

Wegleitung:

Qualitätssicherungskonzept: Analyse von organischen Verbindungen in Oberflächen- und Grundwasser sowie Sickerwasser aus Böden

Diese Qualitätssicherungskonzept ist nur für die Untersuchung von vermuteten oder bereits bestätigten ehemaligen Abfalldeponien in der Region Basel gültig, welche noch nicht oder nur teilweise charakterisierte Abfälle enthalten. Es gilt speziell für den Nachweis niedriger Konzentrationen von Kontaminanten.

Analysenresultate, welche unter Anwendung dieses Qualitätssicherungskonzeptes erhalten wurden, dienen als Grundlage für die Risikoabschätzung möglicher Einflüsse vermuteter oder bereits bekannter früherer Abfalldeponien auf Mensch und Umwelt.

Entwickelt und revidiert von

Prof. Dr. Michael Oehme
Organische Analytische Chemie
Departement Chemie, Universität Basel
Neuhausstr. 31, CH-4057 Basel

Mai 2003

Inhaltsverzeichnis

1	Prinzipielle Anmerkungen.....	2
2	Elemente des Qualitätssicherungskonzeptes	3
21	Generelle Kommentare	3
22	Methodenvalidation	4
221	Einleitende Bemerkungen.....	4
222	Probenahme	4
223	Probenextraktion.....	5
224	Extraktaufarbeitung und Derivatisierung	5
3	Identifizierungskriterien für Verbindungen.....	6
31	Minimalanforderungen	6
4	Quantifizierungskriterien.....	7
5	“Screening” auf unbekannte Verbindungen	7
6	Qualitätssicherungskriterien	8
61	Referenzverbindungen für die Quantifizierung	8
62	Probenahme.....	8
63	Kontrolle des Blindwerts der Analysenmethode	8
63	Analyse von Kontrollproben.....	9
64	Weitere Empfehlungen	9
7	Archivierung und Resultatberichte.....	10
71	Datenlagerung	10
72	Resultatberichte.....	10
8	Ausgewählte Literatur	11
	Annex I.....	12

1 Prinzipielle Anmerkungen

Dieses Qualitätssicherungskonzept berücksichtigt nationale und internationale Normen der Qualitätssicherung, von denen eine Auswahl in der Literaturübersicht am Schluss dieser Wegleitung zitiert sind. Es gilt spezifisch für die Analytik organischer Verbindungen in Oberflächen- und Grundwasser sowie in Bodensickerwässern. Es umfasst sowohl Verbindungen, die im flüssigen als auch festen Aggregatzustand vorliegen und Löslichkeiten im oberen μg - bis mg -Bereich haben. Es ist nicht geeignet für Verbindungen mit einer extrem niedrigen Löslichkeit, welche an partikulärem Material vollständig adsorbiert sind.

Das Qualitätssicherungskonzept integriert alle Schritte der Probenahme (ausgenommen Kriterien für die Wahl des Probenahmestandorts), Probenvorbehandlung, Extraktion, Extraktaufarbeitung, Trennung, Identifizierung und Quantifizierung. Das Konzept bezieht sich auf Analysemethoden, welche auf hochauflösender Gaschromatographie kombiniert mit Massenspektrometrie beruhen. Andere Detektoren ermöglichen es nicht, drei unabhängige Identifizierungskriterien für eine Verbindung gleichzeitig zu erhalten (Retentionszeit, Anwesenheit zweier strukturcharakteristischer Fragmentionen, Intensitätsverhältnis zwischen beiden).

Ausserdem wird auf folgende Punkte aufmerksam gemacht:

- Gemäss CEN ist nur das Qualitätssicherungskonzept verbindlich ("mandatory") während die Anmerkungen rein informativ sind ("informative")
- Das Qualitätssicherungskonzept stellt Minimalforderungen auf, die von allen angewendeten Methoden erfüllt sein müssen. Da Methodenvorschriften meist auf Grundlage von spezifischen Erfahrungen entwickelt und erstellt wurden, dürfen diese verschärfte Anforderungen enthalten, die über das hier vorgelegte Konzept hinausgehen.

2 Elemente des Qualitätssicherungskonzeptes

21 Generelle Kommentare

Das Fundament des beschriebenen Qualitätssicherungskonzeptes ist die Verwendung von internen Referenzstandards, welche zu verschiedenen Zeitpunkten der Probe zugesetzt werden. Ihre Verwendung ist obligatorisch. Mit ihnen können Verluste bei den verschiedenen Stufen der Probenvorbehandlung identifiziert und quantifiziert werden. Sie erlauben ausserdem störende Einflüsse von Probenmatrixresten zu erkennen. Schliesslich werden die zugesetzten Referenzverbindungen als interne Standards bei der Quantifizierung verwendet, wodurch automatisch geringere, akzeptable Probenverluste korrigiert werden. Verluste der Referenzstandards während der Extraktaufarbeitung werden durch den Zusatz eines Wiederfindungsstandards bestimmt. Tabelle 1 gibt eine Übersicht über die Einsatzmöglichkeit solcher interner Referenzstandards.

Das Qualitätssicherungskonzept beinhaltet Anforderungen an die verwendete Methode, welche erfüllt sein müssen, bevor diese für reelle Proben eingesetzt werden darf (**Methodenvalidierung**). Ausserdem verlangt es, dass für jede analysierte Probe eine Aussage über die Zuverlässigkeit des Messresultats gemacht werden kann (**Qualitätskontrolle**). Dafür wurden Identifizierungs-, Quantifizierungs- und Akzeptanzkriterien erstellt, die erfüllt sein müssen.

Tabelle 1. Anwendung und Bezeichnung von probeninternen Referenzstandards

Zeitpunkt des Zusatzes des Standards	Bezeichnung	Funktion
Vor der Probenextraktion	Extraktionsstandard	Korrigiert für Extraktions- und Aufarbeitungsverluste
Vor der Extraktaufarbeitung	Aufarbeitungsstandard	Korrigiert für Aufarbeitungsverluste
Vor der Quantifizierung	Wiederfindungsstandard	Erlaubt die Berechnung der Verluste der vorhergehenden Schritte

22 Methodenvalidation

221 Einleitende Bemerkungen

Bevor eine Methode für die Analyse von Proben verwendet werden kann, muss durch systematische Laboruntersuchungen eine Validierung vorgenommen werden, um zu beweisen, dass die Methode vorgegebene Anforderungen erfüllt. Die angewendete Extrakt-aufarbeitungsmethode ist dabei von der Art der Probenmatrix abhängig, die entfernt werden muss. Ausserdem kann die Zusammensetzung und Menge an störenden Komponenten von Probe zu Probe stark variieren. Deshalb ist es normalerweise nicht möglich, eine genau definierte Aufarbeitungsmethode für alle Proben anzuwenden. Kleinere Anpassungen müssen oft vorgenommen werden. Zusätzlich kann eine Derivatisierung Teil der Analysenmethode sein, deren Ausbeute ebenfalls kontrolliert werden muss. Die Methodenvalidierung soll folgende Punkte umfassen:

- Bestimmung der Selektivität,
- Linearitätsbereich,
- Nachweis- und Quantifizierungsgrenzen,
- Robustheit der Methode in Bezug auf kleine Veränderungen von Methodenparametern oder der Probenzusammensetzung,
- Genauigkeit und Reproduzierbarkeit, und
- Bestimmung der Wiederfindung durch Standardaddition zu einer Probe.

Die Methodenvalidierung kann auch folgende optionale Prozeduren umfassen:

- Vergleich der Analysenresultate mit einer unabhängigen (validierten) Methode;
- Analyse von zertifiziertem Referenzmaterial, und
- Multiple Standardadditionen zu Realproben.

Weiter muss auch gezeigt werden, dass die Methode die nachfolgend aufgeführten Kriterien erfüllt.

222 Probenahme

Die Probenahme beinhaltet kritische Prozeduren, welche zu Kontamination oder zu Verlusten des Analyten führen können. Deshalb müssen die folgenden Schritte während der Methodenvalidierung überprüft werden:

- Blindwerte der Probenahmeflaschen müssen mit ultrareinem Wasser kontrolliert werden, welches darin gleich lang aufbewahrt wird wie wirkliche Proben.
- Adsorptionsverluste der Analyten an die Oberfläche des Probenbehälters können während der Lagerung eintreten. Deshalb sollten als Teil der Methodenvalidierung, analytenfreie Realproben mit Konzentrationen in niedrigen $\mu\text{g/l}$ -Bereich dotiert und deren Wiederfindung nach entsprechender Lagerung bestimmt werden. Die Wiederfindungen sollen mit denjenigen vergleichbar sein, welche für die Analysenmethode festgelegt wurden.

- **Gehalt an partikulärem Material:** Falls nur das Filtrat analysiert wird, muss während der Methodvalidierung bewiesen werden, dass der partikuläre Anteil nicht mehr als 5 % der Analytenmenge des Filtrats enthält. Er muss sonst zusätzlich analysiert werden. Partikuläres Material darf nicht Temperaturen über 40 °C ausgesetzt werden und sollte vorzugsweise durch Dehydratisierung getrocknet werden (z.B. durch wasserfreies Natriumsulfat). Nur informativ: Partikel können stark adsorptive Eigenschaften haben. Deshalb sollte diese Kontrolle bei veränderter Probenzusammensetzung wiederholt werden.

Ausserdem muss die Information, welche das Probenahmeprotokoll in Annex I verlangt, zur Verfügung stehen.

223 Probenextraktion

Die Effektivität aller angewendeten Probenextraktionsmethoden (Flüssig/Flüssigverteilung, Festphasenextraktion etc.) muss folgendermassen dokumentiert werden können:

- Der Extrakt einer nochmaligen Extraktion einer Probe mit der gleichen Methode darf nicht mehr als 5 % der Menge der Verbindung im Erstextrakt enthalten. Dieser Wert muss für alle zu bestimmenden Komponenten erfüllt sein.
- Bestehen Zweifel über die Extraktionseffektivität einer Methode, so muss bewiesen werden können, dass beim Einsatz einer anderen, durch Versuche nachweislich vergleichbaren Methode oder eines anderen Lösemittels, das eine höhere Lösungsmittelstärke aufweist, immer noch die Voraussetzung im vorherigen Paragraph erfüllt ist.
- Für Proben, welche suspendierte Partikel enthalten und/oder einen hohen Anteil an Kolloiden, muss bewiesen werden, dass die Methode den partikeladsorbierten und/oder kolloidgebundenen Anteil vollständig extrahiert.

Die Effektivität der Probenextraktion muss in der Methodenvorschrift dokumentiert sein. Sie muss in regelmässigen Abständen sowie bei Abänderungen erneut kontrolliert werden.

Ausserdem muss die Effektivität der Probenextraktion bei der Methodvalidierung für jede Probe individuell kontrolliert werden, indem geeignete Verbindungen vor der Probenaufarbeitung als Extraktionsstandards zugesetzt werden.

224 Extraktaufarbeitung und Derivatisierung

- Die Wiederfindungsrate aller zu quantifizierenden Verbindungen inklusive Derivatisierung (falls zutreffend) muss bestimmt werden. Sie muss bei der Methodvalidierung im Bereich 70-100 % liegen.

Dieses Methodenkriterium muss bei jeder Abänderung der Aufarbeitungsvorschrift erneut kontrolliert und dokumentiert werden. Zusätzlich muss die Aufarbeitung jeder Probe individuell kontrolliert werden, indem geeignete Verbindungen vor der Extraktaufarbeitung als Aufarbeitungsstandards zugesetzt werden.

3 Identifizierungskriterien für Verbindungen

31 Minimalanforderungen

Die folgenden Bedingungen müssen für die massenspektrometrische Detektion von Verbindungen erfüllt werden:

- Für jede Verbindung müssen mindestens zwei Ionen registriert werden. Dies können zwei verschiedene, vorzugsweise intensive strukturspezifische Fragmente oder z.B. zwei Ionen eines Chlorisotopenmusters des Molekülions sein.
- Dies gilt sowohl für nichtmarkierte ^{12}C -Verbindungen als auch für zugesetzte ^{13}C - und/oder ^2H -isotopenmarkierte Verbindungen (Isotopenverdünnungsanalyse).

Eine Verbindung kann nur als eindeutig nachgewiesen bezeichnet werden, wenn alle nachfolgenden Kriterien erfüllt sind:

- Das Intensitätsverhältnis zwischen Isotopen- oder Fragmentionen muss innerhalb von 20 % des theoretischen Wertes liegen oder darf nicht mehr als 20 % vom Verhältnis abweichen, das für einen Kalibrierstandard erhalten wurde.
- Relative Retentionszeiten in Bezug auf einen internen Standard dürfen nicht mehr als $\pm 0,3$ % von denjenigen eines Kalibrierstandards abweichen. Die Retentionszeit einer ^{12}C -Verbindung muss innerhalb eines Zeitfensters von $\pm 3/0$ s liegen in Bezug auf die Retentionszeit der entsprechenden ^{13}C -markierten Substanz.
- Das Signal-zu-Rauschenverhältnis der Rohdaten wie in Abbildung 1 beschrieben, sollte mindesten 3:1 betragen. Eine Rauschglättung über 3 Messpunkte ist erlaubt. Das Rauschen wird innerhalb eines Zeitfensters gemessen, welches der zehnfachen Signalbreite auf halber Höhe entspricht. Ungeglättete Rauschspitzenwerte werden zur Berechnung genommen.

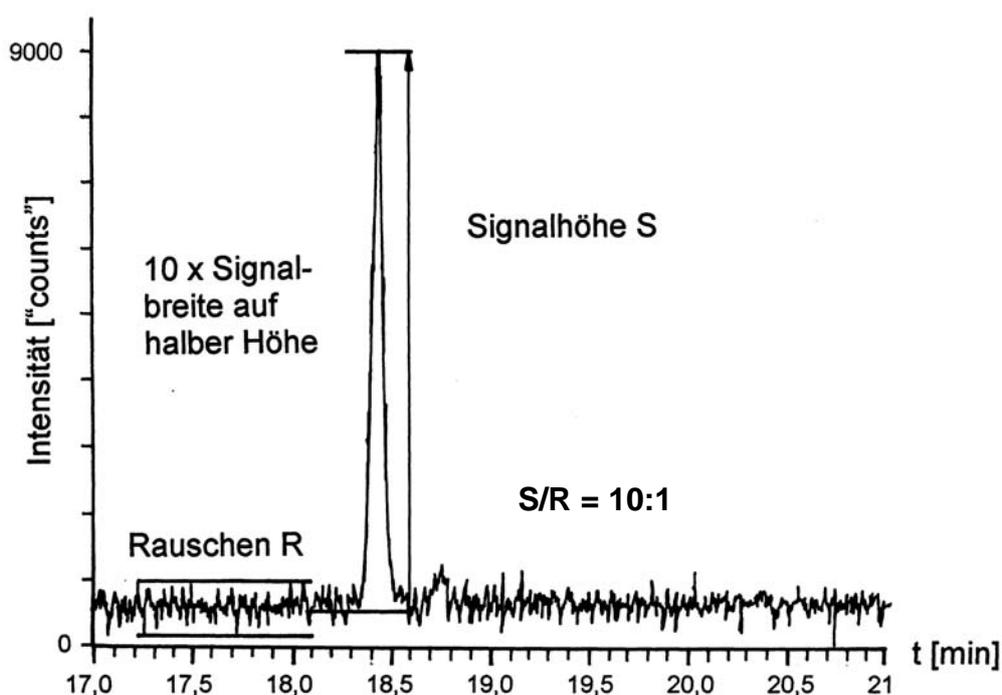


Abbildung 1: Definition und Bestimmung des Signal-zu-Rauschenverhältnisses. Dieses beträgt im gezeigten Fall 10:1.

4 Quantifizierungskriterien

Wegen nicht auszuschliessender Störeffekte durch Matrixreste, darf nur nach der **internen Standardmethode** quantifiziert werden. Zusätzlich zu den in Abschnitt 3 beschriebenen Identifizierungskriterien, müssen folgende Quantifizierungskriterien erfüllt sein:

- Die chromatographische Trennsäule muss die Verbindung von allen anderen störenden Signalen mit mindesten 25 % Tal trennen bezogen auf die Signalhöhe des Quantifizierungssignales.
- Die Wiederfindungsrate der vor der Extraktaufarbeitung zugesetzten internen Standardverbindungen muss innerhalb von 50-100 % liegen.
- Das Signal/Rauschverhältnis der internen Standards muss für eine quantitative Analyse mindestens 20:1 sein.
- Der Unterschied zwischen den Konzentrationen der zur Probe zugesetzten internen Standardverbindungen und den berechneten Konzentrationen der Probenverbindungen darf einen Faktor 20 nicht überschreiten.
- Die Linearität des Messbereiches (mindestens zwei Zehnerpotenzen) muss innerhalb $\pm 5\%$ liegen (Standardabweichung des Koeffizienten einer linearen Regression über minimum 5 Messpunkte, die den gesamten Messbereich decken).
- Die berechnete Konzentration einer Verbindung muss mindestens zehnmal grösser sein als der Blindwerte der gesamten Methode inklusive Extraktion, Extraktaufarbeitung und quantitative Analyse.
- Die Signalform des gaschromatographischen Signals einer Verbindung muss durch mindestens 10 Messpunkte definiert sein. Andernfalls ist die Signalform nicht ausreichend beschrieben, und korrekte Signalflächen oder -höhen können nicht genau genug berechnet werden.

5 “Screening” auf unbekannte Verbindungen

Die folgenden Bedingungen müssen erfüllt sein:

- Ein Extraktionsstandard muss der Probe zugesetzt werden, welcher die typischen Stoffeigenschaften der zu extrahierenden Verbindungen besitzt (z.B. in Bezug auf Polarität, Säure-/Baseeigenschaften).
- Die Menge der unbekanntes Verbindung wird durch Annahme eines dem Extraktionsstandards identischen Ansprechfaktors abgeschätzt.
- Der Blindwerte der zu identifizierenden Verbindungen darf 10 % der abgeschätzten Konzentrationen nicht übersteigen oder entspricht der Nachweisgrenze.
- Die Identifizierung mit Hilfe von massenspektrometrischen Datenbanken (Spektrenbibliotheken) muss durch eine erfahrene für diesen Zweck speziell geschulte Person durchgeführt werden.
- Der Untersuchungsbericht muss eine prinzipielle Aussage enthalten über die als akzeptabel betrachtete Übereinstimmung zwischen Probenspektrum und Datenbank. Falls die Übereinstimmung für eine Einzelverbindung unter 80 % liegt (oder entsprechende Werte wie z.B. 800), muss ein Kommentar bezüglich der beobachteten Abweichung und deren Konsequenzen bezüglich der Zuverlässigkeit der Identifizierung gemacht werden.

6 Qualitätssicherungskriterien

61 Referenzverbindungen für die Quantifizierung

- Nur Referenzverbindungen oder -lösungen mit einer genau bekannten und wenn möglich zertifizierten Reinheit (Minimum $\geq 95\%$, falls erhältlich $\geq 99\%$) oder Konzentration dürfen verwendet werden.
- Primäre Referenzstandards sollten bei maximal $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ aufbewahrt werden.
- Das Gewicht des Behälters mit der Referenzlösung muss vor Gebrauch bestimmt und eventuell korrigiert werden.
- Konzentrationen von neu hergestellten Verdünnungen müssen gegenüber denjenigen kontrolliert werden, welche zur Zeit verwendet werden. Differenzen und systematische Abweichungen über Zeit dürfen die Messungenauigkeit der Methode nicht überschreiten.

62 Probenahme

- Probenbehälter aus hochwertigem Borsilikatglass sollten wenn immer möglich verwendet werden. Ihre abschliessende Reinigung sollte durch mehrstündiges Ausheizen bei einer Temperatur von $350\text{-}400\text{ }^{\circ}\text{C}$ vorgenommen werden, um Spuren an organischen Verbindungen vollständig zu beseitigen. Dichtungen sollten Teflon-kaschiert sein und vorzugsweise Silikon als Träger verwenden.
- Jede Probenahme im Feld sollte einen Feldblindwert umfassen, bei dem hochreines Wasser aus einem sauberen Behälter in die Probenahmeflasche überführt wird, wobei die gleichen Einrichtungen in der gleichen Umgebung wie für die gesammelten Proben verwendet werden.
- Das Risiko von Verdampfungsverlusten besteht bei der Probenahme für die Analyse von **flüchtigen Verbindungen**. Für diese gelten die spezifischen Prozeduren wie sie in der Methodenbeschreibung angegeben sind wie z.B. die Verwendung spezieller Probenflaschen. Die Prinzipien des Qualitätskontrollkonzeptes gelten hier sinngemäss.

Nur zur Information:

Falls Probenahmeeinrichtungen verwendet werden (Pumpen etc.), besteht das Risiko einer Kontamination durch Proben mit ungewöhnlich hoher Konzentration. Erhöhte Konzentrationen durch Probenkontamination können für Proben, welche nachfolgend genommen werden, nie ausgeschlossen werden. Die Resultate solcher Proben sollten daher entsprechend interpretiert oder sogar verworfen werden. Ausserdem sollten routinemässig Schläuche etc. vor der Probenahme an einem neuen Ort gewechselt werden.

63 Kontrolle des Blindwerts der Analysenmethode

Die Blindwerte für alle zu quantifizierenden Verbindungen müssen für die vollständige Analysenmethode (Extraktion/Extraktaufarbeitung/Trennung/Quantifizierung) kontrolliert werden, wenn eine der folgenden Situationen eintritt:

- Nach 10 Analysen von Proben.
- Falls der Blindwert zwei oder mehr Grössenordnungen niedriger ist als die Messwerte, kann die Anzahl Proben zwischen Blindwerten auf zwanzig erhöht werden.
- Nach grösseren Veränderungen der Extraktions- oder Extraktaufarbeitungsmethode inklusive:
 - Anwendung neuer oder modifizierter Geräte,
 - in Gebrauchnahme neuer Lösemittel- oder Adsorbentchargen.
- Nach der Analyse von Proben mit unerwartet hohen Konzentrationen, die den mittleren Konzentrationsbereich der bisher analysierten Proben um das Zwanzigfache überschreiten.
- Feldblindwerte sollten für jede Probenahme genommen werden (siehe 222 und 62).

Die Resultate einer Blindprobe müssen folgende Kriterien erfüllen, um akzeptiert werden zu können:

- Die Blindwerte aller zu quantifizierenden Verbindungen entsprechen der Nachweisgrenze bei einem Signal-zu-Rauschenverhältnis von 3:1, oder die gefundenen Werte sind mindesten einen Faktor 10 niedriger als die niedrigsten zu erwartenden Werte in realen Proben.
- Die Wiederfindungsrate der zugesetzten internen Standardverbindungen liegt innerhalb von 50-100 %.

63 Analyse von Kontrollproben

Ein zertifiziertes Referenzmaterial oder ein Anteil einer grossen Menge eines homogenen Rohextrakts muss mindesten 5-10 Mal pro Jahr analysiert werden. Die Resultate sollten die folgenden Kriterien erfüllen:

- Die Standardabweichung der jährlichen Kontrollserie sollte die Präzision nicht überschreiten, die bei früheren Serien beobachtet wurde.
- Die absolute Abweichung zwischen den jährliche Mittelwerten sollte der Genauigkeit der Methode entsprechen. Es darf kein systematischer Trend beobachtet werden.

64 Weitere Empfehlungen

- **Resultatkontrolle durch eine unabhängige Methode:** Es wird empfohlen, die verwendete Quantifizierungsmethode für eine ausgewählte Anzahl von Proben mit einer zweiten unabhängigen Technik (z.B. unterschiedliche Aufarbeitungen und/oder eine zweite stationäre Phase) zu vergleichen.
- **Ringversuche:** Die Vergleichbarkeit von Resultaten zwischen Laboratorien soll kontrolliert werden. Rohextrakte (ohne zusätzliche Konzentrationserhöhung) sollten zusammen mit den entsprechenden Quantifizierungsstandards verschickt werden. Die Laboratorien müssen dabei auch die Abweichungen zwischen ihren eigenen Standards und dem mitgelieferten Standard angeben. Unterschiede von bis zu ± 10 % für Standards und ± 20 % für Extrakte werden als akzeptabel angesehen.

7 Archivierung und Resultatberichte

71 Datenlagerung

Die von Akkreditierungsbehörden verlangte Zeitfristen sind aus formellen Gründen immer diesem Dokument übergeordnet.

Fehlen Angaben, so gelten folgende Fristen:

- Schriftliche Informationen über die chromatographische Trennung, Detektoroptimierung und Betriebsparameter müssen mindestens **ein Jahr** aufbewahrt werden.
- Rohdaten, welche die Rekonstruktion dieser Informationen erlauben, müssen mindestens **fünf Jahre** auf einem sicheren elektronischen Speichermedium aufbewahrt werden.
- Der Ausdruck aller Daten, die zur Konzentrationsberechnung einer Probe notwendig sind, muss mindestens **zwei Jahre** aufbewahrt werden.
- Alle für die Rekonstruktion wichtigen Daten müssen mindestens **fünf Jahre** auf einem sicheren elektronischen Speichermedium aufbewahrt werden.

Die gleichen Zeitfristen gelten für Berechnungen und Kontrollen von Kalibrierstandards, Blindwerten und Wiederfindungen.

72 Resultatberichte

Ein Resultatbericht muss folgende Information enthalten:

- Messwerte sind als Menge pro Probemenge anzugeben ohne Abzug von Blindwerten und für die Wiederfindung korrigiert.
- Wiederfindungen von internen Standards, welche vor der Extraktion und/oder Extraktaufarbeitung zugesetzt wurden, müssen aufgeführt sein.
- Resultate, welche nicht alle Qualitätskontrollkriterien erfüllen, müssen bezeichnet werden.
- Detektions- und Quantifizierungsgrenzen müssen spezifiziert und ihre Definition angegeben werden.
- Alle Ausnahmen und Abweichungen von der Standardmethode müssen aufgeführt werden.
- Eine kurze aber präzise Beschreibung der gesamten Methode soll gegeben werden. Eine detaillierte Beschreibung muss auf Verlangen zur Verfügung stehen.

Auf Verlangen muss ausserdem folgende Information zugänglich sein:

- Herkunft und Kontrollprozedur der Quantifizierungs- und Referenzstandards und von zertifiziertem Referenzmaterial.
- Zur entsprechenden Probenserie gemessene Blindwerte inklusive Methoden- und Feldblindwerte.
- Information über die Resultate der Analyse von Kontrollproben, welche während der Messserie durchgeführt wurden und/oder über die Teilnahme an Ringversuchen während des letzten Jahres.

8 Ausgewählte Literatur

- European Standard EN 148-2,3, 1996, Determination of the mass concentration of PCDD/PCDF. Part 2: Extraction and Clean-up. part 3: Identification and Quantification.
- Garfield F.M., Klesta E., Hirsch J., 2000, Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories. AOAC International, Gaithersburg, USA.
- Günzler, 1994, Akkreditierung und Qualitätssicherung in der analytischen Chemie, Springer, Heidelberg, ISBN 3-540-58136-7.
- International Organization for Standardization (ISO), 1998, ISO17025, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories, Geneva, Switzerland.
- Meier, P.C., Zünd, R.E., 2000, Statistical methods in analytical chemistry. Wiley, New York, ISBN 0-471-29363-6.
- Miller J.M., Crowther, J.B. (Editors), 2000, Analytical chemistry in a GMP environment. Wiley, New York, ISBN 0-471-31431-5
- Quevauvillier Ph. (Editor), 1995, Quality Assurance in Environmental Monitoring. Sampling and Sample Pretreatment. VCH Weinheim, Germany.
- Subramanian G. (Editor), 1995, Quality Assurance in Environmental Monitoring. Instrumental Methods. VCH Weinheim, Germany.
- Swiss Agency for the Environment, Forests and Landscape (SAEFL), 2000, Guideline: Quality Assurance Concept, Analysis of PAH, PCB and dioxins in soil. Bern, Switzerland.
<http://www.umwelt-schweiz.ch/buwal/de/medien/publikationen/index.html>
- WELAC Guidance Document No. WGD 2, EURACHEM Guidance Document No. 1, 1993, Accreditation for Chemical Laboratories. Guidance on the Interpretation of the EN 45000 Series of Standards and ISO/IEC Guide 25, April 1993, EURACHEM/WELAC Chemistry Working Group Secretariat, Laboratory of the Government Chemist, Queens Road, Teddington, Middlesex TW11 OLY, United Kingdom.

Annex I

Probenahmeformular für Wasserproben

Name des Projektes:

Person, welche die Probenahme durchführt und Zeugen (falls vorhanden):

Name.

Berufliche Ausbildung und Erfahrung der Person (z.B. x Jahre an Erfahrung mit Wasserprobenahme).

Probenahmeort:

Name der Gemeinde, Kanton.

Flurname.

Kartenkoordinaten, Art der Karte.

Besitzer.

Höhe (Meter über Normalnull).

Skizze oder Fotografie des Probenahmeortes mit eindeutigen Bezeichnungen.

Vermutete Exponierung.

Mögliche Eintragsrichtungen der Exponierung (z.B. auf Karte angeben).

Probenbehälter und Probenahmeeinrichtung:

Präzise Beschreibung des Probenbehälters, der verwendeten Dichtung sowie Vorbehandlungen zur Dekontamination.

Präzise Beschreibung der Probenahmeeinrichtung und des Dekontaminationsverfahrens vor und zwischen jeder Probenahme.

Probenahmebedingungen:

Wetterverhältnisse während der Probenahme inklusive Temperatur.

Wetterverhältnisse der vergangenen 7 Tage vor der Probenahme (z.B. von einer meteorologischen Anstalt).

Fliessverhältnisse während der Probenahme (z.B. von Piezoreservoir, von Überlauf (Durchflussgeschwindigkeit ca. xx L/min)).

Physikalische Daten der Probe:

Volumen.

Turbidität.

Farbe.

Geruch.

Zusätzliche Vorbehandlungen der Probe am Probenahmestandort:

Zusatz von Extraktionsstandard.

Einstellen pH-Wert.

Filtration etc.

Feldblindwert:

Zeitpunkt, Prozedur, zeitlicher Ablauf zwischen Feldblindwert und Probenahme.

Transportdauer und ungefähre Temperatur während des Transportes.