

# ***Analysenverfahren und Qualitätssicherung im marinen Sediment-Monitoring***

***Erfahrungsaustausch***

***4.7. – 5.7.2000***

***Bundesanstalt für Gewässerkunde, Koblenz***

organisiert von der

AG Qualitätssicherung des Bund/Länder-Meßprogramms Nord- und Ostsee



Umweltbundesamt/FG II 3.6, 14191 Berlin, PF 33 00 22

**Inhaltsverzeichnis**

1.	ZUSAMMENFASSUNG .....	3
2.	PROGRAMM DES ERFAHRUNGSUSTAUSCHS.....	4
3.	PROTOKOLL DER DISKUSSION .....	6
3.1.	Analysenverfahren im Sediment-Monitoring .....	6
3.2.	Normierung von Schadstoffgehalten in Sedimenten.....	8
4.	LABORVERGLEICHSUNTERSUCHUNG ZUR BESTIMMUNG VON KOFAKTOREN IN SEDIMENTEN .....	10
4.1.	Ziel der Vergleichsuntersuchung .....	10
4.2.	Untersuchungsumfang.....	11
4.3.	Ablauf der Untersuchungen .....	12
4.4.	Zeitraumen.....	13
4.5.	Schema der Vergleichsuntersuchung .....	14
5.	LITERATURAUSWAHL .....	15

**ANHANG: PRÄSENTATIONEN DER TEILNEHMER**

- Einführung
- Physikalisch-chemische und biologische Methoden zur Charakterisierung der Sedimentmatrix
- Sediment-Daten in der MUDAB - Schadstoffe und Kofaktoren
- Polybromierte Diphenylether (PBDE) – eine neue Klasse umweltrelevanter Schadstoffe
- Sedimentuntersuchungen im IOW
- Ergebnisse von Laborvergleichsuntersuchungen im marinen Sediment-Monitoring

**1. ZUSAMMENFASSUNG**

Ein Bestandteil des Bund/Länder-Meßprogramms Nord- und Ostsee (BLMP) ist die Bestimmung der Konzentration von Schwermetallen und organischen Schadstoffen in Sedimenten. An diesem Routine-Monitoring zur Überwachung der deutschen Meeresumwelt sind verschiedene Laboratorien der Küstenländer und des Bundes beteiligt. Die Vielfalt der verwendeten Analyseverfahren erfordert eine enge Abstimmung zwischen den einzelnen Institutionen, die in den Arbeitsgruppen des BLMP (AG Nordsee, AG Ostsee, AG Qualitätssicherung) erfolgt. Des Weiteren werden zu ausgewählten Parameter/Matrix-Kombinationen sowohl des biologischen als auch des chemischen Monitorings gemeinsame Treffen der beteiligten Laboratorien durchgeführt.

Am 4./5.7.2000 fand in der Bundesanstalt für Gewässerkunde (BfG) Koblenz der Erfahrungsaustausch „Analyseverfahren und Qualitätssicherung im marinen Sediment-Monitoring“ statt. Die Schwerpunkte dieses Treffens waren:

- Vorstellung und Diskussion zu den im BLMP verwendeten Analyseverfahren,
- Erfahrungen und Diskussion zur internen und externen Qualitätssicherung sowie Ergebnisse von Laborvergleichsuntersuchungen und ihre Bewertung,
- Information über neue, umweltrelevante Schadstoffe,
- Normierung von Schadstoffgehalten in Sedimenten und
- die Planung einer Laborvergleichsuntersuchung zur Bestimmung von Kofaktoren in Sedimenten.

Dieser Bericht ist eine Zusammenfassung der auf diesem Erfahrungsaustausch geführten Diskussionen und vorgestellten Präsentationen und enthält des Weiteren die Aktualisierung der geplanten Laborvergleichsuntersuchung zur Bestimmung von Kofaktoren in Sedimenten.

Die AG Qualitätssicherung im BLMP Nord- und Ostsee bedankt sich bei allen Teilnehmern dieses Treffens.

## **2. PROGRAMM DES ERFAHRUNGSUSTAUSCHS**

**Dienstag, 4.7.2000 „Analysenverfahren und Qualitätssicherung“**

- 9.00 Uhr Eröffnung und Einführung P. Woitke
- 9.30 Uhr Bestimmung von zinnorganischen Verbindungen im Rahmen des BLMP-Sediment-Monitorings - Korngrößeneffekte, Querprofile und Methodenvalidierung J. Kuballa
- 10.00 Uhr Polybromierte Diphenylether (PBDE) – eine neue Klasse umweltrelevanter Schadstoffe P. Lepom
- 10.30 Uhr Kaffeepause
- 11.00 Uhr Analysenverfahren im Sediment-Monitoring, Informationsaustausch und Diskussion
- 12.30 Uhr Mittagspause
- 13.30 Uhr Sediment-Daten in der MUDAB - Schadstoffe und Kofaktoren K. Motamedi
- 14.00 Uhr Ergebnisse von Laborvergleichsuntersuchungen im marinen Sediment-Monitoring P. Woitke
- 14.30 Uhr Kaffeepause

**„Normierung von Schadstoffgehalten in Sedimenten“**

- 15.00 Uhr Ergebnisse des QUASH-Teilprojekts Sedimente B. Schubert
- 15.30 Uhr Kofaktoren und Korngrößenverteilung in Sedimenten H. Albrecht
- 16.00 Uhr Informationsaustausch und Diskussion

**Mittwoch, 5.7.2000 „Laborvergleichsuntersuchung - Kofaktoren in Sedimenten“**

- 9.00 Uhr Fortsetzung der Diskussionen vom Dienstag
- 10.30 Uhr Kaffeepause
- 11.00 Uhr Vorstellung und weitere Planung des Untersuchungsprogramms für eine Laborvergleichsuntersuchung zur Bestimmung von Kofaktoren in Sedimenten
- 12.30 Uhr Mittagspause

**3. PROTOKOLL DER DISKUSSION**

### 3.1. Analysenverfahren im Sediment-Monitoring

Die Teilnehmer des Erfahrungsaustauschs stellen die Verfahren im Sediment-Monitoring kurz vor:

- Frau Schubert (BfG) - Anhang

- Herr Albrecht (BSH)

Die Proben werden auf See eingefroren und später gefriergetrocknet. Die Elemente Al, Si, Ca, K und Ni werden nur nach Totalaufschluß (HF/HCl/HNO<sub>3</sub>) bestimmt; Hg, Cd, Cu, Cr und Zn nach Aufschluß mit HNO<sub>3</sub> (30%ig, 6 h im Autoklaven). Die Messungen erfolgen mit AAS (Flamme und Zeeman) und FIMS (für Hg). In jeder Serie wird ein internes Referenzmaterial und ein zertifiziertes Referenzmaterial mit untersucht. Einmal im Jahr wird an QUASIMEME teilgenommen. Die Bestimmungsgrenzen werden anhand der Streuung der Kalibrierfunktion ermittelt.

- Herr Theobald (BSH)

Die Proben werden auf See eingefroren und später luftgetrocknet (3 d Cleanbench). Die Extraktionen erfolgen mit Hexan/Aceton/Cu im Soxhlet. Clean-up mittels Säulenchromatographie an Kieselgel und Gelpermeationschromatographie. Chlorierte Schadstoffe werden mit GC/ECD auf zwei Säulen unterschiedlicher Polarität analysiert (Bestimmungsgrenze ca. 0,02 ng/g), PAHs mit GC/MS unter Verwendung deuterierter PAHs als internem Standard (Bestimmungsgrenze ca. 0,1 ng/g); an QUASIMEME wird teilgenommen. Die Analytik zinnorganischer Verbindungen mittels GC/MS und GC/AED befindet sich zur Zeit im Aufbau. Zur Extraktion wird auch eine ASE-Anlage benutzt, die eine etwas bessere Extraktionsausbeute als die Soxhlet-Extraktion erbringt.

- Herr Schulz (IOW)

Herr Schulz legt Folien mit Meßergebnissen von den 8 beprobten Stationen vor (Anhang) und berichtet von Schwierigkeiten die < 20 µm-Fraktion quantitativ abzutrennen. Bei einem organischen Anteil von 5 - 10% setzen sich bei einer Einwaage von 0,5 g die Siebe häufig zu. Bei ausgewählten Proben können die Schadstoffgehalte in der Feinkornfraktion und im Gesamtsediment vergleichbar sein.

- Frau Plantikow (NORDUM)

Bei NORDUM stehen Untersuchungen zum Eintrag von Schadstoffen durch die nasse Deposition bzw. durch die Verklappung von Schlickern im Mittelpunkt. Die meisten organischen Schadstoffbestimmungen werden analog der in der BfG

angewendeten Verfahren durchgeführt. Schwermetalle werden durch ICP und AAS bestimmt, Hg mittels Kaltdampftechnik. Das Labor ist nach EN 45001 akkreditiert und wird nach ISO 17025 reakkreditiert. Für die vorliegenden Aufgabenstellungen ist die Richtigkeit der Meßergebnisse von besonderer Bedeutung.

- Frau Brandsch (Institut Dr. Nowak)

Es werden Hafenschlick-Proben aus Bremen und Bremerhaven für Monitoring- und Beweissicherungsprogramme auf organische Parameter untersucht. PAHs und chlororganische Verbindungen werden analog den BfG-Methoden untersucht (Soxhlet nach Gefriertrocknung, GC/MS, bei PAHs auch HPLC/Fluoreszenz). Organozinn-Verbindungen werden normalerweise aus dem Originalmaterial bestimmt, in Ausnahmefällen (bei sehr inhomogenen Proben) auch nach Gefriertrocknung. Die Bestimmung erfolgt nach Derivatisierung. Zur Qualitätssicherung werden pro Serie (10 Proben) jeweils eine Doppelprobe, eine Kontrollösung und ein Referenzmaterial vermessen; die Bestimmungsgrenze für zinnorganische Verbindungen beträgt 1 mg/kg.

- Frau Köpke (LANU)

Die Sedimente werden nach der Probenahme auf dem Schiff eingefroren und später gefriergetrocknet. Die Korngrößenverteilung wird über einen Rüttelsiebsatz ermittelt. Für die Schwermetalluntersuchung wird die Fraktion < 2000 µm als Gesamtfraktion und die Fraktion < 20 µm abgetrennt (analog der BfG-Siebung) und mit einer HF/Säure-Mischung in der Mikrowelle aufgeschlossen (100 mg Einwaage auf 50 ml Endvolumen). Die Analyse erfolgt für As, Cd und Pb mit Graphitrohr-AAS, für Hg mit Amalgamtechnik, für die anderen Elemente mit ICP-AES. Für die Qualitätssicherung werden Referenzmaterialien gemessen und Kontrollkarten geführt. Die Analyse von organischen Schadstoffen erfolgt nur in der Fraktion < 2000 µm.

- Frau Karge (SGS Controll-Co)

Die Analytik organischer Schadstoffe erfolgt nur in der Fraktion < 2000 µm; die Schwermetalle werden in den Fraktionen < 2000 µm und < 20 µm bestimmt. Für die organischen Parameter werden 10 - 25 g Trockensubstanz eingesetzt. Für die Schwermetalluntersuchungen werden Königswasseraufschlüsse durchgeführt, die Analyse erfolgt mittels AAS (Flamme und Graphitrohr). Dioxine werden mit einem hochauflösenden MS quantifiziert. Für die Qualitätssicherung werden Regelkarten, Kontrollproben usw. eingesetzt; das Labor ist akkreditiert.

- Herr Schütte (NLÖ)

Für die Untersuchung auf Schwermetalle wird nach Naßsiegung und Mikrowellenaufschluß mit AAS analysiert. Für die Qualitätssicherung werden Kontrollkarten geführt und Referenzmaterialien eingesetzt; an QUASIMEME wird teilgenommen. Die Analyse organischer Schadstoffe erfolgt nach Soxhlet-Extraktion der Gesamtprobe ohne Kupfer-Zusatz. Die Analytik von chlorierten Verbindungen wird mittels GC/ECD auf zwei Säulen durchgeführt; bei PAHs mit HPLC/Fluoreszenz-Detektion. An QUASIMEME wird ebenfalls teilgenommen. Die Analytik auf zinnorganische Verbindungen befindet sich im Aufbau. Als Ersatz für die Soxhlet-Extraktion ist die Beschaffung einer ASE-Anlage geplant.

- Herr Kuballa (GALAB)

Analytik auf Schwermetalle, PAHs und PCBs wird nicht in großem Umfang durchgeführt. Bei den Schwermetallen werden TRFA, ICP/MS, ICP/AES und INA eingesetzt. Es wird an Vergleichsuntersuchungen der GKSS teilgenommen. Das Labor war der deutsche Vertreter bei einer Referenzmaterial-Zertifizierung auf zinnorganische Verbindungen.

### **3.2. Normierung von Schadstoffgehalten in Sedimenten**

Herr Albrecht betont, daß eine Normierung von Meßwerten zur Verbesserung der Vergleichbarkeit von Ergebnissen aus unterschiedlichen Regionen nicht möglich ist. Die Zusammenhänge zwischen Kontaminationen und Kofaktoren sind zu uneinheitlich und regional zu unterschiedlich, insbesondere zwischen weit auseinanderliegenden Gebieten. Eine Normierung kann, wenn überhaupt, höchstens regional zu brauchbaren Ergebnissen führen. Ein Trendmonitoring sollte daher auch nur mit nicht-normierten Meßwerten auf regionaler Ebene durchgeführt werden. Abtrennungen der Feinkornfraktionen können wegen der daraus folgenden analytischen Vorteile durchaus empfehlenswert sein.

Herr Theobald schlägt vor, die Kofaktoren nicht zur Normierung heranzuziehen, sondern diese eher als Begleitparameter anzusehen (z.B. den TOC-Gehalt für den Bereich der organischen Analytik). Problematisch beim Einsatz des TOC-Gehalts als Bezugsgröße ist, daß zwischen TOC und Schadstoff kein Gleichgewichtszustand hinsichtlich der Aufnahmefähigkeit herrscht. Sinnvoll könnte dagegen eine regionale Normierung zur Senkung der Variabilität eines relativ engen Beprobungsraumes sein.

Frau Schubert erläutert, daß auch durch Messungen in der Feinkornfraktion die Variabilität der Ergebnisse sinkt und daß somit in der Abtrennung der nicht-belasteten Grobfraction eine gute Möglichkeit besteht, die Analysenergebnisse zu verbessern. Außerdem ist der Feinkornanteil besonders mobil und kann daher relativ schnell umgelagert werden. Es ist empfehlenswert den TOC als Interpretationshilfe für Messungen in der Feinkornfraktion heranzuziehen.

Es herrscht Einigkeit bei den Teilnehmern, daß ein Vergleich von Meßwerten aus weit auseinanderliegenden Probenahmegebieten (z.B. Polarmeer, Nordsee, Ostsee) durch eine wie auch immer geartete Normierung nicht möglich ist.

Herr Theobald stellt fest, daß das Ziel von Normierungen u.a. darin besteht, die Belastung verschiedener Sedimente mit Schadstoffen besser bewerten zu können und des weiteren Aussagen über die räumliche Verteilung von Schadstoffen zu gewinnen, z.B. im Hinblick auf die Feststellung von Belastungsschwerpunkten, die Ermittlung möglicher Kontaminationsquellen und evtl. zu ergreifender Maßnahmen. Dabei ist das im Sediment enthaltene organische Material für die Anreicherung von Schadstoffen entscheidend. Ein unterschiedliches Anreicherungsvermögen von Sedimenten kann die Beurteilung von Schadstoffeinträgen verzerren.

Frau Schubert betont, daß nur durch Messungen in der Feinkornfraktion Belastungsschwerpunkte erkennbar sind, bei sandigen Proben ist dies deutlich schwieriger. Für organische Schadstoffe ist die Fraktion  $< 63 \mu\text{m}$  vorzuziehen, um das organische Material möglichst vollständig zu erfassen. Dies wäre auch aus technischen Gründen (Siebe verstopfen nicht so schnell) gegenüber der  $< 20 \mu\text{m}$ -Fraktion vorteilhaft. Der TOC-Gehalt sollte sowohl im Gesamtsediment als auch in der  $< 63 \mu\text{m}$ -Fraktion ermittelt werden.

Frau Köpke und Frau Plantikow weisen darauf hin, daß in ihren Laboratorien die quantitative Auftrennung der Sedimente zur Bestimmung der Korngrößenverteilung (Retsch-Rüttelsiebsatz mit Kugeln) unabhängig von der Abtrennung der Feinkornfraktion für die Analytik (Siebung mit Ultraschall) erfolgt.

Die Ergebnisse der Diskussion werden wie folgt zusammengefasst:

- Im Bereich der Schwermetallanalytik wird weiterhin die Feinkornfraktion < 20 µm analysiert.
- Bei den organischen Schadstoffen wird eine Untersuchung der Feinkornfraktion (< 63 µm) als Ergänzung zur vorrangig zu betrachtenden Gesamtfraktion (< 2 mm) als sehr empfehlenswert angesehen. Darüber hinaus sind die Korngrößenverteilung sowie der TOC-Gehalt als wichtiger Kofaktor (in der Gesamtfraktion und ggf. < 63 µm) zu bestimmen.
- Noch zu klärende Fragen bei der Analyse von organischen Schadstoffen sollen in einem Forschungsprojekt des UBA übergreifend für die Nord- und Ostsee (voraussichtlich ab 2002) behandelt werden.
- Eine Normierung von Schadstoffen mit Hilfe von Kofaktoren wird grundsätzlich nur für regional eng begrenzte Bereiche als sinnvolle Möglichkeit angesehen.

#### **4. LABORVERGLEICHSUNTERSUCHUNG ZUR BESTIMMUNG VON KOFAKTOREN IN SEDIMENTEN**

Die Teilnehmer einigen sich nach Diskussion auf ein reduziertes Untersuchungsprogramm, bei dem der Einfluß der Siebung auf die Analysenergebnisse im Mittelpunkt steht. Die folgenden Laboratorien haben sich bereit erklärt, an dieser Vergleichsuntersuchung teilzunehmen: NLÖ, LANU, IOW, BSH, BfG, Inst. Dr. Nowak und SGS.

##### **4.1. Ziel der Vergleichsuntersuchung**

Es soll geprüft werden, wie sich die Siebung auf den Gesamtfehler der Bestimmung von Schwermetallen und organischen Schadstoffen auswirkt.

Zur Ermittlung der Vergleichspräzision der in den Laboratorien verwendeten Sieb-Verfahren sind von allen beteiligten Laboratorien die gleichen Sediment-Proben zu untersuchen. Es werden drei gefriergetrocknete und homogenisierte Sediment-Proben (**A, B, C**) zur Verfügung gestellt, von denen die Fraktionen

- **FS1** (< 20 µm) und **FS2** (> 20 µm) sowie
- **FO1** (< 63 µm) und **FO2** (> 63 µm)

zu gewinnen und ihr Anteil an der Gesamt-Probe zu bestimmen sind. Die Fraktionierung und Massenbilanzierung sollte mit den im Sediment-Monitoring eingesetzten Verfahren erfolgen. Zur Erfassung der laborinternen Streuung des

jeweils verwendeten Sieb-Verfahrens muß jede Siebung mit vier Wiederholungen durchgeführt werden.

Um die mit der Fraktionierung verbundene Variabilität der gemessenen Schadstoffgehalte von der analytischen Unsicherheit abgrenzen zu können, wird nur die Siebung in die verschiedenen Fraktionen (siehe 5.5.) von jedem Teilnehmer durchgeführt. Die Bestimmung der Schwermetalle und organischen Schadstoffe in allen von den Teilnehmern gewonnenen Fraktionen erfolgt in einem Labor (Referenzlabor). Daher müssen die von den Teilnehmern gewonnenen Fraktionen nach Gefriertrocknung an das Referenzlabor geschickt werden.

Die statistische Auswertung dieser Untersuchung liefert die Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit der Sieb-Verfahren, die im Sediment-Monitoring eingesetzt werden. Des weiteren können über eine Bilanzierung der in den verschiedenen Fraktionen ermittelten Gehalte an Schwermetallen und organischen Schadstoffen Hinweise auf Kontaminationen und Verluste durch die Siebung erfaßt werden.

#### **4.2. Untersuchungsumfang**

Zur Erfassung der mit der Siebung verbundenen Varianz sollen drei homogenisierte und gefriergetrocknete Sediment-Proben mit unterschiedlichen Feinkorn-Anteilen an die Teilnehmer der Vergleichsuntersuchung verschickt werden:

- Sediment **A** mit geringem Feinkorn-Anteil (LANU, Königshafen Sylt),
- Sediment **B** mit mittlerem Feinkorn-Anteil (BfG, Elbeästuar) sowie
- Sediment **C** mit hohem Feinkorn-Anteil (ein solches Sediment kann vom NLÖ aus dem Wattenmeer zur Verfügung gestellt werden).

Die Gefriertrocknung und Homogenisierung der Sedimente erfolgt im Labor für Wasseranalytik des UBA.

Die Untersuchung der drei Sediment-Proben **A**, **B** und **C** durch die an der Vergleichsuntersuchung beteiligten Laboratorien umfasst die vierfache Siebung jedes Sediments (20 µm bzw. 63 µm) und die Bestimmung der Massenanteile der Fraktionen **FS1** und **FS2** bzw. **FO1** und **FO2**. Die ermittelte Korngrößenverteilung (Massenanteile der Fraktionen) ist zur statistischen Auswertung an das UBA zu senden.

Untersuchungsumfang für jeden Teilnehmer:

- Anzahl der zu untersuchenden Sedimente: 3 (**A, B, C**)
- Anzahl der durchzuführenden Siebungen: 24  
(2 Siebungen pro Sediment zur Gewinnung der Fraktionen **FS1** und **FS2**  
bzw. **FO1** und **FO2** mit jeweils 4 Wiederholungen)
- Gesamt-Anzahl der Sediment-Fraktionen: 48

Die von den Teilnehmern gewonnenen Fraktionen werden zur Bestimmung ausgewählter Schwermetalle und organischer Schadstoffe über das UBA an ein Referenzlabor geschickt. In diesem Labor erfolgt die Bestimmung der Schadstoffe sowohl in den Fraktionen als auch im Gesamt-Sediment:

- ausgewählte Schwermetalle (Cd, Cu, Pb, Zn),
- die Ko-Faktoren Al, Li und Fe,
- verschiedene PAK und PCB sowie
- TOC als Ko-Faktor.

#### 4.3. Ablauf der Untersuchungen

Die für die Vergleichsuntersuchung jeweils erforderlichen 20 – 30 l Naßsediment-Proben (Trockensubstanz ca. 5 kg) können vom LANU, von der BfG und vom NLÖ zur Verfügung gestellt werden. Jedem Labor werden für die Untersuchung 500 g homogenisierter und gefriergetrockneter Sediment-Probe geliefert.

Das UBA übernimmt die Gefrierdrying der Naßsediment-Proben, die Abtrennung der Fraktion < 2 mm und die Homogenisierung der Sedimente **A, B** und **C**. Die für die Untersuchung erforderliche Homogenität der Labor-Proben wird durch die Bestimmung des TOC-Gehalts (BfG) sowie der Zink-Konzentration im Salpetersäure-Auszug (UBA) sichergestellt.

Die Untersuchung der von den Labors gewonnenen Fraktionen erfolgt durch ein Referenzlabor:

- TOC (BfG),
- Schwermetalle im Salpetersäure-Auszug (UBA).

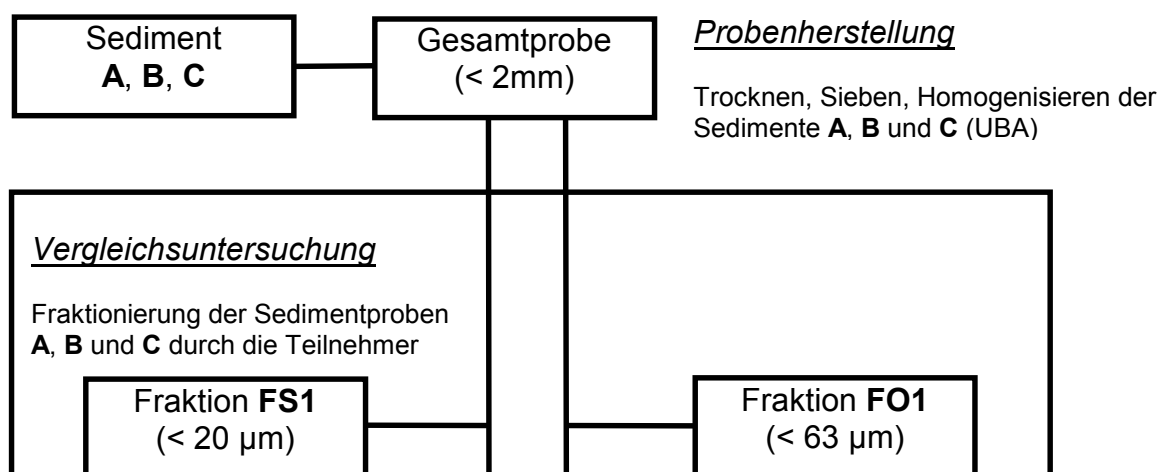
Für die Untersuchung auf organische Schadstoffe werden alle teilnehmenden Laboratorien gebeten, nochmals zu prüfen, ob für bestimmte Parameter (PAH oder PCB) eine Übernahme der Messungen (für zumindest ein Sediment, d.h. in insgesamt 24 Fraktionen und dem Gesamt-Sediment) erfolgen kann. Parallel dazu versucht das UBA, für diese Aufgabe eine Finanzierungsmöglichkeit zu finden.

Das UBA übernimmt die statistische Auswertung der Ergebnisse in Zusammenarbeit mit der BfG entsprechend der Regelungen zur Bewertung von Laborvergleichsuntersuchungen (ISO 5725). Wichtigstes Ergebnis wird die Ermittlung der Reproduzierbarkeit und Vergleichbarkeit der in den teilnehmenden Laboratorien eingesetzten Sieb-Verfahren sein. Darüber hinaus bietet die Bestimmung ausgewählter Schadstoffe in den von den Teilnehmern gewonnenen Sedimentfraktionen die Möglichkeit, den Einfluß der Siebung auf die Varianz der Analysen-Ergebnisse zu erfassen. Die gleichzeitige Bilanzierung der Schadstoffgehalte in den verschiedenen Fraktionen sollte eventuelle Kontaminationen bzw. Verluste durch die Siebung aufdecken.

#### 4.4. Zeitrahmen

- Vorbereitung der Proben: ca. 2 – 3 Monate
- Information der Teilnehmer über die Vergleichsuntersuchung:  
4 Wochen vor dem Probenversand
- Durchführung der Fraktionierung der drei Sediment-Proben durch die Teilnehmer:  
6 Wochen
- Auswertung der Fraktionierung: 2 Wochen
- Bestimmung der Schwermetalle und organischen Schadstoffe in den Fraktionen  
und dem Gesamt-Sediment: 6 – 8 Wochen
- Auswertung der Analysen: 4 Wochen

#### 4.5. Schema der Vergleichsuntersuchung



## **5. LITERATURAUSWAHL**

KOELMANS, A.A.; GILLISSEN, F.; MAKATITA, W.; VANDENBERG, M.: Organic carbon normalisation of PCB, PAH and pesticide concentrations in suspended solids. *Water Res* 31 (1997) 461-470

BERRY, W.J.; HANSEN, D.J.; MAHONY, J.D.; ROBSON, D.L.; DITORO, D.M.; SHIPLEY, B.P.; ROGERS, B.; CORBIN, J.M.; BOOTHMAN, W.S.: Predicting the toxicity of metal-spiked laboratory sediments using acid-volatile sulfide and interstitial water normalizations. *Environ Toxicol Chem* 15 (1996) 2067-2079

- HANSEN, D.J.; BERRY, W.J.; MAHONY, J.D.; BOOTHMAN, W.S.; DITORO, D.M.; ROBSON, D.L.; ANKLEY, G.T.; MA, D.; YAN, Q.; PESCH, C.E.: Predicting the toxicity of metal-contaminated field sediments using interstitial concentration of metals and acid-volatile sulfide normalizations. *Environ Toxicol Chem* 15 (1996) 2080-2094
- COVELLI, S.; FONTOLAN, G.: Application of a normalization procedure in determining regional geochemical baselines, Gulf of Trieste, Italy. *Environ Geol* 30 (1997) 34-45
- CLIFTON, J.; MCDONALD, P.; PLATER, A.; OLDFIELD, F.: Relationships between radionuclide content and textural properties in Irish Sea intertidal sediments. *Water Air Soil Pollut* 99 (1997) 209-216
- CHRISTENSEN, E.R.: Metals, acid-volatile sulfides, organics, and particle distributions of contaminated sediments. *Water Sci Technol* 37 (1998) 149-156
- TAM, N.F.Y.; YAO, M.W.Y.: Normalisation and heavy metal contamination in mangrove sediments. *Sci Total Envir* 216 (1998) 33-39
- LONG, E.R.; MACDONALD, D.D.; CUBBAGE, J.C.; INGERSOLL, C.G.: Predicting the toxicity of sediment-associated trace metals with simultaneously extracted trace metal: Acid-volatile sulfide concentrations and dry weight-normalized concentrations: A critical comparison. *Environ Toxicol Chem* 17 (1998) 972-974
- ANGELIDIS, M.O.; ALOUPI, M.: Assessment of metal contamination in shallow coastal sediments around Mytilene, Greece. *Int J Environ Anal Chem* 68 (1997) 281-293
- BOTHNER, M.H.; GILL, P.W.; BOOTHMAN, W.S.; TAYLOR, B.B.; KARL, H.A.: Chemical gradients in sediment cores from an EPA reference site off the Farallon Islands - Assessing chemical indicators of dredged material disposal in the deep sea. *Mar Pollut Bull* 36 (1998) 443-457
- VENKATESAN, M.I.; CHALAUX, N.; BAYONA, J.M.; ZENG, E.: Butyltins in sediments from Santa Monica and San Pedro basins, California. *Environ Pollut* 99 (1998) 263-269
- BABI, D.; CELO, V.; CULLAJ, A.; PANO, N.: Evaluation of the heavy metals pollution of the sediments of Vlora Bay Adriatic Sea, Albania. *Fresen Environ Bull* 7 (1998) 577-584
- GRANT, A.; MIDDLETON, R.: Contaminants in sediments: Using robust regression for grain-size normalization. *Estuaries* 21 (1998) 197-203
- ABRAHAM, J.: Spatial distribution of major and trace elements in shallow reservoir sediments: an example from Lake Waco, Texas. *Environ Geol* 36 (1998) 349-363
- DONOGHUE, J.F.; RAGLAND, P.C.; CHEN, Z.Q.; TRIMBLE, C.A.: Standardization of metal concentrations in sediments using regression residuals: an example regression from a large lake in Florida, USA. *Environ Geol* 36 (1998) 65-76
- JENG, W.L.; HAN, B.C.: Normalization of sedimentary lipid biomarker concentrations to total organic carbon in principal component analysis. *Int J Environ Anal Chem* 73 (1999) 15-29

SCHIFF, K.C.; WEISBERG, S.B.: Iron as a reference element for determining trace metal enrichment in Southern California coastal shelf sediments.  
Mar Environ Res 48 (1999) 161-176

CLIFTON, J.; MCDONALD, P.; PLATER, A.; OLDFIELD, F.: Derivation of a grain-size proxy to aid the modelling and prediction of radionuclide activity in salt marshes and mud flats of the eastern Irish Sea. Estuar Coast Shelf Sci 48 (1999) 511-518

WHALLEY, C.; ROWLATT, S.; BENNETT, M.; LOVELL, D.: Total arsenic in sediments from the western North Sea and the Humber Estuary.  
Mar Pollut Bull 38 (1999) 394-400

CELO, V.; BABI, D.; BARAJ, B.; CULLAJ, A.: An assessment of heavy metal pollution in the sediments along the Albanian Coast.  
Water Air Soil Pollut 111 (1999) 235-250

STALIKAS, C.D.; PILIDIS, G.A.; TZOUWARAKARAYANNI, S.M.: Use of a sequential extraction scheme with data normalisation to assess the metal distribution in agricultural soils irrigated by lake water. Sci Total Envir 236 (1999) 7-18

RICE, K.C.: Trace-element concentrations in streambed sediment across the conterminous United States. Environ Sci Technol 33 (1999) 2499-2504