

Anlage 3

**Anzuwendende Untersuchungsmethoden Chemie
Oberflächengewässer****Abschnitt I****Probenahme und Probenvorbereitung**

Die Probenahme ist anhand von repräsentativ gewonnenen Stichproben nach dem Stand der Probenahmetechnik vorzunehmen. Eine Standardarbeitsanweisung für die Probenahme hat erstellt und verbindlich angewandt zu werden.

Die entnommenen Proben sind entsprechend den in Abschnitt II angeführten Normverfahren zu behandeln, gegebenenfalls zu stabilisieren und zu konservieren, und umgehend ihrer Untersuchung zuzuführen. Rasch veränderliche Schadstoffe und die physikalischen und chemischen Hilfsparameter sind unmittelbar vor Ort zu bestimmen. Bezüglich der Entnahme, Konservierung, Vorbehandlung, Aufbewahrung und des Transports der Proben sind die nachfolgenden allgemeinen Normmethoden zu beachten:

ÖN EN 25667-1, Jänner 1994: Wasserbeschaffenheit – Probenahme – Teil 1

ÖN EN 25667-2, Jänner 1994: Wasserbeschaffenheit – Probenahme – Teil 2

ÖN EN ISO 5667-3, Mai 2004: Wasserbeschaffenheit – Probenahme – Teil 3

ISO 5664-4, April 1987: Water Quality – Sampling Guidance on sampling from lakes, natural and man-made

ISO 5667-6, März 2004: Water Quality – Sampling Guidance on sampling of rivers and streams

ISO 5667-14, September 1998: Water Quality – Sampling Guidance on quality assurance of environmental water sampling and handling

Sämtliche für die Beurteilung der durchgeführten Probenahme maßgeblichen Umstände einschließlich des (nächstgelegenen) Pegelstandes sind mit Lageskizze im Stammdatenblatt der Messstelle aufzuzeichnen.

Abschnitt II**Chemische Analyse**

Die Analyse der Parameter erfolgt entsprechend den Vorgaben der entsprechenden Qualitätsziel-Verordnungen in der völlig durchmischten, homogenisierten Probe oder in der filtrierte Probe. Die Filtration muss mit dem für den jeweiligen Parameter geeignetem Filtermaterial (Porenweite 0,45 µm) durchgeführt werden. Die Produktspezifikation und Blindwertprüfung des verwendeten Filters ist zu dokumentieren.

Zur Gewährleistung eines Mindeststandards bei der Bewertung von Messergebnissen im Sinne dieser Verordnung ist die chemische Analyse der Parameter und der Hilfsparameter nach den in der folgenden Tabelle, dritte Spalte, angeführten Basisnormmethoden durchzuführen. Parameter, für die in dieser Tabelle keine Basisnormmethode angegeben ist, sind nach einem geeigneten, in der Fachliteratur beschriebenen Analyseverfahren zu untersuchen. Die angewendeten Analyseverfahren sind derart zu optimieren, dass die in der Tabelle, Spalte 4, angeführten Mindestbestimmungsgrenzen jedenfalls erreicht werden. Alternativ zu den angeführten Methodenvorschriften können auch andere Methoden herangezogen werden, wenn unter Verwendung der statistischen Testverfahren nach der Normvorschrift DIN 38402 T 71, November 2002 gezeigt werden kann, dass die angegebenen Mindestbestimmungsgrenzen erreicht werden. Die analytische Nachweisgrenze der jeweils angewendeten Messverfahren ist zu dokumentieren.

Als *analytische Bestimmungsgrenze* ist jene Konzentration eines Parameters definiert, bei der unter Zugrundelegung einer statistischen Sicherheit von 95% die relative Ergebnisunsicherheit, definiert als der Quotient aus dem halben, zweiseitigen Prognoseintervall und der zugehörigen Konzentration, einen Wert *kleiner 1* annimmt. Bei nichtkalibrierfähigen Verfahren ist die relative Ergebnisunsicherheit als Quotient des Vertrauensintervalls und der zugehörigen Konzentration zu berechnen.

Als *analytische Nachweisgrenze* ist jene Konzentration eines Parameters definiert, die dem kritischen Wert der Messgröße zuzuordnen ist, wobei der kritische Wert der Messgröße jener Messwert ist, bei dessen Überschreitung unter Zugrundelegung einer statistischen Sicherheit von 95% erkannt wird, dass die Konzentration des Schadstoffes in der Analysenprobe größer ist als diejenige der Leerprobe. Die kritische Messgröße ist gemäß Normvorschrift DIN 32645 aus der Kalibrierfunktion oder bei nicht kalibrierfähigen Verfahren aus Einzelmessungen an Leerproben zu ermitteln.

Die Ermittlung der analytischen Bestimmungsgrenze und der analytischen Nachweisgrenze ist für das Gesamtverfahren gemäß DIN 38402, Teil 51 vorzunehmen.

Für Parameter, für die eine geeignete Basisnormmethode derzeit nicht angegeben werden kann, wird in der nachfolgenden Tabelle, Spalte 4, ein Hinweis auf das analytische Verfahren gegeben, mit dem aufgrund der bisher durchgeführten Überwachungsergebnisse die angeführte Mindestbestimmungsgrenze im Routinebetrieb erreicht werden kann.

Parameter	CAS.Nr.	Basisnormmethode	MBG
Abfiltrierbare Stoffe	-	ÖN EN 872 April 2005	1 mg/l
Alachlor	15972-60-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,05 µg/l
Aldrin	309-00-3	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
Alkalinität (SBV 4,3)	-	ÖN EN ISO 9963-2 Feb. 1996	0,05 mmol/l
Ammonium-Stickstoff (NH ₄ -N)	-	ÖN ISO 7150-1 Dezember 1987	0,01 mg/l
Anthracen	120-12-7	—	0,05 µg/l ⁵⁾
AOX (adsorbierbare organisch gebundene Halogene), (als Chlorid)	-	ÖN EN ISO 9562 November 1996	2 µg/l
Arsen (gesamt bzw. filtriert)	-	ÖN EN ISO 11969 Juli 1997	1 µg/l
Atrazin	1912-24-9	ÖN EN ISO 10695 November 2000	0,03 µg/l
Benzidin	92-87-5	-	0,1 µg/l ²⁾
Benzol	71-43-2	ÖN EN ISO 15680 März 2004	1 µg/l
Benzylchlorid	100-44-7	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,1 µg/l
Biochemischer Sauerstoffbedarf nach fünf Tagen ohne Nitrifikationshemmung	-	ÖN EN 1899-2 August 1998	0,5 mg/l
Bisphenol A	80-05-7	-	0,05 µg/l ¹⁾
Blei (gesamt bzw. filtriert)	-	DIN 38406 - 29 März 1999	1 µg/l
Bromierte Diphenylether 2,2',4,4'-Tetrabromdiphenylether	32534-81-9 - 5436-43-1 -	-	0,05 µg/l ³⁾ 0,05 µg/l ³⁾
2,2',4,4',5-Pentabromdiphenylether	60348-60-9 -	-	0,05 µg/l ³⁾
2,2',4,4',6-Pentabromdiphenylether	189084-64-8 -	-	0,05 µg/l ³⁾
2,2',4,4',5,5'-Hexabromdiphenylether	68631-49-2 -	-	0,05 µg/l ³⁾
2,2',4,4',5,6'-Hexabromdiphenylether	207122-15-4 -	-	0,05 µg/l ³⁾
Cadmium (gesamt bzw. filtriert)	-	ÖN EN ISO ⁵⁹⁶¹ Juli 1995	0,2 µg/l
Calcium	-	ÖN EN ISO 11885	1 mg/l
Chlordan	57-74-9	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,05 µg/l
cis-Chlordan	5103-71-9	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,05 µg/l
trans-Chlordan	5103-74-2	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,05 µg/l

Chloressigsäure	79-11-8	-	0,5 µg/l ³⁾
Chlorfenvinphos	470-90-6	ÖN EN 12918 November 1999	0,01 µg/l
Chlorid	-	ÖN EN ISO 10304-1-4	1 mg/l
Chlorophyll-a	-	DIN 38412-16 1985	1 µg/l
Chlorpyrifos	2921-88-2	ÖN EN 12918 November 1999	0,01 µg/l
Chrom (gesamt bzw. filtriert) Summe aller Oxidationsstufen)	-	ÖN EN ISO 11885 März 1998	1 µg/l
Cyanid (leicht freisetzbares Cyanid, als CN)	-	ÖN M 6285 Dezember 1988	2 µg/l
DDT	-	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
p,p'-DDT	50-29-3	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
o,p'-DDT	789-02-6	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
p,p'-DDE	72-55-9	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
p,p'-DDD	72-54-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
Di-(2-ethylhexylphthalat)	117-81-7	ISO DIS 18856 Februar 2002	0,2 µg/l
Dibutylzinnverbindungen (als Kation)	-	DIN 38407 - 13 März 2001	0,01 µg/l
1,3-Dichlor-2-propanol	96-23-1	-	2 µg/l ³⁾
1,2-Dichlorethan	107-06-2	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	2 µg/l
1,2-Dichlorethen	540-59-0	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	2 µg/l
cis-1,2-Dichlorethen	156-59-2	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	2 µg/l
trans-1,2-Dichlorethen	156-60-5	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	2 µg/l
Dichlormethan	75-09-2	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	2 µg/l
2,4-Dichlorphenol	120-83-2	ÖN EN 12673 April 1999	0,05 µg/l
2,5-Dichlorphenol	583-78-8	ÖN EN 12673 April 1999	0,05 µg/l
Dieldrin	60-57-1	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
Dimethylamin	124-40-3	-	2 µg/l ³⁾
Diuron	330-54-1	ÖN EN ISO 11369 Mai 1998	0,03 µg/l
DOC, organischer Kohlenstoff, gelöst	-	ÖN EN 1484 August 1997	0,5 mg/l
EDTA (als H4EDTA)	60-00-4	ISO/CD 16588 Februar 2004	0,5 µg/l
Elektr. Leitfähigkeit (bei 25 °C)	-	ÖN EN 27888 Dez. 1993	
Endosulfan	115-29-7	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
α-Endosulfan	959-98-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
β-Endosulfan	891-86-1	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
Endrin	72-20-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
Ethylbenzol	100-41-4	DIN 38407 - 9 Mai 1991	5 µg/l
Fluorid	-	ÖN EN ISO 10304-1 Juli 1995	100 µg/l
Gesamthärte (in mg CaCO ₃ /l)	-	DIN 38409-6 Jänner 2001	
Heptachlor	76-44-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
Hexachlorbenzol	118-74-1	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,01 µg/l
Hexachlorbutadien	87-68-3	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	0,01 µg/l
Hexachlorcyclohexan (HCH)	608-73-1	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
α-HCH	319-84-6	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l

β-HCH	319-85-7	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
γ-HCH (Lindan)	58-89-9	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,01 µg/l
δ-HCH	319-86-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
Isodrin	465-73-6	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,05 µg/l
Isopropylbenzol	98-82-8	ÖN EN ISO 15680 März 2004	5 µg/l
Isoproturon	34123-59-6	ÖN EN ISO 11369 Mai 1998	0,05 µg/l
Kalium		ÖN EN ISO 11885	1 mg/l
Kupfer (gesamt bzw. filtriert)	-	ÖN EN ISO 11885 März 1998	1 µg/l
LAS (Lineare Alkylbenzol-sulfonate)	68411-30-3	-	2 µg/l ⁴⁾
Magnesium		ÖN EN ISO 11885	1 mg/l
Mevinphos	7786-34-7	ÖN EN 12918 November 1999	0,01 µg/l
cis-Mevinphos	-	ÖN EN 12918 November 1999	0,01 µg/l
trans-Mevinphos	-	ÖN EN 12918 November 1999	0,01 µg/l
Naphthalin	91-20-3	-	0,2 µg/l ³⁾
Natrium		ÖN EN ISO 11885	1 mg/l
Nickel (gesamt bzw. filtriert)	-	ISO 17294-2:2003	0,1 µg/l
Nitrat-Stickstoff (als NO ₃ -N)	-	ÖN EN ISO 10304-1 Juli 1995	0,06 mg/l
Nitrit-Stickstoff (als NO ₂ -N)	-	ÖN EN 26777 Mai 1993	0,003 mg/l
4-Nonylphenol technisch (Summe der quantifizierbaren Isomeren des 2- und 4-Nonylphenol)	25154-52-3	-	0,1 µg/l ¹⁾
NTA (Nitrilotriessigsäure)	139-13-9	ISO/CD 16588 Februar 2004	0,5 µg/l
Octylphenole	1806-26-4	-	0,02 µg/l ¹⁾
4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)-phenol	140-66-9	-	0,02 µg/l ¹⁾
Omethoat	1113-02-6	ÖN EN 12918 November 1999	50 µg/l
PAK	-	ISO 17993: 2002	0,01 µg/l
Pentachlorbenzol	608-93-9	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
Pentachlornitrobenzol	82-68-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02 µg/l
Pentachlorphenol	87-86-5	ÖN EN 12673 April 1999	0,01 µg/l
Phosalon	2310-17-0	ÖN EN 12918 November 1999	0,01 µg/l
Orthophosphat-P	-	ÖN EN ISO 6878 Sept. 2004	Fließgewässer: 0,005 mg/l Seen 0,003 mg/l
Gesamtphosphor (filtriert und unfiltriert)	-	ÖN EN ISO 6878 Sept. 2004	0,005 mgP/l
pH-Wert	-	DIN 38404-C5 Jänner 1984	
Quecksilber (gesamt bzw. filtriert)	-	ÖN EN 12338 Oktober 1998	0,1 µg/l
Sauerstoff – gelöst und Sättigung	-	ÖN EN 25814 Juni 1993	0,2 mg/l
Sebuthylazin	7286-69-3	ÖN EN ISO 10695 November 2000	0,05 µg/l
Selen (filtriert)	-	ÖN EN ISO 15586 Februar	2 µg/l

		2004	
Silber (filtriert)	-	ÖN EN ISO 15586	Februar 1 ggn
Simazin	122-34-9	2004 ÖN EN ISO 10695	November 0,1 µg/1
Sulfat		2000 ÖN EN ISO 10304-1	Juli 1995 1 mgSO ₄ /1
Temperatur Wasser	-	ÖNORM M 6616	März 1994
Tetrachlorethen	127-18-4	ÖN EN ISO 10301	Februar 1998 0,2 µg/1
Tetrachlormethan	56-23-5	ÖN EN ISO 10301	Februar 1998 0,1 µg/1
TOC organischer Kohlenstoff, gesamt	-	ÖN EN 1484	August 1997 0,5 m ⁹ /1
Tributylzinn-Kation	-	ISO/DIS 17353	0,01 µg/1
Trichlorbenzole	12002-48-1	ÖN EN ISO 6468	Juli 1997 0,02 µg/1
1,2,3-Trichlorbenzol	87-61-6	ÖN EN ISO 6468	Juli 1997 0,02 µg/1
1,2,4-Trichlorbenzol	120-82-1	ÖN EN ISO 6468	Juli 1997 0,02 µg/1
1,3,5-Trichlorbenzol	108-70-3	ÖN EN ISO 6468	Juli 1997 0,02 µg/1
Trichlorethen	79-01-6	ÖN EN ISO 10301	Februar 1998 0,2 µg/1
Trichlorfon	52-68-6	-	30µg/1 ³⁾
Trichlormethan	67-66-3	ÖN EN ISO 10301	Februar 1998 0,3 µg/1
Trifluralin	1582-09-8	ÖN EN ISO 10695	November 2000 0,05 µg/1
Xylole	1330-20-7	ÖN EN ISO 15680	März 2004 0,5 µg/1
o-Xylol	95-47-6	ÖN EN ISO 15680	März 2004 0,5 µg/1
m-Xylol	108-38-3	ÖN EN ISO 15680	März 2004 0,5 µg/1
p-Xylol	106-42-3	ÖN EN ISO 15680	März 2004 0,5 µg/1
Zink (gesamt bzw. Eilt-riert)	7440-66-6	ÖN EN ISO 15586	Februar 2004 0,5 µg/1

Hinweise auf analytische Methoden, mit denen die angeführten Mindestbestimmungsgrenzen erreicht werden:

- 1) mittels Gaschromatographie mit massenspektrometrischem Detektor (GC/MS) oder mittels Hochdruckflüssigkeitschromatographie mit massenspektrometrischem Detektor (HPLC/MS);
- 2) mittels Hochdruckflüssigkeitschromatographie mit massenspektrometrischem Detektor (HPLC/MS);
- 3) mittels Gaschromatographie mit massenspektrometrischem Detektor (GC/MS);
- 4) mittels Hochdruckflüssigkeitschromatographie und UV-Detektor (HPLC/UV);
- 5) mittels Gaschromatographie mit massenspektrometrischem Detektor (GC/MS) oder mittels Hochdruckflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektor (HPLC/UV) oder mittels Flüssigkeitschromatographie mit massenspektrometrischem Detektor (LC/MS).

Die analytische Nachweisgrenze soll mindestens 50% der analytischen Bestimmungsgrenze betragen. Fehlt für einzelne Messdaten, die unter der analytischen Bestimmungsgrenze liegen, die Angabe der analytischen Nachweisgrenze, ist diese mit 50% der analytischen Bestimmungsgrenze anzusetzen.

Abschnitt III

Qualitätssicherung

Das zu betreibende Qualitätssicherungssystem hat jedenfalls folgende Maßnahmen der internen Qualitätskontrolle durch das Institut, das die Probenahme bzw. analytische Messung durchführt, zu umfassen:

- Erarbeitung einer Standard Operation Procedure (SOP) für Probenahme (einschließlich Konservierung), Gebindevorbereitung und Transport;
- Durchführung von Probenahme und Analytik durch qualifiziertes Personal;
- vollständige Erhebung des Ortsbefundes einschließlich einer Angabe der Lageskizze;
- genaue Beschreibung der angewandten Analyseverfahren unter Verweis auf die angewendete Verfahrensnorm bzw. Verfahrensvorschrift. Bei der Analyse eines Schadstoffes, für den in Abschnitt II keine Basisnormmethode angegeben ist, sind alle Analysenschritte jederzeit nachvollziehbar zu dokumentieren;
- Durchführung problemorientierter Kalibrierungen unter Einbeziehung sämtlicher Probenvorbereitungsschritte im Sinne der ÖN DIN 32645 März 1996;
- Ermittlung der Verfahrenskenndaten des Routinebetriebes im Sinne der ÖN DIN 32645 März 1996, insbesondere:
 - i. analytische Nachweisgrenze unter Einbeziehung sämtlicher Probenvorbereitungsschritte,
 - ii. analytische Bestimmungsgrenze für das Gesamtverfahren (Probenvorbereitung und Analyse),
 - iii. 95%-Vertrauensbereich der analytischen Bestimmungsgrenze,
 - iv. obere Grenze des Arbeitsbereiches des Verfahrens,
 - v. Steigung der Kalibriergeraden,
 - vi. Reststandardabweichung,
 - vii. relative Verfahrensstandardabweichung in der Mitte des Kalibrierbereiches;
- Angabe der erforderlichen Probenvolumina;
- bei Verfahren mit gesonderter Probenvorbereitung die Ermittlung der mittleren Wiederfindungsraten;
- regelmäßige Durchführung von Blindwertüberprüfungen;
- regelmäßige Überprüfung der Wiederfindungsraten;
- regelmäßige Kontrolle der analytischen Verfahren mit zertifizierten Standards oder Referenzmaterialien (Rückführbarkeit und Richtigkeit);
- laufende Kontrolle der Gleichmäßigkeit der analytischen Verfahren durch Messung von Kontrollstandards im Bereich der am häufigsten gemessenen Konzentrationen in Realproben. Führen entsprechender Kontroll- und Regelkarten und Dokumentation aller ergriffenen Maßnahmen im Falle der Überschreitung der definierten Eingriffsgrenzen;
- laufende Durchführung von Mehrfachbestimmungen;
- laufende Durchführung von Plausibilitätskontrollen;
- laufende erfolgreiche Teilnahme an einschlägigen anerkannten Ringversuchen und Laborvergleichstests;
- laufende Überprüfung der Vollständigkeit der bearbeiteten Proben und der beauftragten Untersuchungen;
- schriftliche Dokumentation von Probenahme und Probelauf einschließlich näherer Informationen über Eingang der Proben, Zeitpunkt der Analysen, allfällige aufgetretene Störungen, und weitere verfahrenstypische systematisch geordnete Informationen;
- laufende Dokumentation aller Maßnahmen und Ergebnisse der internen Qualitätskontrolle in einem Qualitätssicherungshandbuch festzuhalten. Die Erstellung dieses Qualitätssicherungshandbuches hat unter Zugrundelegung der ÖN EN ISO 17025; (Jänner 2005) oder einer anderen gleichwertigen Vorschrift zu erfolgen. Die Dokumentation ist laufend fortzuschreiben und mindestens zehn Jahre einsehbar aufzubewahren;

- **Gewährleistung der laufenden Einhaltung der im Qualitätssicherungshandbuch getroffenen Festlegungen, insbesondere das Arbeiten nach validierten Analysemethoden.**

Die Definitionen der messtechnischen Begriffe sind der Normvorschrift „Chemische Analytik ge Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenzen – Ermittlung unter Wiederholun n – Begriffe, Verfahren, Auswertung“ (ON DIN 32645 März 1996) zu entnehmen.