

AAC

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE ANALYTISCHE CHEMIE
PROF. DR. MICHAEL OEHME

WEITERBILDUNG UND BERATUNG IN ANALYTISCHER CHEMIE

Herrn Martin Steckermeier
HPC HARRESS PICKEL CONSULT
AG
Nansenstraße 5
DE-79539 Lörrach

IHRE REF.:

UNSERE REF.:
2010-1044

NIEDERTEUFEN AR
27. April 2010

Durchsicht Einzelstoffanalysen Kesslergrube Januar 2010

Sehr geehrter Herr Steckermeier,

anbei sende ich Ihnen meine Evaluierung der Einzelstoffanalysen in Bezug auf Qualitätssicherung und Plausibilität. Da keinerlei Laborblindproben im Datensatz vorhanden sind, kann ich nur die Wiederfindungen der internen Extraktionsstandards kommentieren und bitte Sie, die entsprechenden Blindproben beim Labor anzufordern, wobei diese in Bezug zu den Messserien angegeben werden müssen:

- Die Wiederfindungen für die Stoffgruppen aromatische Amine, aliphatische Amine sowie Phenole sind zufrieden stellend bis gut, wobei bei den aromatischen Amine keine Kommastellen angegeben werden sollten.
- Bei den PAK sind die Wiederfindungen für einzelne Proben recht niedrig im Bereich um 50% und insbesondere für Perylen häufig unter 50%. Ich vermute dabei zwei Effekte. Bei Proben, bei denen die Wiederfindung generell niedrig ist, besteht der Verdacht von Verlusten bei der Extrakteinengung. Beim hochsiedenden Perylen ist entweder ein Verlust auf der Trennkapillare möglich (sieht man durch „tailende“ Signale) oder durch De-Deuterierung an aktiven Oberflächen (vermutlich im Trennsystem).

Zu den Einzelresultaten habe ich folgende Kommentare:

- **Anionen/Kationen:** Keine Bemerkung. Eventuell sollte man die Summe Anionen gegenüber der Summe Kationen überprüfen, um die Konsistenz der Daten sicherzustellen.
- **Halbmetalle/Schwermetalle:** Keine Anmerkungen, Hg war immer negativ und könnte daher weggelassen werden.
- **DOC/AOX:** Keine Anmerkungen, ausser dass zwei Blindproben (BP und Blindprobe 3) messbare DOC-Gehalte haben, was auf eine Kontamination hindeutet. Allerdings sind die Werte identisch, ist das korrekt?
- **Aromatische Amine:** Hier taucht das aliphatische Amin „4-Isopropylamin“ in der Liste auf. Ist das ein Schreibfehler?
- **Aliphatische Amine:** Keine Anmerkungen. Da alle Resultate den Bestimmungsgrenzen entsprechen, kann man diese Stoffgruppe weglassen.

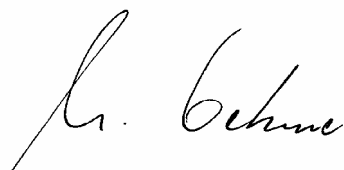
ADRESSE:
AAC
BÖHL 508
CH-9052 NIEDERTEUFEN
SCHWEIZ

TEL: INT: +41-71-333 1 800
FAX: INT: +41-71-333 01 801
GSM: INT: +41-79-358 20 10
E-MAIL: MICHAEL.OEHME@UNIBAS.CH

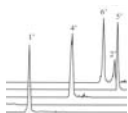
BANK: BASELSTADTLICHE
KANTONALBANK, BASELSTADT
SWIFT: BKSBCH33
IBAN: CH75 0076 9016 2247 8050
2

- **LHKW:** Da alle Resultate für Vinylchlorid negativ sind, kann man diesen Parameter weglassen. Die Bestimmungsgrenzen sind zudem gegenüber dem Screening viel höher, so dass nur letzteres Informationen über Spurenkonzentrationen liefern kann.
- **Hexachlorethan/Hexachlorbutadien:** Auch hier sind die Bestimmungsgrenzen gegenüber dem Screening viel höher, so dass nur letzteres Informationen über Spurenkonzentrationen liefern kann. Da alle Resultate der Bestimmungsgrenze entsprechen und das Screening viel niedrigere Konzentrationen nachgewiesen hat, kann diese Methodik in Zukunft gestrichen werden.
- **BTEX inklusive Cumol/Styrol:** Ausser Benzol (reell oder Restrisiko einer Kontamination, da keine weiteren Komponenten nachgewiesen wurden), entsprachen alle Resultate der Bestimmungsgrenze. Da das Screening im Spurenbereich solche Verbindungen nachweisen kann, ist eine Weiterführung dieser Analytik zu überprüfen.
- **Chlorphenole:** Keine Anmerkungen.
- **PAK:** Wegen der Probleme mit den Wiederfindungen speziell von den schwerflüchtigen PAK sollte unbedingt mit einer Probendotierung kontrolliert werden, ob kritische Parameter wie Benzo(a)pyren im Bereich 0,01 bis 0,05 µg/l nachgewiesen werden können.
- **Chlorbenzole:** Keine Anmerkungen.

Für Fragen und Präzisierungen stehe ich wie immer gerne zur Verfügung.



Prof. Dr. M. Oehme



AAC

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE ANALYTISCHE CHEMIE
PROF. DR. MICHAEL OEHME

WEITERBILDUNG UND BERATUNG IN ANALYTISCHER CHEMIE

Herrn Martin Steckermeier
HPC HARRESS PICKEL CONSULT
AG
Nansenstraße 5
DE-79539 Lörrach

IHRE REF.:

UNSERE REF.:
2010-1044

NIEDERTEUFEN AR
27. April 2010

Durchsicht Einzelstoffanalysen Kesslergrube Februar/März 2010

Sehr geehrter Herr Steckermeier,

anbei sende ich Ihnen meine Evaluierung der Einzelstoffanalysen in Bezug auf Qualitätssicherung und Plausibilität. Da keinerlei Laborblindproben im Datensatz vorhanden sind, kann ich nur die Wiederfindungen der internen Extraktionsstandards kommentieren und bitte Sie, die entsprechenden Blindproben beim Labor anzufordern, wobei diese in Bezug zu den Messserien angegeben werden müssen:

- Die Wiederfindungen für die Stoffgruppen aromatische Amine, aliphatische Amine sowie Phenole sind zufrieden stellend bis gut, wobei bei den aromatischen Aminen keine Kommastellen angegeben werden sollten.
- Bei den PAK sind die Wiederfindungen für einzelne Proben recht niedrig im Bereich um 50% und insbesondere für Perylen häufig unter 50%. Ich vermute dabei zwei Effekte. Bei Proben, bei denen die Wiederfindung generell niedrig ist, besteht der Verdacht von Verlusten bei der Extrakteinengung. Beim hochsiedenden Perylen ist entweder ein Verlust auf der Trennkapillare möglich (sieht man durch „tailende“ Signale) oder durch De-Deuterierung an aktiven Oberflächen (vermutlich im Trennsystem).

Zu den Einzelresultaten habe ich folgende Kommentare:

- **Anionen/Kationen:** Keine Bemerkung. Eventuell sollte man die Summe Anionen gegenüber der Summe Kationen überprüfen, um die Konsistenz der Daten sicherzustellen.
- **Halbmetalle/Schwermetalle:** Keine Anmerkungen, Hg war immer negativ und könnte daher weggelassen werden.
- **DOC/AOX:** Keine Anmerkungen, ausser dass zwei Blindproben (BP und Blindprobe 3) messbare DOC-Gehalte haben, was auf eine Kontamination hindeutet. Allerdings sind die Werte identisch, ist das korrekt?
- **Aromatische Amine:** Hier taucht das aliphatische Amin „4-Isopropylamin“ in der Liste auf. Ist das ein Schreibfehler?
- **Aliphatische Amine:** Keine Anmerkungen. Da alle Resultate den Bestimmungsgrenzen entsprechen, kann man diese Stoffgruppe weglassen.

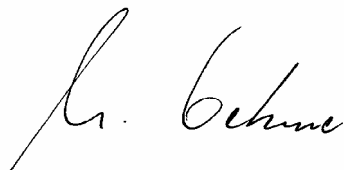
ADRESSE:
AAC
BÖHL 508
CH-9052 NIEDERTEUFEN
SCHWEIZ

TEL: INT: +41-71-333 1 800
FAX: INT: +41-71-333 01 801
GSM: INT: +41-79-358 20 10
E-MAIL: MICHAEL.OEHME@UNIBAS.CH

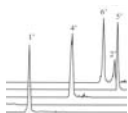
BANK: BASELSTADTLICHE
KANTONALBANK, ARLESHEIM
SWIFT: BLKBCH22
IBAN: CH75 0076 9016 2247 8050
2

- **LHKW:** Da alle Resultate für Vinylchlorid negativ sind, kann man diesen Parameter weglassen. Die Bestimmungsgrenzen sind zudem gegenüber dem Screening viel höher, so dass nur letzteres Informationen über Spurenkonzentrationen liefern kann.
- **Hexachlorethan/Hexachlorbutadien:** Auch hier sind die Bestimmungsgrenzen gegenüber dem Screening viel höher, so dass nur letzteres Informationen über Spurenkonzentrationen liefern kann. Da alle Resultate der Bestimmungsgrenze entsprechen und das Screening viel niedrigere Konzentrationen nachgewiesen hat, kann diese Methodik in Zukunft gestrichen werden.
- **BTEX inklusive Cumol/Styrol:** Ausser Benzol (reell oder Restrisiko einer Kontamination, da keine weiteren Komponenten nachgewiesen wurden), entsprachen alle Resultate der Bestimmungsgrenze. Da das Screening im Spurenbereich solche Verbindungen nachweisen kann, ist eine Weiterführung dieser Analytik zu überprüfen.
- **Chlorphenole:** Keine Anmerkungen.
- **PAK:** Wegen der Probleme mit den Wiederfindungen speziell von den schwerflüchtigen PAK sollte unbedingt mit einer Probendotierung kontrolliert werden, ob kritische Parameter wie Benzo(a)pyren im Bereich 0,01 bis 0,05 µg/l nachgewiesen werden können.
- **Chlorbenzole:** Keine Anmerkungen.

Für Fragen und Präzisierungen stehe ich wie immer gerne zur Verfügung.



Prof. Dr. M. Oehme



AAC

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE ANALYTISCHE CHEMIE
PROF. DR. MICHAEL OEHME

WEITERBILDUNG UND BERATUNG IN ANALYTISCHER CHEMIE

Herrn Martin Steckermeier
HPC HARRESS PICKEL CONSULT
AG
Nansenstraße 5
DE-79539 Lörrach

IHRE REF. :

UNSERE REF. :
2010-1044

NIEDERTEUFEN AR
5. Mai 2010

Durchsicht Einzelstoffanalysen Kesslergrube Februar/März 2010

Sehr geehrter Herr Steckermeier,

zu den Kommentaren von Eurofins Umwelt Ost GmbH auf meine Anmerkungen vom 27. April möchte ich wie folgt antworten:

- **Laborblindwerte:** Die hinzugefügten Laborblindwerte sind in Ordnung.
- **Korrektur Kommastellen Wiederfindung aromatische Amine:** In Ordnung.
- **PAK:** Ein Überprüfung der Wiederfindungen gegenüber der generellen Belastung an organischen Schadstoffen wie aus den Screeningproben ersichtlich, ergibt keine Korrelation zwischen niedriger Wiederfindung und hohem Matrixanteil. Da Naphthalin in der Regel auch bei sauberen Proben (z.B. Blindprobe 1) immer wieder eine niedrigere Wiederfindung hat, liegt die Vermutung nahe, dass Verluste bei der Extrakteinengung vorkommen. Das lässt sich jedoch mit einer sorgfältigen Kontrolle sowie geeigneten Aufkonzentriergeräten vermeiden (siehe beiliegende Untersuchung, die ich zusammen mit der Firma Büchi durchgeführt habe). Für zukünftige Analysen muss der Einengschritt nochmals überprüft werden.

Der Verlust von Perylen-D12 scheint substanzspezifisch zu sein, kann aber auch durch das chromatographische Probleme (siehe unten) verursacht werden. Da PAK nur in Spuren und dann fast ausschliesslich die 2-3 ringigen Verbindungen nachgewiesen wurden, ist das Analysenproblem für die weitere Kampagne noch knapp tolerierbar. Bei Naphthalin und den Methylnaphthalinen sind Werte unter 0,05 µg/l sowieso immer kontaminationsverdächtig, da die Substanzen ubiquitär in der Umwelt vorkommen.

Die zugesendeten Chromatogramme zeigen von Naphthalin bis zu den hochsiedenden Verbindungen ein zunehmendes Tailing, was wohl auch die schlechte Wiederfindung von Perylen erklärt. Das ist für verunreinigtes Trägergas typisch, auf welches die PAK äusserst empfindlich mit Tailing reagieren. Meist ist dann auch schon der Gaschromatograph verunreinigt und muss durch Ausheizen dekontaminiert werden (alle Temperaturbereiche vom Injektor bis Ofen auf maximale Temperatur über Nacht setzte, für die genaue Prozedur muss mich Eurofins unbedingt kontaktieren). Vorher muss allerdings ein Satz von Gasfiltern montiert werden. Das Problem hatte ich das letzte Mal bei der Firma Büchi, wobei die Signalforn danach sehr gut war

ADRESSE :
AAC
BÖHL 508
CH-9052 NIEDERTEUFEN
SCHWEIZ

TEL :
FAX :
GSM :
E-MAIL :
INT : +41-71-333 1 800
INT : +41-71-333 01 801
INT : +41-79-358 20 10
MICHAEL.OEHME@UNIBAS.CH

BANK : BASELSTADTSCHE
KANTONALBANK, BASELSTADT
SWIFT : BKBSCH33
IBAN : CH75 0076 9016 2247 8050
2



(siehe angehängter Flyer, das Tailing beim Naphthalin kommt von einer zu hohen Starttemperatur).

- **Anionen/Kationen:** Ich hatte übersehen, dass keine vollständigen Anionen/Kationenprofile erstellt wurden. Das ist insofern merkwürdig, da mittels Ionenchromatographie alle relevanten Anionen/Kationen gleichzeitig erfasst werden. Die Mehrkosten von € 15.- sind daher nicht nachvollziehbar. Ich überlasse der Projektleitung die Entscheidung, die Ionenbilanz einzubeziehen. Für mich ist es nicht absolut notwendig
- **DOC:** Offenbar muss gelegentlich mit geringen DOC-Gehalten oberhalb der Bestimmungsgrenze gerechnet werden, deren Herkunft unklar ist. Keine weiteren Massnahmen erforderlich.
- **Aromatische Amine:** 4-Isopropylanilin korrigiert, in Ordnung.

Für Fragen und Präzisierungen stehe ich wie immer gerne zur Verfügung.

Prof. Dr. M. Oehme

Bearbeiter:

Telefon:

E-Mail:

Datum:

AU

(03731) 2076-500

AxelUlbricht@eurofins.de

10.05.2010

**Antwort/Anmerkungen zu Kommentaren von Herrn Prof. Oehme zu
Einzelparameteruntersuchungen vom 05.05.2010 und Ihrer E-Mail gleichen
Datums
Projekt Kesslergrube - Stichtagsbeprobung**

1. Wiederfindungen PAK

Zwischenzeitlich wurde in unserem Labor Versuche zur Verbesserung der Wiederfindung der PAK-Analytik durchgeführt.

Für die 2-3 Ringsysteme (Naphthalin, Acenaphthen) erfolgte die Entwicklung einer analytischen Methode, bei der eine Extraktanreicherung nicht mehr erforderlich ist. Dies wurde erreicht, indem eine geringere Lösungsmittelmenge zur Extraktion verwendet wurde und ein höheres Injektionsvolumen für die Gaschromatographie eingesetzt wurde. Dadurch wurde, insbesondere für das Acenaphthen –D10 eine Verbesserung der Wiederfindungsrate von ca. 10 % erreicht.

Bei den hochsiedenden PAK kommen im Ergebnis unserer Untersuchungen im Wesentlichen 2 Effekte zum tragen:

1. Durch den Einbau einer neuen Kapillarsäule wurden die Tailingeffekte verringert und damit die Wiederfindung verbessert - alterungsbedingte Verluste sind bei vorherigen Analysen zu vermuten.

2. Durch Einsparung eines Aufarbeitungsschrittes (keine Extraktanreicherung) haben sich offensichtlich Adsorptionseffekte an Gefäßwandungen verringert.

Dabei konnten Wiederfindungen für den Parameter Perylen-D12 von ca. 60 % erreicht werden – das ist eine Verbesserung um ca. 20 – 30 %.

Nachfolgend sind ausgewählte Ergebnisse der Optimierungsuntersuchungen aufgeführt:

Analytik an demineralisiertem Wasser, aufgestockt mit 10 ng/l je PAK:

Naphthalin-D8	WFR 64 %
Acenaphthen-D10	WFR 80 %
Chrysen-D12	WFR 87 %
Perylen-D12	WFR 61 %

Trärgasverunreinigungen können ausgeschlossen werden. Das Gerät ist mit einer 3-fach Kartusche für Sauerstoff, Wasser und Kohlenwasserstoffe ausgerüstet Diese wird regelmäßig gewechselt.

2. Ionenbilanzen

Anionen werden mittels Ionenchromatographie bestimmt, die Kationen mittels ICP. Wie bereits dargestellt können die zur Bilanzierung fehlenden Metalle aus den im Labor vorliegenden Rohdaten nachausgewertet werden. Den daraus resultierenden Personalaufwand – Nachauswertung aller vorhandenen Rohdaten incl. Validierung, Änderung der Berichtsvorlage, Einpflegen des Moduls Ionenbilanz in den Prüfbericht - halten wir für gerechtfertigt.

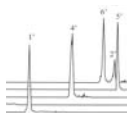
Falls bei der zukünftigen Analytik diese drei Parameter gleichzeitig mit beauftragt werden, fallen nur die Zusatzkosten für die jeweiligen Elemente gemäß Leistungsbeschreibung an, das heißt 12,00 EUR netto je Probe.

Für Rückfragen stehen wir Ihnen natürlich gern weiter zur Verfügung.

Eurofins Umwelt Ost GmbH

Niederlassung Freiberg


A. Ulbricht



AAC

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE ANALYTISCHE CHEMIE
PROF. DR. MICHAEL OEHME

WEITERBILDUNG UND BERATUNG IN ANALYTISCHER CHEMIE

Herrn Martin Steckermeier
HPC HARRESS PICKEL CONSULT
AG
Nansenstraße 5
DE-79539 Lörrach

IHRE REF.:

UNSERE REF.:
2010-1044

NIEDERTEUFEN AR
29. Juni 2010

Durchsicht Einzelstoffanalysen Kesslergrube Juni 2010

Sehr geehrter Herr Steckermeier,

ich habe die Resultate der gemessenen Einzelstoffe durchgesehen und möchte diese wie folgt kommentieren:

Anmerkung Bodensatz:

Hier fehlt ab dem 12. Juni 2010 die Eintragung.

Blindproben:

Die Blindproben aller gemessenen Stoffgruppen sind in Ordnung und entsprechen den Bestimmungsgrenzen.

Wiederfindungen:

- Diese sind für die aromatischen Amine, Phenole und PCBs in Ordnung und liegen innerhalb der vorgegebenen Bereiche.
- Bei den aliphatischen Aminen liegen die Wiederfindungen bis auf eine Ausnahme unter 50%. Hier besteht Verbesserungsbedarf.
- Die Wiederfindung der PAKs hat sich gegenüber der ersten Messkampagne bedeutend verbessert und ist nun mehrheitlich in Ordnung (Bereich 70-90%). Die untere Grenze von 50% wird jedoch bei 12D-Perylen gelegentlich unterschritten und es werden auch immer wieder Werte gegen 50% gefunden. Dies deutet darauf hin, dass eine vermehrte Kontrolle Erfolg hat. Weitere Verbesserungen sind jedoch möglich.
- Das Bild hat sich jedoch für die Chlorbenzole gegenüber der ersten Kampagne nicht verändert. Die Wiederfindungen für Hexachlorbenzol sind in der Regel gut, beim Chlorbenzol liegen die Werte aber teilweise unter 50%. Ich kann und möchte keine Reklame für einzelne Firmenprodukte machen, aber beim Einsatz der Syncore-Einengapparatur der Firma Büchi treten solche Probleme nicht auf, wobei man 6-24 Proben gleichzeitig und querkontaminationsfrei einengen kann. Man kann also dieses Problem in den Griff bekommen.

ADRESSE:
AAC
BÖHL 508
CH-9052 NIEDERTEUFEN
SCHWEIZ

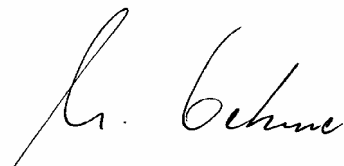
TEL: INT: +41-71-333 1 800
FAX: INT: +41-71-333 01 801
GSM: INT: +41-79-358 20 10
E-MAIL: MICHAEL.OEHME@UNIBAS.CH

BANK: BASELSTADTLICHE
KANTONALBANK, BASELSTADT
SWIFT: BKSBCH33
IBAN: CH75 0076 9016 2247 8050
2

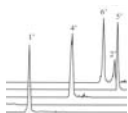
Laborblindwerte:

Diese sind für alle Stoffgruppen in Ordnung und entsprechen den Bestimmungsgrenzen, wobei allerdings keine Laborblindwerte für die aliphatischen Amine angegeben wurden.

Für Fragen und Präzisierungen stehe ich wie immer gerne zur Verfügung.



Prof. Dr. M. Oehme



AAC

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE ANALYTISCHE CHEMIE
PROF. DR. MICHAEL OEHME

WEITERBILDUNG UND BERATUNG IN ANALYTISCHER CHEMIE

Herrn Martin Steckermeier
HPC HARRESS PICKEL CONSULT
AG
Nansenstraße 5
DE-79539 Lörrach

IHRE REF. :

UNSERE REF. :
2010-1044

NIEDERTEUFEN AR
15. Juli 2010

Durchsicht Einzelstoffanalysen Kesslergrube 8. Juni bis 5. Juli 2010

Sehr geehrter Herr Steckermeier,
ich habe die Resultate der gemessenen Einzelstoffe durchgesehen und möchte diese wie folgt kommentieren:

Anorganische Analytik Blindproben:

Hierzu wird ja Mineralwasser verwendet, was ja sowohl Kationen/Anionen und gelegentlich Spuren an DOC enthält. Meiner Meinung nach macht es keinen Sinn hier das anorganische Programm zu fahren. Die Blindproben sind ja für die organische Analytik gedacht. Man erhält lediglich ein sehr gut charakterisiertes Mineralwasser.

Ionenbilanz:

Diese ist für alle Proben innerhalb der Messunsicherheit in Ordnung.

Blindproben:

Die Blindproben aller gemessenen Stoffgruppen sind in Ordnung und entsprechen den Bestimmungsgrenzen.

Wiederfindungen:

- Diese sind für die aromatischen Amine, Phenole/Chlorphenole und PCBs in Ordnung und liegen innerhalb der vorgegebenen Bereiche.
- Bei den aliphatischen Aminen liegen die Wiederfindungen bei den Proben P10a und BP14 bei 134 bzw. 130%, was auf einen systematischen Fehler hindeutet (Störungen durch Probenmatrix).
- Die Wiederfindung der PAKs ist wiederum bis auf 12D-Perylen gut. Hier wird die untere Grenze von 50% gelegentlich unterschritten. Man kann jedoch damit leben.
- Die Wiederfindung für Chlorbenzol liegt weiterhin im Bereich 40-60% (siehe meine Kommentare zur vorhergehenden Messserie).

ADRESSE :
AAC
BÖHL 508
CH-9052 NIEDERTEUFEN
SCHWEIZ

TEL :
FAX :
GSM :
E-MAIL :
MICHAEL.OEHME@UNIBAS.CH

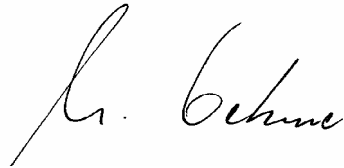
BANK : BASELSTADTLICHE
KANTONALBANK, BASELSTADT
SWIFT : BKSBCH33
IBAN : CH75 0076 9016 2247 8050
2



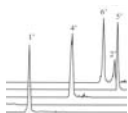
Laborblindwerte:

Diese sind für alle Stoffgruppen in Ordnung und entsprechen den Bestimmungsgrenzen.

Für Fragen und Präzisierungen stehe ich wie immer gerne zur Verfügung.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'M. Oehme', written in a cursive style.

Prof. Dr. M. Oehme



AAC

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE ANALYTISCHE CHEMIE
PROF. DR. MICHAEL OEHME

WEITERBILDUNG UND BERATUNG IN ANALYTISCHER CHEMIE

Herrn Martin Steckermeier
HPC HARRESS PICKEL CONSULT
AG
Nansenstraße 5
DE-79539 Lörrach

IHRE REF. :

UNSERE REF. :
2010-1044

NIEDERTEUFEN AR
22. Juli 2010

Durchsicht und Interpretation Screenings Kesslergrube Juni 2010

Sehr geehrter Herr Steckermeier,

anbei sende ich Ihnen meine Evaluierung der 6 Screeningproben vom Juni 2010. Ich habe dabei in den Proben CI36 (M1006-04792-01) und P7 (M1006-04791-01) weitere Verbindungen gefunden, die deponierelevant sind. Diese sind zusätzlich aufgeführt, wobei die entsprechenden flächenäquivalenten Konzentrationen noch einzusetzen sind. Im Gegensatz dazu konnte ich trotz intensiver manueller Kontrolle einige Verbindungen nicht finden. Diese müssten dann noch gestrichen werden. Die Blindprobe 13 habe ich sehr genau mit der dazu gehörigen Laborblindprobe verglichen und keine weiteren Verbindungen im Bereich $>0,05 \mu\text{g/l}$ gefunden.

Die verwendeten Abkürzungen sind wiederum wie folgt:

MS: Massenspektrum

MW: Molekülmasse

BP: Basision („base peak“)

F/RF: Übereinstimmung mit der Datenbank (F = „Fit“, RF = Retrofit)

m/z: Masse-zu-Ladung

i: Interferenz

Die Wiederfindungen für Anilin sind wiederum methodenbedingt $<50\%$. Alle anderen Wiederfindungen sind in Ordnung.

Bitte beachten Sie wiederum, dass alle Identifikationen tentativ sind, solange diese nicht mit Referenzverbindungen bestätigt worden sind.

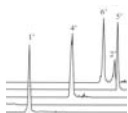
Für Fragen und Präzisierungen stehe ich wie immer gerne zur Verfügung.

Prof. Dr. M. Oehme

ADRESSE :
AAC
BÖHL 508
CH-9052 NIEDERTEUFEN
SCHWEIZ

TEL :
FAX :
GSM :
E-MAIL :
INT : +41-71-333 1 800
INT : +41-71-333 01 801
INT : +41-79-358 20 10
MICHAEL.OEHME@UNIBAS.CH

BANK : BASELSTADTLICHE
KANTONSBANK, BASELSTADT
SWIFT : BKSBCH33
IBAN : CH75 0076 9016 2247 8050
2



AAC

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE ANALYTISCHE CHEMIE
PROF. DR. MICHAEL OEHME

WEITERBILDUNG UND BERATUNG IN ANALYTISCHER CHEMIE

Herrn Martin Steckermeier
HPC HARRESS PICKEL CONSULT
AG
Nansenstraße 5
DE-79539 Lörrach

IHRE REF.:

UNSERE REF.:
2010-1044

NIEDERTEUFEN AR
25. Juli 2010

Durchsicht Einzelstoffanalysen Kesslergrube 13. und 14. Juli 2010

Sehr geehrter Herr Steckermeier,
ich habe die Resultate der gemessenen Einzelstoffe durchgesehen und möchte diese wie folgt kommentieren:

Anorganische Analytik Blindproben:

Ich möchte wiederum erwähnen, dass die Analytik der Blindproben (Mineralwasser) auf Kationen/Anionen und DOC keine Sinn macht (siehe mein Kommentar vom 15. Juli). Ich werde diese Anmerkung in Zukunft nicht mehr machen.

Ionenbilanz:

Bei den Proben vom 14. Juli fehlt die Analyse der Kationen. Eine Aussage zur Ionenbilanz ist daher nicht möglich. Für alle Proben vom 13. Juli ist diese innerhalb der Messunsicherheit in Ordnung.

Blindproben:

Die Blindproben aller gemessenen Stoffgruppen sind in Ordnung und entsprechen den Bestimmungsgrenzen.

Wiederfindungen:

- Die Wiederfindungen aller Stoffgruppen sind in Ordnung und liegen innerhalb der vorgegebenen Bereiche.
- Allerdings fehlen bei P3 (14. 7. 2010) sowohl Wiederfindung als auch Analysenresultate für die aliphatischen Amine ohne dass eine Begründung angegeben wurde.

ADRESSE:
AAC
BÖHL 508
CH-9052 NIEDERTEUFEN
SCHWEIZ

TEL: INT: +41-71-333 1 800
FAX: INT: +41-71-333 01 801
GSM: INT: +41-79-358 20 10
E-MAIL: MICHAEL.OEHME@UNIBAS.CH

BANK: BASELSTADTLICHE
KANTONSBANK, BASELSTADT
SWIFT: BKSBCH33
IBAN: CH75 0076 9016 2247 8050
2

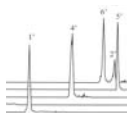
**Laborblindwerte:**

Diese sind für alle Stoffgruppen bis auf die PAKs in Ordnung und entsprechen den Bestimmungsgrenzen. Beide Laborblindproben enthielten allerdings Spuren an Naphthalin (0,01 µg/l). Wie bereits früher erwähnt, sind durch die Allgegenwart von Naphthalin in diesem Bereich Artefakte möglich und Konzentrationen bis etwa 0,03 µg/l müssen daher mit Vorsicht interpretiert werden.

Die an Hand einer Plausibilitätskontrolle entdeckte Inkonsistenz für 1,2- und 1,4-Dichlorbenzol bei der Probe KE30 und die nachträgliche Korrektur der Resultate für die Probe KE30 vom 16. 2. 2010 zeigt, dass die vorgenommenen Kontrollen effektiv sind.

Für Fragen und Präzisierungen stehe ich wie immer gerne zur Verfügung.

Prof. Dr. M. Oehme



AAC

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE ANALYTISCHE CHEMIE
PROF. DR. MICHAEL OEHME

WEITERBILDUNG UND BERATUNG IN ANALYTISCHER CHEMIE

Herrn Martin Steckermeier
HPC HARRESS PICKEL CONSULT
AG
Nansenstraße 5
DE-79539 Lörrach

IHRE REF. :

UNSERE REF. :
2010-1044

NIEDERTEUFEN AR
29. Juli 2010

Durchsicht Einzelstoffanalysen Kesslergrube 8. Juni bis 18. Juli 2010

Sehr geehrter Herr Steckermeier,
ich habe die Resultate der gemessenen Einzelstoffe durchgesehen und möchte diese wie folgt kommentieren:

Anorganische Analytik Blindproben:

Hierzu wird ja Mineralwasser verwendet, was ja sowohl Kationen/Anionen und gelegentlich Spuren an DOC enthält. Meiner Meinung nach macht es keinen Sinn hier das anorganische Programm zu fahren. Die Blindproben sind ja für die organische Analytik gedacht. Man erhält lediglich ein sehr gut charakterisiertes Mineralwasser.

Ionenbilanz:

Diese ist für alle Proben innerhalb der Messunsicherheit in Ordnung, sofern alle Kationen gemessen wurden.

Blindproben:

Die Blindproben aller gemessenen Stoffgruppen sind in Ordnung und entsprechen den Bestimmungsgrenzen.

Wiederfindungen:

- Diese sind für die aromatischen Amine, Phenole/Chlorphenole und PCBs in Ordnung und liegen innerhalb der vorgegebenen Bereiche.
- Bei den aliphatischen Aminen liegen die Wiederfindungen von n-Butylamin teilweise im Bereich 40-50% oder sogar deutlich über 100% (z.B. 113, 119%), was auf einen systematischen Fehler (Störungen durch Probenmatrix) oder eine wenig robuste Methode hindeutet.
- Die Wiederfindung der PAKs ist wiederum bis auf 12D-Perylen gut. Hier wird die untere Grenze von 50% immer wieder unterschritten. Da diese z.B. bei den Proben vom 13. Juni gleich fünfmal hintereinander im Bereich 40-50% lag, vermute ich ein systematisches Problem.

ADRESSE :
AAC
BÖHL 508
CH-9052 NIEDERTEUFEN
SCHWEIZ

TEL :
FAX :
GSM :
E-MAIL :
INT : +41-71-333 1 800
INT : +41-71-333 01 801
INT : +41-79-358 20 10
MICHAEL.OEHME@UNIBAS.CH

BANK : BASELSTADTLICHE
KANTONSBANK, BASELSTADT
SWIFT : BKSBCH33
IBAN : CH75 0076 9016 2247 8050
2



- Die Wiederfindungen für Chlorbenzol liegen weiterhin teilweise im Bereich 40-50% (siehe meine Kommentare zur vorhergehenden Messserie). Ausserdem wurden für Hexachlorbenzol gelegentlich Wiederfindungen von bis zu 110% gefunden, was wiederum auf einen systematischen Fehler hindeutet.

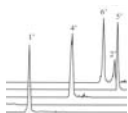
Laborblindwerte:

Diese sind für alle Stoffgruppen bis auf die PAKs in Ordnung und entsprechen den Bestimmungsgrenzen. Beide Laborblindproben enthielten allerdings Spuren an Naphthalin (0,01 µg/l). Wie bereits früher erwähnt, sind durch die Allgegenwart von Naphthalin in diesem Bereich Artefakte möglich und Konzentrationen bis etwa 0,03 µg/l müssen daher mit Vorsicht interpretiert werden.

Ich habe bei den aliphatischen Aminen mich über doch recht hohe Werte für z.B. Morpholin und Piperidin gewundert. Diese sollten von Ihnen auf Plausibilität in Bezug auf frühere Messwerte überprüft werden.

Für Fragen und Präzisierungen stehe ich wie immer gerne zur Verfügung.

Prof. Dr. M. Oehme



AAC

INSTITUT FÜR ANGEWANDTE ANALYTISCHE CHEMIE
PROF. DR. MICHAEL OEHME

WEITERBILDUNG UND BERATUNG IN ANALYTISCHER CHEMIE

Herrn Martin Steckermeier
HPC HARRESS PICKEL CONSULT
AG
Nansenstraße 5
DE-79539 Lörrach

IHRE REF. :

UNSERE REF. :
2010-1044

NIEDERTEUFEN AR
13. August 2010

Durchsicht Einzelstoffanalysen Kesslergrube 22-25. Juli 2010

Sehr geehrter Herr Steckermeier,
ich habe die Resultate der gemessenen Einzelstoffe durchgesehen und möchte diese wie folgt kommentieren:

Anorganische Analytik Blindproben:

Hierzu wird ja Mineralwasser verwendet, was ja sowohl Kationen/Anionen und gelegentlich Spuren an DOC enthält. Meiner Meinung nach macht es keinen Sinn hier das anorganische Programm zu fahren. Die Blindproben sind ja für die organische Analytik gedacht. Man erhält lediglich ein sehr gut charakterisiertes Mineralwasser.

Ionenbilanz:

Diese ist für alle Proben innerhalb der Messunsicherheit in Ordnung, sofern alle Kationen gemessen wurden.

Blindproben:

Die Blindproben aller gemessenen Stoffgruppen sind in Ordnung und entsprechen den Bestimmungsgrenzen.

Wiederfindungen:

- Diese sind für die aromatischen Amine, Phenole/Chlorphenole und PAKs in Ordnung und liegen innerhalb der vorgegebenen Bereiche.
- Bei den aliphatischen Aminen streuen die Wiederfindungen beiden Standards im Bereich 51-129%, was wie bereits diskutiert und kommentiert auf einen systematischen Fehler (Störungen durch Probenmatrix) oder eine wenig robuste Methode hindeutet. Die messwerte müssen daher als indikativ angesehen werden.

ADRESSE :
AAC
BÖHL 508
CH-9052 NIEDERTEUFEN
SCHWEIZ

TEL :
FAX :
GSM :
E-MAIL :
INT : +41-71-333 1 800
INT : +41-71-333 01 801
INT : +41-79-358 20 10
MICHAEL.OEHME@UNIBAS.CH

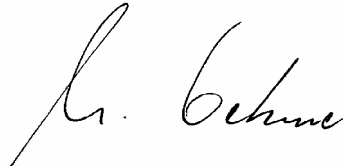
BANK : BASELSTADTLICHE
KANTONALBANK, BASELSTADT
SWIFT : BKSBCH33
IBAN : CH75 0076 9016 2247 8050
2



Laborblindwerte:

Diese sind für alle Stoffgruppen in Ordnung.

Für Fragen und Präzisierungen stehe ich wie immer gerne zur Verfügung.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'M. Oehme', written in a cursive style.

Prof. Dr. M. Oehme