

Anlage D**Anzuwendende Untersuchungsmethoden gemäß § 6****Abschnitt I.****Probenahme und Probenvorbereitung (zu § 6 Abs. 4)**

Die Probenahme ist anhand von repräsentativ gewonnenen Stichproben nach dem Stand der Probenahmetechnik vorzunehmen.

Die entnommenen Proben sind entsprechend den in Abschn. II angeführten Normverfahren zu behandeln, gegebenenfalls zu stabilisieren und zu konservieren, und umgehend ihrer Untersuchung zuzuführen. Rasch veränderliche Schadstoffe und physikalisch-chemische 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, Juli 2005: 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 (zu § 6 Abs. 5)**

Die Analyse der Parameter erfolgt in der völlig durchmischten, homogenisierten Probe, ausgenommen jene Parameter, für die sich die Umweltqualitätsnorm gemäß den Anlagen A und B auf die filtrierte Probe bezieht. Diese Parameter sind an einer Probe zu bestimmen, die über einen bei 550°C und 30 Minuten Einwirkzeit vor geglähten Glasfaserfilter (Porenweite 0,45 µm) filtriert wurde. Die Produktspezifikation und Blindwertprüfung des verwendeten Glasfaserfilters ist zu dokumentieren.

Zur Gewährleistung eines Mindeststandards bei der Bewertung von Messergebnissen im Sinne dieser Verordnung ist die chemische Analyse der Parameter und der physikalisch-chemischen 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 in Anlage D 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 nicht-kalibrierfähigen 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 analytische Nachweisgrenze hat in der Regel mindestens 50% der analytischen Bestimmungsgrenze zu betragen. Fehlt für einzelne Messdaten, die unter der analytischen Bestimmungsgrenze liegen, die Angabe der analytischen Nachweisgrenze, ist diese mit 50% der analytischen Bestimmungsgrenze anzusetzen.

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	Mindestbestimmungsgrenze µg/l
Alachlor	15972-60-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,05
Aldrin	309-00-3	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Ammonium (N-NH ₄)	7664-41-7	ÖN ISO 7150-1 Dezember 1987	10
Anthracen	120-12-7	-	0,05 ⁵⁾
AOX (adsorbierbare organisch gebundene Halogene)	-	ÖN EN ISO 9562 Dezember 2004	10 (als Chlorid)
Arsen	-	ÖN EN ISO 11969 Juli 1997	1 (filtriert)
Atrazin	1912-24-9	ÖN EN ISO 10695 November 2000	0,03
Benzidin	92-87-5	-	0,1 ²⁾
Benzol	71-43-2	ÖN EN ISO 15680 März 2004	1
Benzylchlorid	100-44-7	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,1
Bisphenol A	80-05-7	-	0,05 ¹⁾
Blei	-	DIN 38406 – 29 März 1999	1 (filtriert)
Bromierte Diphenylether	32534.81-9	-	-
2,2',4,4'-Tetrabromdiphenylether	-	-	0,05 ³⁾
2,2',4,4',5-Pentabromdiphenylether	-	-	0,05 ³⁾
2,2',4,4',6-Pentabromdiphenylether	-	-	0,05 ³⁾
2,2',4,4',5,5'-Hexabromdiphenylether	-	-	0,1 ³⁾
2,2',4,4',5,6'-Hexabromdiphenylether	-	-	0,1 ³⁾
Cadmium	-	ÖN EN ISO 5961 Juli 1995	0,2 (unfiltriert)
Chlordan	57-74-9	-	-
cis-Chlordan	5103-71-9	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,05
trans-Chlordan	5103-74-2	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,05
Chloressigsäure	79-11-8	-	0,5 ³⁾
Chlorfenvinphos	470-90-6	ÖN EN 12918 November 1999	0,01
Chlorpyrifos	2921-88-2	ÖN EN 12918 November 1999	0,01
Chrom	-	ÖN EN ISO 11885 März 1998	1 (filtriert, Summe aller Oxidationsstufen)
Cyanid	57-12-5	ÖN M 6285 Dezember 1988	2 (leicht freisetzbare Cyanid, als CN)
DDT	-	-	-
p,p'-DDT	50-29-3	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
o,p'-DDT	789-02-6	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
p,p'-DDE	72-55-9	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
p,p'-DDD	72-54-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Dibutylzinnverbindungen	-	DIN 38407 – 13 März 2001	0,01 (als Kation)
Dichlorethan, 1,2-	107-06-2	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	2
Dichlorethen, 1,2-	540-59-0	-	-
cis-Dichlorethen, 1,2-	156-59-2	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	2
trans-Dichlorethen, 1,2-	156-60-5	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	2

Parameter	CAS.Nr.	Basisnormmethode	Mindestbestimmungsgrenze µg/l
Dichlormethan	75-09-2	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	2
Dichlorphenol, 2,4-	120-83-2	ÖN EN 12673 April 1999	0,05
Dichlorphenol, 2,5-	583-78-8	ÖN EN 12673 April 1999	0,05
Dichlor-2-propanol, 1,3-	96-23-1	-	2 ³⁾
Dieldrin	60-57-1	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Di-(2-ethylhexylphthalat)	117-81-7	ÖN EN ISO 18856 November 2005	0,2
Dimethylamin	124-40-3	-	2 ³⁾
Diuron	330-54-1	ÖN EN ISO 11369 Mai 1998	0,03
Endosulfan	115-29-7	-	-
α-Endosulfan	959-98-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
β-Endosulfan	891-86-1	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Endrin	72-20-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA)	60-00-4	ÖN EN ISO 16588 August 2005	0,5 (als H ₄ EDTA)
Ethylbenzol	100-41-4	DIN 38407 – 9 Mai 1991	5
Fluorid	-	ÖN EN ISO 10304-1 Juli 1995	100
Heptachlor	76-44-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Hexachlorbenzol	118-74-1	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,01
Hexachlorbutadien	87-68-3	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	0,01
Isodrin	465-73-6	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,05
Isopropylbenzol	98-82-8	ÖN EN ISO 15680 März 2004	5
Hexachlorcyclohexan (HCH)	608-73-1	-	-
α-HCH	319-84-6	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
β-HCH	319-85-7	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
γ-HCH	58-89-9	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,01
δ-HCH	319-86-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Isoproturon	34123-59-6	ÖN EN ISO 11369 Mai 1998	0,05
Kupfer	-	ÖN EN ISO 11885 März 1998	1 (filtriert)
LAS (Lineare Alkylbenzolsulfonate)	68411-30-3	-	2 ⁴⁾ (Summe der Isomeren der linearen Alkylbenzolsulfonate mit Kettenlängen zwischen 10 bis 13 Kohlenstoffatomen)
Mevinphos	7786-34-7	-	-
cis-Mevinphos	298-01-1	ÖN EN 12918 November 1999	0,01
trans-Mevinphos	338-45-4	ÖN EN 12918 November 1999	0,01
Naphthalin	91-20-3	-	0,2 ³⁾
Nitrit	14797-65-0	ÖN EN 26777 Mai 1993	3 (als NO ₂ -N)
Nitrilotriessigsäure (NTA)	139-13-9	ÖN EN ISO 16588 August 2005	0,5 (H ₃ NTA)
Nonylphenole	-	-	-
4-Nonylphenol technisch	25154-52-3	-	0,1 ¹⁾ (Summe der quantifizierbaren Isomeren des 2- und 4-Nonylphenol)
Octylphenole	1806-26-4	-	-
4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)-phenol	140-66-9	-	0,02 ¹⁾
Omethoat	1113-02-6	ÖN EN 12918 November 1999	50
Pentachlorbenzol	608-93-9	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Pentachlornitrobenzol	82-68-8	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Pentachlorphenol	87-86-5	ÖN EN 12673 April 1999	0,01
Phosalon	2310-17-0	ÖN EN 12918 November 1999	0,01
Quecksilber	-	ÖN EN 12338 Oktober 1998	0,1 (unfiltriert)
Sebuthylazin	7286-69-3	ÖN EN ISO 10695 November 2000	0,05
Selen	-	ÖN EN ISO 15586 Februar 2004	2 (filtriert)
Silber	-	ÖN EN ISO 15586 Februar 2004	1 (filtriert)
Simazin	122-34-9	ÖN EN ISO 10695 November 2000	0,1

Parameter	CAS.Nr.	Basisnormmethode	Mindestbestimmungsgrenze µg/l
Tetrachlorethen	127-18-4	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	0,2
Tetrachlormethan	56-23-5	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	0,1
Trichlorbenzole	-	-	-
1,2,3-Trichlorbenzol	87-61-6	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
1,2,4-Trichlorbenzol	120-82-1	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
1,3,5-Trichlorbenzol	108-70-3	ÖN EN ISO 6468 Juli 1997	0,02
Trichlorethen	79-01-6	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	0,2
Trichlorfon	52-68-6	-	30 ³⁾
Trichlormethan	67-66-3	ÖN EN ISO 10301 Februar 1998	0,3
Trifluralin	1582-09-8	ÖN EN ISO 10695 November 2000	0,05
Xylole	1330-20-7	-	-
o-Xylol	95-47-6	ÖN EN ISO 15680 März 2004	0,5
m-Xylol	108-38-3	ÖN EN ISO 15680 März 2004	0,5
p-Xylol	106-42-3	ÖN EN ISO 15680 März 2004	0,5
Zink	-	ÖN EN ISO 15586 Februar 2004	1 (filtriert)

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)

Temperatur	ÖNORM M 6616 März 1994
pH-Wert	DIN 38404-C5 Jänner 1984
Chlorid	ÖN EN ISO 10304-1 – 4 (Ausgabedatum für Teil 4: Juli 1999)
Wasserhärte (in mg CaCO ₃ /l)	DIN 38409-6 Jänner 1986
Durchfluss	ÖN EN ISO 748 Mai 2000

Abschnitt III.

Qualitätssicherung (zu § 6 Abs. 6)

Das gemäß § 6 Abs. 6 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) und Gebindevorbereitung
- 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 Verfahrenskennndaten 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 Durchführung von Mehrfachbestimmungen
- Laufende Durchführung von Plausibilitätskontrollen
- 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 ÖVE/ÖN EN ISO/IEC 17025; Jänner 2001) oder einer anderen gleichwertigen Vorschrift zu erfolgen. Die Dokumentation ist laufend fortzuschreiben und mindestens 10 Jahre einschaubar aufzubewahren
- Gewährleistung der laufenden Einhaltung der im Qualitätssicherungshandbuch getroffenen Festlegungen, insbesondere das Arbeiten nach validierten Analysenmethoden.

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

