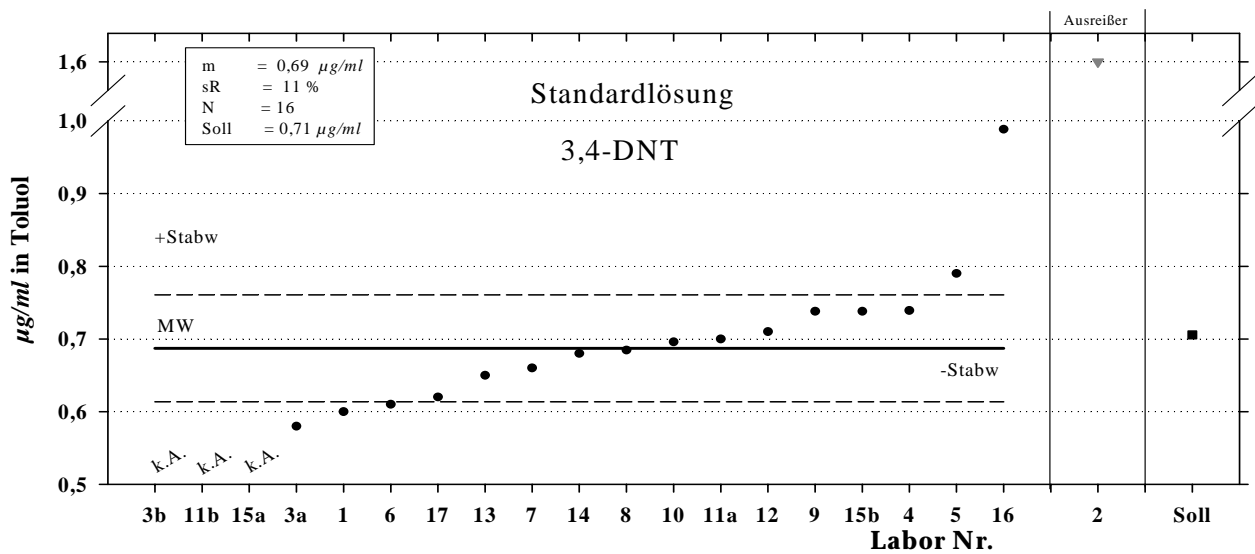
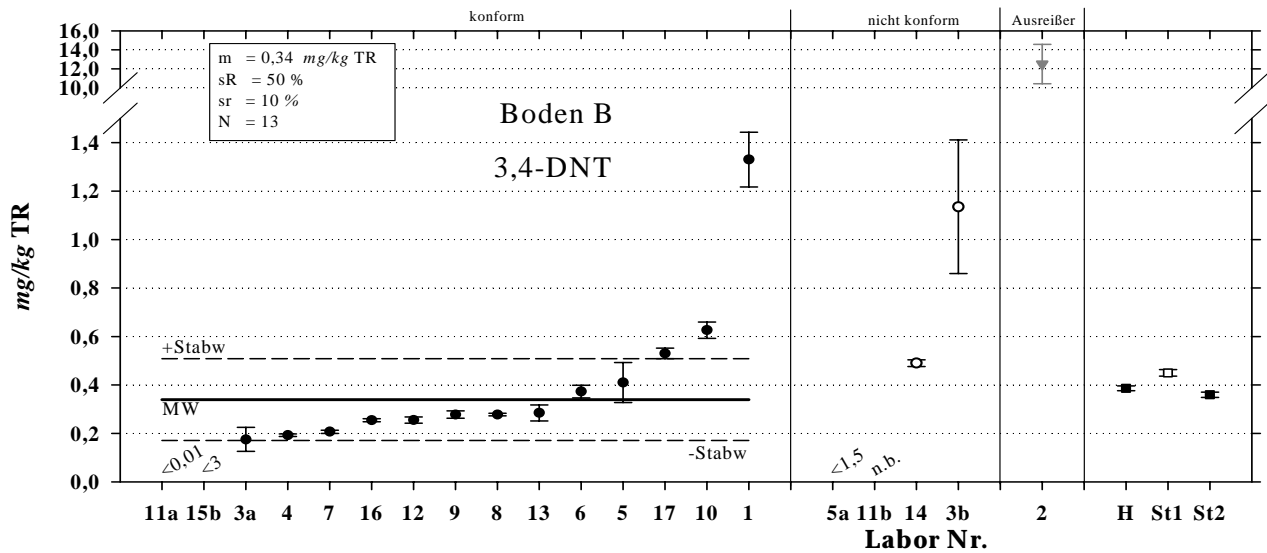
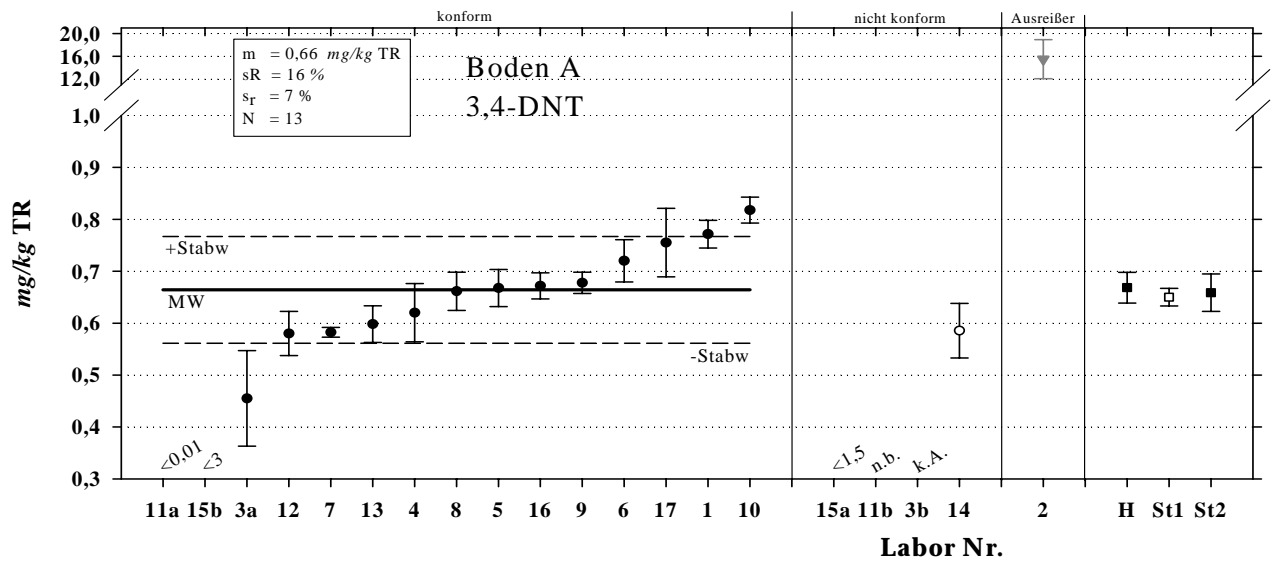
Graphische Darstellung der Kollektive



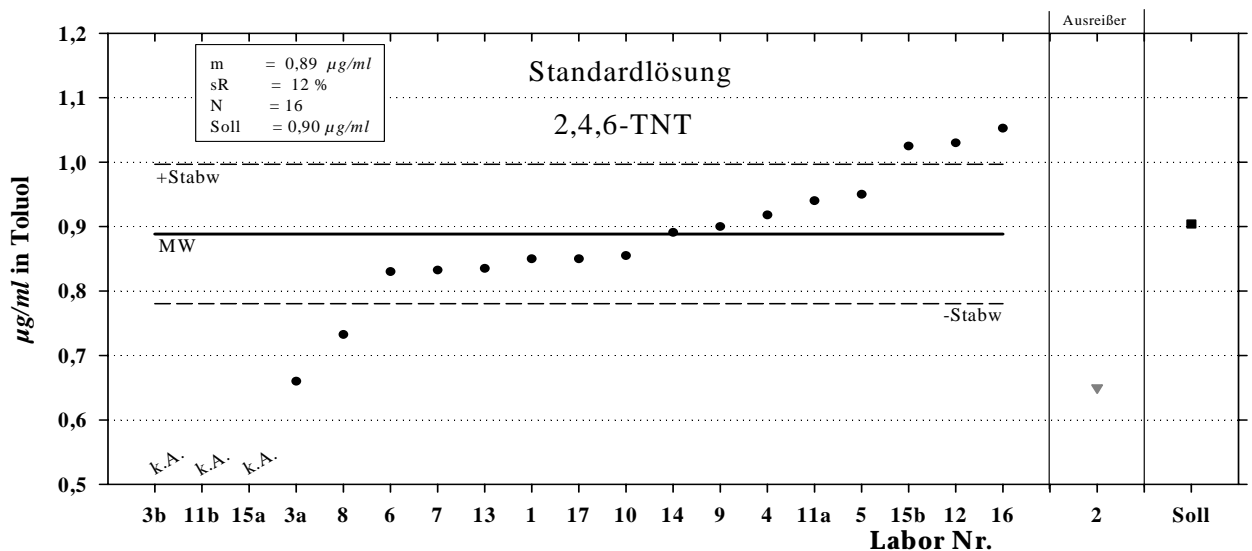
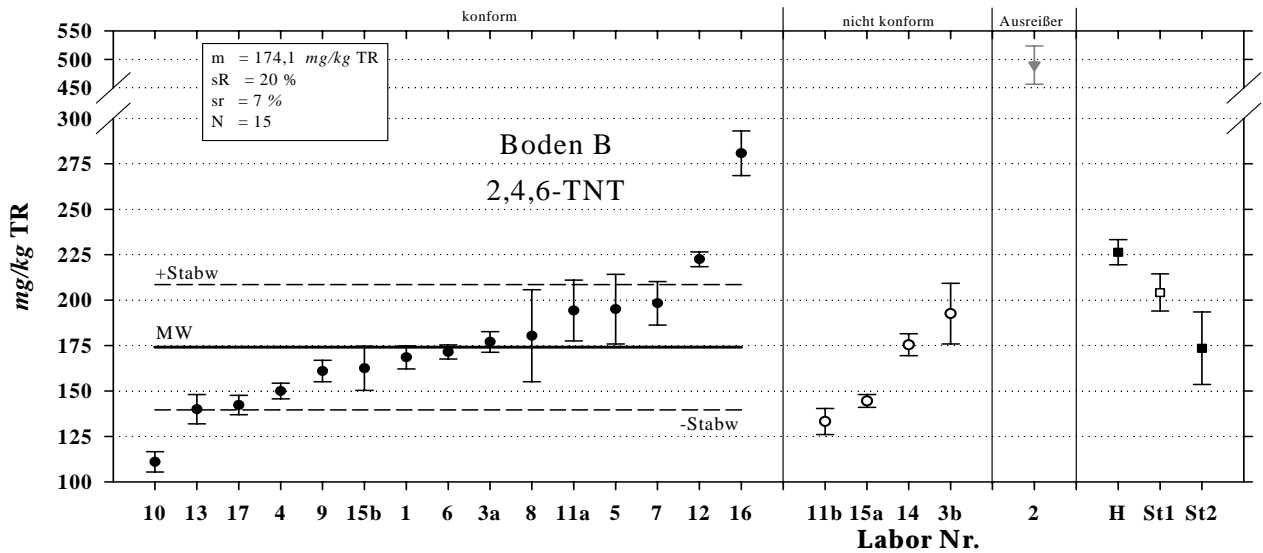
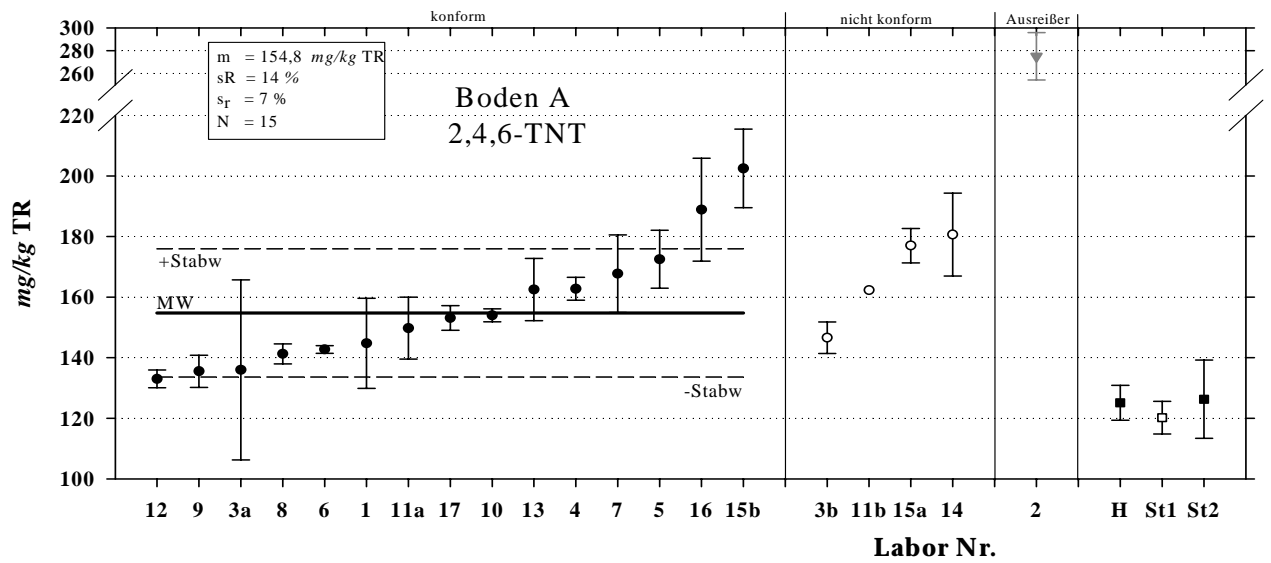
Graphische Darstellung der Kollektive



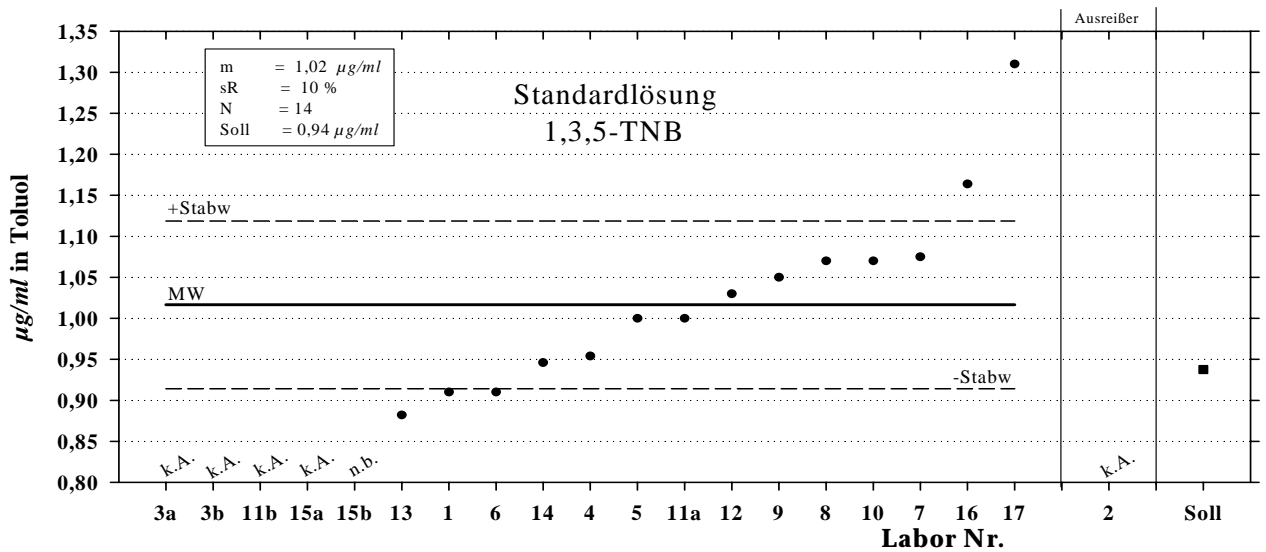
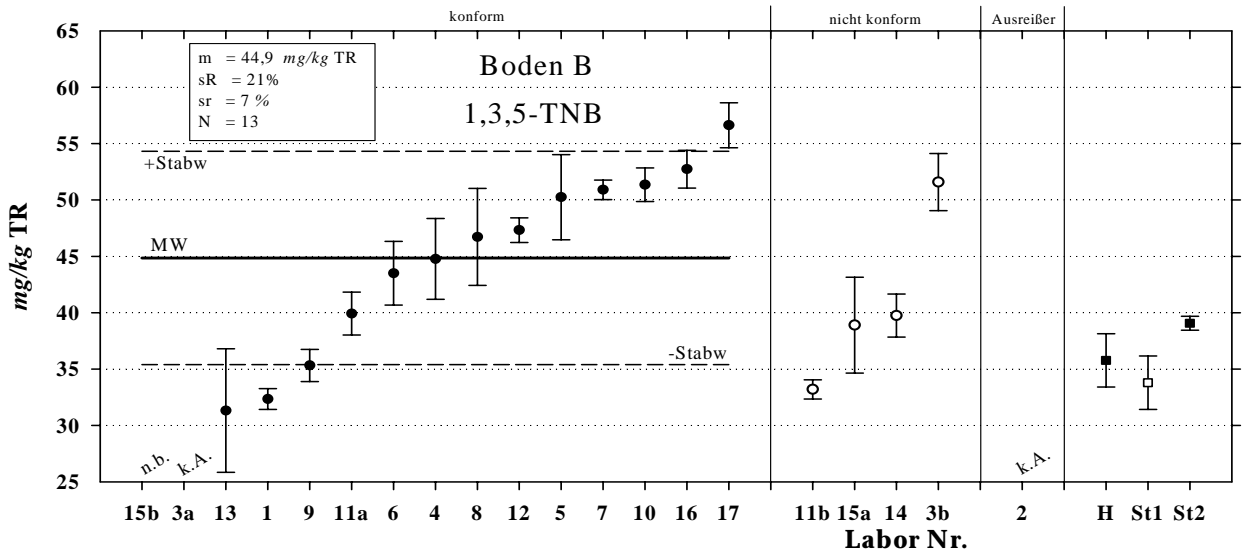
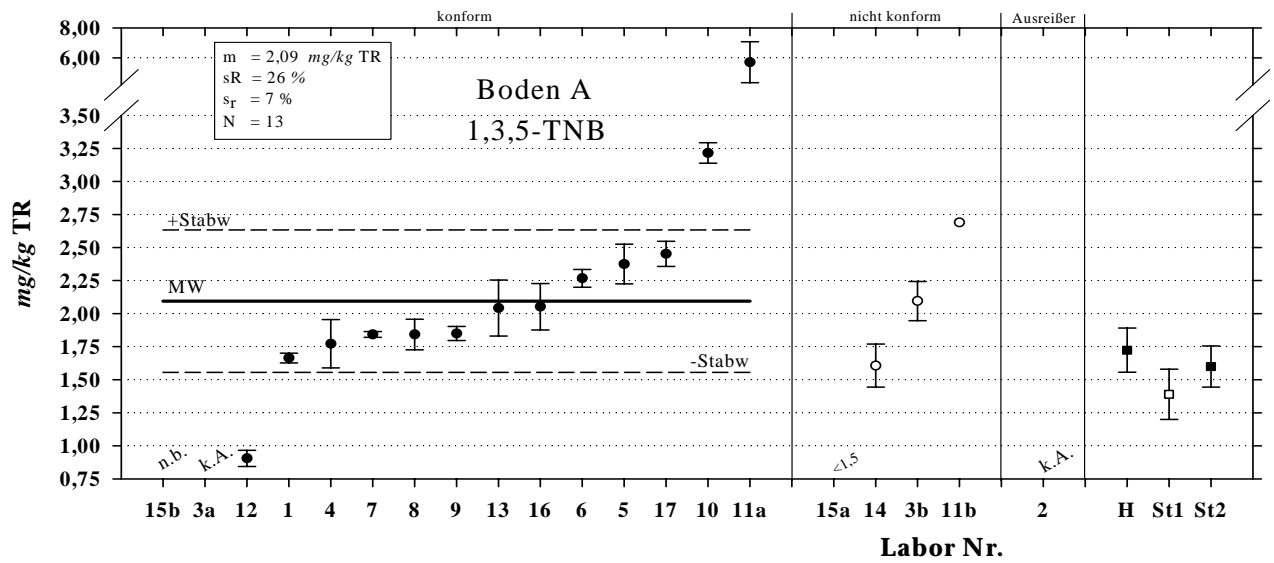
Graphische Darstellung der Kollektive



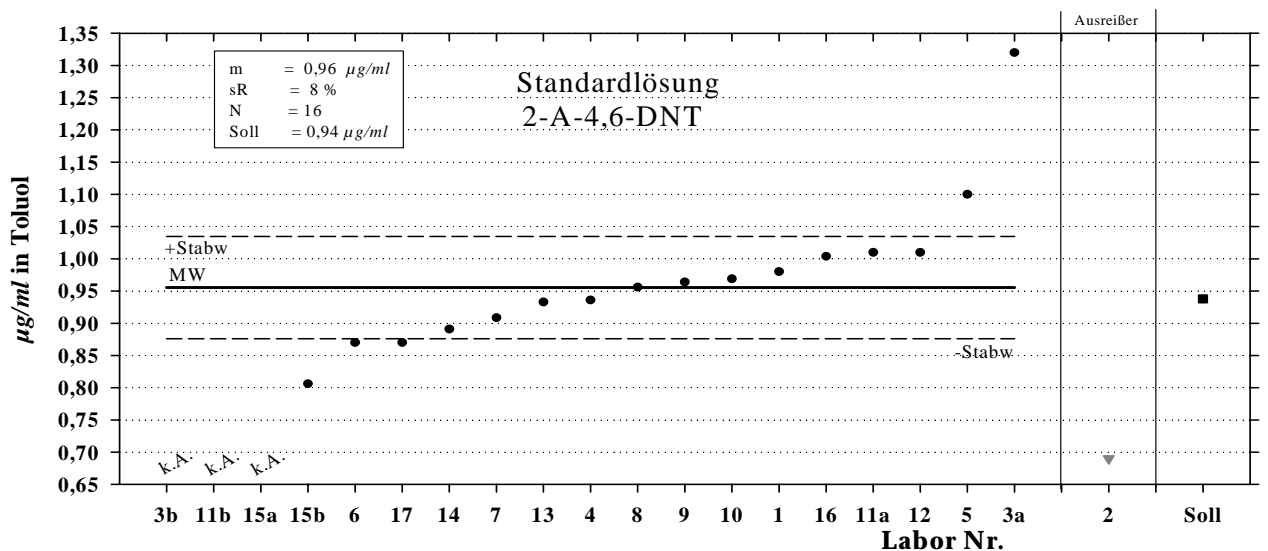
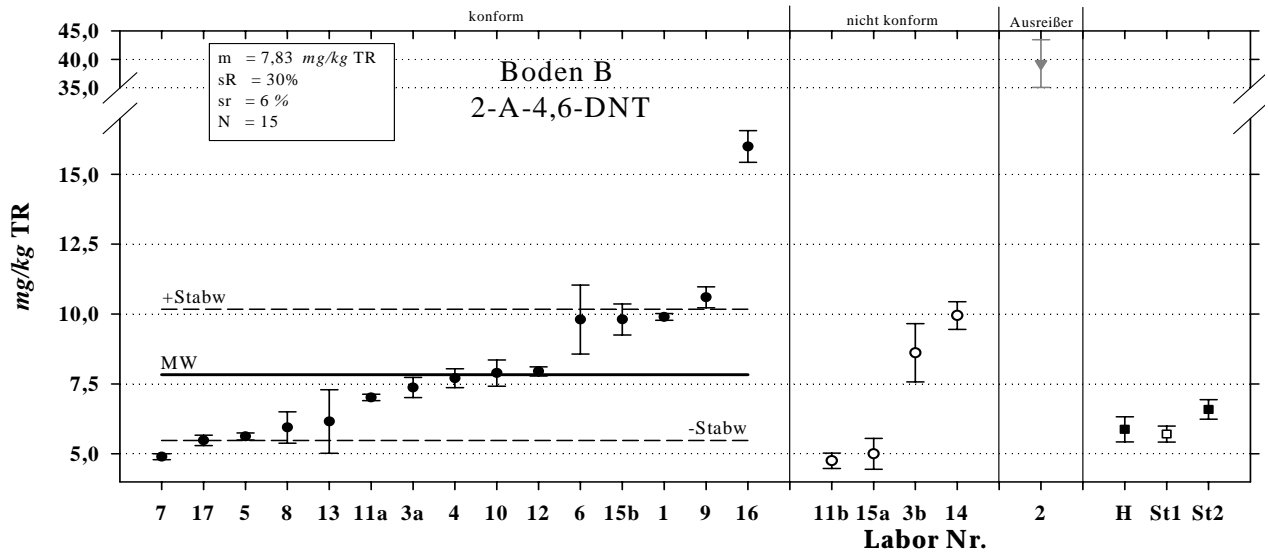
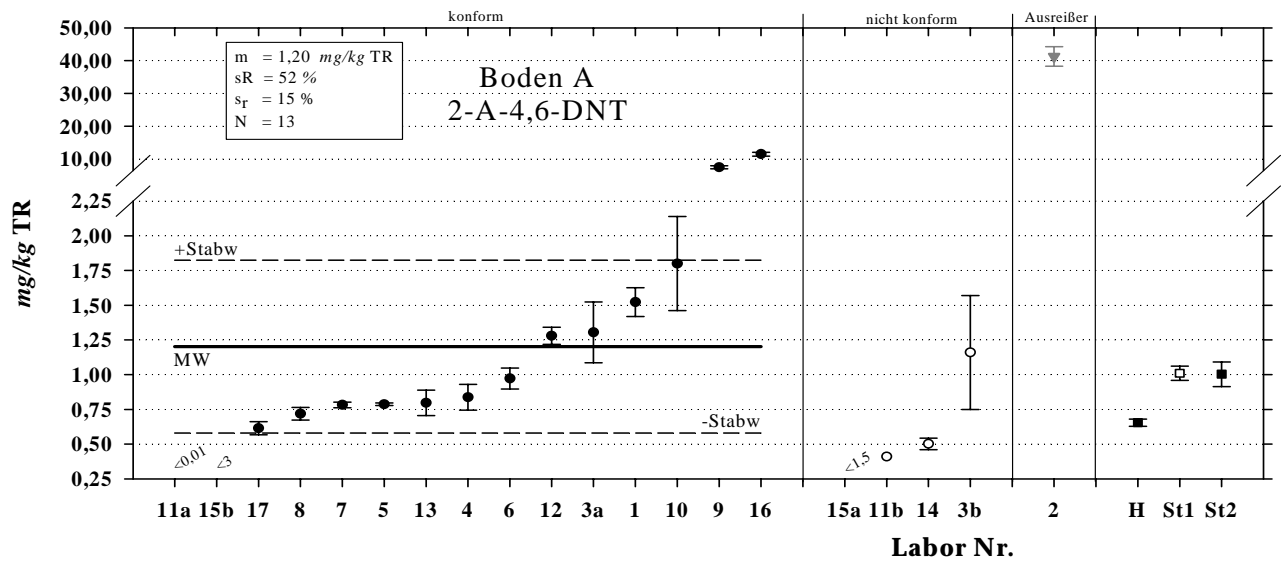
Graphische Darstellung der Kollektive



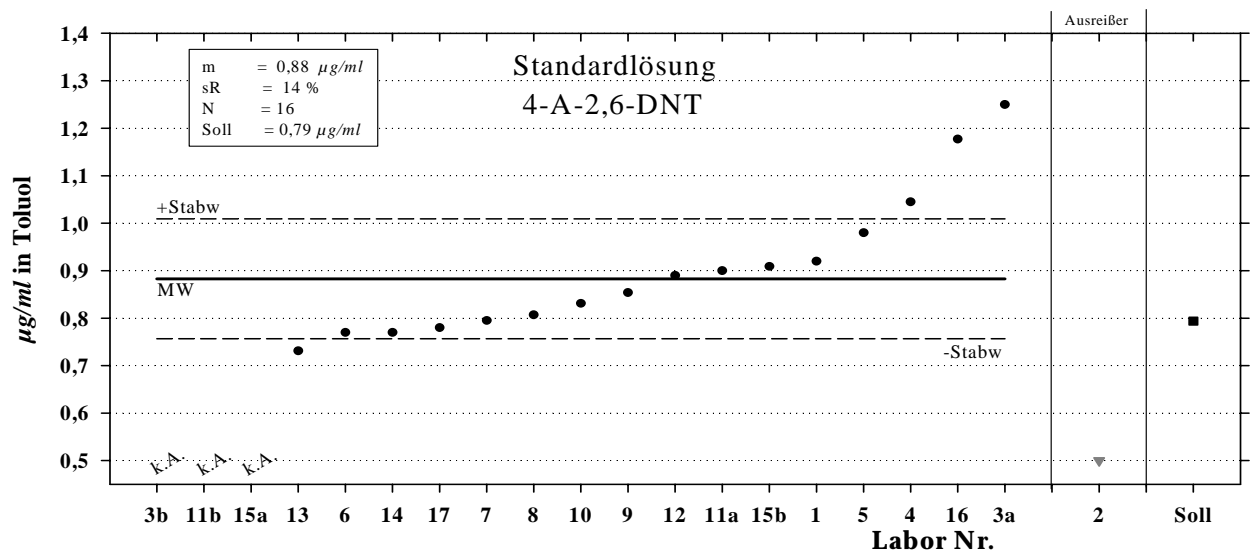
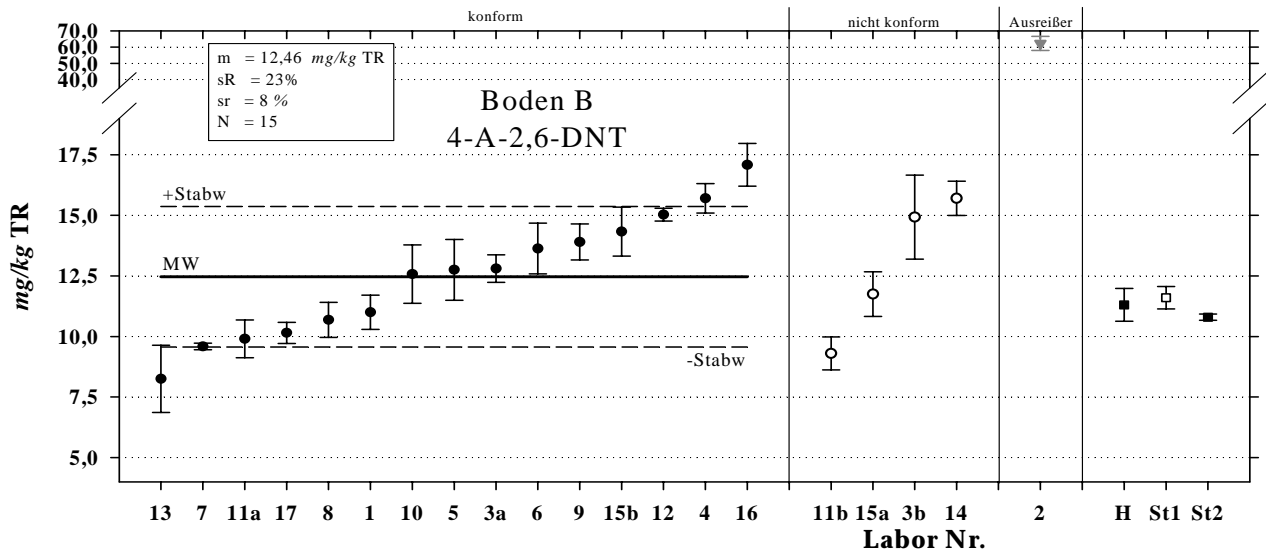
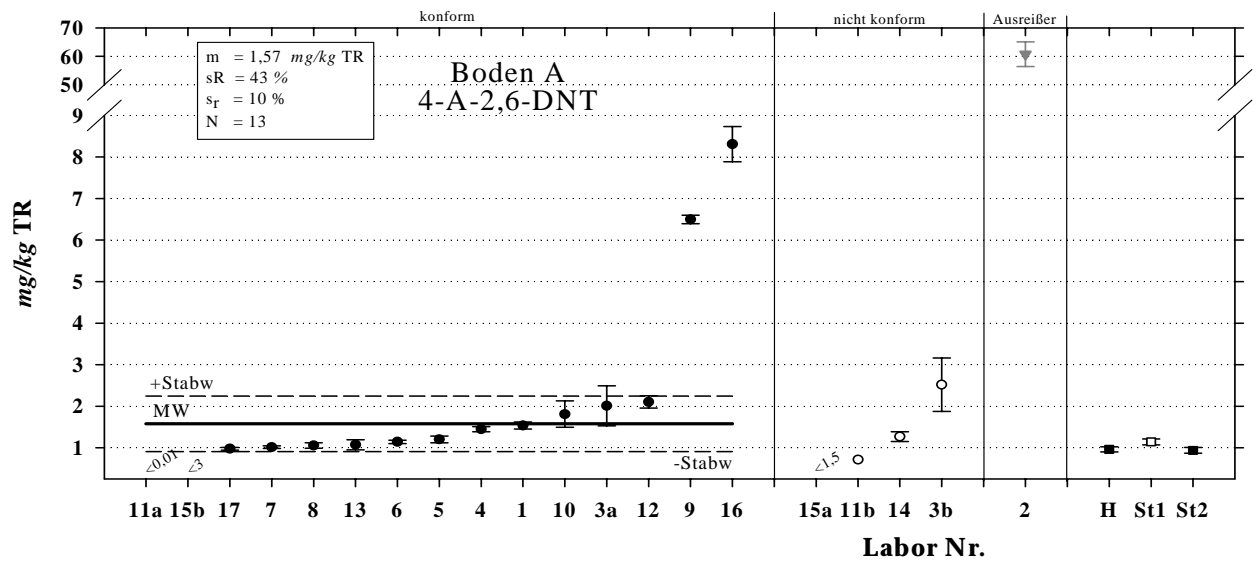
Graphische Darstellung der Kollektive



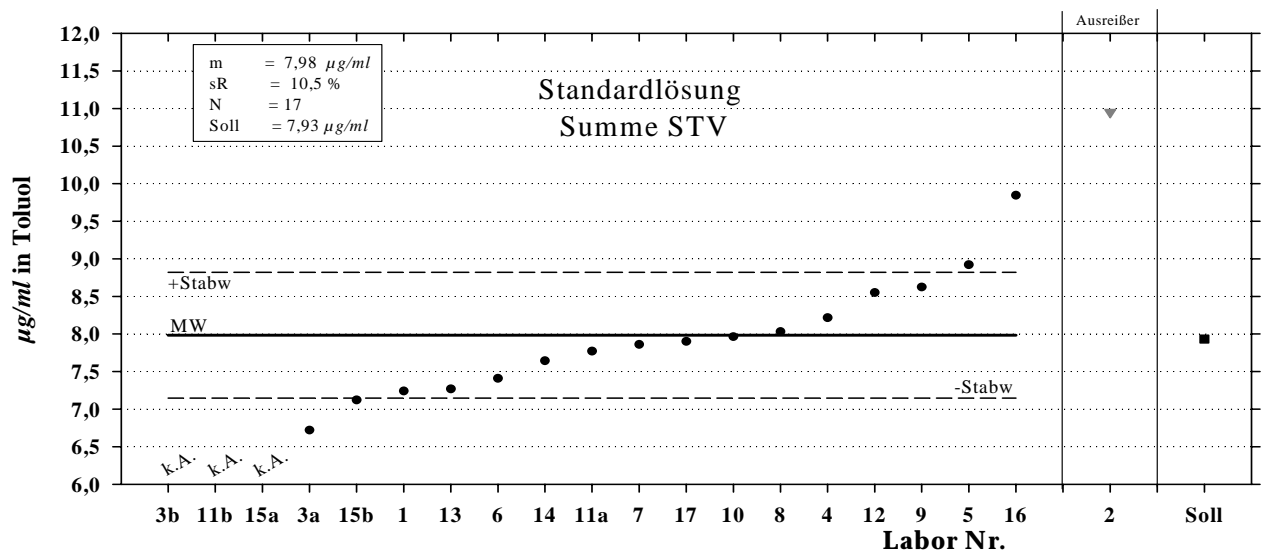
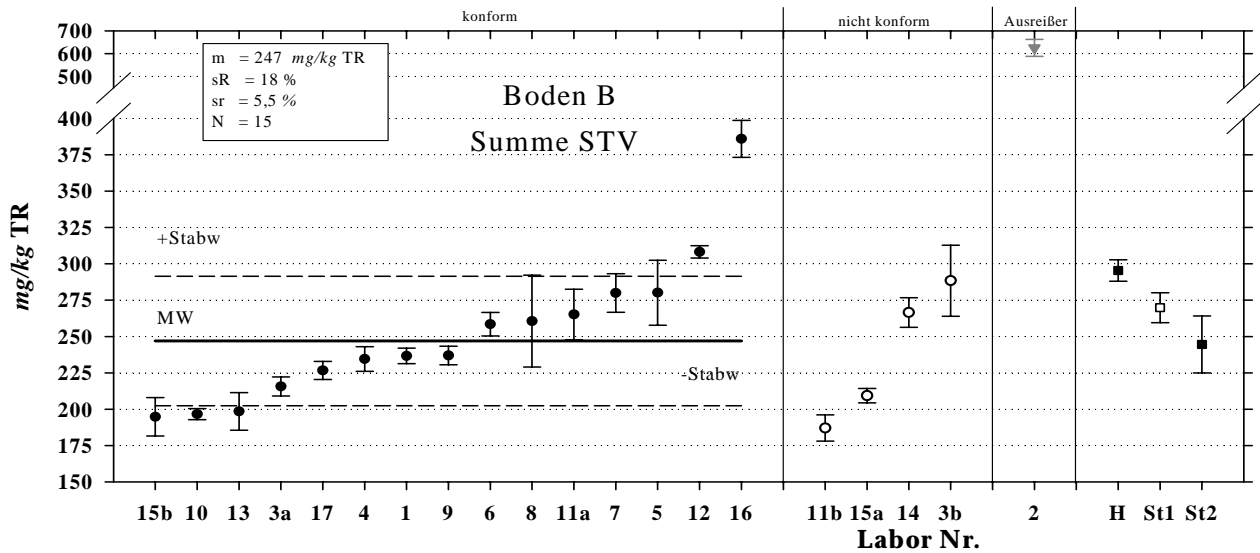
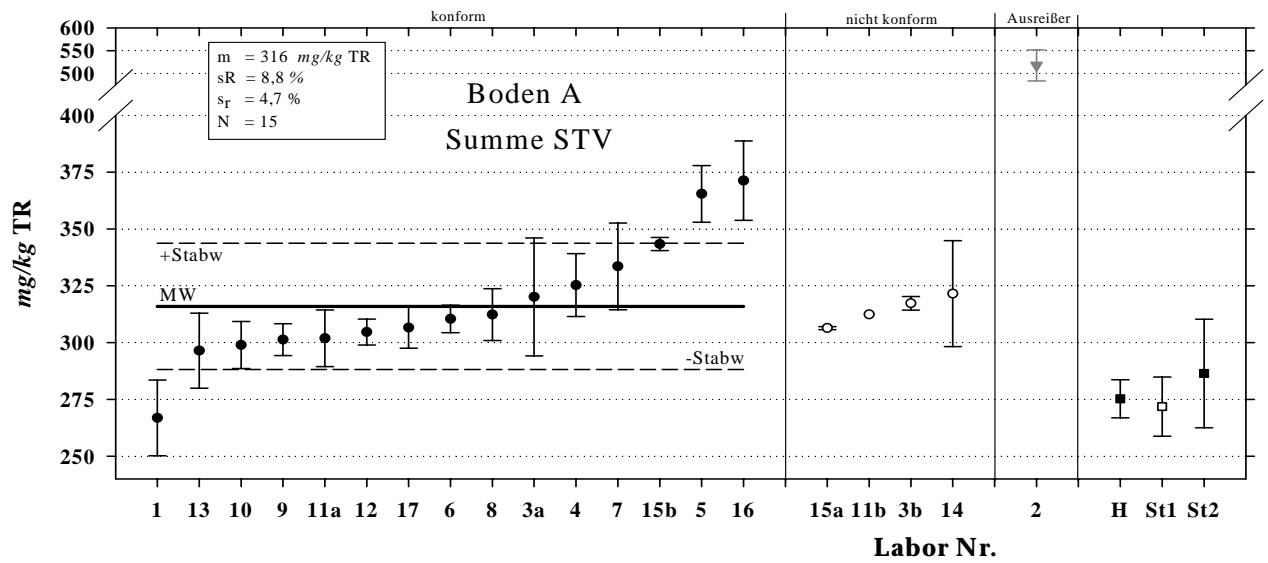
Graphische Darstellung der Kollektive



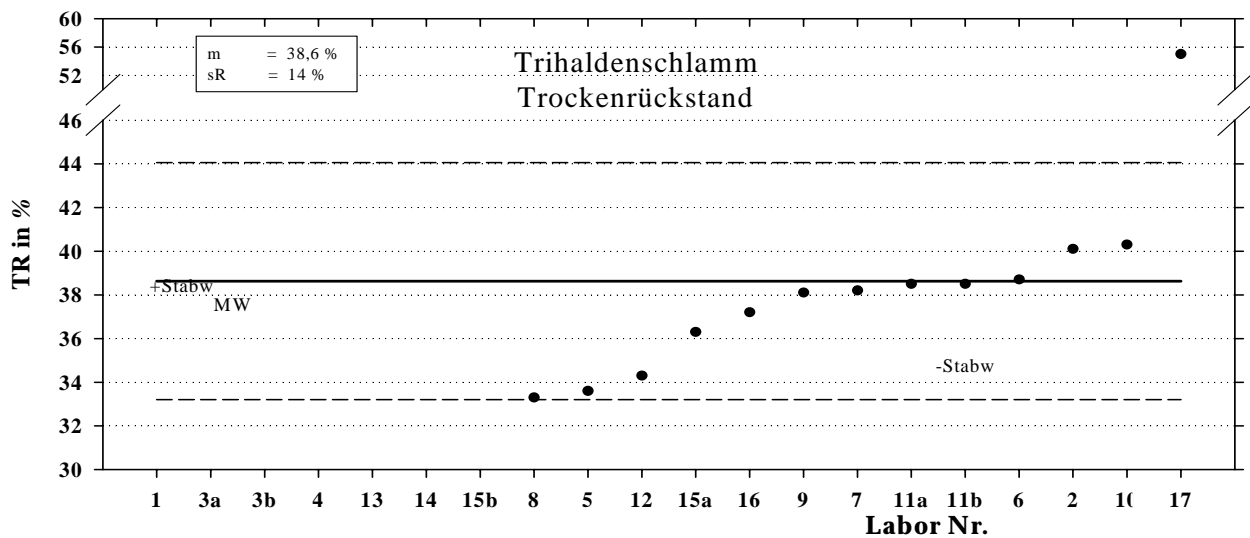
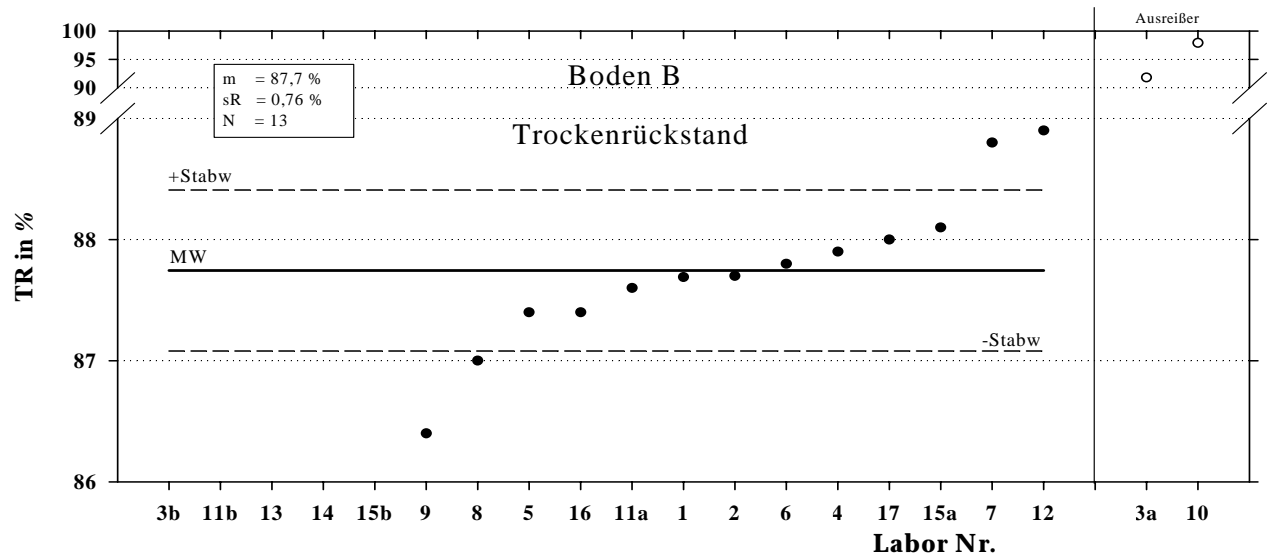
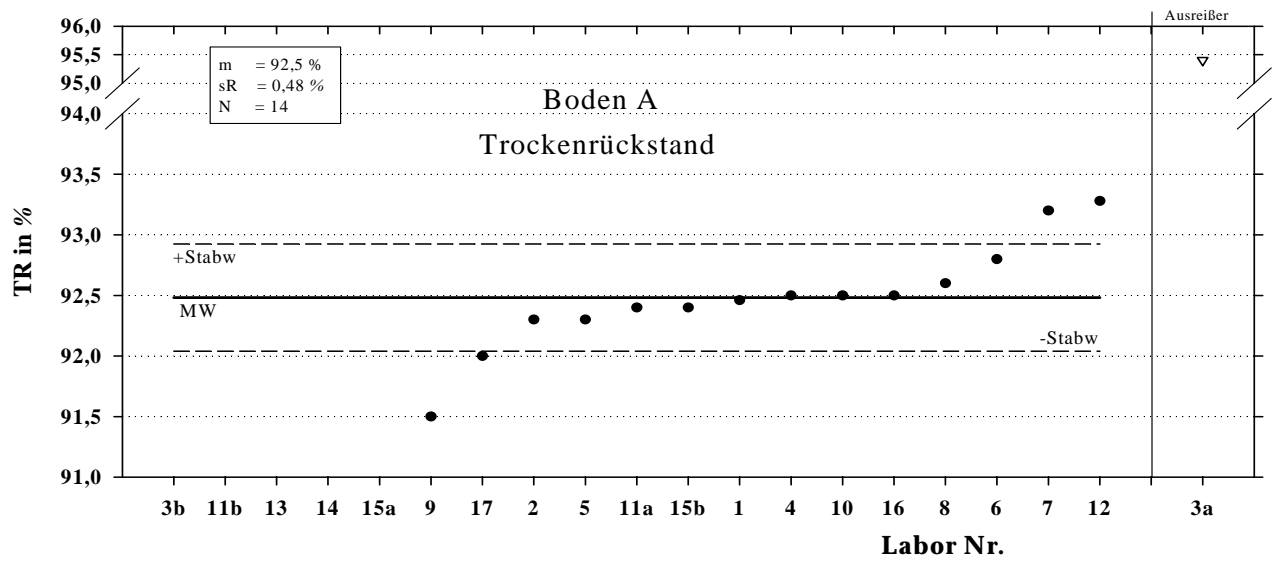
Graphische Darstellung der Kollektive



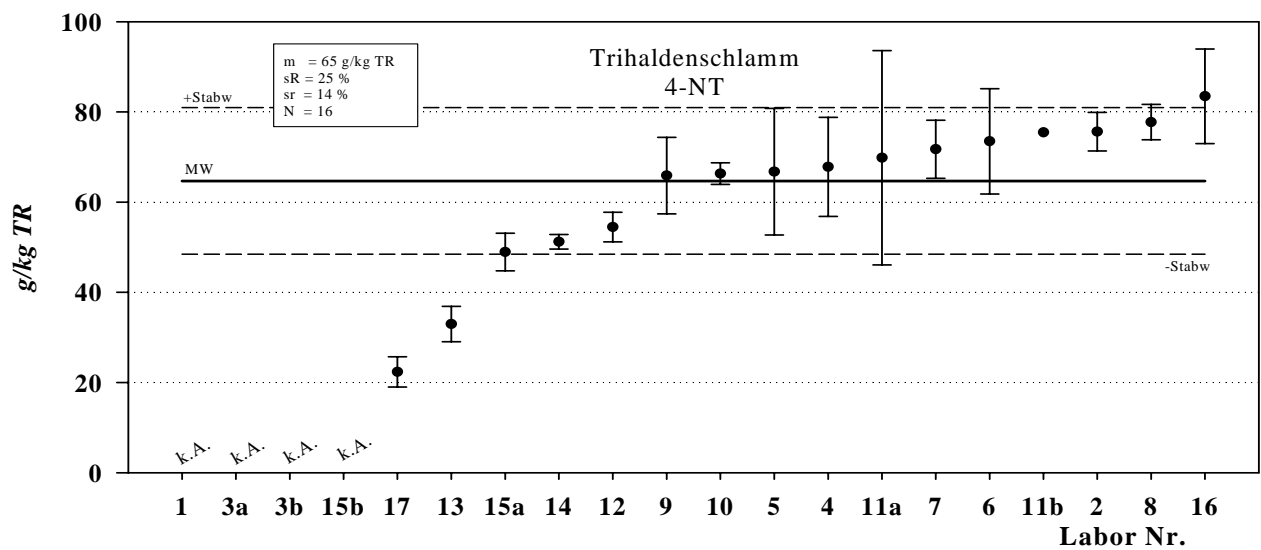
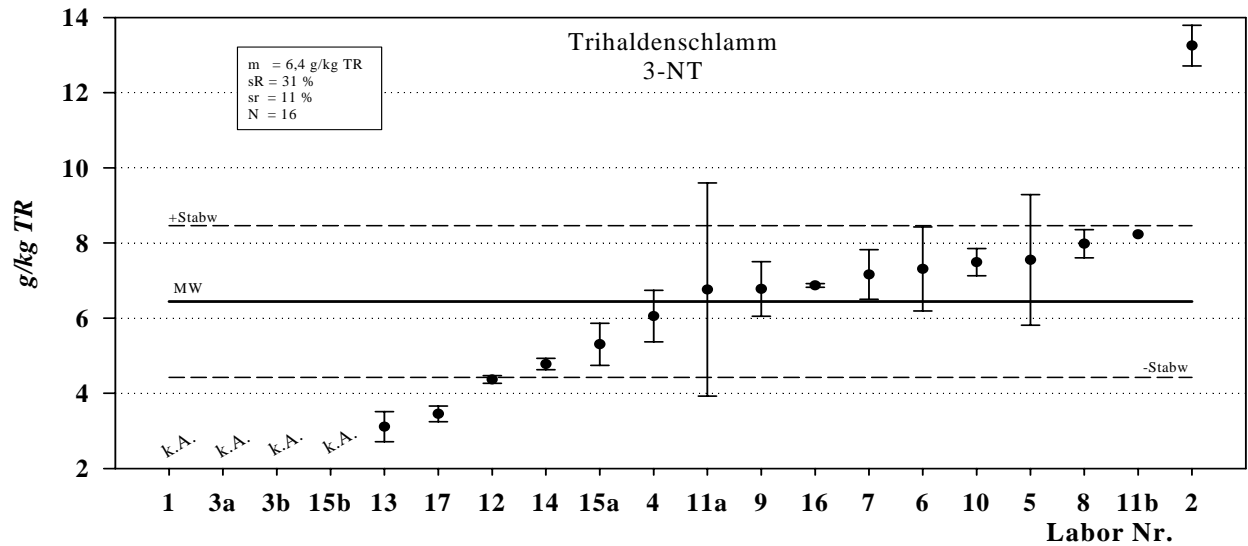
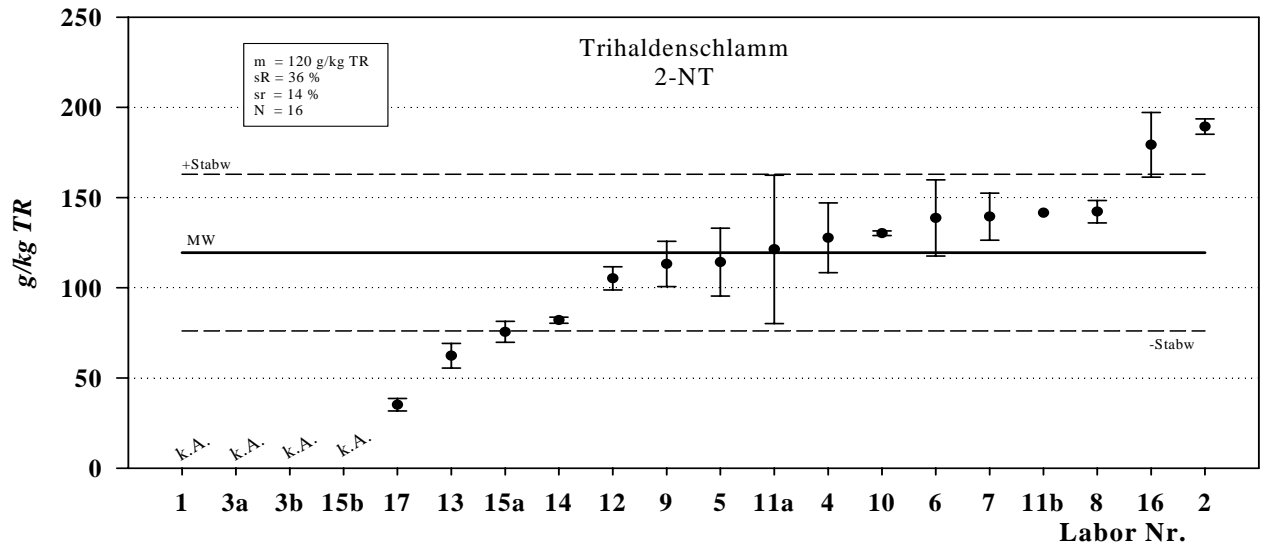
Graphische Darstellung der Kollektive



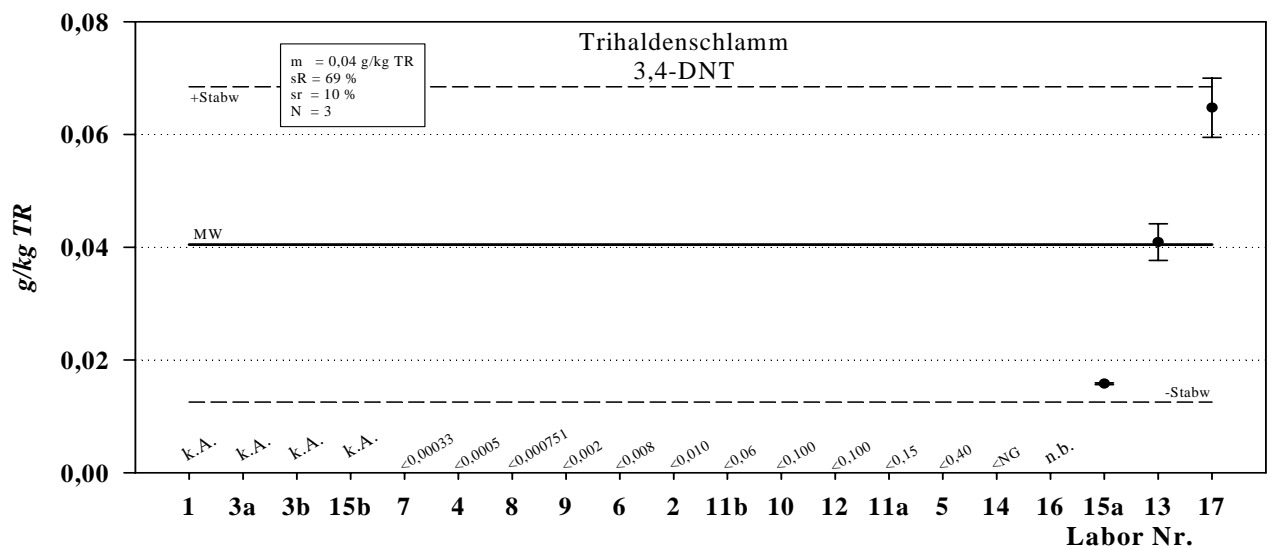
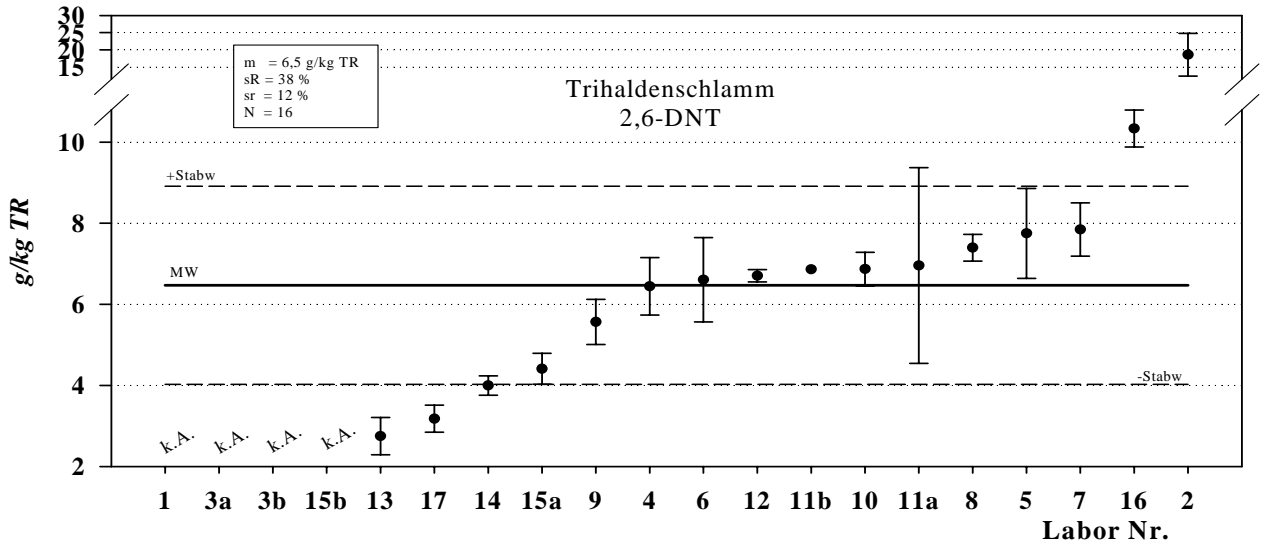
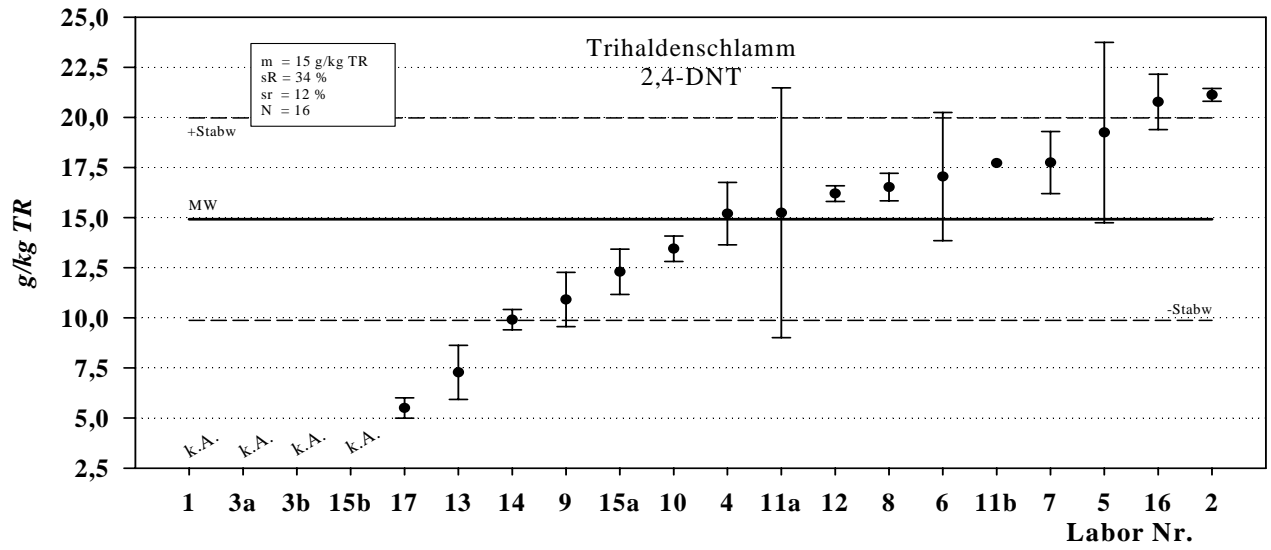
Graphische Darstellung der Kollektive



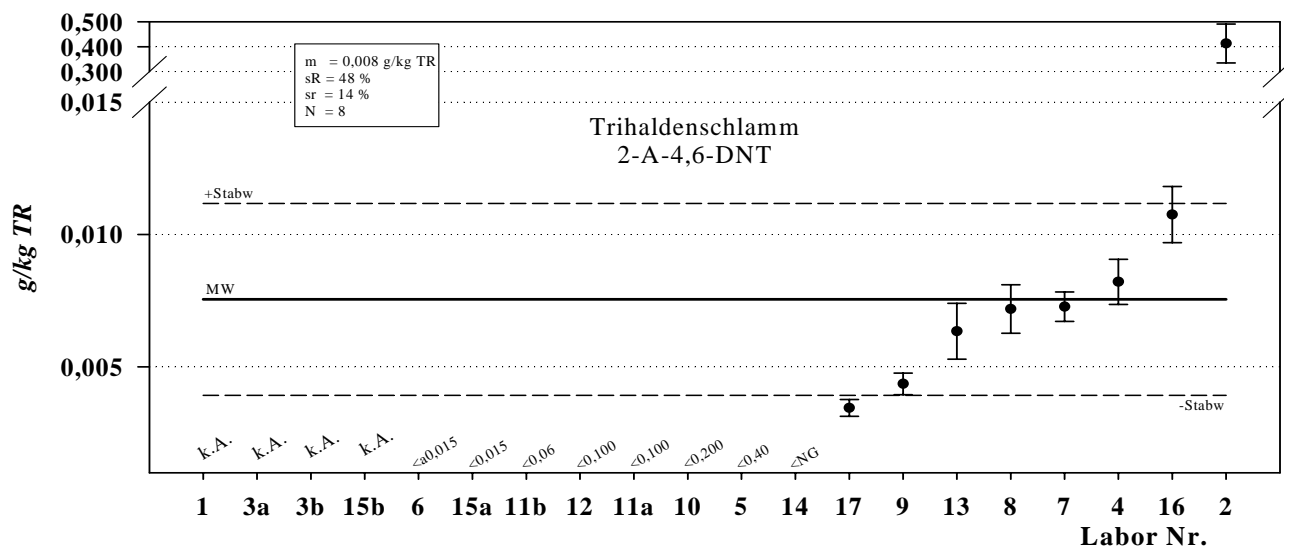
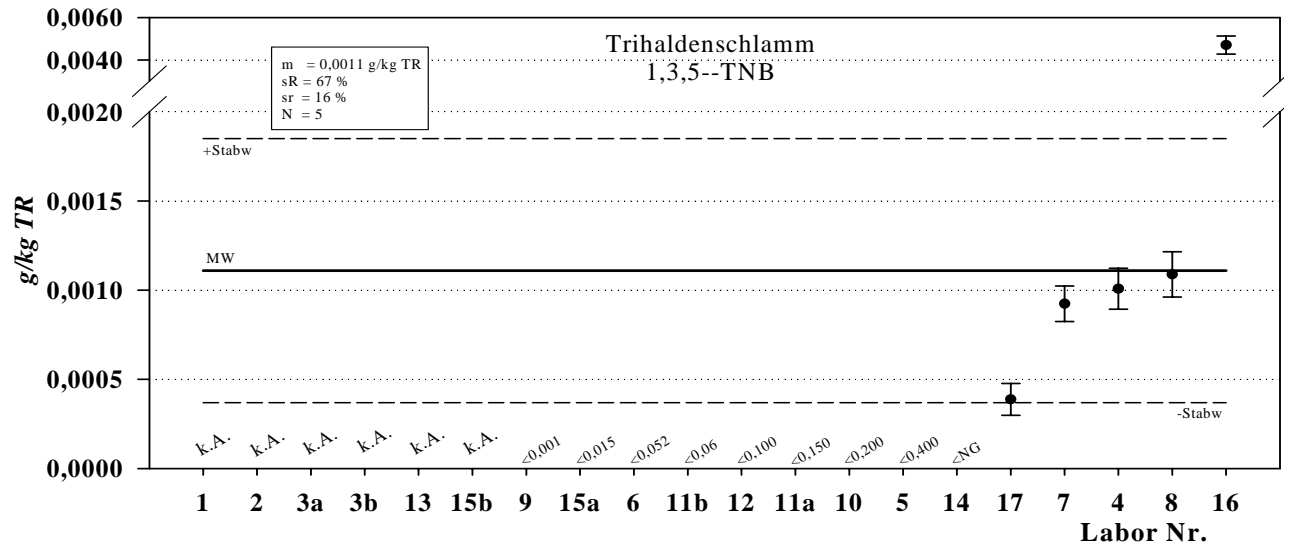
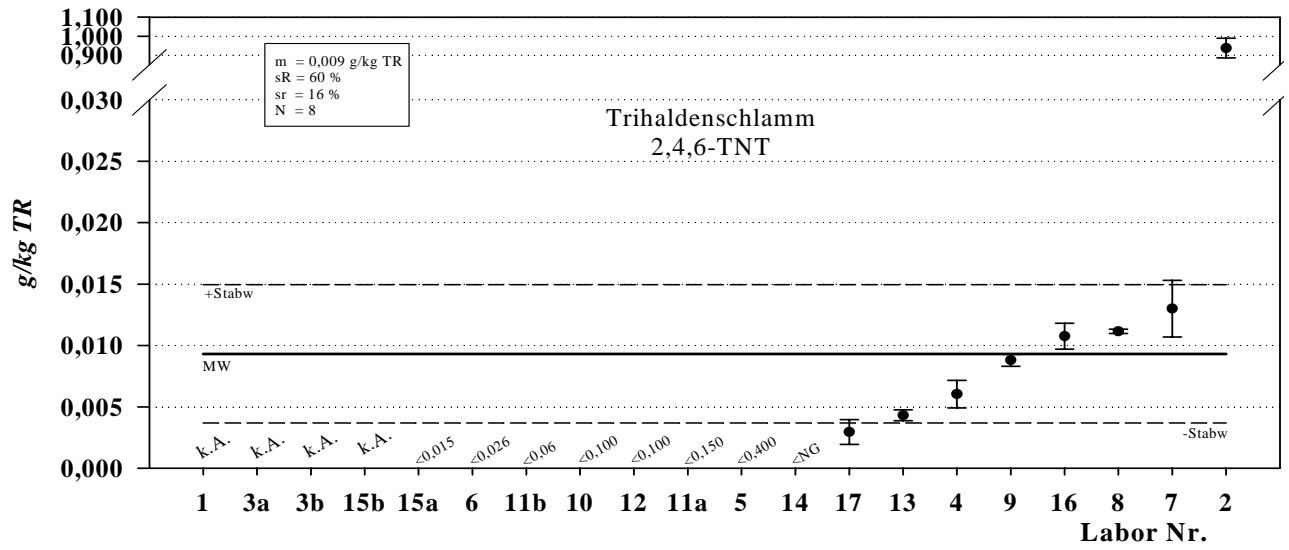
Graphische Darstellung der Kollektive



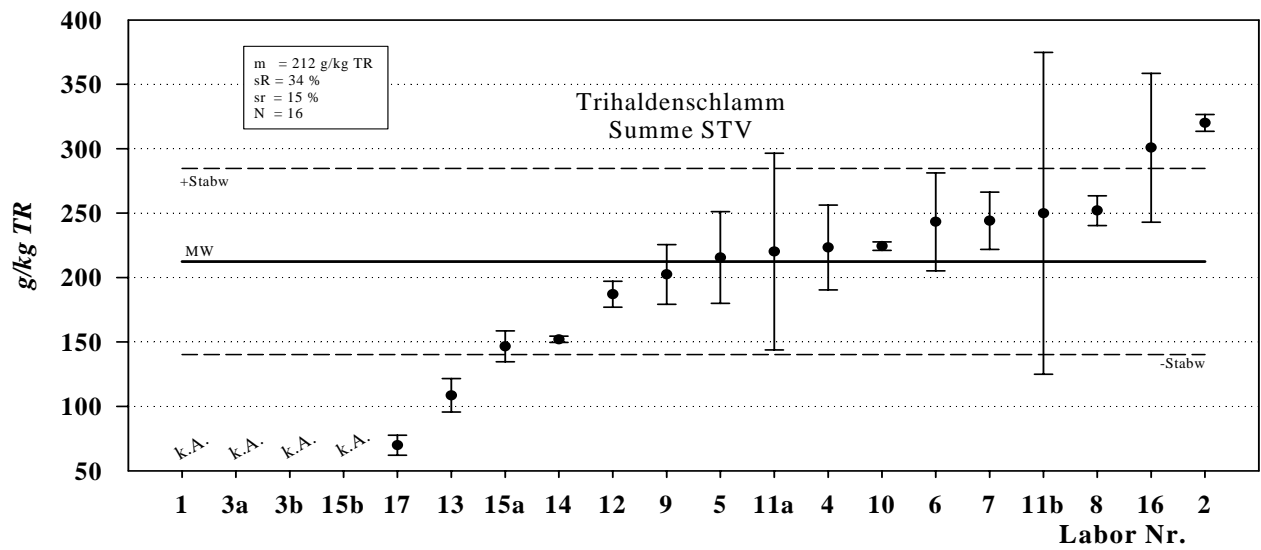
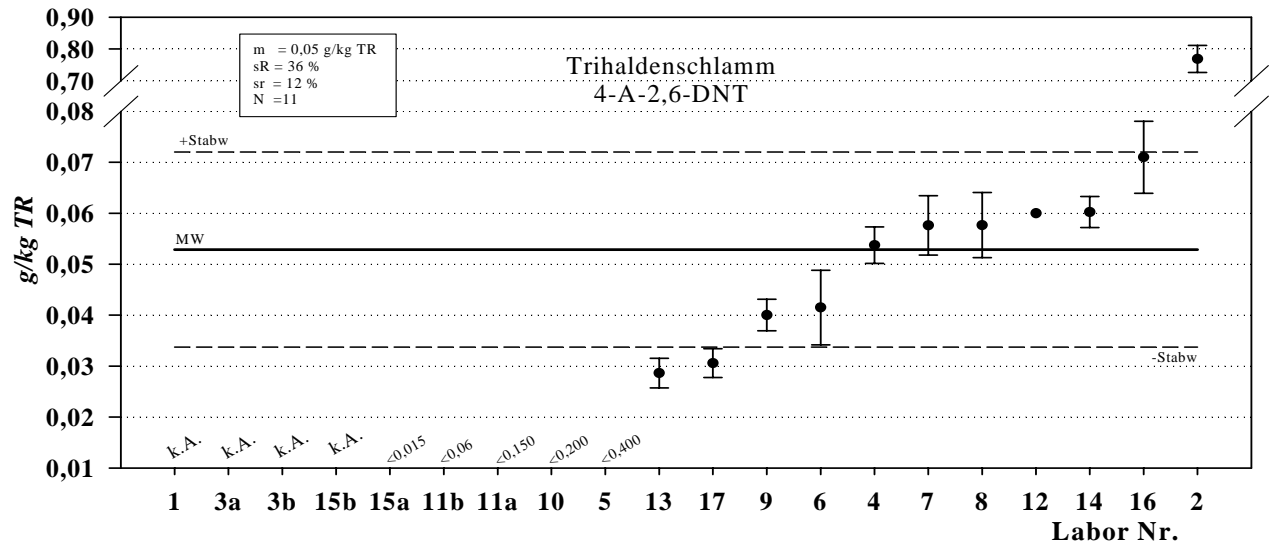
Graphische Darstellung der Kollektive



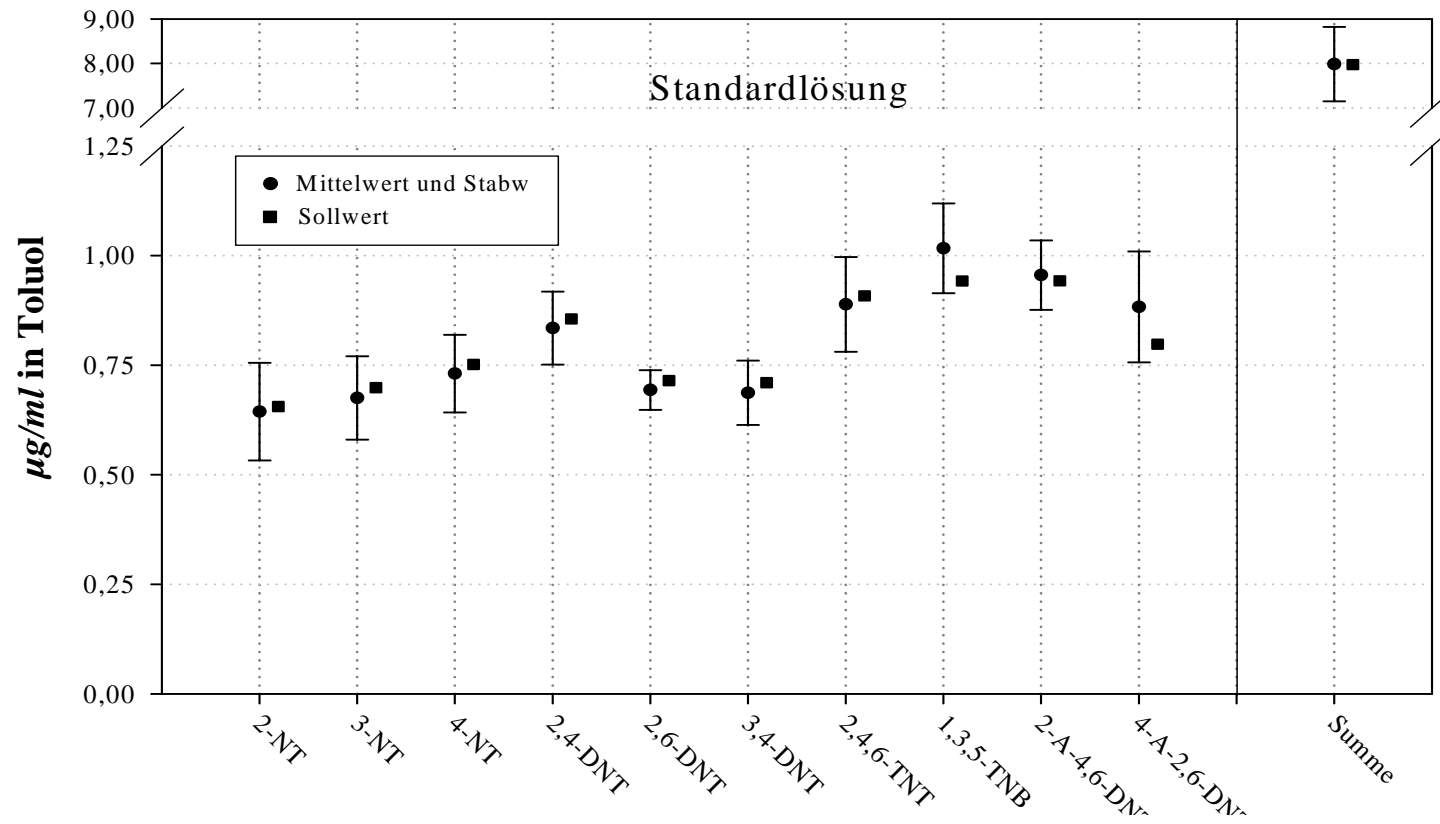
Graphische Darstellung der Kollektive



Graphische Darstellung der Kollektive



Graphische Darstellung der Kollektive



Anhang D

Homogenitäts- und Stabilitätsprüfungen

Boden A													
Probe		2-NT	3-NT	4-NT	2,4-DNT	2,6-DNT	3,4-DNT	2,4,6-TNT	1,3,5-TNB	2-A-4,6-DNT	4-A-2,6-DNT	Summe NTV	
Homogenität vom 19.01.04													
A 1	mg/kg TR	36,5	2,81	12,9	72,3	29,7	0,62	133,2	1,42	0,61	0,86	290,9	
A 9	mg/kg TR	34,1	2,86	12,7	68,1	28,9	0,67	120,0	1,76	0,64	0,91	270,5	
A 17	mg/kg TR	35,7	2,72	12,0	68,2	29,0	0,64	122,6	1,87	0,65	0,97	274,4	
A 23	mg/kg TR	33,4	2,81	12,3	61,6	27,5	0,67	129,4	1,88	0,67	1,00	271,3	
A 12	mg/kg TR	34,4	2,73	12,7	66,3	28,5	0,70	118,5	1,69	0,66	1,01	267,1	
A 21	mg/kg TR	33,5	2,89	12,5	68,0	29,1	0,70	127,2	1,72	0,69	1,02	277,4	
MW	mg/kg TR	34,6	2,80	12,5	67,4	28,8	0,67	125,1	1,72	0,65	0,96	275,3	
Stabw	mg/kg TR	1,22	0,07	0,31	3,48	0,73	0,03	5,74	0,17	0,03	0,06	8,40	
VK	%	3,5	2,4	2,5	5,2	2,5	4,4	4,6	9,7	3,9	6,6	3,1	
Stabilität I vom 04.02.2004													
A 7	mg/kg TR	38,7	2,6	12,4	76,0	29,2	0,7	124,7	1,6	1,1	1,2	288,1	
A 28	mg/kg TR	36,7	2,6	11,8	67,4	26,6	0,7	124,2	1,4	1,0	1,2	273,5	
A 30/1	mg/kg TR	33,8	2,5	11,9	64,4	26,9	0,6	113,2	1,3	1,0	1,1	256,6	
A 30/2	mg/kg TR	36,2	2,5	12,1	67,3	28,4	0,6	118,7	1,2	1,0	1,1	269,1	
MW	mg/kg TR	36,3	2,5	12,1	68,8	27,8	0,6	120,2	1,4	1,0	1,1	271,8	
Stabw	mg/kg TR	1,99	0,08	0,26	4,99	1,26	0,02	5,39	0,19	0,05	0,07	13,01	
VK	%	5,5	3,0	2,2	7,3	4,5	2,6	4,5	13,7	5,1	6,2	4,8	
Stabilität II vom 19.03.2004													
A 4	mg/kg TR	38,5	2,8	13,2	75,8	33,4	0,68	135,4	1,5	1,1	1,0	303,3	
A 19	mg/kg TR	35,6	2,5	11,7	67,8	30,5	0,63	117,2	1,7	0,9	0,9	269,5	
MW	mg/kg TR	37,0	2,6	12,4	71,8	31,9	0,66	126,3	1,6	1,0	0,9	286,4	
Stabw	mg/kg TR	2,03	0,20	1,09	5,62	2,06	0,04	12,9	0,16	0,09	0,07	23,90	
VK	%	5,5	7,6	8,8	7,8	6,5	5,5	10,2	9,8	8,8	7,2	8,3	

Homogenitäts- und Stabilitätsprüfungen

Boden B												
Probe		2-NT	3-NT	4-NT	2,4-DNT	2,6-DNT	3,4-DNT	2,4,6-TNT	1,3,5-TNB	2-A-4,6-DNT	4-A-2,6-DNT	Summe NTV
Homogenität vom 19.01.2004												
B 1	mg/kg TR	1,98	0,47	1,32	6,39	5,66	0,37	229,3	31,92	5,18	10,67	293,3
B 9	mg/kg TR	1,53	0,36	1,10	6,23	5,72	0,38	222,2	33,94	5,44	10,40	287,2
B 5	mg/kg TR	2,12	0,47	1,49	7,00	5,81	0,40	218,2	37,55	6,12	11,72	290,9
B 17	mg/kg TR	1,51	0,36	1,00	6,19	5,68	0,39	237,3	36,73	6,19	12,15	307,5
B 21	mg/kg TR	1,73	0,43	1,23	6,28	5,50	0,39	229,2	37,96	6,18	11,70	300,6
B 24	mg/kg TR	1,87	0,48	1,49	6,58	5,87	0,39	221,9	36,58	6,17	11,18	292,5
MW	mg/kg TR	1,79	0,43	1,27	6,44	5,71	0,39	226,35	35,78	5,88	11,30	295,34
Stabw	mg/kg TR	0,24	0,06	0,20	0,31	0,13	0,01	6,94	2,35	0,45	0,68	7,40
VK	%	13,6	12,9	15,9	4,8	2,2	2,6	3,1	6,6	7,7	6,0	2,5
Stabilität I vom 04.02.2004												
B 3	mg/kg TR	1,5	0,3	1,0	5,7	5,2	0,4	211,6	30,0	5,8	10,9	272,5
B 11	mg/kg TR	1,6	0,3	1,1	6,1	5,1	0,5	192,8	35,7	5,4	11,9	260,5
B 6/1	mg/kg TR	1,6	0,3	1,1	6,1	5,2	0,4	196,8	34,1	5,6	11,8	263,0
B 6/2	mg/kg TR	1,3	0,3	0,9	6,1	5,4	0,5	215,4	35,3	6,1	11,9	283,1
MW	mg/kg TR	1,5	0,3	1,0	6,0	5,2	0,45	204,2	33,8	5,7	11,6	269,8
Stabw	mg/kg TR	0,16	0,03	0,09	0,19	0,11	0,01	11,02	2,61	0,29	0,48	10,28
VK	%	10,7	9,7	8,6	3,1	2,1	2,8	5,4	7,7	5,1	4,1	3,8
Stabilität II vom 19.03.2004												
B7	mg/kg TR	1,8	0,4	1,1	5,8	5,1	0,4	159,4	39,5	6,3	10,9	230,7
B19	mg/kg TR	1,9	0,4	1,0	5,9	5,2	0,4	187,6	38,6	6,8	10,7	258,4
MW	mg/kg TR	1,8	0,4	1,0	5,8	5,2	0,36	173,5	39,1	6,6	10,8	244,5
Stabw	mg/kg TR	0,06	0,00	0,06	0,03	0,02	0,01	19,96	0,62	0,35	0,13	19,62
VK	%	3,5	1,1	5,4	0,4	0,4	3,0	11,5	1,6	5,3	1,2	8,0

I. Original-Extraktion Labor 17

Extraktionsdatum: 20. bzw. 23.02.2004

20. bzw. 24.02.2004

Flaschen Nr.:	Boden A							Boden B						
	22							4						
	92							88						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	mg/kg TR				mg/kg TR			mg/kg TR				mg/kg TR		
2-NT	33,1	35,0	32,4	32,1	33,1	1,28	4	1,28	1,42	1,30	1,78	1,4	0,23	16
3-NT	2,34	2,48	2,31	2,26	2,3	0,09	4	0,230	0,270	0,250	0,370	0,3	0,06	22
4-NT	10,67	11,71	10,9	10,61	11,0	0,51	5	0,780	0,820	0,950	0,960	0,9	0,09	10
2,4-DNT	72,6	75,2	71,2	69,5	72,1	2,43	3	4,52	4,67	4,29	5,03	4,6	0,31	7
2,6-DNT	30,21	31,54	30,12	28,54	30,1	1,23	4	4,40	4,45	4,25	4,22	4,3	0,11	3
3,4-DNT	0,670	0,770	0,830	0,750	0,8	0,07	9	0,550	0,540	0,500	0,530	0,5	0,02	4
2,4,6-TNT	150,35	157,91	155,11	149,16	153	4,1	3	150,1	138,3	140,0	140,7	142	5,3	4
1,3,5-TNB	2,49	2,56	2,42	2,34	2,5	0,09	4	59,26	57,01	55,6	54,66	56,6	2,00	4
2-A-4,6-DNT	0,620	0,580	0,580	0,680	0,6	0,05	8	5,21	5,59	5,62	5,51	5,5	0,19	3
4-A-2,6-DNT	1,00	0,930	0,980	0,990	1,0	0,03	3	9,50	10,41	10,36	10,32	10,1	0,43	4
Summe	304	319	307	297	307	9,06	3	236	223	223	224	227	6,16	3
Einwaage [g]	30,4	29,9	30,9	30,2				30,2	30,2	30,4	30,5			

II. Nachträgliche Extraktion durch Labor 17

Extraktionsdatum: 18.03.2004

17.03.2004

Flaschen Nr.:	Boden A							Boden B						
	22							4						
	92							88						
Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
	mg/kg TR				mg/kg TR			mg/kg TR				mg/kg TR		
2-NT	30,2	30,0	30,9		30,4	0,50	2	1,7	1,5	1,6		1,6	0,11	7
3-NT	2,24	2,21	2,29		2,2	0,04	2	0,37	0,28	0,29		0,3	0,05	16
4-NT	10,5	10,5	10,8		10,6	0,18	2	1,12	0,76	0,91		0,9	0,18	19
2,4-DNT	72,7	78,5	70,8		74,0	3,98	5	4,7	4,7	4,7		4,7	0,02	0,3
2,6-DNT	29,5	28,8	29,1		29,1	0,38	1	4,58	4,56	4,54		4,6	0,02	0,4
3,4-DNT	0,84	0,74	0,83		0,8	0,06	7	0,55	0,55	0,61		0,6	0,03	6
2,4,6-TNT	137,5	155,6	141,7		145	9,5	7	132,2	138,0	137,9		136	3,3	2
1,3,5-TNB	2,36	2,22	2,22		2,3	0,08	4	58,1	59,7	58,8		58,9	0,81	1
2-A-4,6-DNT	0,57	0,62	0,55		0,6	0,04	6	5,92	5,66	5,74		5,8	0,13	2
4-A-2,6-DNT	0,88	0,89	0,83		0,9	0,03	4	10,6	10,5	10,6		10,5	0,04	0,4
Summe	287	310	290		296	12,32	4	220	226	226		224	3,55	2
Einwaage [g]	29,8	28,7	29,7					31,0	29,1	31,1				
Extrak.Datum	18,3	18,3	18,3					17,3	17,3	17,3				
Anal.Datum	8,4	8,4	8,4					8,4	8,4	8,4				

Labor	konf	erf.	Extraktor	Detektion
1	1	0	mod. Sox	MS
2	0	0	IKA	MS
3a	1	0	mod. Sox	MS
3b	0	0		HPLC
4	1	0	mod. Sox	MS
5	1	0	mod. Sox	MS
6	1	0	mod. Sox	MS
7	1	1	Büchi	ECD
8	1	1	Büchi	ECD
9	1	1	Büchi	ECD
10	1	1	Büchi	MS
11a	1	1	mod. Sox	MS
11b	0	1		HPLC/DAD
12	1	0	norm. Sox	MS
13	1	0	mod. Sox	MS
14	0	0	ASE	HPLC
15a	0	1	mod. Sox	HPLC
15b	1	0	mod. Sox	MS
16	1	1	mod. Sox	ECD
17	1	1	mod. Sox	MS

Anhang E

**Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
2-NT**

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	29,4	0,7	-5,7	-0,8	1,73	0,33	-0,3	-0,7	0,51	-0,2	-0,6		
2	51,3	6,3	16,1	2,4	2,75	0,21	0,7	1,4	2,20	1,5	3,7		2
3a	43,1	1,8	8,0	1,2	2,68	0,03	0,6	1,3	0,44	-0,3	-0,8		
3b	35,0	0,4	-0,1	0,0	2,48	0,13	0,4	0,9					
4	38,6	2,2	3,4	0,5	2,12	0,42	0,1	0,1	0,59	-0,2	-0,4		
5	41,0	1,2	5,9	0,9	1,95	0,17	-0,1	-0,2	0,77	0,0	0,1		
6	41,2	1,0	6,1	0,9	2,33	0,17	0,3	0,6	0,63	-0,1	-0,3		
7	34,9	1,3	-0,2	0,0	1,82	0,22	-0,2	-0,5	0,70	0,0	-0,1		
8	39,4	3,0	4,3	0,6	2,00	0,15	0,0	-0,1	0,71	0,0	-0,1		
9	31,6	1,9	-3,6	-0,5	2,01	0,18	0,0	-0,1	0,83	0,1	0,2		
10	29,2	2,8	-5,9	-0,9	1,73	0,13	-0,3	-0,7	0,63	-0,1	-0,3		
11a	34,4	1,0	-0,7	-0,1	1,40	0,17	-0,6	-1,3	0,55	-0,2	-0,5		
11b	34,2		-0,9	-0,1	<0,3								
12	34,1	1,7	-1,1	-0,2	1,62	0,05	-0,4	-0,9	0,68	-0,1	-0,2		
13	31,8	0,7	-3,4	-0,5	1,36	0,17	-0,7	-1,4	0,57	-0,2	-0,4		
14	28,5	1,7	-6,6	-1,0	2,64	0,11	0,6	1,2	0,62	-0,1	-0,3		
15a	25,6	0,9	-9,6	-1,4	<1,5								
15b	23,4	3,4	-11,7	-1,7	<3				0,62	-0,1	-0,3		
16	43,2	1,0	8,0	1,2	2,78	0,26	0,7	1,5	1,01	0,3	0,7		
17	33,1	1,3	-2,0	-0,3	1,45	0,23	-0,6	-1,2	0,62	-0,1	-0,3		
MW	35,1				2,05				0,746				
Stabw	6,73				0,49				0,40				
Anzahl	20				17				17				
Summe(y_i-y_M)²	861				3,77				2,51				

**Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
3-NT**

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	3,3	0,1	0,3	0,5	0,40	0,11	-0,2	-0,4	0,57	-0,2	-0,4		
2	5,4	0,5	2,5	3,4	1,00	0,15	0,4	0,8	3,00	2,2	3,8		2
3a	3,3	0,2	0,4	0,5	0,56	0,02	0,0	-0,1	0,47	-0,3	-0,6		
3b	3,0	0,2	0,1	0,1	1,01	0,06	0,4	0,8					
4	2,8	0,2	-0,1	-0,2	0,44	0,07	-0,2	-0,3	0,64	-0,2	-0,3		
5	3,2	0,2	0,2	0,3	0,47	0,03	-0,1	-0,3	0,82	0,0	0,0		
6	3,4	0,1	0,4	0,6	0,55	0,09	-0,1	-0,1	0,66	-0,1	-0,3		
7	2,4	0,1	-0,5	-0,7	0,35	0,05	-0,3	-0,5	0,62	-0,2	-0,3		
8	3,2	0,2	0,3	0,4	0,47	0,03	-0,1	-0,3	0,72	-0,1	-0,1		
9	3,2	0,1	0,2	0,3	0,42	0,07	-0,2	-0,4	0,80	0,0	0,0		
10	2,7	0,3	-0,2	-0,3	0,36	0,05	-0,2	-0,5	0,71	-0,1	-0,2		
11a	1,9	0,2	-1,0	-1,4	<0,01				0,58	-0,2	-0,4		
11b	2,9		-0,1	-0,1	<0,3								
12	2,3	0,1	-0,6	-0,8	0,34	0,02	-0,3	-0,5	0,72	-0,1	-0,2		
13	2,3	0,2	-0,7	-0,9	0,31	0,02	-0,3	-0,6	0,62	-0,2	-0,3		
14	2,5	0,1	-0,5	-0,6	2,30	0,06	1,7	3,4	0,66	-0,1	-0,3		1
15a	2,6	0,1	-0,4	-0,5	<1,5								
15b	<3				<3				0,74	-0,1	-0,1		
16	3,1	0,3	0,2	0,2	0,44	0,02	-0,2	-0,3	0,77	0,0	-0,1		
17	2,3	0,1	-0,6	-0,8	0,28	0,06	-0,3	-0,6	0,63	-0,2	-0,3		
MW	2,9				0,60				0,808				
Stabw	0,73				0,50				0,57				
Anzahl	19				16				17				
Summe(y_i-y_M)²	10				3,74				5,23				

**Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
4-NT**

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	10,8	0,3	-1,7	-1,0	1,17	0,25	-0,5	-0,3	0,63	-0,1	-0,8		
2	16,3	3,0	3,8	2,3	2,75	0,21	1,0	0,7	1,20	0,4	2,9	1	1
3a	13,9	1,1	1,4	0,8	1,62	0,10	-0,1	-0,1	0,48	-0,3	-1,8		
3b	12,0	0,3	-0,5	-0,3	1,37	0,37	-0,3	-0,2					
4	12,7	0,9	0,2	0,1	1,41	0,22	-0,3	-0,2	0,71	0,0	-0,3		
5	14,8	1,0	2,3	1,4	1,53	0,21	-0,2	-0,1	0,93	0,2	1,1		
6	13,8	0,3	1,3	0,8	1,59	0,23	-0,1	-0,1	0,70	-0,1	-0,4		
7	12,9	0,1	0,4	0,3	1,27	0,15	-0,4	-0,3	0,76	0,0	0,0		
8	14,4	0,8	1,9	1,1	1,39	0,13	-0,3	-0,2	0,81	0,1	0,4		
9	13,3	0,5	0,8	0,5	1,31	0,13	-0,4	-0,3	0,87	0,1	0,7		
10	11,4	0,9	-1,1	-0,6	1,04	0,10	-0,7	-0,4	0,72	0,0	-0,3		
11a	12,2	0,3	-0,3	-0,2	0,67	0,18	-1,0	-0,7	0,66	-0,1	-0,6		
11b	11,8		-0,7	-0,4	<0,3								
12	11,8	0,4	-0,7	-0,4	1,05	0,06	-0,7	-0,4	0,77	0,0	0,1		
13	10,0	0,6	-2,5	-1,5	0,88	0,14	-0,8	-0,5	0,65	-0,1	-0,7		
14	13,0	0,8	0,6	0,3	7,74	0,35	6,0	3,8	0,72	0,0	-0,3		1
15a	11,1	0,5	-1,4	-0,9	1,56		-0,2	-0,1					
15b	9,6	1,3	-2,9	-1,7	<3				0,79	0,0	0,2		
16	13,2	0,6	0,7	0,4	1,59	0,19	-0,1	-0,1	0,76	0,0	0,0		
17	11,0	0,5	-1,5	-0,9	0,88	0,09	-0,8	-0,5	0,69	-0,1	-0,4		
MW	12,5				1,71				0,755				
Stabw	1,66				1,57				0,15				
Anzahl	20				18				17				
Summe(y_i-y_M)²	53				41,84				0,37				

**Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
2,4-DNT**

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	50,9	4,3	-20,0	-1,4	5,00	0,15	-1,0	-0,8	0,60	-0,2	-2,6		1
2	27,8	3,3	-43,1	-3,1	6,83	0,25	0,9	0,7	0,79	0,0	-0,4		1
3a	85,7	3,7	14,8	1,1	7,11	0,03	1,1	0,9	0,88	0,1	0,6		
3b	81,1	4,6	10,3	0,7	6,92	1,39	0,9	0,8					
4	74,6	5,4	3,7	0,3	6,52	0,24	0,5	0,4	0,96	0,1	1,6		
5	93,3	5,4	22,4	1,6	6,83	0,40	0,9	0,7	0,89	0,1	0,7		
6	72,5	2,4	1,6	0,1	8,09	0,32	2,1	1,7	0,78	0,0	-0,5		
7	78,9	6,4	8,0	0,6	6,47	0,40	0,5	0,4	0,81	0,0	-0,2		
8	78,1	3,7	7,3	0,5	6,63	0,59	0,7	0,5	0,83	0,0	0,1		
9	69,2	3,3	-1,7	-0,1	6,15	0,22	0,2	0,1	0,86	0,0	0,4		
10	63,3	6,4	-7,6	-0,6	5,01	0,21	-1,0	-0,8	0,80	0,0	-0,2		
11a	68,8	2,5	-2,1	-0,2	6,21	0,11	0,2	0,2	0,76	-0,1	-0,8		
11b	72,1		1,2	0,1	2,84	0,13	-3,1	-2,5					1
12	83,7	3,1	12,8	0,9	6,30	0,16	0,3	0,3	0,96	0,1	1,5		
13	63,0	5,0	-7,9	-0,6	5,13	0,90	-0,8	-0,7	0,75	-0,1	-0,9		
14	67,3	6,1	-3,5	-0,3	5,72	0,28	-0,3	-0,2	0,81	0,0	-0,1		
15a	67,0	3,9	-3,9	-0,3	4,98	0,96	-1,0	-0,8					
15b	80,4	8,3	9,5	0,7	4,43	0,51	-1,5	-1,2	0,81	0,0	-0,1		
16	68,0	2,9	-2,9	-0,2	7,64	0,35	1,7	1,3	0,93	0,1	1,2		
17	72,1	2,4	1,2	0,1	4,63	0,31	-1,3	-1,1	0,80	0,0	-0,3		
MW	70,9				5,97				0,826				
Stabw	13,84				1,25				0,09				
Anzahl	20				20				17				
Summe(y_i-y_M)²	3638				29,70				0,12				

**Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
2,6-DNT**

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	22,3	0,6	-7,2	-1,7	5,24	0,01	-0,4	-0,3	0,67	0,0	-0,1		
2	24,5	3,4	-5,0	-1,2	7,95	0,29	2,3	1,7	0,32	-0,4	-3,0		1
3a	34,5	1,3	5,0	1,2	6,30	0,07	0,7	0,5	0,64	0,0	-0,4		
3b	33,8	2,6	4,3	1,0	7,77	0,89	2,2	1,6					
4	29,2	2,1	-0,2	-0,1	5,61	0,19	0,0	0,0	0,72	0,0	0,2		
5	35,8	1,9	6,3	1,5	5,28	0,38	-0,3	-0,3	0,69	0,0	0,0		
6	31,7	1,2	2,2	0,5	7,09	0,15	1,5	1,1	0,65	0,0	-0,3		
7	32,4	0,5	2,9	0,7	6,15	0,20	0,5	0,4	0,70	0,0	0,1		
8	31,7	2,1	2,2	0,5	6,00	0,32	0,4	0,3	0,70	0,0	0,1		
9	32,1	1,4	2,6	0,6	5,97	0,18	0,4	0,3	0,76	0,1	0,6		
10	30,7	1,5	1,2	0,3	5,02	0,10	-0,6	-0,4	0,68	0,0	0,0		
11a	29,2	0,9	-0,3	-0,1	5,75	0,12	0,1	0,1	0,67	0,0	-0,1		
11b	25,3		-4,2	-1,0	3,73	0,12	-1,9	-1,4					
12	34,9	1,7	5,4	1,3	5,82	0,09	0,2	0,1	0,75	0,1	0,5		
13	22,4	0,8	-7,1	-1,6	4,78	0,71	-0,8	-0,6	0,64	0,0	-0,4		
14	25,5	2,0	-3,9	-0,9	6,68	0,23	1,1	0,8	0,66	0,0	-0,2		
15a	23,3	0,9	-6,2	-1,4	2,63	0,69	-3,0	-2,2				1	
15b	27,5	3,7	-1,9	-0,4	3,68	0,45	-1,9	-1,4	0,68	0,0	-0,1		
16	32,4	1,4	3,0	0,7	6,61	0,16	1,0	0,7	0,99	0,3	2,4		1
17	30,1	1,2	0,6	0,2	4,33	0,11	-1,3	-1,0	0,73	0,0	0,4		
MW	29,5				5,62				0,685				
Stabw	4,30				1,35				0,12				
Anzahl	20				20				17				
Summe(y_i-y_M)²	350				34,67				0,24				

**Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
3,4-DNT**

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	0,8	0,0	-0,9	-0,2	1,33	0,11	0,1	0,0	0,60	-0,2	-0,6		
2	15,5	3,4	13,9	3,6	12,50	2,08	11,3	3,7	1,60	0,8	3,6		3
3a	0,5	0,1	-1,2	-0,3	0,18	0,05	-1,0	-0,3	0,58	-0,2	-0,7		
3b					1,14	0,28	-0,1	0,0					
4	0,6	0,1	-1,0	-0,3	0,19	0,00	-1,0	-0,3	0,74	0,0	-0,1		
5	0,7	0,0	-1,0	-0,3	0,41	0,08	-0,8	-0,3	0,79	0,0	0,2		
6	0,7	0,0	-0,9	-0,2	0,37	0,03	-0,8	-0,3	0,61	-0,1	-0,6		
7	0,6	0,0	-1,1	-0,3	0,21	0,01	-1,0	-0,3	0,66	-0,1	-0,4		
8	0,7	0,0	-1,0	-0,3	0,28	0,01	-0,9	-0,3	0,68	-0,1	-0,3		
9	0,7	0,0	-1,0	-0,3	0,28	0,02	-0,9	-0,3	0,74	0,0	-0,1		
10	0,8	0,0	-0,8	-0,2	0,63	0,03	-0,6	-0,2	0,70	-0,1	-0,2		
11a	<0,01				<0,01				0,70	-0,1	-0,2		
11b	n.b.				n.b.								
12	0,6	0,0	-1,1	-0,3	0,26	0,01	-1,0	-0,3	0,71	0,0	-0,2		
13	0,6	0,0	-1,0	-0,3	0,28	0,03	-0,9	-0,3	0,65	-0,1	-0,4		
14	0,6	0,1	-1,1	-0,3	0,49	0,01	-0,7	-0,2	0,68	-0,1	-0,3		
15a	<1,5				<1,5								
15b	<3				<3				0,74	0,0	-0,1		
16	0,7	0,0	-1,0	-0,3	0,25	0,01	-1,0	-0,3	0,99	0,2	1,0		
17	0,8	0,1	-0,9	-0,2	0,53	0,02	-0,7	-0,2	0,62	-0,1	-0,6		
MW	1,6				1,21				0,752				
Stabw	3,83				3,03				0,24				
Anzahl	15				16				17				
Summe(y_i-y_M)²	206				137,68				0,90				

Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h TNT

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	144,8	14,9	-19,7	-0,6	168,50	6,36	-21,0	-0,3	0,85	0,0	-0,2		
2	275,0	20,8	110,6	3,4	490,00	33,67	300,5	3,8	0,65	-0,2	-1,9	1	2
3a	136,0	29,7	-28,4	-0,9	177,00	5,66	-12,5	-0,2	0,66	-0,2	-1,8		
3b	146,6	5,2	-17,8	-0,6	192,55	16,73	3,0	0,0					
4	162,8	3,8	-1,7	-0,1	150,00	4,36	-39,5	-0,5	0,92	0,0	0,4		
5	172,5	9,6	8,1	0,3	195,00	19,15	5,5	0,1	0,95	0,1	0,7		
6	142,8	1,3	-21,7	-0,7	171,50	3,87	-18,0	-0,2	0,83	0,0	-0,4		
7	167,8	12,8	3,3	0,1	198,25	11,95	8,7	0,1	0,83	0,0	-0,3		
8	141,3	3,3	-23,2	-0,7	180,40	25,35	-9,1	-0,1	0,73	-0,1	-1,2		
9	135,5	5,3	-28,9	-0,9	161,00	5,89	-28,5	-0,4	0,90	0,0	0,3		
10	154,0	2,2	-10,4	-0,3	111,00	5,60	-78,5	-1,0	0,86	0,0	-0,1		
11a	149,8	10,2	-14,7	-0,5	194,25	16,72	4,7	0,1	0,94	0,1	0,6		
11b	162,3		-2,1	-0,1	133,20	7,21	-56,3	-0,7					
12	133,0	2,9	-31,4	-1,0	222,50	4,04	33,0	0,4	1,03	0,2	1,4		
13	162,5	10,3	-1,9	-0,1	140,00	8,00	-49,5	-0,6	0,84	0,0	-0,3		
14	180,7	13,7	16,2	0,5	175,45	6,01	-14,1	-0,2	0,89	0,0	0,2		
15a	177,0	5,7	12,6	0,4	144,50	3,54	-45,0	-0,6					
15b	202,5	13,0	38,1	1,2	162,50	12,15	-27,0	-0,3	1,03	0,2	1,3		
16	188,9	17,0	24,4	0,8	280,77	12,27	91,2	1,1	1,05	0,2	1,6		
17	153,1	4,1	-11,3	-0,4	142,26	5,33	-47,3	-0,6	0,85	0,0	-0,2		
MW	164,4				189,53				0,871				
Stabw	32,10				79,54				0,12				
Anzahl	20				20				17				
Summe(y_i-y_M)²	19578				120201				0,21				

Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h TNB

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	1,7	0,0	-0,6	-0,6	32,35	0,92	-11,6	-1,5	0,91	-0,1	-1,0		
2													
3a													
3b	2,1	0,1	-0,2	-0,2	51,58	2,53	7,7	1,0					
4	1,8	0,2	-0,5	-0,5	44,78	3,59	0,9	0,1	0,95	-0,1	-0,6		
5	2,4	0,1	0,1	0,1	50,25	3,77	6,3	0,8	1,00	0,0	-0,2		
6	2,3	0,1	0,0	0,0	43,50	2,82	-0,4	-0,1	0,91	-0,1	-1,0		
7	1,8	0,0	-0,4	-0,4	50,90	0,86	7,0	0,9	1,08	0,0	0,4		
8	1,8	0,1	-0,4	-0,4	46,73	4,30	2,8	0,4	1,07	0,0	0,4		
9	1,9	0,1	-0,4	-0,4	35,33	1,43	-8,6	-1,1	1,05	0,0	0,2		
10	3,2	0,1	0,9	0,9	51,35	1,49	7,4	0,9	1,07	0,0	0,4		
11a	5,7	1,4	3,4	3,3	39,93	1,90	-4,0	-0,5	1,00	0,0	-0,2		1
11b	2,7		0,4	0,4	33,20	0,85	-10,7	-1,4					
12	0,9	0,1	-1,4	-1,3	47,33	1,09	3,4	0,4	1,03	0,0	0,0		
13	2,0	0,2	-0,2	-0,2	31,33	5,48	-12,6	-1,6	0,88	-0,1	-1,3		
14	1,6	0,2	-0,7	-0,6	39,75	1,91	-4,2	-0,5	0,95	-0,1	-0,7		
15a	<1,5				38,90	4,24	-5,0	-0,6					
15b	n.b.				n.b.								
16	2,1	0,2	-0,2	-0,2	52,73	1,67	8,8	1,1	1,16	0,1	1,2		
17	2,5	0,1	0,2	0,2	56,63	2,00	12,7	1,6	1,31	0,3	2,5		1
MW	2,3				43,91				1,026				
Stabw	1,05				7,91				0,11				
Anzahl	16				17				14				
Summe(y_i-y_M)²	16,5				1002,06				0,17				

**Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
2-A-4,6-DNT**

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	1,5	0,1	-2,8	-0,3	9,90	0,12	0,4	0,1	0,98	0,0	0,2		
2	41,3	3,0	36,9	3,7	39,25	4,19	29,8	4,0	0,69	-0,3	-2,0	1	2
3a	1,3	0,2	-3,0	-0,3	7,38	0,36	-2,1	-0,3	1,32	0,4	2,8		1
3b	1,2	0,4	-3,2	-0,3	8,62	1,04	-0,9	-0,1					
4	0,8	0,1	-3,5	-0,4	7,71	0,34	-1,8	-0,2	0,94	0,0	-0,1		
5	0,8	0,0	-3,5	-0,4	5,63	0,13	-3,9	-0,5	1,10	0,1	1,1		
6	1,0	0,1	-3,4	-0,3	9,81	1,23	0,3	0,0	0,87	-0,1	-0,6		
7	0,8	0,0	-3,6	-0,4	4,90	0,10	-4,6	-0,6	0,91	0,0	-0,3		
8	0,7	0,0	-3,6	-0,4	5,95	0,56	-3,5	-0,5	0,96	0,0	0,0		
9	7,5	0,5	3,1	0,3	10,60	0,37	1,1	0,1	0,96	0,0	0,1		
10	1,8	0,3	-2,5	-0,3	7,89	0,47	-1,6	-0,2	0,97	0,0	0,1		
11a	<0,01				7,02	0,11	-2,5	-0,3	1,01	0,1	0,4		
11b	0,4		-3,9	-0,4	4,76	0,28	-4,7	-0,6					
12	1,3	0,1	-3,1	-0,3	7,95	0,16	-1,5	-0,2	1,01	0,1	0,4		
13	0,8	0,1	-3,5	-0,4	6,16	1,14	-3,3	-0,4	0,93	0,0	-0,2		
14	0,5	0,0	-3,8	-0,4	9,95	0,49	0,5	0,1	0,89	-0,1	-0,5		
15a	<1,5				5,00	0,55	-4,5	-0,6					
15b	<3				9,81	0,55	0,3	0,0	0,81	-0,1	-1,1		
16	11,5	0,6	7,2	0,7	15,99	0,56	6,5	0,9	1,00	0,0	0,4		
17	0,6	0,0	-3,7	-0,4	5,48	0,19	-4,0	-0,5	0,87	-0,1	-0,6		
MW	4,3				9,49				0,954				
Stabw	9,95				7,50				0,13				
Anzahl	17				20				17				
Summe(y_i-y_M)²	1585				1067,56				0,28				

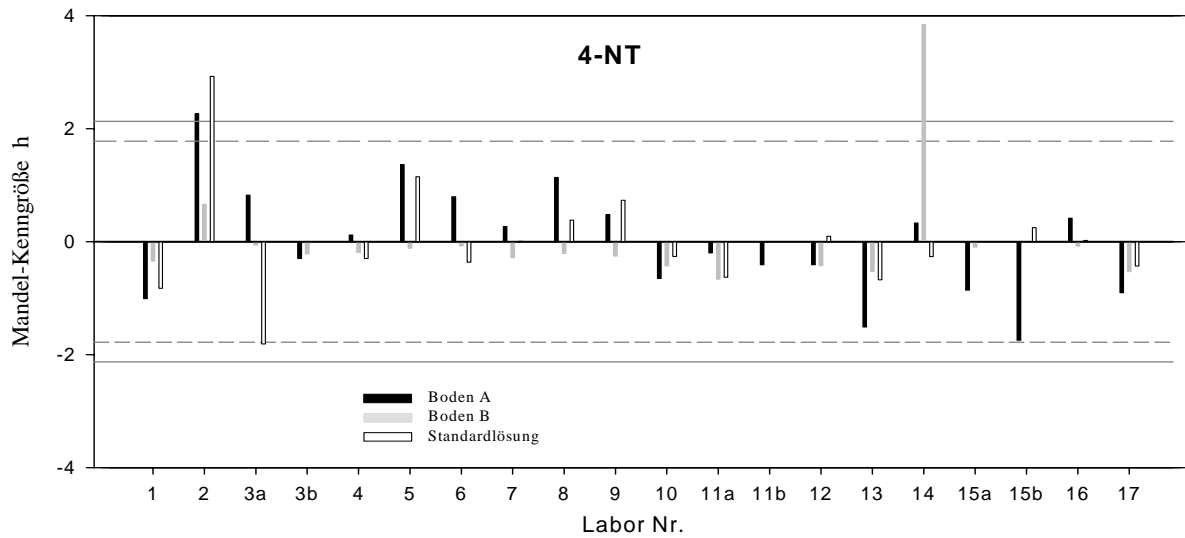
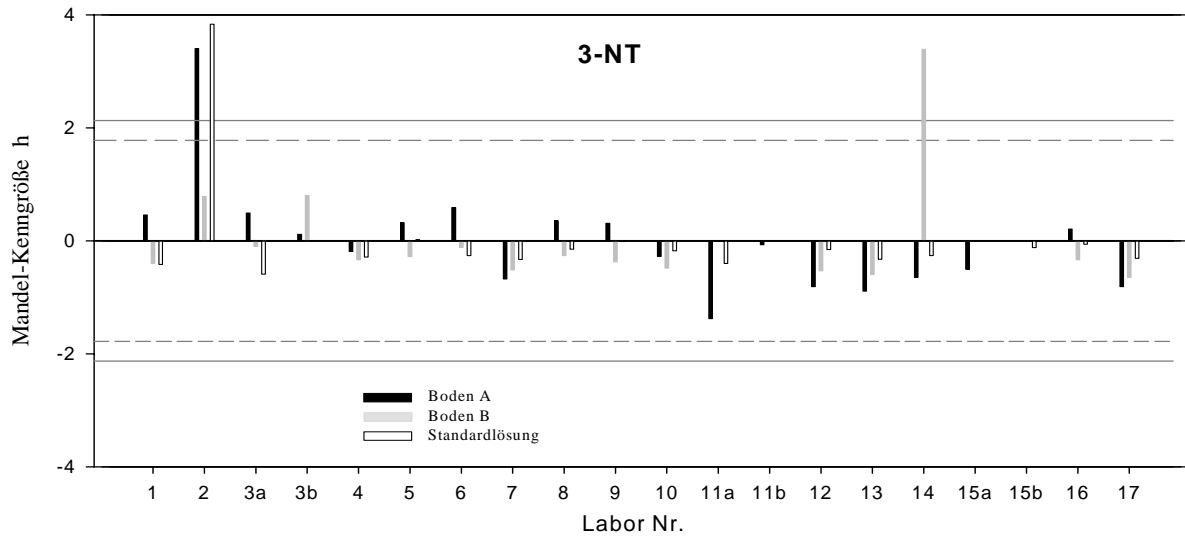
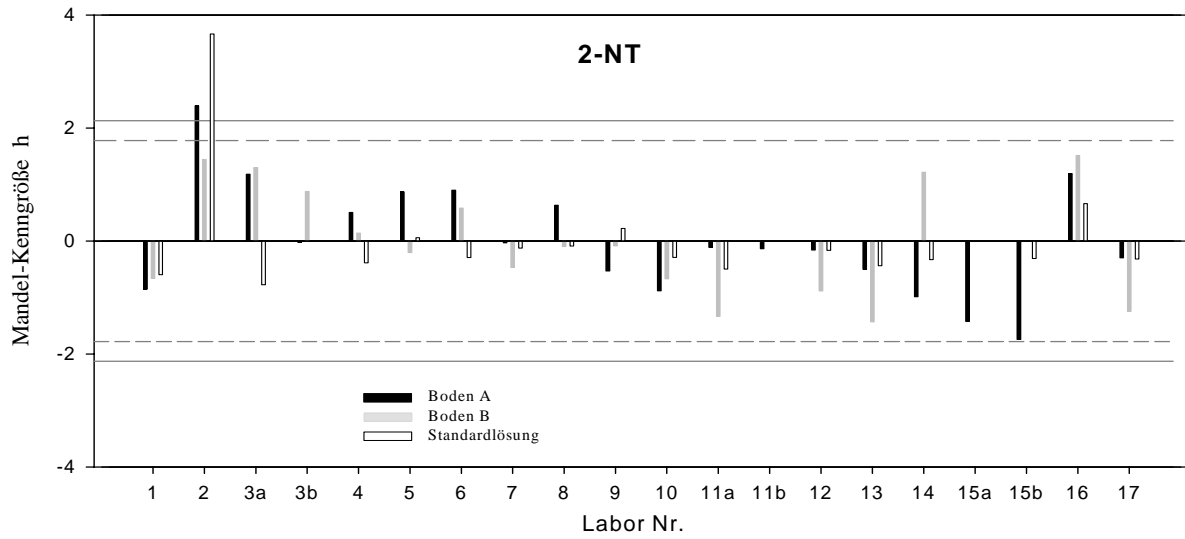
Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
4-A-2,6-DNT

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	1,5	0,1	-4,1	-0,3	11,00	0,71	-4,1	-0,4	0,92	0,0	0,2		
2	60,8	4,3	55,1	3,8	62,25	4,35	47,2	4,1	0,50	-0,4	-2,2	1	2
3a	2,0	0,5	-3,6	-0,3	12,80	0,57	-2,3	-0,2	1,25	0,4	2,1	1	
3b	2,5	0,6	-3,1	-0,2	14,93	1,73	-0,1	0,0					
4	1,4	0,1	-4,2	-0,3	15,70	0,61	0,6	0,1	1,05	0,2	1,0		
5	1,2	0,1	-4,4	-0,3	12,75	1,26	-2,3	-0,2	0,98	0,1	0,6		
6	1,1	0,0	-4,5	-0,3	13,63	1,05	-1,4	-0,1	0,77	-0,1	-0,6		
7	1,0	0,0	-4,6	-0,3	9,59	0,13	-5,5	-0,5	0,80	-0,1	-0,5		
8	1,1	0,1	-4,6	-0,3	10,69	0,72	-4,4	-0,4	0,81	-0,1	-0,4		
9	6,5	0,1	0,9	0,1	13,90	0,74	-1,2	-0,1	0,85	0,0	-0,1		
10	1,8	0,3	-3,8	-0,3	12,58	1,20	-2,5	-0,2	0,83	0,0	-0,3		
11a	<0,01				9,90	0,78	-5,2	-0,5	0,90	0,0	0,1		
11b	0,7		-4,9	-0,3	9,30	0,68	-5,8	-0,5					
12	2,1	0,1	-3,5	-0,2	15,03	0,26	0,0	0,0	0,89	0,0	0,1		
13	1,1	0,1	-4,5	-0,3	8,25	1,38	-6,8	-0,6	0,73	-0,1	-0,8		
14	1,3	0,1	-4,3	-0,3	15,70	0,71	0,6	0,1	0,77	-0,1	-0,6		
15a	<1,5				11,75	0,92	-3,3	-0,3					
15b	<3				14,33	1,01	-0,7	-0,1	0,91	0,0	0,2		
16	8,3	0,4	2,7	0,2	17,08	0,88	2,0	0,2	1,18	0,3	1,7		
17	1,0	0,0	-4,6	-0,3	10,15	0,43	-4,9	-0,4	0,78	-0,1	-0,6		
MW	5,6				15,06				0,877				
Stabw	14,36				11,38				0,17				
Anzahl	17				20				17				
Summe(y_i-y_M)²	3298				2459,18				0,48				

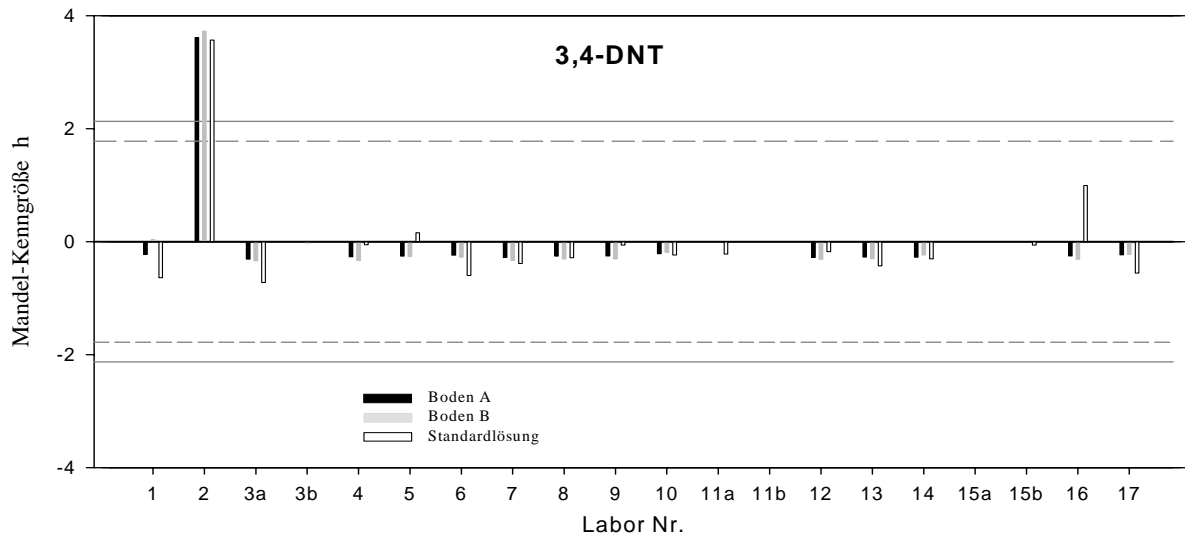
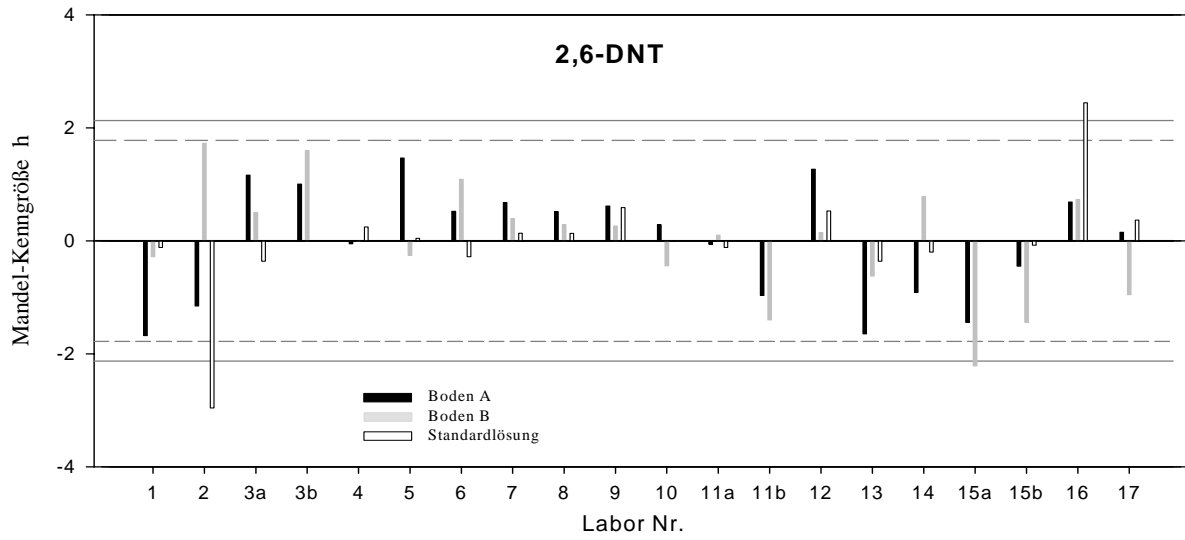
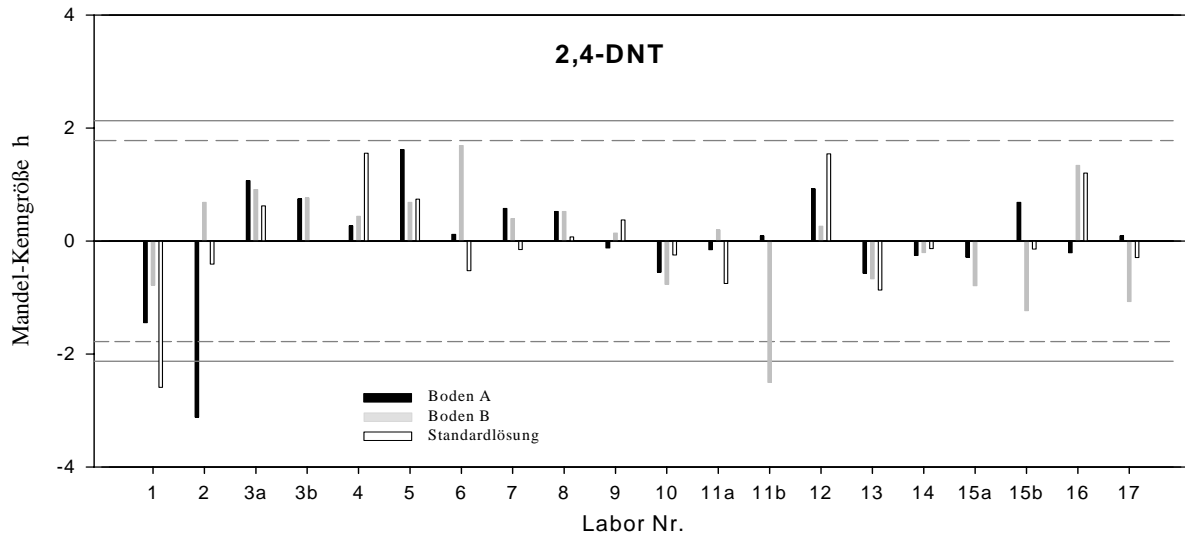
Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
Summe NTV

Labor	Boden A				Boden B				Standardlösung			Prüfgröße größer h	
	MW	Stabw			MW	Stabw			MW			5%	1%
	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	mg/kg TS		y-y _i	h _{ij}	g/kg TS	y-y _i	h _{ij}		
1	266,8	16,6	-59,8	-1,2	236,61	5,34	-31,1	-0,3	7,24	-0,9	-0,8		
2	517,7	34,0	191,0	3,8	625,27	37,62	357,5	3,7	10,95	2,8	2,7		3
3a	320,1	25,9	-6,6	-0,1	215,62	6,48	-52,1	-0,5	6,72	-1,4	-1,3		
3b	317,3	3,1	-9,4	-0,2	288,35	24,42	20,6	0,2					
4	325,3	13,8	-1,4	0,0	234,47	8,52	-33,3	-0,3	8,22	0,1	0,1		
5	365,5	12,5	38,8	0,8	280,08	22,33	12,3	0,1	8,92	0,8	0,8		
6	310,4	6,1	-16,3	-0,3	258,45	8,05	-9,3	-0,1	7,41	-0,7	-0,7		
7	333,5	19,1	6,8	0,1	279,89	13,24	12,2	0,1	7,86	-0,3	-0,2		
8	312,3	11,5	-14,4	-0,3	260,53	31,63	-7,2	-0,1	8,03	-0,1	-0,1		
9	301,3	7,0	-25,4	-0,5	236,96	6,40	-30,8	-0,3	8,62	0,5	0,5		
10	298,9	10,4	-27,8	-0,5	196,60	3,75	-71,1	-0,7	7,96	-0,2	-0,1		
11a	301,9	12,5	-24,8	-0,5	265,13	17,40	-2,6	0,0	7,77	-0,3	-0,3		
11b	312,4		-14,3	-0,3	187,02	9,02	-80,7	-0,8					
12	304,6	5,7	-22,0	-0,4	308,18	4,25	40,4	0,4	8,55	0,4	0,4		
13	296,4	16,5	-30,3	-0,6	198,47	12,92	-69,3	-0,7	7,27	-0,9	-0,8		
14	321,5	23,3	-5,2	-0,1	266,41	10,18	-1,3	0,0	7,64	-0,5	-0,5		
15a	306,4	0,6	-20,3	-0,4	209,32	4,94	-58,4	-0,6					
15b	343,4	2,9	16,7	0,3	194,74	13,21	-73,0	-0,8	7,12	-1,0	-1,0		
16	371,2	17,5	44,6	0,9	385,89	12,68	118,2	1,2	9,84	1,7	1,6		
17	306,6	9,1	-20,1	-0,4	226,61	6,16	-41,1	-0,4	7,90	-0,2	-0,2		
MW	326,7				267,73				8,119				
Stabw	50,76				96,48				1,05				
Anzahl	20				20				17				
Summe(y_i-y_M)²	48958				176842,6				17,53				

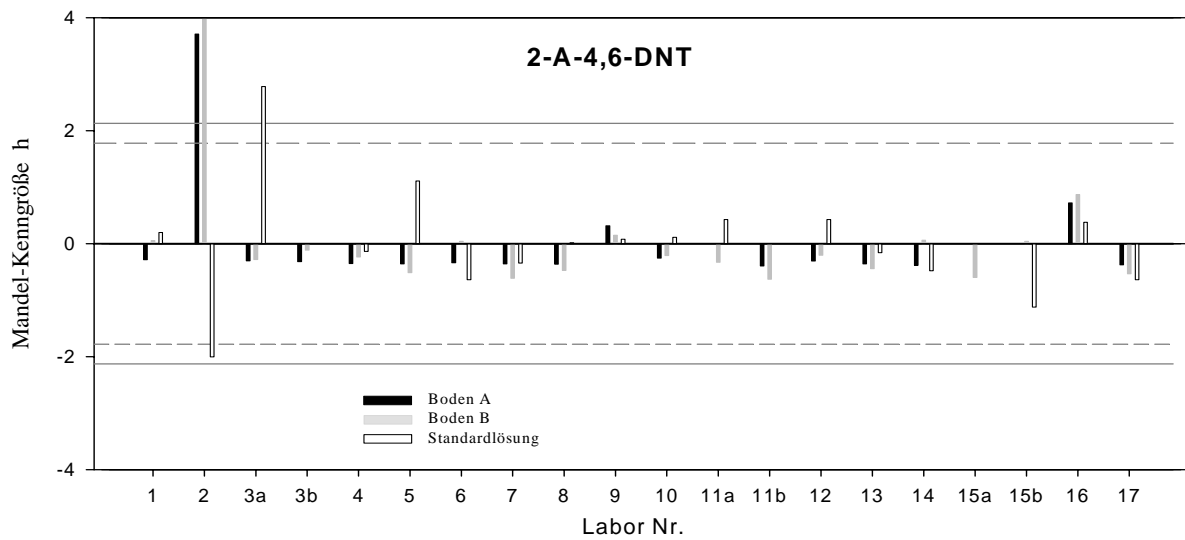
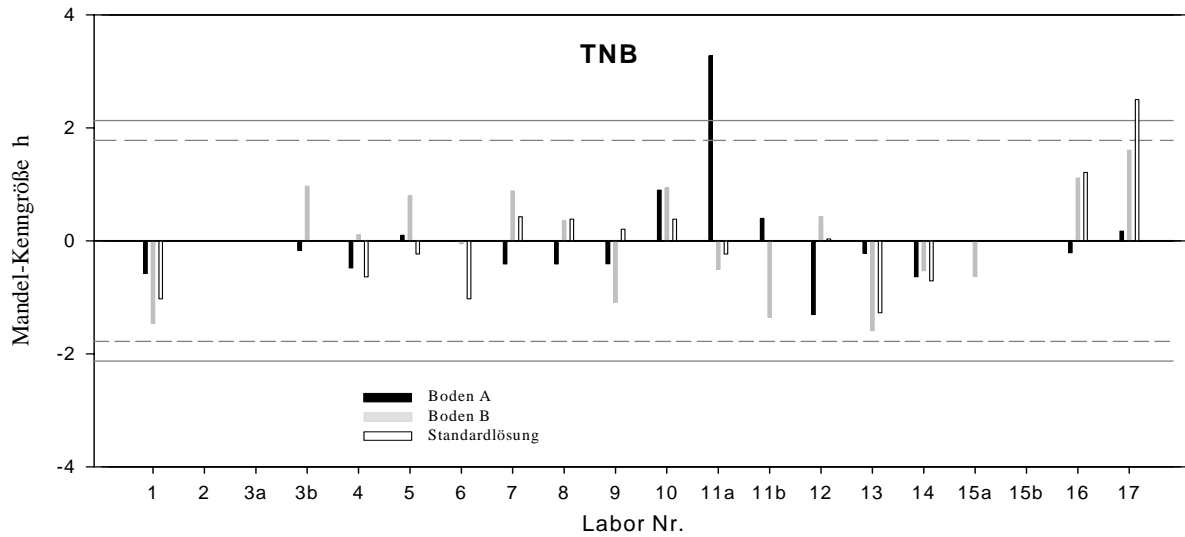
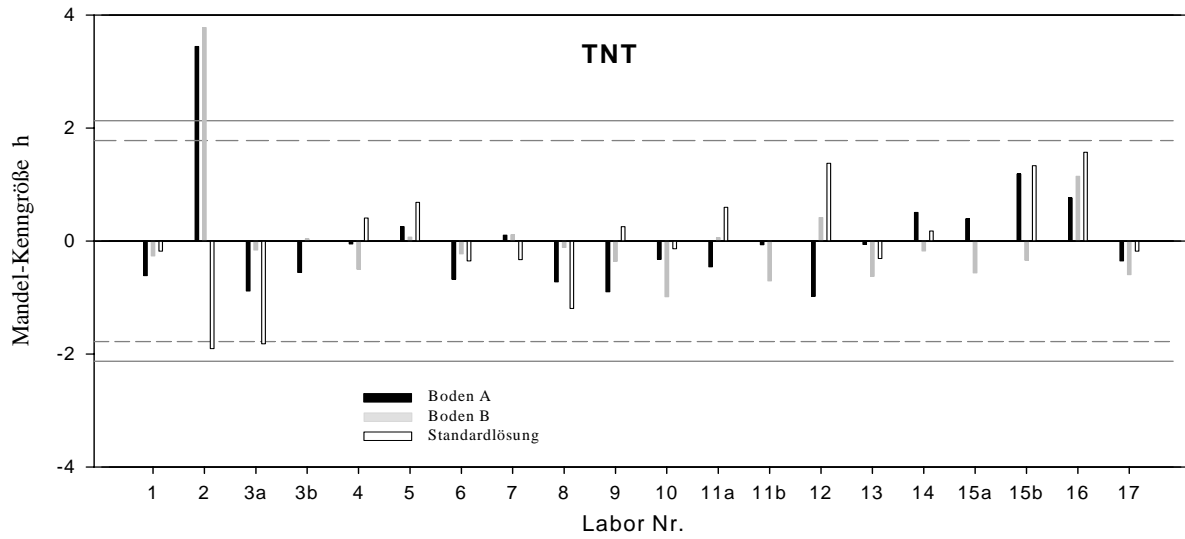
**Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
2,3,4-NT**



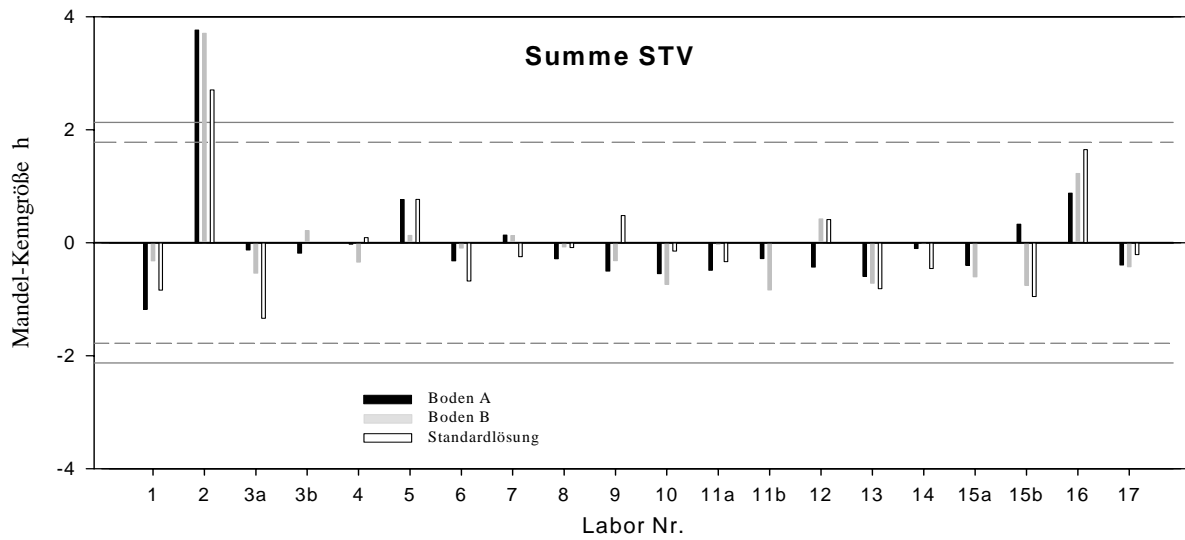
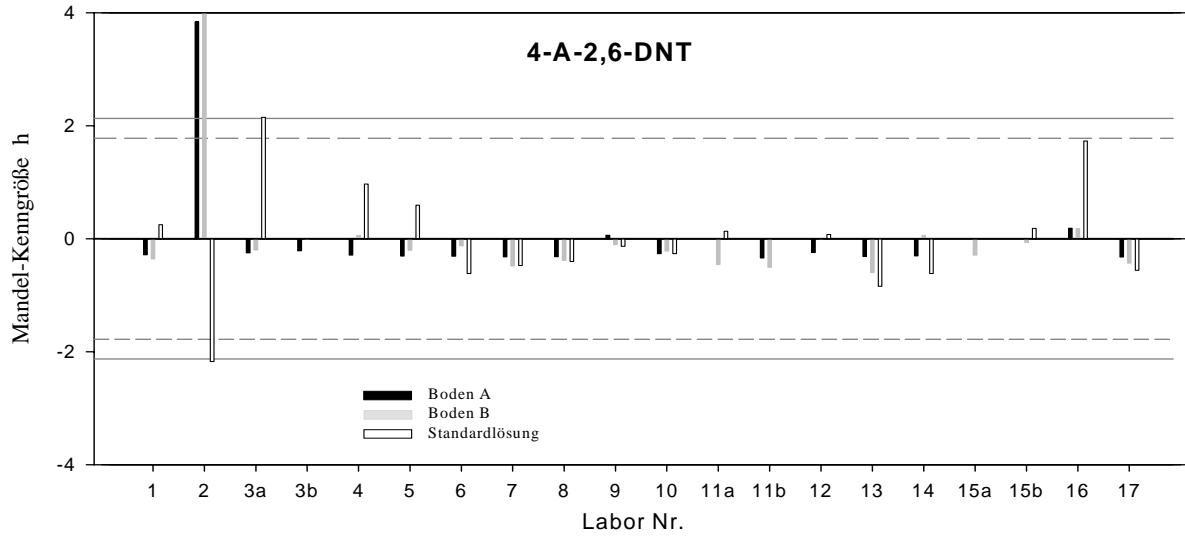
**Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
DNT**



Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h
TN



Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h Summe



Zusammenfassung und Bewertung der Indikatoren für Mandels Vereinbarkeits-Prüfgröße h

Labor	Summe		
	5% *1	1% *1	Überschreitungen
1		1	1
2	4	16	20
3a	1	1	2
3b			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11a		1	1
11b		1	1
12			
13			
14		2	2
15a	1		1
15b			
16		1	1
17		1	1

In die Auswertung wurden einbezogen:
Boden A, Boden B und die Standardlösung

*1 Signifikanzniveau nach Mandel

Anhang F

Methodenkonformität und verwendete Analysentechniken

Labor Nr.	konform	Einwaagen in [g]			Extraktionsvolumen - min	Umlösungsvolumen [ml]	Detektion				
		Probe					GC		GC-MS		HPLC DAD
		A	B	S			ECD1	ECD2	SCAN	SIM	
1	ja	50	50	-	150	10	-	-	-	x	-
2	nein	10	40	0,1	20	10	-	-	-	x	-
3 a	ja	50	50	-	150	10	-	-	x	-	-
3 b	nein						-	-	-	-	x?
4	ja	50	50	3	150	10	-	-	-	x	-
5	ja	50	35	2	150	10/25	-	-	x	-	-
6	ja	50	50	0,6	150	10	-	-	-	x	-
7	ja	50	50	2 / 1	150	10	x	x	-	-	-
8	ja	50	50	1	150	10	x	x	-	-	-
9	ja	50	50	1	150	10	x	NPD	-	-	-
10	ja	30	30/50	2	110	10	-	-	x	-	-
11 a	ja	50/20	50/20	2	150	10	-	-	x	-	-
11 b	nein						-	-	-	-	x
12	1/2	10/20	10/20	2	150	10	-	-	x ¹⁾	-	-
13	ja	50	50	5	150/200	10	-	-	-	x	-
14	nein	20	20	10	28-33	-	-	-	-	-	x
15 a	nein	20/40	20/40	-	150	10	-	-	-	-	x
15 b	ja	20/40	20/40	-	150	10	-	-	x	-	-
16	1/2	25	25	5	150	10	x	x	-	-	-
17	ja	30	30	2	150	10	-	-	-	x	-

¹⁾ Detektion mit NCI (negativer chemischer Ionisation)

Weitere Randbedingungen der Probenaufarbeitung und Methodenkonformität

Labor Nr.	Extraktor	Gerät	Hülsen	Chromatogramme	Bemerkungen
1	mod. Sox.	Fisons MD800	Cellulose, M&N	ja/mini	Bild per e-mail gesendet, Deskriptor und der rel. Intens. ± s !
2	IKA	Carlo Erba QMD 1000	keine Angabe	ja	kein TNB, kein Bild, nur 1 Masse !, starkes Tailing
3 a	mod. Sox.	Varian Saturn 2200	?, S&S ?	ja	Boden und Standardlösung ohne TNB ; typ. Massen angegeben, Reports; WFR generell gering !?
3 b					Extrakte von 3 a zusätzlich mit HPLC-DAD, keine weiteren Angaben
4	mod. Sox.	Thermoquest, Automass	?, S&S No 603	ja	Kalibrierfunktionen und Reports, sowie Tabelle der rel. Intens. ± s ! NaCl, 50 – 250 u, 1 scan/sec, 6 µscans
5	mod. Sox.	Saturn 2100 T	?, S&S No 603	ja	50 – 300 u; 3,33 scans/sec; <u>WFR A6DNT = 91 und 82 %</u>
6	mod. Sox.	Agilent 6890 N + 5973	?, S&S No 10350242/603	jede Menge	zuviel Extrakt zurückgewonnen, NaCl ! wenig glaubwürdig zu genau abgemessen ! starkes Tailing, Tabelle der rel. Intens. ± s !, Kommentare
7	Büchi	Agilent 6890 N µECD	?, M&N 644	ja	Linear, 3 Pot.; WFR ! alle geforderten Chromatogramme geliefert
8	Büchi	Agilent 6890 N µECD	Cellulose, M&N Art. Nr. 645 001	ja	Anmerkungen zum Hülsenverhalten !!! ; Schlamm: 2x normal, 2 x sauer nach Anhang B
9	Büchi	PE Autosystem XL, ECD	Glasfaser, S&S 636 6	ja	NaCl, ECD/NPD
10	Büchi	Agilent 5973 N	?, S&S EB 0154-1	<u>jede Menge</u>	50 – 240 u; 3,8 scans/sec; 0,263 sec/scan; eigene Spektrendatei
11 a	mod. Sox.	HP 5890/5971 A	Glasfaser, S&S G603	ja	200 ml NaCl ! 50 – 250 u; 2,1 scan/sec, eigene Spektrendatei
11 b				-	20 g Probe, Ultraschall, 4 h, Methanol, filtriert direkt in HPLC, 254 nm Alufolie und Heizband isolierter normaler Soxhlet
12	norm. Sox.	Varian 1200 MS/MS	Cellulose, S&S 22/80	<u>jede Menge</u>	5. Datensatz bei Schlamm nach Anhang A der Vorschrift !!! MS mit NCI !
13	mod. Sox.	Agilent 5973	Glasfaser, S&S	ja/mini	keine rel. Intens. ± s ! , Minimalabsicherung 2 Masse ! bei Schlamm kein TNB
14	ASE	GynkoteK	-	ja	Methodenbeschreibung, Bezug auf TR ? , UV DAD, 2 Wellenlängen, Spektrumauswertung (teilweise ?)
15 a	mod. Sox	HPLC-OS25, Shimadzu	Cellulose	nein	HPLC nach Umlösen von Tol. in ACN, DAD , je 1 Wellenlänge
15 b	mod. Sox	Varian Saturn 2000	Cellulose	ja	kein TNB , Eichkurven, lin 2NT, sonst quadr..
16	mod. Sox	CP 9002/2	?, MN Nr. 645 022	ja	60 m Säulen, H ₂ 370 °C Detektor
17	mod. Sox	MD 800	S&S, No 603, Cell	ja	Deskriptor und der rel. Intens. ± s !

Extraktionsdaten

Labor Nr.	Flaschen Nr				Einwaagen [g]			Extraktionsvolumen [ml]	Umlös.-volumen [ml]	Wiederfindung des Extraktvolumens nach dem Umlösen [ml]			Extraktionsdauer [min]			Aus-salzen	Verdün-nung bei Tri-schlamm
	Std.	A	B	Tri	A	B	Tri			A	B	Tri	A	B	Tri		
1	4	10	30	4	50	50	-	150	10	6,8 – 7,5	7,2	-	240	240	-	nein	
2	12	kA	23	3	10	40	0,1	20	10	5 - 8	5 - 7	5 - 7,5	240	240	240	k.A.	
3 a/b	5	29	29	-	50	50	-	150	10	6,8 – 7,0	7,5 – 7,8	-	240	240	-	k.A.	
4	7	16	14	1	50	50	3	150	10	7,0 – 8,7	7,5 – 8,8	8,1 – 8,4	250	250	250	ja/S ²⁾	
5	1	20	26	2	50	35	2	150	10/25	7,4 – 8,3	7,8 - 8,6	22,6	300	300	300	ja	
6	2	15	8	16	50	50	0,5 - 07	150	10	8,9 – 9,5	9,44 – 9,87	9,7 – 9,81	300 ¹	300	300	k.A.	
7	9	11	16	14	50	50	2 / 1	150	10	8,1 - 8,5	7,8 – 8,0	6,5 – 6,8	240	240	240	k.A.	
8	16	2	2	6	50	50	1	150	10	6,0 – 6,3	6,8 – 7,0	7,6 / 4,8	240	240	240/30	nein	
9	17	5	25	17	50	50	1	150	10	4	9	3	240	240	240	ja	
10	6	24	18	7	30	30/50	2	110	10	9,0-9,2	9,5 – 9,8	9,8 – 9,9	240	240	240	nein	1 : 100.000
11 a	15	8	22	13	50/20	50/20	2	150	10	10	10	10	240	240	240	ja	1 : 500
11 b	15	8	22	13	20	20	2,5	?	-	-	-	-	240	240	240	-	1 : 100
12	13	28	20	8	10/20	10/20	2	150	10	8,5 – 9,0	8,5 – 9,4	8,7 – 9,1	240	240	180	nein	
13	10	18	12	10	50	50	5	150/ 200	10	k.A.	k.A.	k.A.	270	270	270	k.A.	
14	8	14+30	13+15	12	20	20	10	28-33	-	-	-	-	20	20	20	ASE	
15 a	11	6	10	5	20/40	20/40	5,3/4,4	150	10	n.b.	n.b.	n.b.	240	240	240	nein	
15 b	11	6	10	-	20/40	20/40	-	150	10	n.b.	n.b.	-	240	240	-	nein	
16	14	13	27	9	25	25	5	150	10	5	5	5	240	240	240	k.A.	
17	3	22	4	11	30	30	2	150	10	5,4 - 8	7,5 – 8,2	7,4 – 8,2	300	300	300	nein	1 : 400

1) wiederholte Extraktion, nur bei B waren noch 6 - 8 % der 2-NT bis 4-NT verblieben 2) Aussalzung nur bei Trischlamm

Angaben zu Eichpunkten

Lab Nr.	2-NT		3-NT		4-NT		2,4-DNT		2,6-DNT		3,4-DNT		2,4,6-TNT		1,3,5-TNB		2-A-4,6-DNT		4-A-2,6-DNT	
	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]	uE [µg/ml]	oE [µg/ml]
1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1
2	1	100	1	100	1	100	1	100	1	100	1	100	1	100	1	100	1	100	1	100
3	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1	0,01	1
4	0,065	0,726	0,061	0,690	0,059	0,666	0,067	0,747	0,066	0,738	0,061	0,682	0,054	0,603	0,054	0,603	0,065	0,729	0,075	0,848
5	0,2	5,0	0,2	5,0	0,2	5,0	0,2	5,0	0,2	5,0	0,2	5,0	0,2	5,0	0,2	5,0	0,2	5,0	0,2	5,0
6	0,018	3,525	0,016	3,230	0,019	3,730	0,017	3,400	0,018	3,600	0,015	3,030	0,030	6,000	0,030	6,000	0,017	3,340	0,017	3,430
7	0,101	10,1	0,106	10,6	0,102	10,2	0,0158	1,58	0,0103	1,03	0,0101	1,01	0,0151	1,55	0,0495	4,95	0,0252	2,52	0,0255	2,55
8	0,02	2,0	0,02	2,0	0,02	2,0	0,015	0,3	0,01	0,2	0,01	0,2	0,015	0,3	0,01	0,2	0,025	0,5	0,025	0,5
9	0,10	1,0	0,10	1,0	0,10	1,0	0,05	0,5	0,05	0,5	0,05	0,5	0,05	0,5	0,10	1,0	0,05	0,5	0,05	0,5
10	0,05	0,95	0,05	0,95	0,05	0,95	0,05	0,95	0,05	0,95	0,05	0,95	0,05	0,95	0,05	0,95	0,05	0,95	0,05	0,95
11	0,5	20	0,5	20	0,5	20	0,5	20	0,5	20	0,5	20	0,5	20	0,5	20	0,5	20	0,5	20
12	0,1	6,0	0,1	6,0	0,1	6,0	0,1	6,0	0,1	6,0	0,1	6,0	0,1	6,0	0,1	6,0	0,1	6,0	0,1	6,0
13u	0,1	2,5	0,1	2,5	0,1	2,5	0,1	2,5	0,1	2,5	0,1	2,5	0,1	2,5	0,1	2,5	0,1	2,5	0,1	2,5
13o	1	25	1	25	1	25	1	25	1	25	1	25	1	25	1	25	1	25	1	25
14	0,01	5,0	0,01	5,0	0,01	5,0	0,01	5,0	0,01	5,0	0,01	5,0	0,01	5,0	0,01	5,0	0,01	5,0	0,01	5,0
15	0,2	1,0	0,2	1,0	0,2	1,0	0,2	1,0	0,2	1,0	0,2	1,0	0,2	1,0	0,2	1,0	0,2	1,0	0,2	1,0
16	0,05	20	0,05	20	0,05	20	0,01	4	0,01	4	0,01	4	0,01	4	0,02	8	0,02	8	0,02	8
17	0,015	70,45	0,014	68,77	0,018	88,94	0,016	76,34	0,015	73,25	0,014	66,53	0,016	79,09	0,015	71,01	0,008	39,64	0,015	74,90

uE = unterer Eichpunkt; oE = oberer Eichpunkt;

Labor Nr. 13 hat 2 Arbeitsbereiche

Angaben zu Eichpunkten

Lab. Nr.	Anzahl Eichpunkte	Distanz: o.E./u.E. Faktoren	äquidistant	Regression	Detektor
1	6	100	nein	quadr.	MS / SIM
2	3	100	?	quadr.	MS / SIM
3	7	100	nein	lin.	MS / Spek.
4	15 ¹	ca. 11	nein	lin.	MS / SIM
5	6	25	nein	lin.	MS / Spek.
6	8	ca. 200	ja	lin.	MS / SIM
7	19	100	nein	lin.	ECD
8	4	100 - 200	nein	lin	ECD
9	10	10	ja	lin	ECD
10	10	19	ja	quadr.	MS / Spek
11	5	40	nein	lin	MS / Spek
12	7	60	nein	quadr.	MS / Spek
13	5	25	nein	lin ² / quadr	MS / SIM
14	7	500	nein	lin	HPLC
15	5	5	ja	lin ³ / quadr	MS / Spek.
16	5	400	nein	quadr.	ECD
17	8	ca. 5.000	nein	quadr	MS / SIM

¹ 3 Arbeitsbereiche zu je 5 Punkten

² lin. nur die 3 mono-nitrierten T.

³ lin. nur 2-NT

Angaben zu Nachweisgrenzen:

Lab. Nr.	2-NT	3-NT	4-NT	2,4-DNT	2,6-DNT	3,4-DNT	2,4,6-TNT	1,3,5-TNB	2A4,6-DNT	4A2,6-DNT
<i>[mg/kg OS]</i>										
1	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
2	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
3	0,00067	0,00017	0,00017	0,00067	0,00067	0,00067	0,00066	0,0066	0,00067	0,00067
4	0,003	0,0006	0,0012	0,0016	0,0006	0,0012	0,0006	0,0022	0,0018	0,0006
5	0,004	0,006	0,004	0,002	0,003	0,008	0,003	0,003	0,004	0,005
6	0,002	0,002	0,002	0,002	0,002	0,002	0,002	0,004	0,003	0,003
7	0,0013	0,0014	0,0017	0,0003	0,0002	0,0002	0,0005	0,0018	0,0003	0,0003
8	0,0011	0,0015	0,0014	0,0004	0,0002	0,0009	0,0002	0,0008	0,00005	0,0006
9	0,0086	0,0045	0,014	0,0083	0,0082	0,0074	0,0050	0,014	0,0087	0,0080
10	0,021	0,025	0,021	0,024	0,028	0,021	0,040	0,038	0,031	0,043
11	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
12	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01
13	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,002	0,002	0,005	0,005
(14)	<i>0,012</i>	<i>0,013</i>	<i>0,014</i>	<i>0,012</i>	<i>0,011</i>	<i>0,011</i>	<i>0,013</i>	<i>0,013</i>	<i>0,013</i>	<i>0,013</i>
15	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
16	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
17	0,004	0,004	0,004	0,008	0,008	0,008	0,012	0,014	0,012	0,012

Angaben zu Bestimmungsgrenzen:

Lab. Nr.	2-NT	3-NT	4-NT	2,4-DNT	2,6-DNT	3,4-DNT	2,4,6-TNT	1,3,5-TNB	2A4,6-DNT	4A2,6-DNT
<i>[mg/kg OS]</i>										
1	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3	0,002	0,005	0,005	0,002	0,002	0,002	0,02	0,1	0,002	0,002
4	0,01	0,002	0,004	0,006	0,002	0,004	0,002	0,008	0,006	0,002
5	0,01	0,02	0,02	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,02	0,02
6	0,004	0,004	0,004	0,004	0,004	0,006	0,006	0,012	0,007	0,007
7	0,0042	0,0045	0,0055	0,0010	0,0006	0,0006	0,0015	0,0057	0,0010	0,0010
8	0,0038	0,0050	0,0047	0,0011	0,0007	0,0029	0,0008	0,0025	0,0017	0,0019
9	0,028	0,015	0,045	0,026	0,025	0,023	0,016	0,045	0,027	0,025
10	0,056	0,064	0,053	0,056	0,065	0,049	0,079	0,073	0,065	0,083
11	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
12	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,05	0,025	0,025
13	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,006	0,006	0,015	0,015
(14)	<i>0,036</i>	<i>0,038</i>	<i>0,043</i>	<i>0,037</i>	<i>0,035</i>	<i>0,035</i>	<i>0,038</i>	<i>0,039</i>	<i>0,038</i>	<i>0,039</i>
15	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
16	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005
17	0,012	0,012	0,012	0,025	0,025	0,025	0,035	0,040	0,035	0,035

Anmerkungen der Teilnehmer zu der Angabe der Nachweisgrenzen:

- Lab. 1** **BG** errechnet sich aus dem unteren Kalibrierpunkt
- Lab. 2** kleinster Standard entspricht dem 5-fachen des Grundrauschens =
0,1 $\mu\text{g/ml}$ (- = Angabe unbrauchbar)
- Lab. 3** **BG** = S/N ca. 9 **NG** = S/N ca. 3
- Lab. 8** in Prüfberichten wird **BG** für alle Analyten mit 0,005 mg/kg OS
angegeben
- Lab. 9** Beispiel für die Bestimmung der **NG** und **BG** beigefügt (10-Punktei-
chung, 1 Dekade, äquidistant, P = 99 %, 50 bis 500 ?/?)
- Lab. 11** **BG** wurde nicht berechnet, da nach DIN 32645 um den uEP gemessen
wird. Hier ist die Kalibrierfunktion quadratisch. Damit läßt sich die
BG nach DIN nicht berechnen. BG ist abgeleitet nach Signal:Rausch ca.
10:1.
- Hinweis:**
- Lab. 14** ASE und HPLC , außer Konkurrenz

Angaben zu Wiederfindungsraten

Lab. Nr.	2-NT	3-NT	4-NT	2,4-DNT	2,6-DNT	3,4-DNT	2,4,6-TNT	1,3,5-TNB	2A4,6-DNT	4A2,6-DNT
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
1	95	91	85	100	100	100	100	100	90	90
2	37	34	37	23	24	25	40	k.A.	10	11
3	46	46	34	73	85	n.b.	45	59	24	32
4	92,0	100,8	104,2	107,5	101,7	89,8	91,5	77,8	50,9	36,4
5	94	100	98	97	91	94	85	63	82	91
6	98,1	99,7	94,1	93,6	100,4	95,2	94,5	84,1	54,2	61,8
7	88 - 119	91 - 114	94 - 120	95 - 105	92 - 109	82 - 93	84 - 97	25 - 40	48 - 55	52 - 60
8	79 - 95	82 - 98	85 - 104	87 - 102	84 - 97	76 - 89	86 - 98	65 - 80	39 - 47	41 - 55
9	99,0	101,3	102,2	93,4	94,7	94,2	90,8	77,2	73,2	81,3
10	110	96,7	102	104	103	100	119	90,9	48,0	47,7
11	88,0	93,0	94,4	86,1	93,8	87,3	87,3	85,6	62,5	59,6
12	95	96	98	98	97	93	96	95	96	94
13	92	98	106	86	94	103	15	108	92	91
14	83,8	78,6	70,4	81,7	84,6	85,9	74,4	77,2	78,4	77,3
15	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
16	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
17	101,3	100,9	102,6	98,7	104,2	95,2	98,6	102,6	82,3	78,5

Es wurde im Einzelnen nicht hinterfragt und ist daher auch nicht bekannt, **wie** die **Wiederfindungsraten** ermittelt worden sind. Im Manuskript steht hierzu eine Anleitung.

Wenig wahrscheinlich sind die Angaben, bei denen nicht gegenüber dem Niveau der ersten 7 Verbindungen bei den *AMINODINITROTOLUOLEN* ein signifikanter Abfall zu verzeichnen ist, außer bei Labor Nr. 14, da dort eine andere Extraktions- und Aufarbeitungs- und Nachweistechnik vorliegt: ASE, MeOH Extrakt nur mit Wasser verdünnt und dann direkt in HPLC.

Die Angaben der Laboratorien 1, 5, 12 und 13 müßten daher hinterfragt werden.

Labor 5

		Trihaldenschlamm						
		Schüttelextraktion			Soxhlet			
Einwaagen [g]	1,8	1,6	-	1,9	2,1	-	relative Differenz der MW	
Probenbezeichnung	Schl 1	Schl 2	MW [1,2]	THS 5	THS 6	MW [5,6]	MW [1,2]-[5,6]	
Parameter	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	% [1,2]	
2-Nitrotoluol	123.000	132.000	127.500	87.200	124.000	105.600	17,18	
3-Nitrotoluol	5.890	9.040	7.465	6.180	9.110	7.645	-2,41	
4-Nitrotoluol	64.100	69.000	66.550	49.900	84.100	67.000	-0,68	
2,4-Dinitrotoluol	13.700	22.900	18.300	16.500	23.400	19.950	-9,02	
2,6-Dinitrotoluol	6.570	8.740	7.655	7.010	8.740	7.875	-2,87	
3,4-Dinitrotoluol	<	<	-	<	<	-		
2,4,6-Trinitrotoluol	<	<	-	<	<	-		
1,3,5-Trinitrobenzol	<	<	-	<	<	-		
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	<	<	-	<	<	-		
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	<	<	-	<	<	-		
Summe	213.260	241.680	227.470	166.790	249.350	208.070	8,53	

1,8 g / 50 ml MeOH, 1 h geschüttelt, 25 ml Extrakt in 25 bzw. 10 ml in Toluol umgelöst	2 g 150 ml MeOH, 5 h Soxhlet in 25 ml Toluol umgelöst
--	---

Labor 6 Mehrfachextraktionen der Wasser/MeOH/Toluol - Phase

Probe A1; die Wasserphase erneut mit 10 ml Toluol ausgeschüttelt

Boden A1					
Parameter	1. Bestimmung	Nachextraktion	Summe:	1. Bestimmung	Nachextraktion
	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	%	%
2-Nitrotoluol	40,5	2,41	42,9	94,4	5,62
3-Nitrotoluol	3,28	0,17	3,45	95,1	4,87
4-Nitrotoluol	13,5	0,93	14,4	93,6	6,43
2,4-Dinitrotoluol	69,7	5,34	75,0	92,9	7,11
2,6-Dinitrotoluol	30,5	1,70	32,2	94,7	5,28
3,4-Dinitrotoluol	0,66	0,07	0,73	90,8	9,22
2,4,6-Trinitrotoluol	141	5,99	147,0	95,9	4,07
1,3,5-Trinitrobenzol	2,25	0,28	2,53	89,0	11,0
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	1,02	0,19	1,21	84,1	15,9
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	1,13	0,24	1,37	82,7	17,3
Summe	304	17,3	321	94,6	5,39

Beim Umlöseschritt wurde anstelle mit Wasser mit 20 %iger Kochsalzlösung gearbeitet

Labor 6 Mehrfachextraktionen der Wasser/MeOH/Toluol - Phase

Probe B1; die Wasserphase erneut mit 10 ml Toluol ausgeschüttelt

Parameter	Boden B1				
	1. Bestimmung	Nachextraktion	Summe:	1. Bestimmung	Nachextraktion
	mg/kg TR	mg/kg TR	mg/kg TR	%	%
2-Nitrotoluol	2,25	0,148	2,4	93,8	6,17
3-Nitrotoluol	0,56	0,034	0,59	94,3	5,72
4-Nitrotoluol	1,62	0,12	1,7	93,1	6,90
2,4-Dinitrotoluol	7,83	0,51	8,3	93,9	6,07
2,6-Dinitrotoluol	6,87	0,34	7,2	95,3	4,69
3,4-Dinitrotoluol	0,36	0,02	0,38	93,8	6,25
2,4,6-Trinitrotoluol	175	5,89	180,9	96,7	3,26
1,3,5-Trinitrobenzol	41,4	4,75	46,15	89,7	10,3
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	10,0	2,37	12,37	80,8	19,2
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	13,2	3,47	16,67	79,2	20,8
Summe	259	18	277	93,62	6,38

Beim Umlöseschritt wurde anstelle mit Wasser mit 20 %iger Kochsalzlösung gearbeitet

Labor 6 Mehrfachextraktionen der Wasser/MeOH/Toluol - Phase

Probe TRI 1; die Wasserphase erneut mit 10 ml Toluol ausgeschüttelt

Parameter	Trihaldenschlamm TRI 1				
	1. Bestimmung <i>mg/kg TR</i>	Nach- extraktion <i>mg/kg TR</i>	Summe: <i>mg/kg TR</i>	1. Bestimmung %	Nach- extraktion %
2-Nitrotoluol	168.000	534	168.534	99,68	0,32
3-Nitrotoluol	8.760	19,7	8.780	99,78	0,22
4-Nitrotoluol	89.900	154	90.054	99,83	0,17
2,4-Dinitrotoluol	21.400	20,2	21.420	99,91	0,09
2,6-Dinitrotoluol	7.940	6,2	7.946	99,92	0,08
3,4-Dinitrotoluol					
2,4,6-Trinitrotoluol					
1,3,5-Trinitrobenzol					
2-Amino-4,6-dinitrotoluol					
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	51		51	100	0
Summe	296.051	734	296.785	99,75	0,25

Beim Umlöseschritt wurde anstelle mit Wasser mit 20 %iger Kochsalzlösung gearbeitet

Labor 6 Mehrfachextraktionen der Probe

Probe A1; der Feststoff wurde erneut 2 Std. mit 150 ml frischem MeOH extrahiert

Parameter	Boden A1				
	1. Bestimmung	Nachextraktion	Summe:	1. Bestimmung	Nachextraktion
	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	%	%
2-Nitrotoluol	40,5	0,057	40,6	99,9	0,14
3-Nitrotoluol	3,28		3,28	100	0
4-Nitrotoluol	13,5	0,01	13,5	99,9	0,08
2,4-Dinitrotoluol	69,7	0,02	69,7	100	0,03
2,6-Dinitrotoluol	30,5	0,01	30,5	100	0,04
3,4-Dinitrotoluol	0,66		0,66	100	0
2,4,6-Trinitrotoluol	141	0,03	141,0	100	0,02
1,3,5-Trinitrobenzol	2,25		2,25	100	0
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	1,02		1,02	100	0
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	1,13	0,02	1,15	98,3	1,7
Summe	304	0,146	304	100	0,05

Beim Umlöseschritt wurde anstelle mit Wasser mit 20 %iger Kochsalzlösung gearbeitet

Labor 6 Mehrfachextraktionen der Probe

Proben B1 und B4; der Feststoff wurde erneut 2 Std. mit 150 ml

Parameter	Boden B1					Boden B4				
	1. Bestimmung	Nachextraktion	Summe:	1. Bestimmung	Nachextraktion	1. Bestimmung	Nachextraktion	Summe:	1. Bestimmung	Nachextraktion
	mg/kg TR	mg/kg TR	mg/kg TR	%	%	mg/kg TR	mg/kg TR	mg/kg TR	%	%
2-Nitrotoluol	2,25	0,159	2,41	93,4	6,60	2,38	0,113	2,49	95,5	4,53
3-Nitrotoluol	0,56	0,049	0,61	92,0	8,05	0,52	0,032	0,55	94,2	5,80
4-Nitrotoluol	1,62	0,147	1,77	91,7	8,32	1,55	0,100	1,65	93,9	6,06
2,4-Dinitrotoluol	7,83	0,211	8,04	97,4	2,62	8,05	0,156	8,21	98,1	1,90
2,6-Dinitrotoluol	6,87	0,101	6,97	98,6	1,45	7,13	0,078	7,21	98,9	1,08
3,4-Dinitrotoluol	0,36		0,36	100	0	0,41		0,41	100	0,00
2,4,6-Trinitrotoluol	175	1,208	176	99,3	0,69	166	0,570	166,57	100	0,34
1,3,5-Trinitrobenzol	41,4	0,343	41,7	99,2	0,82	40,8	0,258	41,06	99,4	0,63
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	10,0	0,172	10,2	98,3	1,69	8,02	0,098	8,12	98,8	1,21
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	13,2	0,272	13,5	98,0	2,02	12,4	0,162	12,56	98,7	1,29
Summe	259	2,7	262	98,98	1,02	247	1,57	248,83	99,37	0,63

Beim Umlöseschritt wurde anstelle mit Wasser mit 20 %iger Kochsalzlösung gearbeitet

Labor 6 Mehrfachextraktionen der Probe

Probe TRI 1; der Feststoff wurde erneut 2 Std. mit 150 ml frischem MeOH extrahiert

Trihaldenschlamm TRI 1					
Parameter	1. Bestimmung	Nachextraktion	Summe:	1. Bestimmung	Nachextraktion
	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	<i>mg/kg TR</i>	%	%
2-Nitrotoluol	168.000	534	168.534	99,68	0,32
3-Nitrotoluol	8.760	19,7	8.780	99,78	0,22
4-Nitrotoluol	89.900	154	90.054	99,83	0,17
2,4-Dinitrotoluol	21.400	20,2	21.420	99,91	0,09
2,6-Dinitrotoluol	7.940	6,2	7.946	99,92	0,08
3,4-Dinitrotoluol					
2,4,6-Trinitrotoluol					
1,3,5-Trinitrobenzol					
2-Amino-4,6-dinitrotoluol					
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	51		51	100,00	0,00
Summe	296.051	734	296.785	99,75	0,25

Beim Umlöseschritt wurde anstelle mit Wasser mit 20 %iger Kochsalzlösung gearbeitet

Labor 6

Trihaldenschlamm									
Probenbezeichnung	Soxhlet					Ultraschall Eisessig/MeOH 1:9			relative Differenz der MW
	TRI 1	TRI 2	TRI 3	TRI 4	MW [1 - 4]	TRI 6	TRI 8	MW [6, 8]	MW [1-4] - MW [6,8]
Parameter	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	% von MW [1-4]
2-Nitrotoluol	168,00	126,00	140,00	121,00	138,75	105,00	119,00	112,00	19,3
3-Nitrotoluol	8,76	6,70	7,56	6,21	7,31	5,77	6,62	6,20	15,2
4-Nitrotoluol	89,90	67,40	73,30	63,40	73,50	53,50	58,60	56,05	23,7
2,4-Dinitrotoluol	21,40	15,70	17,20	13,90	17,05	12,30	13,20	12,75	25,2
2,6-Dinitrotoluol	7,94	5,95	6,90	5,63	6,61	5,12	5,44	5,28	20,1
3,4-Dinitrotoluol						nb	nb		
2,4,6-Trinitrotoluol						nb	nb		
1,3,5-Trinitrobenzol						nb	nb		
2-Amino-4,6-dinitrotoluol						nb	nb		
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	0,051	0,038	0,043	0,034	0,042	nb	nb		
Summe	296,1	221,8	245,0	210,2	243,3	181,7	202,9	192,3	21,0

(aus optischen Gründen auf zwei Nachkommastellen gesetzt)

Bei der Aufarbeitung mit Eisessig/MeOH wurde jeweils 0,5 g Probe im Rundkolben mit 150 ml MeOH/Eisessig versetzt, 30 min lang mit Ultraschall behandelt, 30 min lang stehen gelassen und wieder 30 min lang Ultraschall behandelt. Übernacht stehen gelassen. Dann mit 10 bzw. 20 ml Toluol wie bei dem Verfahren für Boden umgelöst.

Labor 8

Einwaagen [g]		Trihaldenschlamm						
		Soxhlet			Eisessig/MeOH 1:9			relative Differenz der MW
		1	1	-	1	1	-	
		Bestimmung Nr.	1	2	MW [1,2]	3	4	MW [3,4]
Parameter	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	<i>g/kg TR</i>	% [1,2]	
2-Nitrotoluol	146	148	147,0	134	141	137,5	6,46	
3-Nitrotoluol	8,2	8,32	8,3	7,48	7,92	7,7	6,78	
4-Nitrotoluol	80,2	81,5	80,9	72,8	76,5	74,7	7,67	
2,4-Dinitrotoluol	17	17,1	17,1	15,6	16,4	16,0	6,16	
2,6-Dinitrotoluol	7,71	7,56	7,6	6,95	7,36	7,2	6,29	
3,4-Dinitrotoluol								
2,4,6-Trinitrotoluol	0,0112	0,0113	0,011	0,0109	0,0112	0,011	1,78	
1,3,5-Trinitrobenzol	0,0009	0,00117	0,0010	0,00112	0,00116	0,0011	-10,14	
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	0,0078	0,00815	0,008	0,00643	0,00638	0,006	19,69	
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	0,063	0,0638	0,063	0,0511	0,0533	0,052	17,67	
Summe	259	263	261	237	249	243	6,82	

nach Standardvorschrift, 1 g Probe,
150 ml MeOH, Soxhlet 240 min; 10
ml Toluol umlösen

nach Anhang B Handbuch Bd. 7, Teil
5: 1g Probe, 150 ml Eisessig/MeOH,
1:9, 30 min. lang schütteln, umlösen
in 10 ml Toluol

Labor 12

		Trihaldenschlamm							
		Soxhlet					Schütteln	Differenz	
Probennummer:	TRI 1	TRI 2	TRI 3	TRI 4	MW	VK	TRI 5	TRI 5 - MW	
Parameter	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	%	g/kg TR	g/kg TR	% vom MW
2-Nitrotoluol	113	99,0	101	108	105,3	6,13	150	44,8	42,5
3-Nitrotoluol	4,43	4,22	4,38	4,44	4,4	2,33	7,7	3,3	76,1
4-Nitrotoluol	59,2	52	52,5	54,2	54,5	6,04	70	15,5	28,5
2,4-Dinitrotoluol	16,7	15,8	16,3	16,0	16,2	2,42	19,8	3,6	22,2
2,6-Dinitrotoluol	6,78	6,48	6,74	6,82	6,7	2,29	8,9	2,2	32,7
3,4-Dinitrotoluol	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100		<0,100		
2,4,6-Trinitrotoluol	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100		<0,100		
1,3,5-Trinitrobenzol	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100		<0,100		
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100	<0,100		<0,100		
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	0,060	0,060	0,060	0,060	0,06	0	<0,100		
Summe	200	178	181	190	187	5,39	256	69,3	37,1

TRI 5 wurde nach "Anhang A" aufgearbeitet:
 1 g Einwaage mit 100 ml MeOH kalt geschüttelt
 20 ml Aliquot in 5 ml Toluol umgelöst

Methode:

ASE/HPLC

Labor 14	Boden A							Boden B							
	Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw	VK	1	2	3	4	MW	Stabw	VK
Parameter	mg/kg TR				mg/kg TR			%	mg/kg TR				mg/kg TR		%
2-Nitrotoluol	27,2	30,4	27,9		28,5	1,68	5,9	2,72	2,56				2,64	0,11	4,3
3-Nitrotoluol	2,33	2,62	2,46		2,47	0,15	5,9	2,34	2,25	*1			2,30	0,06	2,8
4-Nitrotoluol	12,3	13,8	13,0		13,0	0,75	5,8	7,99	7,49	*1			7,74	0,35	4,6
2,4-Dinitrotoluol	60,4	71,8	69,8		67,3	6,09	9,0	5,91	5,52				5,72	0,28	4,8
2,6-Dinitrotoluol	23,3	27,2	26,1		25,5	2,01	7,9	6,84	6,51				6,68	0,23	3,5
3,4-Dinitrotoluol	0,53	0,62	0,61		0,59	0,05	9,0	0,50	0,48	*1			0,49	0,01	2,9
2,4,6-Trinitrotoluol	171	196	175		181	13,7	7,6	180	171				175	6,0	3,4
1,3,5-Trinitrobenzol	1,42	1,72	1,68		1,61	0,16	10,1	41,1	38,4				39,8	1,91	4,8
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	0,46	0,51	0,54		0,50	0,04	8,2	10,30	9,60				10,0	0,49	5,0
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	1,18	1,40	1,22		1,27	0,12	9,3	16,2	15,2				15,7	0,71	4,5
Summe	300	346	318		321	23,33	7,3	274	259				266	10,18	3,8
1,3-Dinitrobenzol	1,09	1,30	1,25												

*1 Störung durch überlappenden Peak aus der Probenmatrix

Methode:

ASE/HPLC

Labor 14	Trihaldenschlamm						
	Messung Nr.	1	2	3	4	MW	Stabw
Parameter	<i>g/kg TR</i>				<i>g/kg TR</i>		%
2-Nitrotoluol	83,3	80,9			82,1	1,70	2,1
3-Nitrotoluol	4,67	4,89			4,78	0,15	3,2
4-Nitrotoluol	52,4	50,1			51,2	1,63	3,2
2,4-Dinitrotoluol	9,56	10,3			9,9	0,5	5,1
2,6-Dinitrotoluol	3,83	4,17			4,00	0,24	6,0
3,4-Dinitrotoluol	<NG	<NG			<NG		
2,4,6-Trinitrotoluol	<NG	<NG			<NG		
1,3,5-Trinitrobenzol	<NG	<NG			<NG		
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	<NG	<NG			<NG		
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	0,058	0,062			0,060	0,003	5,0
Summe	154	150			152	2,43	1,6
1,3-Dinitrobenzol	0,58	0,61			0,60	0,022	3,7
Nitrobenzol	0,27	0,25			0,26	0,014	5,4

Labor 16

Trihaldenschlamm, Säule A							
Einwaagen [g] Bestimmung Nr.	Soxhlet			mit 5 ml Eisessig (?)			relative Differenz der MW
	5	5		5	5	-	
	1 A	2 A	MW [1,2]	3 A	4 A	MW [3,4]	MW[1,2]-[3,4]
Parameter	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	% [1,2]
2-Nitrotoluol	166,57	197,50	182,0	Hülse	131,21	131,2	27,92
3-Nitrotoluol	6,79	7,01	6,90	geplatzt	7,15	7,2	-3,66
4-Nitrotoluol	76,08	90,88	83,5		59,81	59,8	28,36
2,4-Dinitrotoluol	19,09	21,75	20,4		15,80	15,8	22,65
2,6-Dinitrotoluol	10,01	10,66	10,3		8,00	8,0	22,58
3,4-Dinitrotoluol	n.b.	n.b.			n.b.		
2,4,6-Trinitrotoluol	0,01	0,011	0,011		0,009	0,009	14,29
1,3,5-Trinitrobenzol	0,005	0,0044	0,005		0,0023	0,002	51,06
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	0,011	0,01	0,011		0,0086	0,009	18,10
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	0,068	0,076	0,072		0,056	0,056	22,22
Summe	279	328	303,3		222	222,0	26,78

ohne Eisessig

mit 5 ml Eisessig; Beschreibung
nicht ausreichend

Trihaldenschlamm, Säule B							
Einwaagen [g] Bestimmung Nr.	Soxhlet			mit 5 ml Eisessig (?)			relative Differenz der MW
	5	5		5	5	-	
	1 B	2 B	MW [1,2]	3 B	4 B	MW [3,4]	MW[1,2]-[3,4]
Parameter	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	g/kg TR	% [1,2]
2-Nitrotoluol	195,03	186,40	190,7	Hülse	157,1	157,1	17,62
3-Nitrotoluol	6,89	6,80	6,84	geplatzt	5,2	5,20	24,06
4-Nitrotoluol	64,58	63,70	64,1		47,6	47,6	25,73
2,4-Dinitrotoluol	20,51	24,65	22,6		16,8	16,8	25,62
2,6-Dinitrotoluol	11,92	13,40	12,7		9,25	9,25	26,97
3,4-Dinitrotoluol	n.b.	n.b.			n.b.		
2,4,6-Trinitrotoluol	0,013	0,012	0,013		0,011	0,011	12,00
1,3,5-Trinitrobenzol	0,0042	0,0039	0,004		0,0033	0,003	18,52
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	0,012	0,009	0,011		0,013	0,013	-23,81
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	0,064	0,066	0,065		0,054	0,054	16,92
Summe	299	295	297		236	236	20,52

Massen-Deskriptoren

Labor Nr. 1:

Verbindung	Beobach- tungszeit	RT	Massenfenster				Zyklen/ Sekunde
	<i>msec</i>	<i>min</i>	<i>u (± 0,5. u)</i>				-
2-NT	100	8,43	120,05	65,05			2,5
3-NT	100	9,01	137,05	65,05			2,5
4-NT	100	9,27	137,05	65,05			2,5
2,4-DNT	100 ?	13,84	165,05	119,05	63,05		2,5 ?
2,6-DNT	67	12,85	165,05	121,05	63,05		2,5
3,4-DNT	67	14,58	182,05	78,05	63,05		2,5
2,4,6-TNT	67	15,95	210,05	180,05	134,05		2,5
1,3,5-TNB	67	15,77	213,05	120,05	75,05		2,5
2-A-4,6-DNT	67	19,17	197,05	180,05	104,05		2,5
4-A-2,6-DNT	67	18,57	197,05	180,05	104,05		2,5

Labor Nr. 4:

Verbindung	Beobach- tungszeit	RT	Massenfenster				Zyklen/ Sekunde	
	<i>msec</i>	<i>min</i>	<i>u (± 0,5 u)</i>				-	
2-NT	70	6,93	65,	91	120	137	3,6	
3-NT	70	7,42	65,	91	120	137	3,6	
4-NT	70	7,65	65,	91	120	137	3,6	
2,4-DNT	70	11,06	63	78	89	165	182	2,9
2,6-DNT	70	10,26	63	78	89	165	182	2,9
3,4-DNT	70	11,52	63	78	89	165	182	2,9
2,4,6-TNT	70	12,68	63	89	75	210	213	2,9
1,3,5-TNB	70	12,97	63	89	75	210	213	2,9
2-A-4,6-DNT	70	14,71	78	104	180	197		3,6
4-A-2,6-DNT	70	14,25	78	104	180	197		3,6

Labor Nr. 17:

Verbindung	Beobach- tungszeit	RT	Massenfenster				Zyklen/ Sekunde
	<i>msec</i>	<i>min</i>	<i>u (± 0,3 u)</i>				-
2-NT	80	9,98	120,0	137,0	91,0		3,3
3-NT	80	11,09	137,0	120,0	91,0		3,3
4-NT	80	11,63	137,0	120,0	91,0		3,3
2,4-DNT	80	19,92	165,0	182,0	89,0		3,3
2,6-DNT	80	17,70	165,0	182,0	89,0		3,3
3,4-DNT	80	20,68	182,0	165,0	89,0		3,3
2,4,6-TNT	80	24,15	210,0	89,0	63,0		3,3
1,3,5-TNB	80	24,97	213,0	120,0	75,0		3,3
2-A-4,6-DNT	80	27,02	180,0	197,0	104,0		3,3
4-A-2,6-DNT	80	26,22	180,0	197,0	104,0		3,3

Gegenüberstellung meßplatzspezifischer Intensitäten und Schwankungsbreiten der gewählten Fragmentationen

Verbindung	Labor 17, MD 800			Labor 1, MD 800			Labor 4, Automass		
	Ion	Mittelwert	± Stabw.	Ion	Mittelwert	± Stabw.	Ion	Mittelwert	± Stabw.
	[u]	[%] (n = 6)	[%]	[u]	[%] (n = 6)	[%]	[u]	[%] (n = 11)	[%]
2-Nitrotoluol									
2. Masse	120,0	100		120,05	100		65	100,0	
3. Masse	137,0	4,1	7,3	65,05	76,7	1,5	91	50,8	2,4
	91,0	56,3	3,1				120	46,7	2,9
3-Nitrotoluol	137,0	100		65,05	100		91	100,0	
2. Masse	120,0	0,88	8,6	137,05	85,3	1,5	65	73,4	3,1
3. Masse	91,0	156,1	4,5				137	35,2	1,0
4-Nitrotoluol	137,0	100		65,05	100		91	100,0	
2. Masse	120,0	0,52	6,8	137,05	81,3	2,9	65	95,5	3,8
3. Masse	91,0	126,7	3,9				137	45,0	1,4
2,4-Dinitrotoluol	165,0	100		165,05	100		89	100,0	
2. Masse	89,0	93,5	3,7	119,05	65,8	9,0	63	91,4	2,3
3. Masse	182,0	3,1	8,9	63,05	24,5	5,3	165	73,0	2,9
2,6-Dinitrotoluol	165,0	100		165,05	100		63	100,0	
2. Masse	89,0	54,3	2,2	121,05	31,7	6,3	89	71,6	1,7
3. Masse	182,0	0,27	9,1	63,05	83,8	9,2	165	61,9	3,9
3,4-Dinitrotoluol	182,0	100		182,05	100		89	100,0	
2. Masse	89,0	102,7	2,1	78,05	65,3	4,3	78	82,8	0,9
3. Masse	165,0	0,33	9,6	63,05	53,3	7,1	182	57,4	3,7
2,4,6-Trinitrotoluol	210,0	100		210,05	100		63	100,0	
2. Masse	89,0	97,5	3,1	180,05	19,7	6,1	89	84,3	1,6
3. Masse	63,0	108,3	2,7	134,05	25,2	4,8	210	53,1	4,0
1,3,5-Trinitrobenzol	213,0	100		75,05	100		75	100,0	
2. Masse	120,0	80,5	4,0	213,05	27,2	9,7	63	18,0	0,1
3. Masse	75,0	211,7	8,3	120,05	18,3	7,1	213	15,0	0,8
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	180,0	100		104,05	100		104	100,0	
2. Masse	197,0	76,7	3,2	180,05	83,5	6,7	180	77,3	4,2
3. Masse	104,0	129,6	2,8	197,05	60,4	6,1	197	41,6	2,1
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	180,0	100		104,05	100		104	100,0	
2. Masse	197,0	53,9	2,5	180,05	75,3	8,2	180	84,6	4,3
3. Masse	104,0	108,5	4,1	197,05	42,5	8,3	197	64,0	3,2

Anhang G

Anhang G Untersuchung der Verwendeten Techniken auf systematische Unterschiede

In diesem Anhang wird der systematische Vergleich der drei verschiedenen Untersuchungstechniken GC/ECD, GC-MS und HPLC/DAD anhand der beiden Bodenproben dokumentiert.

Hierzu wurde aus jeder Verbindungsgruppe der unterschiedlich nitrierten Toluole je ein Vertreter ausgewählt.

Zur Prüfung wurden die Mittelwerte der drei Methodenkollektive (GC/ECD, GC-MS und HPLC/DAD) mittels der Robuststatistik errechnet. Diese Mittelwerte wurden auf signifikante Unterschiede geprüft (Statistik -Programm: Sigma Stat – Signifikanzniveau 95 %).

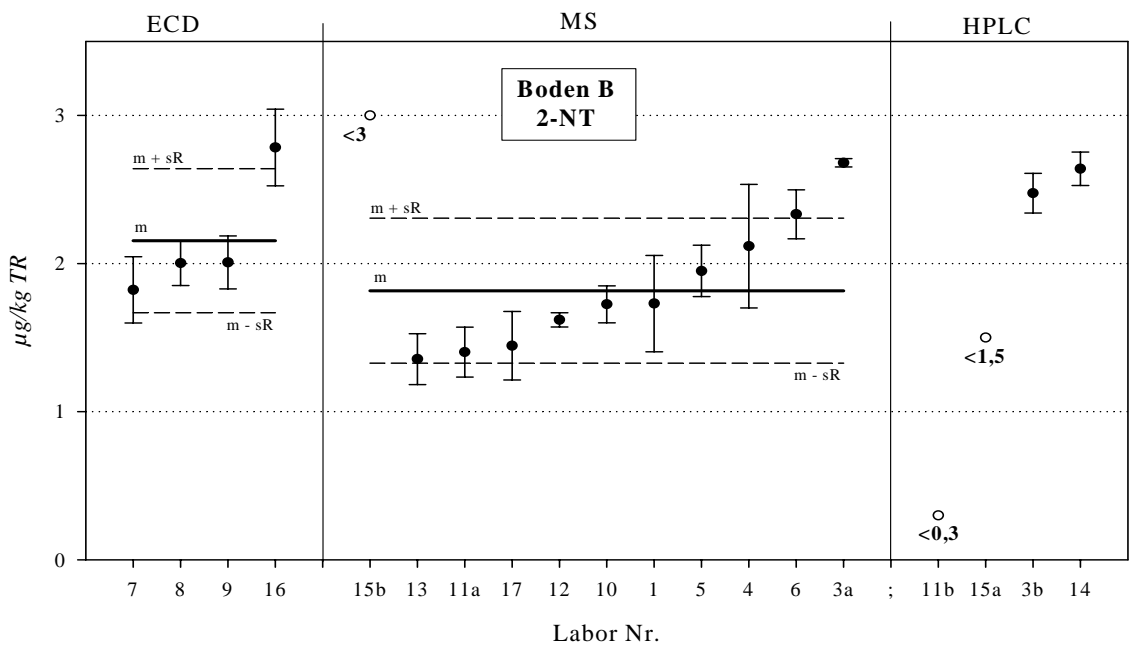
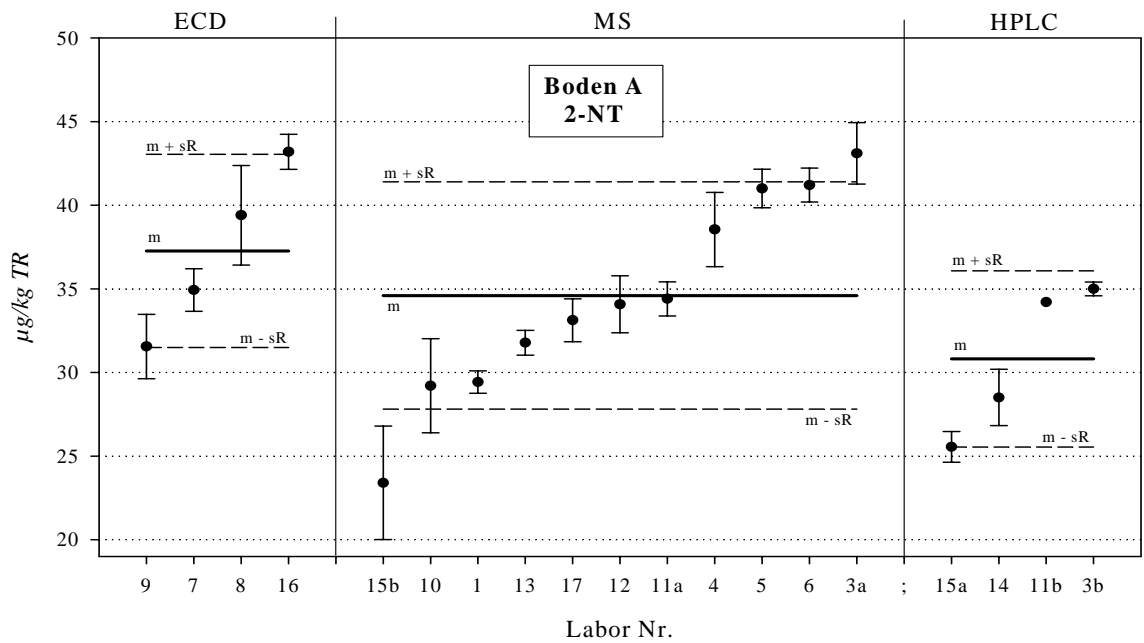
Als Ergebnis ist mitzuteilen, daß bei allen vier Substanzen und den drei verschiedenen Untersuchungstechniken bei beiden Böden keine signifikanten Unterschiede der Mittelwerte vorliegen.

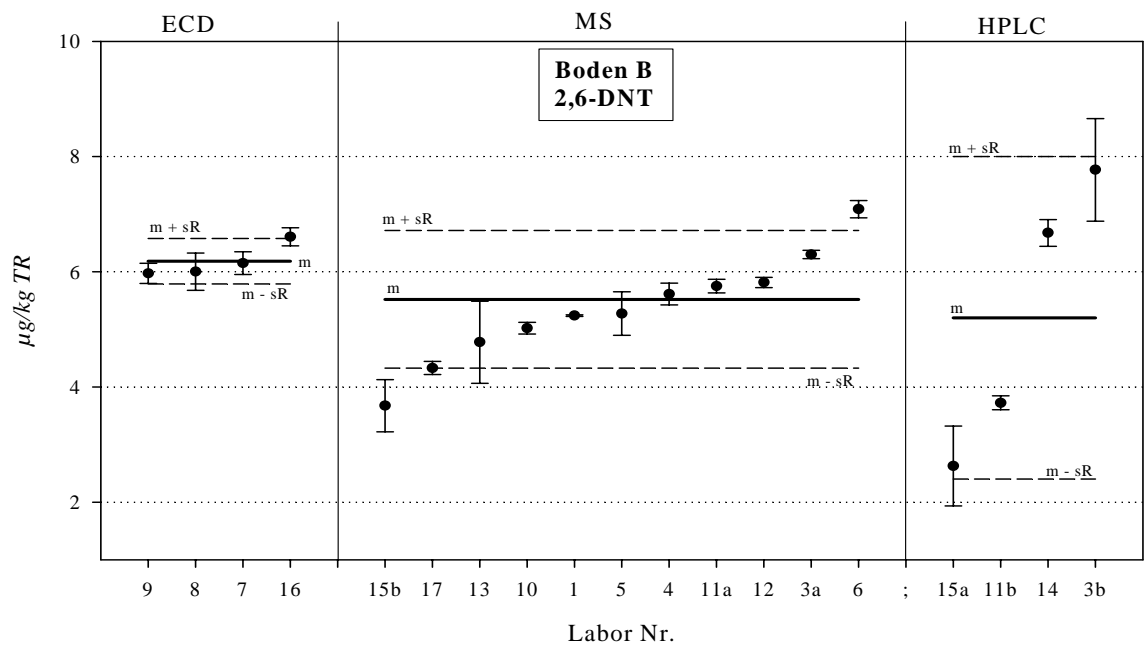
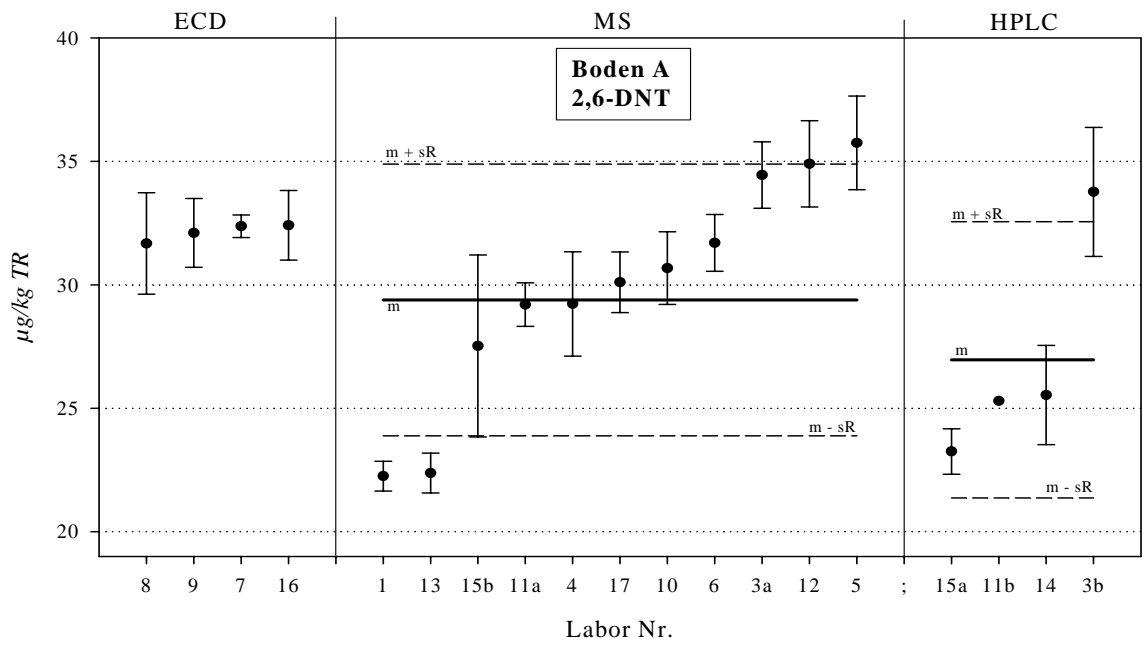
Bei **2-NT, Boden B**, wurde bei der HPLC kein Mittelwert gebildet, da nur 2 positive Befunde oberhalb der individuellen Bestimmungsgrenzen vorliegen.

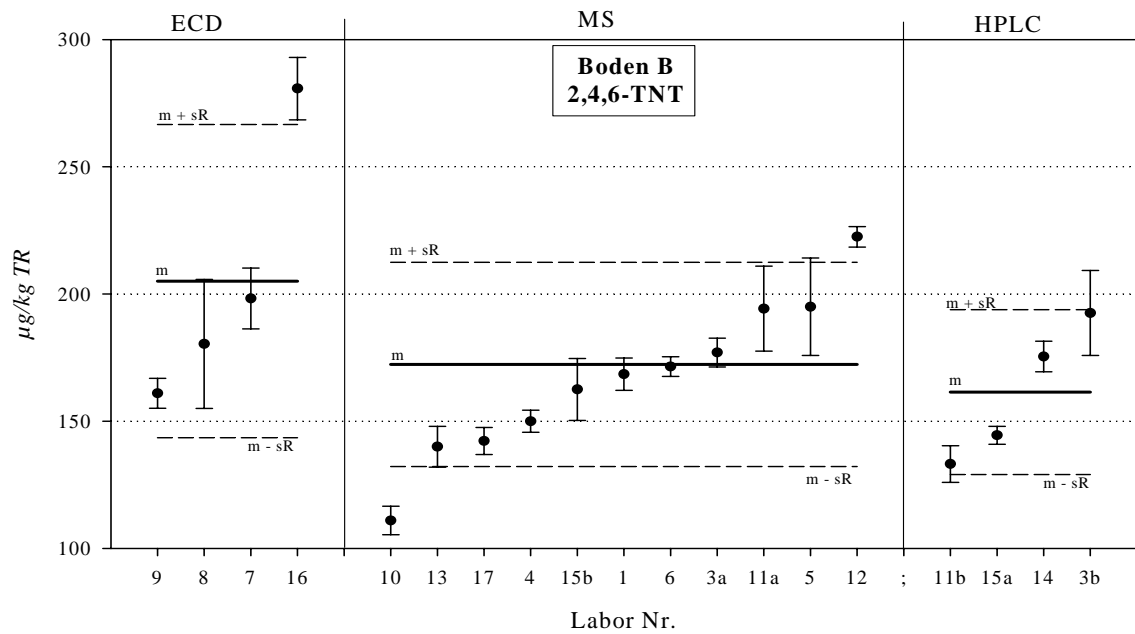
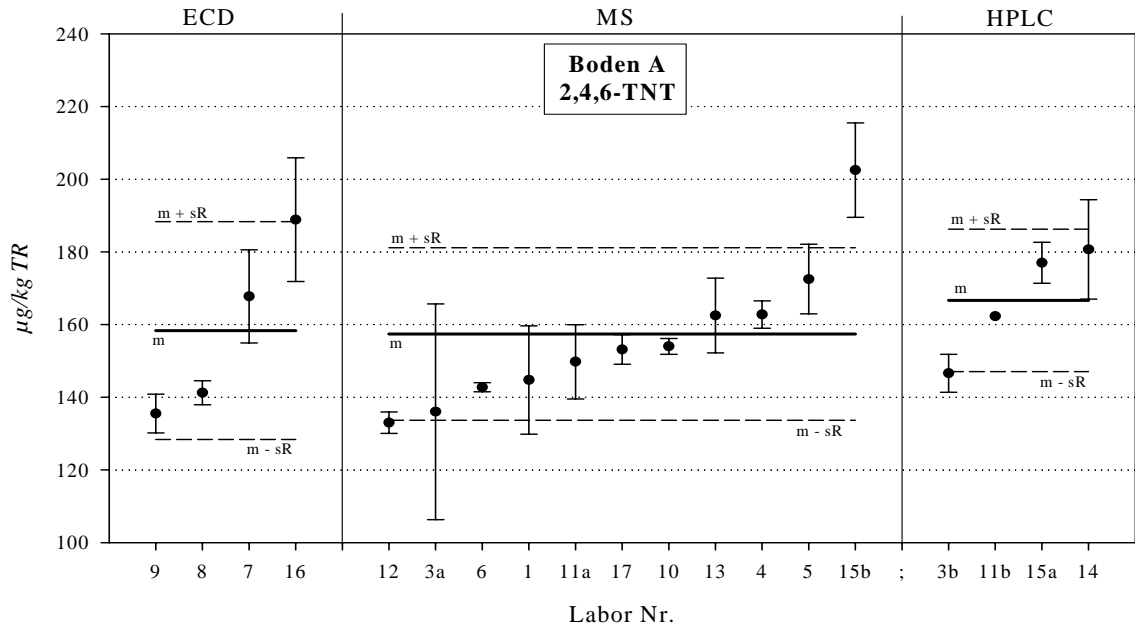
Bei **2,6-DNT, Boden A**, konnte bei der GC-ECD-Methode keine Vergleichsstandardabweichung (sR) berechnet werden, weil die Streuung der Labormittelwerte kleiner als die Wiederholstandardabweichung (sr) ist. Auf die Darstellung des Gesamtmittelwertes (m) wurde in diesem Fall verzichtet.

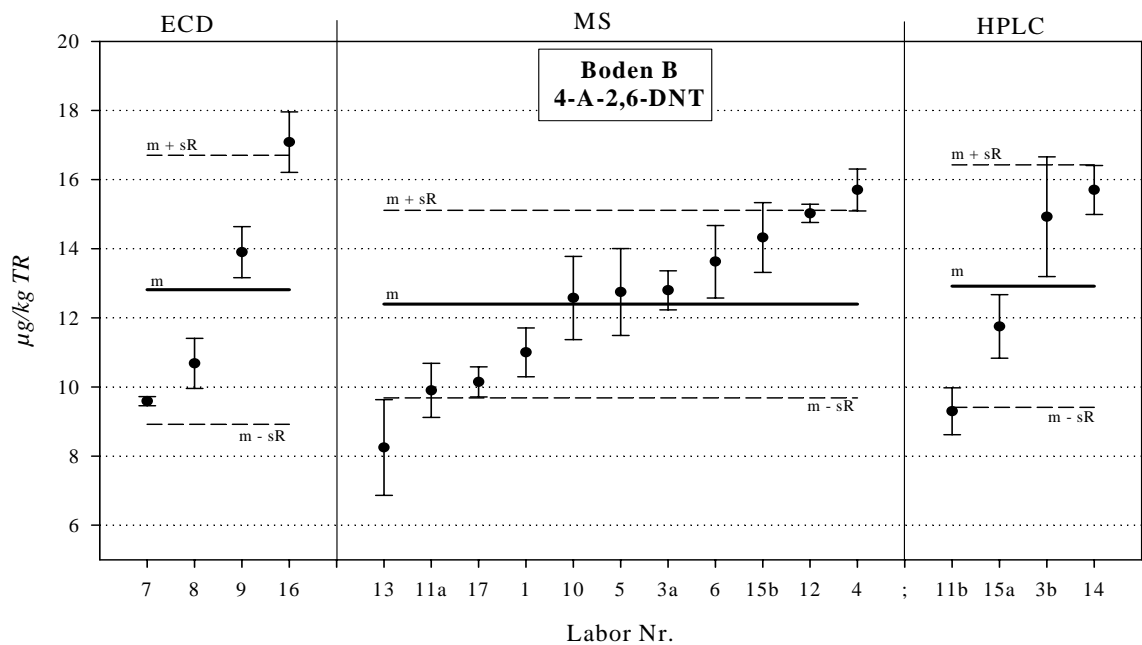
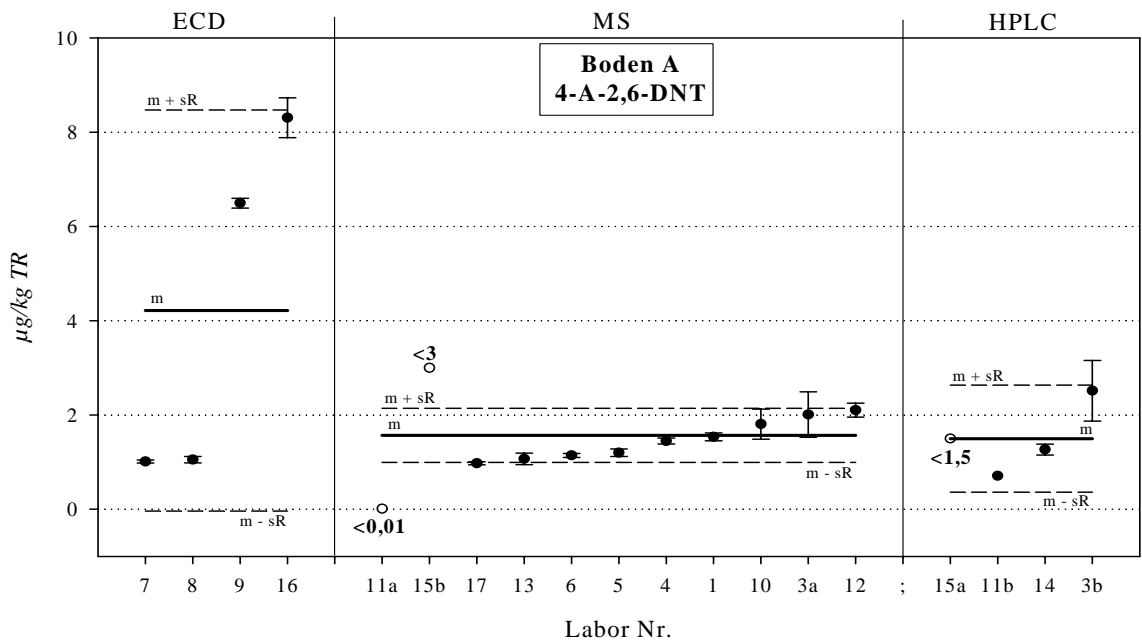
Bei **2,4,6-TNT, Boden B**, liegt bei Labor 16 der Labormittelwert sehr weit über den Werten aller Kollektive. Hierbei handelt es sich vermutlich um ein laborinternes Problem.

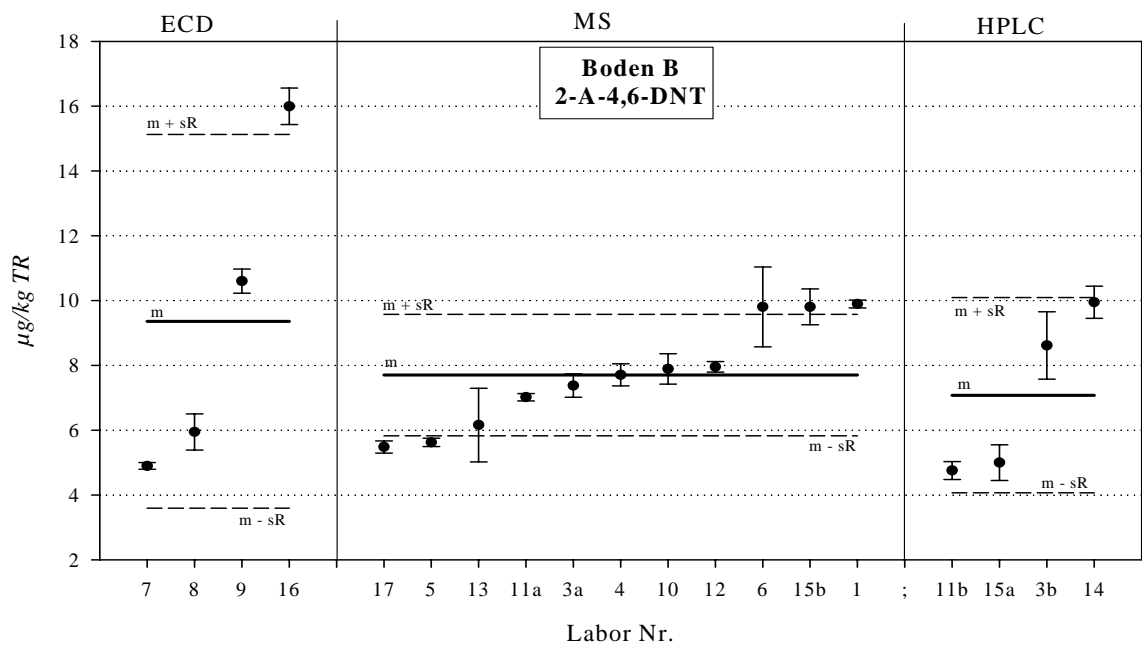
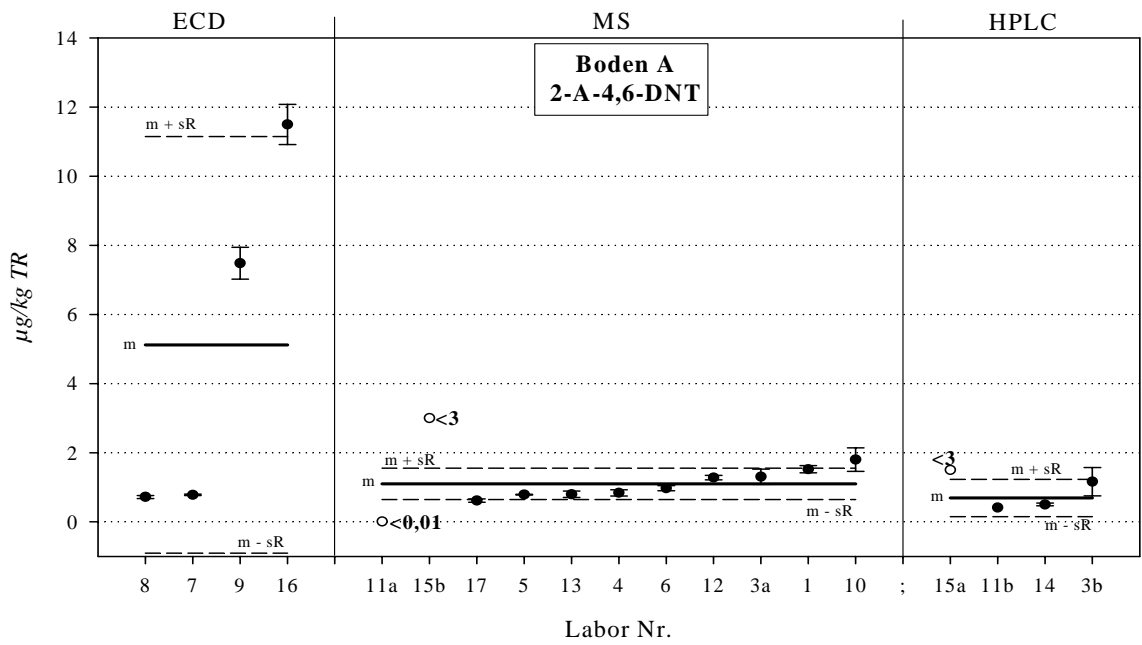
Bei **2-A-4,6-DNT, Boden A und Boden B**, und bei **4-A-2,6-DNT, Boden A**, liegen die Mittelwerte der Laboratorien 9 und 16 deutlich über denen der gesamten Teilnehmer. Das führt bei der ECD-Bestimmung zur überproportionalen Verbreiterung der Vergleichsstandardabweichung. Dennoch wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede nachgewiesen.











Anhang H



Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie
Postfach 32 09; D-65022 Wiesbaden

Aktenzeichen *(Bitte bei Antwort angeben)*
W4 - bgt

Bearbeiter: Dr. Baumgarten/
Bearbeiterin: Dr. Herrmann
Durchwahl: 6939 - 755 / -744
Telefax: - 555
e-mail: d.baumgarten@hlug.de
h.herrmann@hlug.de
Ihr Zeichen: -
Ihre Nachricht vom: -
Datum: 16.2.04

Ringversuch Februar 2004 auf sprengstofftypische Verbindungen (NA) in Böden nach der Verfahrensvorschrift des HLUg

Anlagen: Ergebnisfragebogen
Methodenerfassungsfragebogen

2 Bodenproben (Boden A und Boden B)
1 Standardlösung

1 Probe Trihaldenschlamm *(Achtung: gesondert lagern !)*

Sehr geehrte Frau/Herr

mit der Anlage senden wir Ihnen heute die für den Ringversuch vorgesehenen **zwei Bodenproben, eine Probe Trischlamm** und **eine** Multikomponenten-**Standardlösung** (MKS) in Toluol zusammen mit je **einem Methodenerfassungsbogen** und **einem Ergebniserfassungsbogen**. Grundlage für die Untersuchung der **Proben A** und **B** ist die Methodenvorschrift Handbuch Altlasten, Band / Teil 5, die wir Ihnen mit Schreiben vom 16.1.04 zugesandt haben.

Bitte lesen Sie insbesondere den Methodenerfassungsbogen vor Beginn der Arbeiten sorgfältig durch, da viele Informationen abgefragt werden, die Sie sammeln müssen. Bitte analysieren Sie die Proben unbedingt nach der oben zitierten Vorschrift (methodenkonform nur isotherm in Siedehitze !)

zu den Ringversuchsproben A und B:

Die **Boden-Proben A** und **B** sind bei Eingang ins Labor **sofort in den Kühlschrank** zu stellen und dort bis zu ihrer Aufarbeitung bei ca. 4 °C zu lagern (entgegen der Me-

thodenvorschrift nicht einfrieren!). Dies soll gewährleisten, dass die Ringversuchsproben vergleichbar zu den für die Dokumentation der Stabilität verwendeten Proben gelagert werden.

Die Ringversuchsproben sollten allerdings so schnell wie möglich **nach Eingang im Labor extrahiert und der Extrakt in Toluol umgelöst werden**, da die fertigen Toluol-extrakte besser lagerfähig sind.

Jeder Boden ist **vier Mal** komplett aufzuarbeiten und zu untersuchen. Die Analyseergebnisse werden auf Trockensubstanz bezogen und diese Ergebnisse zusammen mit den Flaschennummern in den **Ergebniserfassungsbogen** eingetragen. Dabei ist darauf zu achten, daß keine, die Anonymität verletzenden Merkmale unterhalb der gestrichelten Linie eingetragen werden, da diese Daten zur statistischen Auswertung anonymisiert außer Haus gegeben werden.

Für die Auswertung sowie die Bewertung der Ergebnisse ist es erforderlich, daß uns die abgefragten Verfahrensteilschritte bekannt sind. Daher bitten wir Sie, uns auch Ihre analytischen Randbedingungen genau zu beschreiben. Tragen Sie bitte in den **Methodenerfassungsbogen** die abgefragten arbeits- und gerätespezifische Parameter sowie Verfahrenskenndaten ein.

Hinweis für die Aufarbeitung:

Bei **Boden A** wurde beobachtet, daß die Extraktionshülse (aus Cellulose) nach gewisser Zeit begann zu verstopfen und dadurch das Überlaufen zu beginnen drohte. Daher ist es wichtig, die ersten Zyklen zu beobachten und ggf. die Dauer eines einzelnen Zyklus zu verlängern.

zum Multikomponentenstandard:

Bitte messen Sie **einmal** die gelieferte Lösung der zehn Analyten in Toluol gegen ihre eigene Eichung. Die Ergebnisse geben Sie ebenfalls in dem Ergebniserfassungsbogen an.

Zur Erleichterung geben wir Ihnen als Größenordnung für die Analytenkonzentration ca. 1 $\mu\text{g/ml}$ je Verbindung an.

zur „Trischlamm“ - Probe:

Die **Probe des „Trihaldenschlammes“** aus der ehemaligen Abwasserneutralisation ist **mit flüchtigen mono-Nitrotoluolen sehr hoch** belastet. Daher soll sie auch bei Ihnen **gesondert im Dunkeln nur bei Raumtemperatur** bis zur Aufarbeitung **gelagert** werden.

ACHTUNG:

Die offene Handhabung der Probe in Ihrem Labor sollte nur unter besonderer Rücksicht hinsichtlich der Kontamination der Räume, der Geräte und der anderen Proben sowie Chemikalien erfolgen !

Die Höhe der Kontamination liegt im Prozentbereich pro kg/TR. Daher keinesfalls 50 g einwiegen !

Die Probe enthält ebenfalls einen sehr hohen Wasseranteil !

Möglicherweise verhält sich dieses Material auch stark alkalisch.

Die Art der Untersuchung dieses Materials ist Ihnen freigestellt. Die Ergebnisse dienen nicht der Validierung des Bestimmungsverfahrens für Böden. Trotzdem werden wir diese Daten statistisch auswerten.

Bei diesem Material interessiert uns besonders die Wahl Ihrer (zusätzlichen) Vorgehensweise hinsichtlich der Aufarbeitung, die Sie uns bitte nachvollziehbar beschreiben (möglichst analog Abschnitt 3 unserer Methodenvorschrift).

Sollten Sie ggf. zusätzlich Ihre Hausmethode neben der von uns vorgegebenen Methode anwenden, falls das eingewogene Probengut hierzu ausreicht, dann bitten wir Sie, eine Kopie des Methodenabfragebogens herzustellen und darin Ihr Verfahren zu beschreiben.

Abgabetermin:

Die Ergebnisse und die von uns angeforderten Dokumente zur Methode sollen bis zum **17. März** bei uns vorliegen. Bitte senden Sie Ihren Bericht an:

Dr. Dieter Baumgarten
Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie
Postfach 3209
65022 WIESBADEN

Haben Sie Änderungs-/Verbesserungsvorschläge für die Bestimmungsmethode, so sind wir für Ihre Mitteilung dankbar. Wenn Sie weitere Fragen haben oder sich Schwierigkeiten ergeben, dann rufen Sie uns bitte an oder schicken Sie uns eine e-mail.

Mit freundlichen Grüßen
Im Auftrag

HLUG - Fachgremium Altlastenanalytik
Ringversuch ausgewählte STV in Böden (02/2004)
Fragebogen zur Durchführung der Methode

Die folgenden Angaben dienen einer schnellen Übersicht über Ihre **laborspezifischen Analysebedingungen**. Beim Ausfüllen dieser Kurzfassung sollte bei den meisten Kriterien eine Mengen/Volumen/Temperatur/Zeit-Angabe oder die Angabe einer Chemikalie ausreichen. Bitte vermeiden Sie Abkürzungen, soweit diese nicht allgemein gebräuchlich sind bzw. erläutern Sie die von Ihnen verwendeten Abkürzungen.

Bitte Adresse des Labors hier eintragen

oder Stempel

Proben eingegangen am:

Bemerkungen zum Versand:
(Zustand der Sendung)

Angaben zu den Lagerbedingungen (nach Abschnitt 4):

Boden A.....

Boden B.....

Trihaldenschlamm.....

Angaben zur Extraktion

Extraktionsgerät:

modifiz. Soxhlet	<input type="checkbox"/>
Büchi®-Extraktor	<input type="checkbox"/>
Soxtec®	<input type="checkbox"/>
andere	<input type="checkbox"/>
wenn ja, welche ?.....	

.....

.....

bitte eine aussagefähige Photographie der Extraktionsapparatur (in Betrieb) beifügen !

HLUG - Fachgremium Altlastenanalytik
Ringversuch ausgewählte STV in Böden (02/2004)
Fragebogen zur Durchführung der Methode

verwendete Extraktions-Hülsen:.....
 (bitte Testergebnis der verwendeten Hülsen gemäß Abschnitt 12.6 auf gesondertem Blatt berichten)

Extraktionsdauer (Minuten):..... Farbe des Extraktes:.....

Boden A	Best. # 1	Best. #2	Best. #3	Best. #4
eingesetztes Volumen Methanol				
eingesetztes Volumen an Toluol				
wiedergewonnenes Volumen an Toluol				

Besonderheiten bei der Extraktion:.....
 ggf. Behebung der Schwierigkeiten bei der Phasentrennung (siehe Abschnitt 6.1):

Extraktionsdauer (Minuten):..... Farbe des Extraktes:.....

Boden B	Best. # 1	Best. #2	Best. #3	Best. #4
eingesetztes Volumen Methanol				
eingesetztes Volumen an Toluol				
wiedergewonnenes Volumen an Toluol				

Besonderheiten bei der Extraktion:.....
 ggf. Behebung der Schwierigkeiten bei der Phasentrennung (siehe Abschnitt 6.1):

Extraktionsdauer (Minuten):..... Farbe des Extraktes:.....

Trihaldenschlamm	Best. # 1	Best. #2	Best. #3	Best. #4
eingesetztes Volumen Methanol				
eingesetztes Volumen an Toluol				
wiedergewonnenes Volumen an Toluol				
ggf. Aliquot MeOH-Extrakt:				
Verdünnungsverhältnis				
ggf. Aliquot Toluol-Extrakt:				
Verdünnungsverhältnis				

Besonderheiten bei der Extraktion:.....
 ggf. Behebung der Schwierigkeiten bei der Phasentrennung (siehe Abschnitt 6.1):

HLUG - Fachgremium Altlastenanalytik
Ringversuch ausgewählte STV in Böden (02/2004)
Fragebogen zur Durchführung der Methode

Angaben zur Gaschromatographie

Meßplatz:.....

Automatischer Probengeber Typ:.....

Bedingungen der Probenaufgabe:

z.B. Injektionsart, z.B. splitt, splittlos, Dauer der splittlosen Zeit; druckstoßprogrammiert (Programm); Injektortemperatur ; temperaturprogrammiert (Programm!); Injektionsvolumen; ggf. auf Extrablatt beschreiben

.....
.....
.....
.....
.....

GC-Bedingungen (ggf. per Datenblatt beifügen)

Säulenmaterialien/-abmessungen:.....

.....

Betriebsgase, Fluß:.....

.....

Trägergas, Vordruck:

Ofentemperatur(en)/-programm:.....

.....

.....

Art der Detektion:

ECD

Zweisäulentechnik, simultan

Zweisäulentechnik, 2 Geräte

MS

Aufnahme ganzer Spektren

Einzelmassenregistrierung

Temperatur des Detektors/der Detektoren.....

.....

HLUG - Fachgremium Altlastenanalytik
 Ringversuch ausgewählte STV in Böden (02/2004)
Fragebogen zur Durchführung der Methode

Bedingungen für MS Detektion:

MS-Hersteller/Typ:

Detektor:

Transfer-Line-Temperatur: °C

Quellentemperatur: °C

Manifold: °C

Lösungsmittel Ausblendung:min

Ionisation:.....

für die Untersuchung im SCAN-Betrieb:

SCAN-Bereich:u

SCAN-Dauer:scan/min

.....min/scan

Kriterium der Identität bitte auf Seite 5 erläutern.

Art der Quantifizierung: bitte auf Seite 5 erläutern

für die Untersuchung mit SIM-Technik:

Kriterium der Identität. bitte auf Seite 6 erläutern.

Art der Quantifizierung: bitte auf Seite 6 erläutern

Massen-Deskriptor: (bitte geben Sie auch das Massenfenster $\pm 0, \dots$ ein !)

Verbindung	Beobach- tungszeit	RT	Massenfenster					Zyklen/ Sekunde	
	<i>msec</i>		<i>min</i>	<i>u ($\pm 0, \dots u$)</i>	<i>u ($\pm 0, \dots u$)</i>	<i>u ($\pm 0, \dots u$)</i>	<i>u ($\pm 0, \dots u$)</i>	<i>u ($\pm 0, \dots u$)</i>	-
2-NT									
3-NT									
4-NT									
2,4-DNT									
2,6-DNT									
3,4-DNT									
2,4,6-TNT									
1,3,5-TNB									
2-A-4,6-DNT									
4-A-2,6-DNT									

HLUG - Fachgremium Altlastenanalytik
 Ringversuch ausgewählte STV in Böden (02/2004)
Fragebogen zur Durchführung der Methode

Identifizierung mit Massenspektrometrie (MS): verwendete
charakteristische Massen für **Quantifizierung** bei **SCAN-Technik**

Detektor:

Verbindung	Molion	rel. Inten- sität	Haupt- frag- ment	rel. Inten- sität	zweite Frag- ment- masse	rel. Inten- sität	dritte Frag- ment- masse	rel. Inten- sität
	[u]	[%]	[u]	[%]	[u]	[%]	[u]	[%]
2-NITROTOLUOL	137			100				
3-NITROTOLUOL	137			100				
4-NITROTOLUOL	137			100				
2,4-DINITROTOLUOL	182			100				
2,6-DINITROTOLUOL	182			100				
3,4-DINITROTOLUOL	182			100				
2,4,6-TRINITROTOLUOL	227			100				
1,3,5-TRINITROBENZOL	213			100				
2-AMINO-4,6-DINITROTOLUOL	197			100				
4-AMINO-2,6-DINITROTOLUOL	197			100				

Können Sie uns mitteilen, wie Sie mit welchen Kriterien über **Spektrenvergleich** die **Identi-
tät** abgesichert haben.....

.....

Art der Quantifizierung: z.B. eine oder Summe mehrere Massen /Fragmentmaassenverhältnisse geprüft ? Spektrenvergleichs-
algorithmus.....

.....

HLUG - Fachgremium Altlastenanalytik
 Ringversuch ausgewählte STV in Böden (02/2004)
Fragebogen zur Durchführung der Methode

Meßplatzspezifische Toleranzen der relativen Intensitäten
 zur **Identifizierung** mit Massenspektrometrie (MS)
 bei **SIM-Technik**

Detektor:

Verbindung	Ion [u]	Mittelwert [%] (n =)	± Stabw. [%]
2-Nitrotoluol	100	
2. Masse
3. Masse
3-Nitrotoluol	100	
2. Masse
3. Masse
4-Nitrotoluol	100	
2. Masse
3. Masse
2,4-Dinitrotoluol	100	
2. Masse
3. Masse
2,6-Dinitrotoluol	100	
2. Masse
3. Masse
3,4-Dinitrotoluol	100	
2. Masse
3. Masse
2,4,6-Trinitrotoluol	100	
2. Masse
3. Masse
1,3,5-Trinitrobenzol	100	
2. Masse
3. Masse
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	100	
2. Masse
3. Masse
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	100	
2. Masse
3. Masse

Art der Quantifizierung: z.B. eine oder Summe mehrere Massen /Fragmentmassenverhältnisse geprüft ?

.....

.....

.....

.....

.....

HLUG - Fachgremium Altlastenanalytik
 Ringversuch ausgewählte STV in Böden (02/2004)
Fragebogen zur Durchführung der Methode

Angaben zu Kalibrierung und Verfahrenskenngrößen:

Art der Eichung:

Anzahl der Eichpunkte:

äquidistant: ja nein

Arbeitsbereiche_i ($\mu\text{g/ml}$): bitte tragen Sie in die Tabelle den unteren bzw. oberen Eichpunkt ein (EP)

Bestimmungsgrenzen_i (mg/kg OS): ($k = 3; \alpha = 0,01$)

Nachweisgrenzen_i (mg/kg OS): ($k = 3; \alpha = 0,01$)

Bitte, fügen Sie eine Erläuterung bei, wie diese Daten erzeugt worden sind.

	Art der Regression <i>linear oder quadratisch</i>	u EP <i>[$\mu\text{g/ml}$]</i>	o EP <i>[$\mu\text{g/ml}$]</i>	NG <i>[mg/kg OS]</i>	BG <i>[mg/kg OS]</i>	WFR <i>[%]</i>
2-NT						
3-NT						
4-NT						
2,4-DNT						
2,6-DNT						
3,4-DNT						
2,4,6-TNT						
1,3,5-TNB						
2-A-4,6-DNT						
4-A-2,6-DNT						

Sonstige Bemerkungen:

.....

.....

.....

Liefen Sie uns bitte eine Kopie der Chromatogramme mit Bericht („report“) von *Blindwert* (Gesamtblindwert), *Eichung, jeder Probe* (unter Angabe der evt. Verdünnung des Extraktes) und der *MK-Standardlösung* (Proben-Extrakt und eigene Standardlösung in Toluol = uEP und oEP)

.....
 Ansprechpartner/in

.....
 Telefon

.....
 Bearbeiter/in

.....
 Telefon

HLUG - Ringversuch STV in Böden (02/2004)

Bitte Adresse des Labors hier eintragen

oder Stempel

Unterhalb dieser Linie bitte keine die Anonymität verletzenden Angaben eintragen !

..... ✂

Erfassungsbogen für Analysenergebnisse

Methode:

Flasche Nr.

Boden A

Trockenrückst. %

	[mg/kg TR]			
	Bestimmung			
	# 1	# 2	# 3	# 4
2-NITROTOLUOL				
3-NITROTOLUOL				
4-NITROTOLUOL				
2,4-DINITROTOLUOL				
2,6-DINITROTOLUOL				
3,4-DINITROTOLUOL				
2,4,6-TRINITROTOLUOL				
1,3,5-TRINITROBENZOL				
2-AMINO-4,6-DINITROTOLUOL				
4-AMINO-2,6-DINITROTOLUOL				

Einwaage [g]:				
Extraktionsdatum:				
Analysendatum:				

HLUG - Ringversuch STV in Böden (02/2004)

Bitte Adresse des Labors hier eintragen

oder Stempel

Unterhalb dieser Linie bitte keine die Anonymität verletzenden Angaben eintragen !

..... ✂

Erfassungsbogen für Analysenergebnisse

Methode:

Flasche Nr.

Boden B

Trockenmasse in %

	[mg/kg TS]			
	Bestimmung			
	# 1	# 2	# 3	# 4
2-NITROTOLUOL				
3-NITROTOLUOL				
4-NITROTOLUOL				
2,4-DINITROTOLUOL				
2,6-DINITROTOLUOL				
3,4-DINITROTOLUOL				
2,4,6-TRINITROTOLUOL				
1,3,5-TRINITROBENZOL				
2-AMINO-4,6-DINITROTOLUOL				
4-AMINO-2,6-DINITROTOLUOL				

Einwaage [g]:				
Extraktionsdatum:				
Analysendatum:				

HLUG – Ringversuch STV in Böden (02/2004)

Bitte Adresse des Labors hier eintragen

oder Stempel

Unterhalb dieser Linie bitte keine die Anonymität verletzenden Angaben eintragen !

.....✂.....

Erfassungsbogen für Analysenergebnisse

Methode:.....

Flasche Nr.....

Trihaldenschlamm

Trockenmasse in %.....

	[mg/kg TS]			
	Bestimmung			
	# 1	# 2	# 3	# 4
2-NITROTOLUOL				
3-NITROTOLUOL				
4-NITROTOLUOL				
2,4-DINITROTOLUOL				
2,6-DINITROTOLUOL				
3,4-DINITROTOLUOL				
2,4,6-TRINITROTOLUOL				
1,3,5-TRINITROBENZOL				
2-AMINO-4,6-DINITROTOLUOL				
4-AMINO-2,6-DINITROTOLUOL				

Einwaage [g]:				
Extraktionsdatum:				
Analysendatum:				

HLUG - Ringversuch STV in Böden (02/2004)

Bitte Adresse des Labors hier eintragen

oder Stempel

Unterhalb dieser Linie bitte keine die Anonymität verletzenden Angaben eintragen !

Erfassungsbogen für Analysenergebnisse

Flasche Nr.....

Standardlösung

[µg/ml]

Bestimmung

ECD 1

ECD 2

MS-SCAN

MS-SIM

2-NITROTOLUOL				
3-NITROTOLUOL				
4-NITROTOLUOL				
2,4-DINITROTOLUOL				
2,6-DINITROTOLUOL				
3,4-DINITROTOLUOL				
2,4,6-TRINITROTOLUOL				
1,3,5-TRINITROBENZOL				
2-AMINO-4,6-DINITROTOLUOL				
4-AMINO-2,6-DINITROTOLUOL				