

Fortschreibung der AQS – Maßnahmen durch die Ad-hoc-Arbeitsgruppe Qualitätssicherung - Elbemonitoring (QS-EM) der Flussgebietsgemeinschaft (FGG) Elbe



- Stand: 08.11.2021 -





Einführung

Das Strategiepapier der FGG Elbe zur Koordinierung der Überwachung an ausgewählten Überblicksmessstellen für Oberflächenwasserkörper des deutschen Elbestroms und bedeutender Nebenflüsse beschreibt in Kapitel 4.6 die Verpflichtung und die Notwendigkeit der Durchführung qualitätssichernder Maßnahmen für die im Elbemessprogramm zu untersuchenden chemischen und biologischen Parameter. Neben spezifischen laborinternen Maßnahmen zählen hierzu auch nationale Laborvergleichsuntersuchungen und internationale Feldexperimente als externe Handlungsfelder der analytischen Qualitätssicherung. Deren detaillierte Abschlussberichte werden regelmäßig auf der Homepage der FGG Elbe veröffentlicht und sind über <https://www.fgg-elbe.de/elbe-datenportal.html> abrufbar.

Damit werden die umfangreichen Bemühungen dokumentiert, die eine Grundlage für die Bereitstellung von vergleichbaren Datensätzen sind. Gleichzeitig erhöht sich durch die länderübergreifenden AQS-Maßnahmen auch die Sicherheit der Zustandsbewertung der Wasserkörper gemäß WRRL. In diesen insgesamt erfolgreichen Prozess werden zunehmend auch die Nachbarstaaten Tschechien und Polen eingebunden.

Die nachfolgende Tabelle „AQS-Maßnahmen der Ad-hoc-AG QS-EM“ stellt Informationen über das Parameterspektrum, den Zeitrahmen, die Teilnehmer sowie die Ergebnisse und Schlussfolgerungen aus den jeweiligen Vergleichsuntersuchungen und Feldexperimenten im Überblick zusammen. Sie wird laufend fortgeschrieben.



Abkürzungsverzeichnis

Abf. Stoffe	abfiltrierbare Stoffe
AMPA	Aminomethylphosphonsäure, Hauptabbauprodukt von Glyphosat
AOX	adsorbierbare organisch gebundene Halogene
BDE	bromierte Diphenylether
BfG	Bundesanstalt für Gewässerkunde
BG	Bestimmungsgrenze
BTEX	Benzol, Toluol, Ethylbenzol und die Xylole
Cu	Kupfer
CZ	Tschechische Republik
DDX	Dichlordiphenyltrichlorethan (DDT) und Metabolite
DEHP	Bis(2-ethylhexyl)phthalat
EDTA	Ethylendiamintetraacetat
Fe	Eisen
HBCDD	Hexabromcyclododecan
HCH	Hexachlorcyclohexan
IKSE	Internationale Kommission zum Schutz der Elbe
LHWK	Leichtflüchtige halogenierte Kohlenwasserstoffe
MP	Messprogramm
MU	Mittelwert
o-PO ₄	Ortho-Phosphat
OZV	Organozinnverbindungen
PAK	polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe
PCB	Polychlorierte Biphenyle
PFOS	Perfluoroctansulfonsäure
PL	Republik Polen
PN	Probenahme
p,p`-DDT	1,1,1-Trichlor-2,2-bis(p-chlorphenyl)-ethan
QS	Qualitätssicherung
RL 2013/39/EU	Richtlinie des Europäischen Parlaments und des Rates über Umweltqualitätsnormen im Bereich der Wasserpolitik
RSD	relative Standardabweichung
SHKW	schwerflüchtige halogenierte Kohlenwasserstoffe
SM	Schwermetalle
STD	Standardabweichung



TOC	gesamter organischer Kohlenstoff
U	Uran
UQN	Umweltqualitätsnorm
V	Vanadium
Zn	Zink



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
1	AOX Elemente BTEX LHKW	Vergleichsuntersuchung am Grenzprofil Schmilka/Hřensko mit gemeinsamer Probenahme im Rahmen eines IKSE-Termins	PN: 12.05.2004 Analytik	Tschechien, SN Tschechien, SN, ST	<ul style="list-style-type: none">• Vergleich besitzt hohe Aussagekraft• Bei Mehrzahl der Parameter gute Übereinstimmung• Erhebliche Abweichungen insbesondere bei einzelnen Elementen, Toluol, Chloroform und AOX• Die Differenzen bei der monatlichen Bestimmung von Chloroform am Grenzprofil zwischen SN und Povodi Labe konnten nicht geklärt werden• Fortsetzung wurde empfohlen, mit Einbeziehung weiterer Stoffe
2	Nährstoff- und Summenparameter Elemente BTEX LHKW Nitroaromaten Mikrobiologische Parameter	Vergleichsuntersuchung am Grenzprofil Schmilka/Hřensko mit gemeinsamer Probenahme im Rahmen eines IKSE-Termins	PN: 02.02.2005 Analytik	Tschechien, SN, ST Tschechien, SN, ST, HH	<ul style="list-style-type: none">• Bis auf einzelne abweichende Befunde wurde eine gute Übereinstimmung erzielt.• Stärkere Abweichungen traten beim TOC, EDTA, Nitrobenzenen und Toluol auf.• Die aufgetretenen Streuungen bei den Schwermetallen werden auf die unterschiedliche Handhabung der Probenaufbereitung zurückgeführt.• Fortsetzung der Maßnahme wurde für wichtig erachtet, möglichst im jährlichen Abstand
3	TOC, AOX Elemente SHKW PAK Zinnorganika	Vergleichsuntersuchung schwebstoffbürtiges Sediment	22.06.2005	Tschechien, SN, ST, NI, HH	<ul style="list-style-type: none">• Gute Übereinstimmung beim AOX und den Elementen• Erhebliche Abweichungen bei einem Labor bei den SHKW• Größere Streuungen bei den PAK und Zinnorganika (Analytik nur durch 3 deutsche Labore)• SHKW, PAK und Zinnorganika erwiesen sich als kritische Parameter• Fortsetzung der Maßnahme notwendig
4	Zinnorganika	Vergleichsmessung von 3 Fließgewässerproben von Spittelwasser, Mulde und Elbe	Juli 2007	HH, SN, NI, ST, 2 Auftragslabore	<ul style="list-style-type: none">• Starke Schwankungen der Ergebnisse• Starke Schwankungen bei Doppelbestimmungen der Labore• UQN wurde nicht erreicht• Fortsetzung der QS-Maßnahme durch Analytik einer Standardlösung zur Ausschaltung von Matrixeffekten



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
5	IKSE-MP 2007	Vergleichsuntersuchung am Grenzprofil Schmilka/Hřensko mit gemeinsamer Probenahme im Rahmen eines IKSE-Termins	PN: 05.09.2007 Analytik	SN, ST, Tschechien SN, ST, NI, HH, BfG, Tschechien	<ul style="list-style-type: none"> • Erstmals Einbeziehung Elemente gelöst • Abweichungen tolerierbar • Einfluss der Art des Aufschlusses bei Elementbestimmung erkennbar • Zu geringe Teilnahme bei der Analytik organischer Parameter • Empfehlung: Fortsetzung der Maßnahme als Feldexperiment
6	Zinnorganika	Vergleichsmessung mit einem verdünnten Mischstandard – Konzentration wesentlich höher im Vergleich zur UQN	29.01.2008	SH, HH, NI, ST, SN, TH, 4 Auftragslabore	<ul style="list-style-type: none"> • Relative Standardabweichung bis max. 34 % in Abhängigkeit von Einzelparameter • Analytik ist störanfällig insbesondere in sehr niedrigen Konzentrationsbereichen • Empfehlung zur Fortsetzung der Maßnahme am Schwebstoff
7	SHKW	Vergleichsuntersuchung von Monatsmischproben der Gütestationen an der Elbe zwischen den zuständigen Länderlaboren und zwei von der HPA Hamburg beauftragten Laboren	Februar 2008	SN, ST, NI, HH, BB, 2 Auftragslabore	<ul style="list-style-type: none"> • Hohe Unterschiede bei den DDT-Verbindungen bei Station Schnackenburg • Abweichungen bei den HCH-Isomeren bei Gütestation Cumlosen • Empfehlung zur Fortsetzung der QS-Maßnahmen
8	SHKW OZV	Probe von Schwebstoffzentrifuge Elbe Tangermünde	19.-21.08. 2008	SN, ST, NI, BBB, B, HH, SH, TH, BfG, 4 Auftragslabore, 4 tschechische Labore	<ul style="list-style-type: none"> • Teilweise erhebliche Abweichungen bei den SHKW • Verbesserung der Qualität bei den OZV erkennbar auf Grund der vorangegangenen QS-Maßnahmen • Nutzung der Proben zur weiteren Verbesserung der Analytik in den Laboren • Empfehlung zur Fortführung der Maßnahme SHKW an neuem Schwebstoff-/Sedimentmaterial
9	Elemente BDE PAK SHKW SHKW	Vergleichsuntersuchung Sediment Elbe bei Hitzacker Standard	25.06.2009	SN, ST, NI, B, BB/BE, MV, HH, SH, TH, BfG, 4 Auftragslabore,	<ul style="list-style-type: none"> • Elemente: sehr gute Reproduzierbarkeit • SHKW: Standard gute Ergebnisse • SHKW: beim Schwebstoff teilweise unplausible Werte; in niedrigen Konzentrationsbereichen hohe Standard-



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
				3 tschechische Labore	<p>abweichungen: Einige Labore müssen Analytik überprüfen</p> <ul style="list-style-type: none"> • PAK: Standardabweichungen < 50 % • BDE: starke Schwankungen, wenige Ergebnisse • Weiterer Bedarf an QS-Maßnahmen für HCH`s und BDE
10	<p>Vor-Ort-Parameter Abf. Stoffe TOC AOX SHKW PAK Arzneistoffe Komplexbildner Elemente_{gesamt} Elemente_{gelöst}</p>	<p>1. gemeinsames Feldexperiment im Rahmen der IKSE an der Elbe in Magdeburg (D)</p> <p>Probenahme durch die Ländervertreter</p> <p>Analytik der selbst entnommenen Proben und Untersuchung einer homogenisierten Vergleichsprobe auf Elemente_{gesamt}</p>	31.08.- 01.09.2009	SN, ST, NI, BB/BE, HH, SH, TH, 5 tschechische Labore	<ul style="list-style-type: none"> • Vor-Ort-Parameter, abf. Stoffe und TOC: Messunsicherheit gering • AOX: relative hohe Schwankungen • SHKW: keine Befunde; nicht relevant für Elbe • PAK: Konzentration nahe BG, durchschnittliche RSD < 50 %; teilweise Probleme bei Erreichen der BG < 30 % UQN • Arzneistoffe : Untersuchungsspektrum nur teilweise abgesichert; Abweichungen im Rahmen • Komplexbilder: RSD < 50 % • Elemente_{gesamt}: Schwankungsbreite der RSD für die einzelnen Elemente sehr gut, Durchschnitt 19 % • Elemente_{gelöst}: Ergebnis für den ersten Praxistest sehr gut, durchschnittliche RSD 23 %; Filterproblem beim Bor • Empfehlung zur Wiederholung des Experiments in 2 Jahren
11	<p>Glyphosat AMPA Glufosinat</p>	Vergleichsuntersuchung Elbwasser und Standardlösungen	März 2010	SN, TH, NI, HH, 2 Auftragslabore	<ul style="list-style-type: none"> • RSD bei Glyphosat und AMPA < 50 % • RSD bei Glufosinat höher • Hohe Streuung der Einzelwerte bei den Doppelbestimmungen • Mehrbefunde im Vergleich zu den Sollwerten • Labore müssen Analytik kritisch betrachten • Werte jedoch wesentlich niedriger als UQN → Ergebnisse nicht bewertungsrelevant → keine Fortsetzung der Maßnahme erforderlich



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
12	Elemente in < 20 µm- und < 63 µm-Fraktion	Vergleichsmessung Elbsediment Leopoldhafen Dessau	14.07.2010	SN, ST, TH, NI, BB/BE, HH, SH, BY, BfG	<ul style="list-style-type: none"> • Elementgehalt in < 63 µm-Fraktion ca. 10-20 % niedriger als in < 20 µm-Fraktion • RSD bei allen Elementen < 20 % • Bei Anwendung der innerhalb der IKSE vereinbarten Analysenbedingungen (Nasssiebung und Ultraschallanwendung, mikrowellengestützter Aufschluss im geschlossenen System mit HNO₃/HCl oder HNO₃/H₂O₂) ist Vergleichbarkeit der Länderdaten gewährleistet • Weitere AQS-Maßnahmen derzeit nicht erforderlich
13	<u>Wasser:</u> Vor-Ort-Parameter Abf. Stoffe TOC AOX Nährstoffe Anionen LHKW SHKW PAK Pestizide+Metabolite Arzneistoffe Haloether OZV PFOS Gyphosat/AMPA Komplexbildner Elemente _{gesamt} Elemente _{gelöst} <u>Sediment:</u> AOX TOC SM SKHW PAK	2. gemeinsames Feldexperiment im Rahmen der IKSE an der Elbe in Valy (CZ) Probenahme durch die Ländervertreter Analytik der selbst entnommenen Proben und Untersuchung einer homogenisierten Vergleichsprobe (nur Elemente) Untersuchung einer gefrosteten und einer gefriergetrockneten Sedimentprobe	05.-06.09. 2011	SN, ST, NI, BB/BE, HH SH, TH, BfG: nur Sediment, 10 tschechische Labore	<u>Wasser:</u> <ul style="list-style-type: none"> • Vor-Ort-Parameter, abf. Stoffe, TOC, AOX, Nährstoffe, Anionen, Elemente: Messunsicherheit gering, z-Scores nach Ausreißereliminierung <2 • Elemente homogenisierte Probe: z-Scores <2 • SHKW, Haloether, OZV: keine Befunde • PAK: Schwankungsbreite des 1. Feldexperimentes bestätigt • Arzneistoffe : Abweichungen im Rahmen, neue Parameter (Metoprolol, Clarithromycin, Tramadol) gut aber wenig Teilnehmer • PFOS, Glyphosat/AMPA: sehr gut <u>Sediment:</u> gefriergetrocknete Probe: <ul style="list-style-type: none"> • SM z-Scores <2 • PAK, PCB, DDX: starke Streuungen, z.T. z-Score >2 • BDE: wenig Positivbefunde, starke Streuung gefrostete Probe: <ul style="list-style-type: none"> • SM z-Scores <2 • SM: Vergleich der Gehalte in <20µm- und <63µm-Fraktion => c₆₃ = 0,8*c₂₀ außer V und U • Organik: Streuungen vergleichbar mit gefriergetrockneter Probe



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
	OZV BDE DEHP				
14	Organik (SHKW, PAK, OZV, BDE, Chloralkane) in < 2 mm und < 63 µm-Fraktion	Vergleichsmessung Elbesediment Leopoldhafen Dessau	06/2012	SN, ST, TH, NI, BB/BE, HH, SH, BY, BfG, 2 deutsche Auftragslabore 4 tschechische Labore	Hintergrund: Prüfung, ob sich die Standardabweichungen in der Gesamtfraktion und der Fraktion < 63µm unterscheiden Fazit: <ul style="list-style-type: none"> Für die untersuchten organischen Stoffe im Elbesediment ergeben sich keine Unterschiede der Mittelwerte bei Untersuchung der Gesamtfraktion oder der < 63 µm-Fraktion. In 15 Fällen ergeben sich signifikante Unterschiede der Standardabweichung, diese ist in der < 63 µm-Fraktion immer größer. Auf der Grundlage dieses Ringversuches an Elbesediment ist es nicht zu empfehlen, die organischen Parameter in der Sedimentfraktion < 63 µm zu untersuchen.
15	<u>Wasser:</u> Vor-Ort-Parameter Nährstoffe Anionen Cyanid SHKW N-Pestizide Arzneistoffe OZV Elemente <small>gesamt</small> Elemente <small>gelöst</small> <u>Sediment:</u> TOC SKHW PAK OZV Chloralkane	3. gemeinsames Feldexperiment im Rahmen der IKSE an der Mulde in Dessau (D) Probenahme durch die Ländervertreter Analytik der selbst entnommenen Proben Untersuchung einer gefriergetrockneten Sedimentprobe	09.-10.09. 2013	SN, ST, NI, BB/BE, HH, TH SH, MV, BfG: nur Sediment, 5 tschechische Labore	<u>Defizite in der Matrix Wasser:</u> Größere Schwankungen treten bei der Analytik von o-PO ₄ , β-HCH und Dibutylzinn auf. Cu und Fe gesamt und gelöst: Kontaminationen bei der Probenahme möglich (Cu: RSD mit ca. 40 % zu hoch); Zn, V und As in gelöster Form liegen ebenfalls leicht über 20 % RSD. <u>Defizite in der Matrix Schwebstoff</u> Die Bestimmung des Anteils der < 20 µm Fraktion unterliegt großen Schwankungen. Die Parametergruppe Trichlorbenzene ist durch 8 auffällige Werte (Minderbefunde) bei 4 Laboren gekennzeichnet. Bei den chlorierten Pestiziden gibt es beim p,p'-DDT größere Schwankungen. In der Gruppe der PCB-Kongenere 28-118 liegen die RSD wesentlich über der Vorgabe von 40%. Bei den 15 PAK bestehen bei 3 Einzelverbindungen größere



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
					Abweichungen. Bei den Elementen trifft dies für Hg zu. Bei den Zinnorganika (OZV) gibt es erhöhte Schwankungen bei den Mono-, Di- und Tetrabutylverbindungen. Die Bestimmung der Chloralkane muss dahingehend verbessert werden, dass an der Verringerung der BG gearbeitet wird und dass falsch Positivbefunde ausgeschlossen werden.
16	Organik (TOC, SHKW, PAK) in < 2 mm und < 63 µm-Fraktion	Vergleichsmessung Elbsediment	10/2013	SN, ST, TH, NI, BB/BE, HH, SH, BY, BfG, BW, RP	Hintergrund: Prüfung des Einflusses der Abtrennung der Fraktion < 63 µm (nach BfG-Methode oder Hausmethode) Fazit: <ul style="list-style-type: none"> • TOC: vergleichbare STD < 20% für alle Verfahren • PAK: STD und MU bei Ergebnissen Gesamtprobe und < 63BfG gut, hohe STD >50% bei < 63Hausverfahren • PCB: STD+MU bei Ergebnissen Gesamtprobe schlechter als bei beiden Verfahren < 63 µm • HCH: vergleichbar hohe STD 45% für alle Verfahren • DDX: hohe STD >50% für Gesamtprobe, >60% für beide Verfahren < 63 µm → kein Trend feststellbar
17	Organik (TOC, BDE, DEHP) in < 2 mm-Fraktion	Vergleichsmessung Sediment Saar (gefriergetrocknet, <2mm gesiebt, gemahlen, homogenisiert)	01/2015	SN, ST, TH, NI, BB/BE, HH, SH, BfG	Fazit: <ul style="list-style-type: none"> • Relative Standardabweichungen der einzelnen BDE-Kongenerne liegen zwischen 23 % und 46 % (BDE183 mit n=3 statistisch nicht auswertbar) • Relative Standardabweichung des DEHP liegt ohne Eliminierung der Ausreißer bei 43 % • Die relativen Standardabweichungen liegen damit im üblichen Bereich für organische Parameter in Laborvergleichsanalysen
18	Organik (TOC, Chlorbenzene, Hexachlorbutadien) in < 2 mm-Fraktion	Vergleichsmessung Sediment Spittelwasser (gefriergetrocknet)	06/2015	SN, ST, TH, NI, BB/BE, HH, SH, BfG	Fazit: <ul style="list-style-type: none"> • alle Ergebnisse unter der Qualitätsschwelle von 40 % relativer Standardabweichung (16,6 % bis 35,8 %) • TOC: STD <10%.



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
19	<u>Wasser:</u> Vor-Ort-Parameter Nährstoffe PCB Komplexbildner Neue Stoffe der RL 2013/39/EU Watchlistparameter Silber _{gesamt} Silber _{gelöst} <u>Sediment:</u> TOC SKHW PAK OZV DEHP Chloralkane HBCDD SM <20 µm SM <63 µm	4. gemeinsames Feldexperiment im Rahmen der IKSE an der Elbe in Kolín (CZ) Probenahme durch die Ländervertreter Analytik der selbst entnommenen Proben Untersuchung einer gefriergetrockneten Sedimentprobe	07.-08.09. 2015	SN, ST, NI, BB/BE, HH, TH, SH: nur Sediment 5 tschechische Labore	<u>Wasser:</u> STD von o-PO4 deutlich besser als beim Feldexperiment 2013 Silber: nur 5 Befunde für Silber _{gesamt} , sehr gute Übereinstimmung bei Gehalten <0,03µg/l PCB, Neue Stoffe RL 2013/39/EU und Watchlistparameter: kaum Befunde <u>Schwebstoff</u> Bestimmung des Anteils der < 20 µm und < 63 µm Fraktion unterliegt weiterhin großen Schwankungen Große Streuungen auch bei DDX, PCB, PAK, OZV, DEHP → Veranstalter schließt Inhomogenität des Probenmaterials nicht aus Chloralkane: keine Befunde SM: STD der Fraktionen < 20 µm und < 63 µm vergleichbar, Vergleich der Gehalte in < 20 µm- und < 63 µm-Fraktion → c63 = 0,9*c20, damit Ergebnis des 1. Feldexperimentes 2011 bestätigt
20	Triclosan Diflufenican Bentazon <u>Neonicotinoide:</u> Imidacloprid Thiacloprid Thiamethoxam Clothianidin Acetamiprid	Vergleichsuntersuchung Watchlistparameter in Wasser	11/2016	SN, ST, TH, NI, BB/BE, HH, SH, BfG, 1 Auftragslabor	Die Vergleichsstandardabweichung liegt für alle Parameter unter 40%. Die Festlegung für die Bewertung von Feldexperimenten und Vergleichsuntersuchungen wurde damit erfüllt.
21	<u>Wasser:</u> Vor-Ort-Parameter, Nährstoffe, Summenparameter, Schwermetalle,	5. gemeinsames Feldexperiment im Rahmen der IKSE und der Grenzgewässerkommission D-PL an der Lausitzer Neiße in Görlitz (D)	12.-13.06. 2017	je 7 deutsche, tschechische und polnische Labore	Am 5. Feldexperiment 2017 nahmen erstmalig staatliche Labore aus Deutschland, Polen und Tschechien teil. Im Vergleich zu vorangegangenen Feldexperimenten gab es keinen Trend zur Verschlechterung der Vergleichbarkeit der Analysenergebnisse.



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
	organische Spurenstoffe	Probenahme durch die Ländervertreter, Analytik der selbst entnommenen Proben			<p>Hinsichtlich der Bewertung auf der Basis der Vergleichsstandardabweichung wurden die Qualitätsziele der Hydrochemiker der Expertengruppe „Oberflächengewässer“ (SW) der IKSE sowie der ad-hoc AG QS-EM der FGG Elbe zugrunde gelegt, was zu folgenden Ergebnissen führte:</p> <p>Parameter mit Limit für Vergleichsstandardabweichung von 20%: 40 physikalisch-chemische und anorganische Parameter sowie Summenparameter, davon < 20%: 26 Parameter (65%) davon > 20%: 6 Parameter (15%), z.B. Schwermetalle, Ammonium-N, BSB₅ statistisch nicht auswertbar: 8 Parameter (20%)</p> <p>Parameter mit Limit für Vergleichsstandardabweichung von 40%: 44 organische Parameter, davon < 40%: 7 Parameter (16%) davon > 40%: 6 Parameter (14%) z.B. NTA, AMPA, Metazachlor OA-Metabolit, Metolachlor ESA-Metabolit, Nicosulfuron und Fluoranthen statistisch nicht auswertbar: 31 Parameter (70%).</p> <p>Die Qualität der ermittelten Messwerte ist ein Beleg für die gute Vergleichbarkeit der Daten in den internationalen Einzugsgebieten der Elbe und der Oder. Der große Parameterumfang liefert eine wertvolle Basis zum Nachweis des hohen Niveaus der Analytik, aber auch zum Erkennen von Defiziten und Verbesserungsmöglichkeiten. Daher wird die Weiterführung des Feldexperimentes als Qualitätssicherungsmaßnahme 2019 im Rahmen des Internationalen Messprogramms Elbe mit einer erneuten Teilnahme der staatlichen Labore aus Polen empfohlen.</p>



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
22	<u>Sediment:</u> BDE (28, 47, 99, 100, 153, 154, 183, 209) DEHP	Vergleichsuntersuchung BDE und DEHP im gefriergetrockneten Sediment der Saale	07/2017	SN, ST, SH, TH, HH, NI, BB/BE, BfG, unter Einbindung von Auftragslaboren	Die Vergleichsstandardabweichung für DEHP liegt unter 40%. Das Qualitätskriterium für die Vergleichbarkeit der Ergebnisse der Länderlabore für DEHP wurde damit gut erfüllt. Für die BDE wurden bis auf ein Labor Gehalte kleiner Bestimmungsgrenze erhalten, bzw. es konnten aufgrund von Störungen bei der Messung keine Ergebnisse ermittelt werden. Die Vergleichsuntersuchung für die BDE soll daher noch in 2018 an einem weiteren Sediment wiederholt werden.
23	<u>Sediment:</u> BDE (28, 47, 99, 100, 153, 154, 183, 209)	Wiederholung der Vergleichsuntersuchung BDE im gefriergetrockneten Sediment aus NRW	05/2018	SN, SH, TH, HH, NI, BfG, NRW	Von der überwiegenden Anzahl der Labore wurden Gehalte oberhalb der Bestimmungsgrenzen ermittelt. Die Vergleichsstandardabweichung lag für alle Einzelsubstanzen unter 40%. Die gute Vergleichbarkeit der in den Länderlaboren ermittelten Daten ist somit sichergestellt.
24	<u>Wasser:</u> Vor-Ort-Parameter, Nährstoffe, Summenparameter, Schwermetalle, organische Spurenstoffe (wie PBSM, AZM, OZV)	6. gemeinsames Feldexperiment im Rahmen der IKSE und der Grenzgewässerkommission D-PL in Celakovice (CZ) an der Elbe; Probenahme und Analytik durch die landeseigenen- bzw. staatlichen Labore	10.-11.09. 2019	Je 7 deutsche, tschechische und polnische Labore	Untersuchung auf 119 Einzelstoffe, davon 81 organische Parameter. Einhaltung des Qualitätskriteriums Vergleichsstandardabweichung (RSD) < 20 %, bei 89 % aller Vorort-, Summenparameter, Nährstoffe und Salze. Metalle: Untersuchung von 11 Elementen, in der Gesamtprobe, einer Vorort filtrierten und zusätzlich am Folgetag der Probenahme einer im Labor filtrierten Probe. Es wurden keine signifikanten Unterschiede bei den Filtrationen Vorort und im Labor nachgewiesen. Mit Ausnahme beim Parameter Kupfer, wurden keine Blindwerte durch die Probenahme eingetragen. Defizite:



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
					<p>Überschreitung des Qualitätskriteriums RSD < 20 % bei Kupfer, Zink, Eisen, Blei, Mangan.</p> <p>Organische Parameter: Bei 86 % aller Parameter lagen die Gehalte in der Probe unterhalb der Bestimmungsgrenzen der Labore bzw. die Stoffe wurden nicht analysiert. Mit Einhaltung des Qualitätskriteriums, RSD < 40 %, gute Vergleichbarkeit der Laborergebnisse bei Pflanzenbehandlungs-, Arzneimitteln, PFOS.</p> <p>Defizite: Größere Abweichungen bei einigen PAK, vergleichbar mit vorhergehenden Vergleichsuntersuchungen. Das Feldexperiment wurde insgesamt erfolgreich abgeschlossen, eine Vergleichbarkeit der Messergebnisse der Elbelabore ist grundsätzlich sichergestellt. Die Defizite sollten weiterhin i.R. des kontinuierlichen internationalen Expertenaustausches behandelt werden.</p>
25	<p><u>Sediment:</u> TIC, TOC, N ges., Anteil Kornfraktion < 20 µm, < 63 µm, Metalle in beiden Fraktionen PAK, BDE, HCH, DDX, PCB, BDE, OZV, weitere elberelevante Schadstoffe und watchlist-Parameter in der Kornfraktion < 2000 µm</p>	<p>Vergleichsuntersuchung Elbesediment; Bereitstellung und Verteilung gefrorener Teilproben durch den tschechischen Veranstalter des 6. Feldexperimentes.</p>	11.09.2019	8 deutsche und 7 tschechische Labore	<p>Bestimmung von 92 Stoffen in drei Kornfraktionen.</p> <p>Fraktion < 2000 µm: Untersuchung von 59 organischen Einzelstoffen, hiervon waren 40 % der Einzelstoffe statistisch auswertbar, da Gehalte oberhalb der Bestimmungsgrenze der Labore gefunden und entsprechende Untersuchungen durchgeführt wurden.</p> <p>Defizite: Der Feinkornanteil der Probe war mit < 15 % sehr gering, das Material war insgesamt inhomogen. Dies führte zu starken Schwankungen bei den Messergebnissen für die PAK, PCB und DDX. Die Qualitätsziele mit einer RSD von < 50 % wurden vielfach nicht erreicht.</p>



Lfd. Nr.	Parameter	Maßnahme	Zeitraum	Teilnehmer	Ergebnis
					<p>Fractionen < 63 µm und < 20 µm: Untersuchung von 33 Metallen, gute Vergleichbarkeit bei 70 % aller Messergebnisse.</p> <p>Defizite: Abweichungen bei Aluminium, Antimon, Kalium, Natrium, Selen, Uran, Vanadium.</p> <p>Der Austausch und die Abstimmungen, insb. zu den Probenaufbereitungstechniken für organische Parameter sollten intensiviert werden. Als qualitätssichernde Maßnahme sollten begleitend auch zukünftig weitere Vergleichsuntersuchungen in Sedimentproben durchgeführt werden.</p>
26	<u>Sediment:</u> Pentachlorphenol (PCP), Triclosan, Quinoxifen, Dicofol, Dichlorbenzophenon, Heptachlor sowie ausgewählte EPA-PAK	Vergleichsuntersuchung mit Elbesediment (gefriergetrocknet, <2mm gesiebt und gemahlen) mit bekannten PAK-Gehalten sowie Dotierlösung der weiteren Einzelstoffe, die von den Laboren nach Anleitung vor Analyse zum Sediment dotiert wurde.	10/2019-01/2020	SN, TH, HH, NI, BfG, BB/BE	Die relative Vergleichsstandardabweichung der Parameter Triclosan, Quinoxifen und Heptachlor betrug <50%. Die relative Vergleichsstandardabweichung für die Summe der 15 bestimmten EPA-PAK betrug 18%. Bei den 11 PAK im Fokus dieser Untersuchung bestehen bei 4 Einzelverbindungen Abweichungen oberhalb von 40%, bei den anderen Verbindungen betrug die relative Vergleichsstandardabweichung <40%. Für PCP, Dicofol und Dichlorbenzophenon wurden nicht genügend Ergebnisse für eine Auswertung ermittelt, da manche Labore entweder die Parameter nicht im Untersuchungsprogramm hatten oder die Gehalte unterhalb der Bestimmungsgrenze lagen.