

DIN EN ISO 5667-3

ICS 13.060.45

Entwurf

Einsprüche bis 2011-03-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 5667-3:2004-05 und
DIN EN ISO 5667-3
Berichtigung 1:2006-08

**Wasserbeschaffenheit –
Probenahme –****Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben
(ISO/DIS 5667-3);****Deutsche Fassung prEN ISO 5667-3:2010**

Water quality –

Sampling –

Part 3: Preservation and handling of water samples (ISO/DIS 5667-3);

German version prEN ISO 5667-3:2010

Qualité de l'eau –

Échantillonnage –

Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau (ISO/DIS 5667-3);

Version allemande prEN ISO 5667-3:2010

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2011-01-24 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an naw@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann
im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter
www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift:
Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 56 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Der hiermit der Öffentlichkeit zur Stellungnahme vorgelegte europäische Norm-Entwurf ist die Deutsche Fassung des vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) ausgearbeiteten Entwurfes prEN ISO 5667-3, der nach einem positiven Abstimmungsergebnis innerhalb der CEN-Mitglieder als Europäische Norm EN ISO 5667-3 in Deutsch, Englisch und Französisch herausgegeben wird.

Die nationalen Normenorganisationen sind verpflichtet, diese Europäische Norm dann vollständig und unverändert in ihr nationales Normenwerk zu übernehmen.

Die vorbereitenden Arbeiten wurden vom CEN/TC 230 durchgeführt, deren Federführung beim DIN (Sekretariat: Deutschland) lag. Für Deutschland war der NA 119-01-03-01-01 AK „Probenahme“ des NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW) an der Bearbeitung beteiligt.

Nach einer auf Basis der Wiener Vereinbarung durchgeführten Parallelabstimmung in ISO und CEN wird dieses Bestimmungsverfahren als Europäische Norm in das DIN-Normenwerk übernommen.

Das Ausgabedatum des Europäischen Norm-Entwurfs stand zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses DIN-EN-ISO-Entwurfs noch nicht fest; der prEN ISO wird jedoch vom CMC unter der angegebenen prEN-Nummer demnächst zur CEN-Umfrage verteilt. Um der deutschen Öffentlichkeit eine möglichst lange Einspruchsfrist einzuräumen, wurde dieser Norm-Entwurf bereits vorab veröffentlicht.

Bezeichnung des Verfahrens:

Konservierung und Handhabung von Wasserproben (A 21):

Verfahren DIN EN ISO 5667-3 — A 21

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5667-1	siehe	DIN EN ISO 5667-1
ISO 15913	siehe	DIN EN ISO 15913
ISO 19458	siehe	DIN EN ISO 19458

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Die als DIN-Normen veröffentlichten Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und von dem Wiley-VCH Verlag publiziert.

Alle für die Abwasserverordnung (AbwV^{**}) nach § 57, Absatz 1, Nummer 1 des Gesetzes zur Ordnung des Wasserhaushaltes (Wasserhaushaltsgesetz — WHG^{**}) über „Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer“ relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit der AbwV und dem WHG als Loseblattsammlung „Analysenverfahren in der Abwasserverordnung — Rechtsvorschriften und Normen“ (Ergänzungsbände) von der Beuth Verlag GmbH herausgegeben worden.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung*“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)	(DIN 38402)
Sensorische Verfahren (Gruppe B)	(DIN 38403)
Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)	(DIN 38404)
Anionen (Gruppe D)	(DIN 38405)
Kationen (Gruppe E)	(DIN 38406)
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)	(DIN 38407)
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)	(DIN 38408)
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)	(DIN 38409)
Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)	(DIN 38410)
Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)	(DIN 38411)
Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)	(DIN 38412)
Einzelkomponenten (Gruppe P)	(DIN 38413)
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)	(DIN 38414)
Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)	(DIN 38415).

Außer den in der Reihe DIN 38402 bis DIN 38415 genormten Untersuchungsverfahren liegen eine Reihe Europäischer und Internationaler Normen als DIN-EN-, DIN-EN-ISO- und DIN-ISO-Normen vor, die ebenfalls Bestandteil der „Deutschen Einheitsverfahren“ sind.

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Telefon 030 2601–2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Diesem Verfahren wird bei der Einsortierung in die „Deutschen Einheitsverfahren“ die DEV-Nummer A 21 zugeordnet.

^{**}) Nachgewiesen in der DITR-Datenbank der DIN Software GmbH, zu beziehen bei: Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 5667-3:2004-05 und DIN EN ISO 5667-3 Berichtigung 1:2006-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel geändert;
- b) Text wurde fachlich an die geänderten Festlegungen in Einzelanalyisennormen angepasst;
- c) die Norm wurde vollständig redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA
(informativ)**Literaturhinweise**

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 15913, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Phenoxyalkancarbonsäure-Herbiziden, einschließlich Bentazon und Hydroxynitrilen mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion nach Fest-Flüssig-Extraktion und Derivatisierung*

DIN EN ISO 19458, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme für mikrobiologische Untersuchungen*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

CEN/TC 230

Datum: 2010-12

prEN ISO 5667-3:2010

CEN/TC 230

Sekretariat: DIN

Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben (ISO/DIS 5667-3:2010)

Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3 : Conservation et manipulation des échantillons d'eau (ISO/DIS 5667-3:2010)

Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples (ISO/DIS 5667-3:2010)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	5
4 Probenahme	6
5 Handhabung und Konservierung von Proben	6
5.1 Reagenzien und Materialien	6
5.1.1 Feststoffe.....	7
5.1.2 Lösungen.....	7
5.1.3 Materialien	8
5.2 Wahl und Vorbehandlung geeigneter Probenbehälter.....	8
5.3 Füllen der Probenbehälter	8
5.4 Handhabung und Konservierung von Proben für physikalische und chemische Untersuchung.....	8
5.5 Handhabung und Konservierung von Proben für biologische Untersuchung	9
5.6 Handhabung und Konservierung von Proben für radiochemische Untersuchung	10
6 Probentransport.....	10
7 Probeneingang im Labor	11
8 Probenkennzeichnung	11
9 Probenlagerung	11
Anhang A (informativ) Behältervorbereitung	43
A.1 Reagenzien	43
A.1.1 Aceton (IUPAC: Propanon).....	43
A.1.2 Salzsäure, 4 % und 25 % (Volumenanteil) HCl.	43
A.1.3 Salpetersäure, 10 % (Volumenanteil) HNO ₃	43
A.2 Mit Lösemittel gewaschene Glasbehälter	43
A.3 Mit Säure gewaschene Behälter.....	43
A.4 Behälter für mikrobiologische Proben	44
A.5 Behälter für biologische Proben	44
Anhang B (informativ) Konservierungstechniken für die nachfolgende Untersuchung von mehreren Analyten	45
Anhang C (informativ) In den Niederlanden gebräuchliches Protokoll für Validierungsstudien.....	49
Literaturhinweise	51

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 5667-3:2010) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 5667-3:2003 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 5667-3:2010 wurde vom CEN als prEN ISO 5667-3:2010 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Dieser Teil von ISO 5667 ist dazu gedacht, im Zusammenhang mit ISO 5667-1 gelesen zu werden, der sich mit der Aufstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken befasst.

Diese Norm wurde soweit möglich an die bestehenden, aktuellen Normen angepasst. Wo neue Forschungs- oder Validierungsergebnisse zu neuen Erkenntnissen geführt haben, wurde der neueste Wissensstand verwendet.

Eine Anleitung zu Validierungsprotokollen ist in ISO Guide 34 zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 5667 legt allgemeine Grundsätze für die Probenahme, Konservierung, Handhabung, Transport und Lagerung aller Wasserproben einschließlich derer für biologische Untersuchungen fest. Ausgeschlossen sind jedoch Proben zur mikrobiologischen Untersuchung, für ökotoxikologische Tests sowie die passive Probenahme nach ISO 5667-23.

Diese Norm ist besonders für jene Proben (Einzel- oder Mischproben) geeignet, die nicht unmittelbar vor Ort untersucht werden können und hierfür in das Labor gebracht werden müssen.

Die in dieser Internationalen Norm angegebenen Konservierungstechniken sind anwendbar, sofern es keine widersprüchlichen Anforderungen an die Probenkonservierung im Analysenverfahren gibt, das nach Abschluss der beschriebenen Verfahren durchgeführt werden soll. Abweichende Anforderungen in den Analysenverfahren zur Konservierung können auf die speziellen Anforderungen des jeweiligen Analysenverfahrens zugeschnitten sein. Widersprüchliche Anforderungen sind das Ergebnis von Veränderungen in den Analysentechniken und Normen. Der Grund für eine besondere Abweichung ist in der neuesten Ausgabe der Norm des Analysenverfahrens zu vermerken werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*

ISO 15913, *Water quality — Determination of selected phenoxyalkanoic herbicides, including bentazones and hydroxybenzonitriles by gas chromatography and mass spectrometry after solid phase extraction and derivatization*

ISO 19458, *Water quality — Sampling for microbiological analysis*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 6107 und die folgenden Begriffe.

3.1

Probenkonservierung

Verfahren zur Stabilisierung einer Probe in der Weise, dass die zu untersuchenden Eigenschaften vom Stadium der Probenahme bis zur Vorbehandlung zur Analyse unverändert bleiben

[ISO 11074:2005, 4.4.20]

ANMERKUNG Unterschiedliche Analyten können mehrere Proben gleicher Herkunft erfordern, die mit unterschiedlichen Verfahren stabilisiert werden.

3.2

Probenlagerung

Vorgang und Ergebnis des Aufbewahrens einer Probe unter vorab festgelegten Bedingungen für eine (üblicherweise) festgelegte Dauer zwischen der Probenahme und der weiteren Bearbeitung einer Probe

[ISO 11074:2005, 4.4.22]

ANMERKUNG Die angegebene Zeit ist die maximale Zeitspanne.

3.3

Aufbewahrungszeit

Zeitspanne zwischen Füllen der Probenbehälter und weiterer Behandlung der Probe im Laboratorium bei Lagerung unter festgelegten Bedingungen. Die Probenahme endet, sobald der Probenbehälter mit der Probe gefüllt worden ist. Die Aufbewahrungszeit endet, sobald der Analytiker die Probe nimmt, um die Probenvorbereitung vor Beginn der Analyse zu beginnen.

ANMERKUNG Die weitere Behandlung ist für die meisten der Analyten eine Lösemittlextraktion oder ein Säureaufschluss. Die ersten Schritte der Probenvorbereitung können komplementäre Schritte zu den Lagerungsbedingungen für die Sicherung der Analytkonzentrationen sein.

4 Probenahme

Falls Proben zu nehmen sind, erfolgt dies nach einem Probenahmeprogramm. Der erste Schritt ist die Erstellung eines Probenahmeprogramms. Eine Anleitung dazu siehe ISO 5667-1.

Abhängig von der Probenart und der Matrix finden sich Anleitungen in den verschiedenen Dokumenten der Reihe ISO 5667 und in ISO 19458.

Der Prozess der Konservierung und Handhabung von Wasserproben besteht aus mehreren Schritten. Während dieses Prozesses könnte sich die Verantwortung für die Proben ändern. Um die Integrität der Proben sicher zu stellen, ist es wichtig, alle Schritte mit der Probe zu dokumentieren.

5 Handhabung und Konservierung von Proben

5.1 Reagenzien und Materialien

WARNUNG — Es ist notwendig, bestimmte Konservierungsmittel (z. B. Säuren, Laugen, Formaldehyd) unter Berücksichtigung möglicher Gefahren mit Vorsicht zu handhaben. Das Probenahmepersonal sollte entsprechend instruiert sein, und Sicherheitsvorkehrungen sollten befolgt werden.

Die nachfolgend aufgeführten Reagenzien werden als Konservierungsmittel verwendet und müssen entsprechend den Probenahmebedingungen hergestellt werden. Alle Reagenzien sollten, wenn nicht anders angegeben, mindestens der Qualität „zur Analyse“, entsprechen; als Wasser sollte mindestens Wasser der Qualität 2 nach ISO 3696 eingesetzt werden. Bei den in diesem Teil von ISO 5667 aufgeführten Säuren handelt es sich um handelsübliche „konzentrierte“ Säuren.

Alle Reagenzien sind mit einem Haltbarkeitsdatum zu versehen sein. Das Haltbarkeitsdatum gibt an, bis zu welchem Zeitpunkt das Reagenz verwendet werden kann, vorausgesetzt, es wird angemessen gelagert. Reagenzien, die zum Verfallsdatum nicht völlig aufgebraucht sind oder deren Haltbarkeitsdatum überschritten ist, sind zu verwerfen.

Die Reagenziendispenser regelmäßig prüfen und Reagenzien verwerfen, wenn die Dispenser nicht mehr geeignet sind.

Zwischen dem Einsatz vor Ort sicherstellen, dass die Reagenzien in sauberen, sicheren Behältern gelagert sind, um versehentliche Kontaminationen zu vermeiden.

Jede Probe ist zu markieren, nachdem das Konservierungsmittel zugesetzt wurde, da es üblicherweise nicht zu erkennen ist, welche Probe konserviert wurde und welche nicht.

5.1.1 Feststoffe

5.1.1.1 Natriumthiosulfat-Pentahydrat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$.

5.1.1.2 Ascorbinsäure, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$.

5.1.1.3 Natriumhydroxid, NaOH .

5.1.1.4 Natriumtetraborat-Dekahydrat, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$.

5.1.1.5 Hexamethylentetramin (Hexamin, Urotropin), $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$.

5.1.1.6 Kaliumjodid, KI .

5.1.1.7 Iod, I_2 .

5.1.1.8 Natriumacetat, $\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2$.

5.1.2 Lösungen

5.1.2.1 Zinkacetat-Lösung ($\rho = 0,10 \text{ g/ml}$), $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}$.

5.1.2.2 Orthophosphorsäure ($\rho = 1,7 \text{ g/ml}$), H_3PO_4 .

5.1.2.3 Salzsäure ($\rho = 19 \text{ g/ml}$), HCl .

5.1.2.4 Salpetersäure ($\rho = 1,42 \text{ g/ml}$), HNO_3 .

5.1.2.5 Schwefelsäure (8 mol/l), H_2SO_4 .

5.1.2.6 Natriumhydroxid-Lösung ($\rho = 0,40 \text{ g/ml}$), NaOH .

5.1.2.7 Formaldehyd-Lösung (Volumenanteil 37 %) (Formalin), CH_2O .

WARNUNG — Vorsicht bei Formaldehyd-Dämpfen. Proben nicht in größerer Anzahl am Arbeitsplatz aufbewahren.

5.1.2.8 EDTA-Lösung, wässrige Lösung des Dinatriumsalzes der Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA) ($\rho = 0,025 \text{ g/ml}$), $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$.

5.1.2.9 Ethanol (Volumenanteil 96 %).

5.1.2.10 Alkalische Lugol'sche Lösung, 100 g Kaliumiodid (5.1.1.6), 50 g Iod (5.1.1.7) und 250 g Natriumacetat (5.1.1.8) in 1 000 ml Wasser auf pH-Wert 10.

5.1.2.11 Saure Lugol'sche Lösung, 100 g Kaliumiodid (5.1.1.6), 50 g Iod (5.1.1.7) und 100 ml Essigsäure (5.1.2.17) in 1 000 ml Wasser, auf pH-Wert 2.

5.1.2.12 Formaldehyd-Lösung, 37 % Formaldehyd-Lösung, die mit Natriumtetraborat oder Hexamethylentetramin neutralisiert wurde (100 g/l Formalin-Lösung) auf eine endgültige Lösung von 3,7 % Formaldehyd verdünnen.

5.1.2.13 Ethanol Konservierungs-Lösung, mindestens 70 % Volumenanteil Ethanol, 37 % Volumenanteil Formaldehyd-Lösung und Glycerin (jeweils im Verhältnis 100:2:1).

5.1.2.14 Natriumhypochlorit (Massenanteil von 10 %), NaOCl.

5.1.2.15 Kaliumiodat (Massenanteil von 10 %), KIO₃.

5.1.2.16 Methansäure (Ameisensäure) (Volumenanteil von > 98 %) CH₂O₂.

5.1.2.17 Essigsäure, C₂H₄O₂.

5.1.3 Materialien

5.1.3.1 Behälter, Art und Volumen siehe Tabellen 1 bis 3.

5.1.3.2 Filter, Porenweite 0,40 µm bis 0,45 µm.

5.2 Wahl und Vorbehandlung geeigneter Probenbehälter

Die Auswahl eines Probenbehälters (5.1.3.1) ist von großer Bedeutung. Für diesbezügliche Anleitungen siehe ISO 5667-1.

Einzelheiten zu den zu verwendenden Behältern für die Probenahme und Aufbewahrung sind in den Tabellen 1 bis 3 angegeben. Die gleiche Sorgfalt, die der Auswahl des Behältermaterials gilt, ist auch für das Verschlussmaterial aufzuwenden.

Probenbehältnisse müssen aus einem Material gefertigt sein, welches für die Konservierung der natürlichen Beschaffenheiten sowohl der Probe als auch dem zu erwarteten Bereich von Schadstoffen geeignet ist. Geeignete Arten von Behältern sind für jeden zu messenden Analyten in den Tabellen 1 bis 3 angegeben.

Wenn die Proben einzufrieren sind, müssen zur Verhinderung von Bruch geeignete Behälter, z. B. aus Polyethylen oder Polytetrafluorethylen (PTFE) eingesetzt werden.

Wenn Einwegprodukte verfügbar sind, müssen diese verwendet werden. Einige Hersteller bieten Behälter mit einem Reinheits-Zertifikat an. Solche Behälter dürfen niemals gereinigt oder gespült werden, vorausgesetzt, der Hersteller liefert die Behälter mit verschlossenen Deckeln.

Alle Vorbereitungsverfahren müssen validiert werden, um sicherzustellen, dass keine Über- oder Unterbefunde erhalten werden. Diese müssen zumindest die Untersuchung von Blindproben und/oder die Untersuchung von Proben mit bekannten Validierungen Gehalten an wichtigen Analyten umfassen.

5.3 Füllen der Probenbehälter

Der Behälter (5.1.3.1) muss vollständig gefüllt werden, sofern nichts anderes in den Tabellen 1 bis 3 vorgeschrieben ist. Falls die Proben im Rahmen ihrer Konservierung einzufrieren sind, dürfen die Probenbehälter nicht vollständig gefüllt werden, um Bruch zu verhindern.

5.4 Handhabung und Konservierung von Proben für physikalische und chemische Untersuchung

Wässer, besonders Oberflächenwasser, Abwasser und Grundwasser, unterliegen Veränderungen aufgrund physikalischer, chemischer oder biologischer Reaktionen, die zwischen Probenahme und Analyse ablaufen können. Art und Umfang dieser Reaktionen, die beim Transport der Proben oder ihrer Aufbewahrung im Labor eintreten können, können für bestimmte Stoffe dazu führen, dass sich die Konzentration im Vergleich zum Zeitpunkt der Probenahme verändert, wenn nicht bestimmte Vorkehrungen getroffen werden.

Das Ausmaß dieser Veränderungen hängt von der chemischen und biologischen Eigenart der Probe ab, der Temperatur, der Lichteinwirkung, der die Probe ausgesetzt ist, der Beschaffenheit des Transportbehälters, der Zeit zwischen Probenahme und Analytik und den Bedingungen, denen die Probe ausgesetzt ist, z. B. Schütteln während des Transports. Einige spezifische Gründe für Abweichungen sind folgende:

- a) Bakterien, Algen und andere Organismen können bestimmte Inhaltsstoffe in der Probe verbrauchen. Sie können außerdem die Wasserinhaltsstoffe unter Bildung neuer Stoffe modifizieren. Diese biologische Aktivität beeinflusst z. B. den Gehalt an gelöstem Sauerstoff, gelöstem Kohlenstoffdioxid, Stickstoffverbindungen, Phosphor- und manchmal Siliziumverbindungen.
- b) Bestimmte Verbindungen können entweder durch in der Probe vorhandenem gelösten Sauerstoff oder atmosphärischen Sauerstoff oxidiert werden (z. B. organische Verbindungen, Eisen(II)-Verbindungen oder Sulfide).
- c) Bestimmte Substanzen können ausgefällt werden [z. B. Calciumcarbonat oder metallische Verbindungen wie $\text{Al}(\text{OH})_3$] oder können in die Gasphase entweichen (z. B. Sauerstoff, Cyanide oder Quecksilber).
- d) Absorption von Kohlenstoffdioxid aus der Luft kann den pH-Wert, die elektrische Leitfähigkeit und die Konzentration an gelöstem Kohlenstoffdioxid verändern. Der Durchgang von Verbindungen wie Ammoniak und Siliziumfluorid durch einige Kunststoffarten kann auch Auswirkungen auf pH-Wert oder Leitfähigkeit haben.
- e) Metallverbindungen, gelöst oder kolloidal, sowie bestimmte organische Verbindungen können adsorbiert werden oder sich irreversibel an der Oberfläche des Behältermaterials ablagern.
- f) Polymere können depolymerisieren, und umgekehrt können einfache Verbindungen polymerisieren.

Veränderungen in Bezug auf bestimmte Stoffe können sowohl im Ausmaß als auch in der Geschwindigkeit variieren, und dies nicht nur in Abhängigkeit von der Matrix, sondern auch von jahreszeitlichen Bedingungen.

Es sollte beachtet werden, dass diese Reaktionen oft so schnell verlaufen, dass die Probe sich innerhalb weniger Stunden erheblich verändert. Daher ist es in jedem Fall wichtig, diese Reaktionen weitgehend auszuschließen und, im Fall zahlreicher Analyten, die Bestimmung innerhalb kurzer Zeit durchzuführen. Wenn die vorgeschriebene Vorkehrung gegen Veränderungen die Filtration vor Ort ist, so muss ein Filter (5.1.3.2.) verwendet werden.

5.5 Handhabung und Konservierung von Proben für biologische Untersuchung

Die Handhabung von Proben für eine biologische Untersuchung unterscheidet sich von der Vorbehandlung einer Probe für chemische Untersuchungen. Das Konservierungsmittel kann entweder für eine Fixierung und/oder eine Konservierung der Probe eingesetzt werden. Der Begriff Fixierung wird verwendet, um den Erhalt morphologischer Strukturen zu beschreiben, der Begriff Konservierung, um den Schutz vor biochemischem oder chemischem Abbau zu beschreiben. Definitionsgemäß sind Konservierungsmittel toxisch. Ihr Zusatz kann den Tod lebender Organismen bewirken. Bereits vor Eintritt des Todes können durch die chemische Reizung besonders empfindliche Organismen, die nicht über stabile Zellwände verfügen, zusammenbrechen, bevor die Fixierung abgeschlossen ist. Um diesen Effekt zu minimieren, ist es wichtig, dass das Fixierungsmittel schnell in die Zelle eindringt. Einige Mittel, z. B. saure Lugol'sche Lösungen (5.1.2.11), können gegebenenfalls zum Verlust einiger taxonomischer Organismengruppen führen; dies kann in manchen Gegenden zu bestimmten Jahreszeiten zu Problemen führen. Hier kann z. B. der Einsatz einer alkalischen Lugol'schen Lösung (5.1.2.10) während der Sommermonate und dem Auftreten von Flagellaten vorteilhaft sein.

Die Fixierung und/oder Konservierung biologischer Proben muss folgende Bedingungen erfüllen:

- a) es muss vorher bekannt sein, ob das Fixierungs- und/oder Konservierungsmittel aufgrund seiner chemischen Wirkung oder auf andere Weise zum Verlust von Organismen führt;
- b) das Fixierungs- oder Konservierungsmittel muss einen mikrobiologischen Abbau zuverlässig verhindern, zumindest während der Aufbewahrungszeit der Proben;

- c) das Fixierungs- und/oder Konservierungsmittel muss, zumindest während der Aufbewahrungszeit der Probe, eine gute Bestimmung der Taxa sicherstellen.

5.6 Handhabung und Konservierung von Proben für radiochemische Untersuchung

WARNUNG — Sicherheitsvorkehrungen und Schutzmaßnahmen sind von der Aktivität der Probe abhängig.

Die Handhabung von Proben für radiochemische Untersuchungen unterscheidet sich kaum von der zur physikalisch-chemischen Analyse. Die Sicherheitsvorkehrungen hängen von der Radioaktivität der Proben ab. Die Haltbarkeit der Proben hängt von der Ausgangssubstanz und der Halbwertszeit der zu bestimmenden Radionuklide ab.

6 Probentransport

Kühlen oder Tiefgefrieren werden bei Proben zur Erhöhung des verfügbaren Zeitraums für Transport und Lagerung angewandt und wenn nach den Tabellen 1 bis 3 erforderlich. Beim Transport muss die Probenahme (Planung) die gesamte Zeit zwischen Probenahme und dem Beginn der Analyse im Labor, die Aufbewahrungszeit und den Grad der Repräsentativität der Probe berücksichtigen, die durch die maximalen Aufbewahrungszeiten nach den Tabellen 1 bis 3 oder Kosten oder Zweckmäßigkeit beschränkt sein kann.

Eine Kühltemperatur während des Transports von $(5 \pm 3) ^\circ\text{C}$ wurde für viele Anwendungen als geeignet erkannt. Die Kühl- und Tiefgefrierverfahren müssen mit den Anweisungen des analytischen Labors übereinstimmen. Besonders Tiefgefrieren erfordert eine genaue Kontrolle über das Einfrieren und Auftauen, um die Probe nach dem Auftauen wieder in ihrem ursprünglichen Gleichgewichtszustand zurückzubringen.

ANMERKUNG Kühlboxen und Kühlakkus sind geeignet, die Temperatur der Probe zumindest während des Probentransports beizubehalten.

Die Probenbehälter müssen beim Transport so geschützt und verschlossen werden, dass die Proben nicht verderben oder einen Teil ihrer Gehalte verlieren. Die Verpackung der Behälter muss diese vor möglicher externer Kontamination schützen, vor allem nahe der Öffnung und sollte nicht selbst Quelle einer Kontamination sein.

Glasbehälter müssen vor möglichem Bruch während des Transports durch geeignete Verpackung geschützt werden. Die Proben müssen so bald wie möglich nach der Probenahme und erforderlichenfalls gemäß den Tabellen 1 bis 3 gekühlt transportiert werden.

Laborproben zum Versand oder Transport durch Dritte und konservierte Laborproben müssen so abgedichtet sein, dass die Integrität der Probe gewahrt bleibt.

Proben, die für (potenzielle) behördliche Untersuchungen erforderlich sind, müssen entsprechend den Anforderungen der Behörden oder einer anderen Organisation(en) verschlossen werden, die den Probentransport durchführt.

Während des Transports müssen Proben in einer Kühleinrichtung aufbewahrt werden, die geeignet ist zur Aufrechterhaltung einer Temperatur zwischen $(5 \pm 3) ^\circ\text{C}$. Zur sachgerechten Beurteilung der Bedingungen während des Transports kann ein Gerät zur Aufzeichnung der (maximalen) Temperatur der die Probe umgebenden Luft verwendet werden.

ANMERKUNG Geräte zur Aufzeichnung der Lufttemperatur während des Transports sind verfügbar, deren Nutzung und entsprechende Kalibrierung kann aber teuer sein.

7 Probeneingang im Labor

Das Laborpersonal muss die relevanten Informationen über die Konservierungs- und Transportbedingungen der Probe erhalten und prüfen.

Jede Information über die Probenbearbeitung, Handhabung und Lagerung muss in einem Probenahmeprotokoll enthalten sein.

In allen Fällen, insbesondere wenn eine Beweiskette einzuhalten ist, muss die Anzahl der im Labor eingegangenen Probenbehälter mit der Anzahl der abgegebenen Probenbehälter verglichen werden.

8 Probenkennzeichnung

Die Behälterbeschriftung sollte Nässe, Trocknen und Einfrieren widerstehen, ohne sich abzulösen oder unleserlich zu werden. Um sie im Freien nutzen zu können, muss das Beschriftungssystem wasserfest sein.

Die im Probenahmeprotokoll und auf den Probenbeschriftungen gegebenen genauen Informationen hängen von den Zielen der einzelnen Messprogramme ab. In jedem Fall ist der Probenbehälter mit einer dauerhaften Beschriftung zu versehen.

Für jede Probe müssen mindestens die folgenden Informationen verfügbar sein:

Eine eindeutige Kennzeichnung, rückverfolgbar auf

- Datum, Zeit und Ort der Probenahme;
- Probennummer;
- Beschreibung und Bestimmungsort der Probe;
- Name des Probenahmepersonals;
- Einzelheiten über die Konservierung oder angewendete Fixierung;
- Einzelheiten über die angewendete Probenlagerung;
- alle Information hinsichtlich der Unversehrtheit und Handhabung der Probe;
- weitere notwendige Information.

Die Beschriftung auf dem Probenbehälter muss eine eindeutige Kennzeichnung, rückführbar auf Datum und Ort der Probenahme und Probennummer, enthalten.

Ergänzende Angaben können im Probenahmeprotokoll gefunden werden.

9 Probenlagerung

Die Lagerungsdauer der Wasserproben im Labor ist spezifisch für den/die zu untersuchenden Analyten. Die Proben dürfen nicht länger als nach in den Tabellen 1 bis 3 angegebenen maximalen Lagerungsdauer aufbewahrt werden.

Die Kühlbedingungen im Laboratorium müssen zwischen $(3 \pm 2) ^\circ\text{C}$ liegen. Diese unterscheiden sich von den Kühlbedingungen während des Transports $(5 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

Tabelle 1 — Techniken zur Probenkonservierung — Physikalisch-chemische und chemische Analysen

Zu untersuchender Analyt	Nähere Angabe von Matrices oder (Einzel-) Verbindungen	Behälter ^a	Übliches Volumen (ml) und Fülltechnik ^b	Konservierung und Lagerungsbedingungen	Maximale Lagerungsdauer	Validiert oder beste Praxis	Anmerkungen
Azidität und Alkalinität		P oder G	500	Kühlen auf $(3 \pm 2) ^\circ\text{C}$.	14 Tage	Validiert	Proben mit hohem Gehalt an gelösten Gasen vorzugsweise vor Ort analysieren Reduktion und Oxidation während der Lagerung können die Probe verändern.
Adsorbierbare organische Halogene (AOX)		P oder G	1 000 ^e	Ansäuern auf pH 1 bis 2 mit HNO_3 (5.1.2.4). Kühlen auf $(3 \pm 2) ^\circ\text{C}$. ^e Im Dunkeln lagern oder dunkle Flaschen verwenden.	5 Tage	Beste Praxis	
		P	1 000	Tiefgefrieren auf $\leq -18 ^\circ\text{C}$.	1 Monat	Beste Praxis	
Aluminium		P oder G oder BG	100	Grundwasser vor Ort filtrieren. Ansäuern auf pH 1 bis 2 mit HNO_3 (5.1.2.4).	1 Monat	Beste Praxis	
Ammonium, frei oder ionisiert		P oder G	500	Vor Ort filtrieren. Ansäuern auf pH 1 bis 2 mit H_2SO_4 (5.1.2.5). Kühlen auf $(3 \pm 2) ^\circ\text{C}$.	21 Tage	Beste Praxis	
		P	500	Vor Ort filtrieren. Tiefgefrieren auf $\leq -18 ^\circ\text{C}$.	1 Monat	Beste Praxis	
Anionen	Siehe Einzelanionen (Br, F, Cl, NO_2 , NO_3 , SO_4 und PO_4)					Beste Praxis	

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Zu untersuchender Analyt	Nähere Angabe von Matrices oder (Einzel-) Verbindungen	Behälter ^a	Übliches Volumen (ml) und Fülltechnik ^b	Konservierung und Lagerungsbedingungen	Maximale Lagerungsdauer	Validiert oder beste Praxis	Anmerkungen
Antimon		P oder G	100	Grundwasser vor Ort filtrieren, sofern nicht anders gefordert. Ansäuern auf pH 1 bis 2 mit HCl (5.1.2.3) oder HNO ₃ (5.1.2.4).	1 Monat	Beste Praxis	Beim Einsatz der Hydridtechnik sollte HCl (5.1.2.3) verwendet werden.
Arsen		P oder G	500	Grundwasser vor Ort filtrieren, sofern nicht anders gefordert. Ansäuern auf pH 1 bis 2 mit HCl (5.1.2.3) oder HNO ₃ (5.1.2.4).	1 Monat	Beste Praxis	Beim Einsatz der Hydridtechnik sollte HCl (5.1.2.3) verwendet werden.
Barium		P oder BG	100	Grundwasser vor Ort filtrieren, sofern nicht anders gefordert. Ansäuern auf pH 1 bis 2 mit HNO ₃ (5.1.2.4).	1 Monat	Beste Praxis	
Beryllium		P oder BG	100	Grundwasser vor Ort filtrieren, sofern nicht anders gefordert. Ansäuern auf pH 1 bis 2 mit HNO ₃ (5.1.2.4).	1 Monat	Beste Praxis	
Biochemischer Sauerstoffbedarf (BSB)		P oder G	1 000	Kühlen auf (3 ± 2) °C. Im Dunkeln lagern oder dunkle Flaschen verwenden.	24 h / 1 Tag	Beste Praxis	
		P	1 000	Tiefgefrieren auf ≤ -18 °C. Im Dunkeln lagern oder dunkle Flaschen verwenden.	1 Monat (6 Monate bei > 50 mg/l) ^c	Validiert	