

Die Probenahme von Wasser

Ein Handbuch für die Praxis

2. Auflage



Die Probenahme von Wasser

Klaus-Dieter Selent, Dr. rer. nat. Albrecht Grupe

Die Probenahme von Wasser

Ein Handbuch für die Praxis

2. Auflage 2018

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über **www.dnb.de** abrufbar.

Die Probenahme von Wasser

Ein Handbuch für die Praxis

Klaus-Dieter Selent, Dr. rer. nat. Albrecht Grupe

2. Auflage 2018

ISBN: 9-783-8356-7310-6 (Print)

ISBN: 9-783-8356-7311-3 (eBook)

© 2018 DIV Deutscher Industrieverlag GmbH

Friedrich-Ebert-Straße 55, 45127 Essen, Deutschland

Telefon: +49 201 820 02-0, Internet: www.di-verlag.de

Projektmanagement: Tatjana Holzenhauer, Vulkan-Verlag GmbH, Essen

Lektorat: Tatjana Holzenhauer, Vulkan-Verlag GmbH, Essen

Herstellung: Nilofar Mokhtarzada, Vulkan-Verlag GmbH, Essen

Umschlaggestaltung: Melanie Zöller, Vulkan-Verlag GmbH, Essen

Titelbild: nach einem Entwurf und unter Verwendung eines Fotos von Dr. Albrecht Grupe

Satz: Veronika Koppers, Vulkan-Verlag GmbH, Essen

Druck: Druckerei Chmielorz GmbH, Wiesbaden

Das Werk einschließlich aller Abbildungen ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung außerhalb der Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist ohne Zustimmung des Verlages unzulässig und strafbar. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Bearbeitung in elektronischen Systemen. Der Erwerb berechtigt nicht zur Weitergabe des eBooks an Dritte.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Das vorliegende Werk wurde sorgfältig erarbeitet. Dennoch übernehmen Autoren, Herausgeber und Verlag für die Richtigkeit von Angaben, Hinweisen und Ratschlägen sowie für eventuelle Druckfehler keine Haftung.

Das Copyright der Bilder liegt bei den jeweiligen Autoren, wenn nicht anders angegeben.

Vorwort 2. Auflage

20 Jahre nach der ersten Auflage erscheint nun die 2. Auflage des erfolgreichen Buches zur Probenahme von Wasser. Das Thema ist aktueller denn je, da die Probleme der Qualität von Wasser – die mit der verbesserten Analytik deutlicher geworden sind – weitere, verbesserte Wasseruntersuchungen erfordern. Ein wesentlicher Teil dieser Wasseruntersuchungen ist – oft unterschätzt – die Probenahme von Wasser.

Fehler bei der Probenahme können durch noch so große Sorgfalt bei den nachfolgenden Schritten nicht kompensiert werden!

Diese Erkenntnis war und ist Triebfeder für die Normung und für die erste Auflage dieses Buches, an dem Fachleute des DIN-Arbeitskreises Probenahme von Wasser vor 20 Jahren mitgewirkt hatten. Nach 20 Jahren sind etliche der hervorragenden Fachkollegen der ersten Generation leider verstorben. Wir freuen uns, dass wir neue Experten gewinnen konnten, die das Konzept, ein Fachbuch für die Praxis zu schreiben, mit neuen Ideen und Sachverstand weiterführen.

Wir hoffen, dass wir mit einer verbesserten Systematik und aktualisierten Anforderungen aus Normung und Gesetzen sowie neuen Erkenntnissen das Buch noch attraktiver für die neue Generation von Wissenschaftlern und ihren Mitarbeitern, die sich mit Wasseruntersuchungen beschäftigen, gestalten konnten.

Die Herausgeber
Klaus Selent und Dr. Albrecht Grupe
Hagen und Dormagen im April 2018

Vorwort 1. Auflage

Dieses Buch wurde für den Praktiker von Mitgliedern des DIN/GDCh-Ausschusses NAW I W1/UA2 'Probenahme' unter Mitwirkung externer Fachleute verfaßt. Unter Praktikern sollen hier sowohl die Verantwortlichen als auch die Ausführenden vor Ort verstanden werden.

Die Autoren sind zum Teil seit über 20 Jahren auf dem Gebiet der Wasserprobenahme tätig und waren in dieser Zeit an der Ausarbeitung deutscher und internationaler Normen maßgeblich beteiligt. In den letzten 2 Jahrzehnten wurden von dem DIN-Ausschuß 'Probenahme' grundlegende deutsche Normen für die Probenahme von Wässern (z. B. Grundwasser, Fluß-, See-, Mineral- und Heilwässer, Abwasser, Kühlwässern für den industriellen Gebrauch etc.) erarbeitet. Mitarbeiter dieses Gremiums sind Spezialisten aus der Industrie, von Behörden und Länderinstitutionen, von Hochschulen und Wasserverbänden, die im Rahmen ihrer Funktionen und Tätigkeiten mit den naturwissenschaftlich-technischen, juristisch-gesetzlichen, aber vor allem mit den praktischen Fragen und Problemen einer dem speziellen Fall angepaßten repräsentativen Probenahme von Wasser vertraut sind.

In dem vorliegenden Handbuch 'Die Probenahme von Wasser' werden grundsätzliche Probleme der Probenahme im Hinblick auf die Repräsentanz bezogen auf die zu untersuchenden Parameter, die notwendigen technischen Voraussetzungen, das spezielle systembezogene Vorgehen im Hinblick auf die physikalisch-chemischen und biologischen Untersuchungen, d. h. die zur Kontrolle und Überwachung notwendigen Vorgehensweisen, praxisbezogen dargelegt. Die beste nachgeschaltete physikalisch-chemische Analytik, die Diskussion um Überschreitung vorgegebener Grenzwerte/Toleranzen ist zum Scheitern verurteilt, wenn die Probenahme fehlerhaft und nicht repräsentativ war.

Wegen der aktuellen Diskussion über die Rechtschreibreform wird in Probenahme-Fachkreisen zunehmend über die Frage diskutiert, ob das Wort „Probe“ in Wortverbindungen im Singular oder im Plural anzuwenden ist. In diesem Buch wird grundsätzlich der Begriff Probenahme benutzt, da diese Schreibweise bisher auch in den DIN-Normen üblich ist, wohingegen der Duden die Schreibweise Probenentnahme favorisiert¹. Das sollte dem Verständnis allerdings keinen Abbruch tun.

¹ Die Sprachberatungsstelle der Dudenredaktion führte zur Frage, ob das Wort „Probe“ in Wortverbindungen im Singular oder im Plural anzuwenden ist, bereits im Dezember 1991 folgendes aus:

In substantivische Zusammensetzungen, in denen das Bestimmungswort „Probe...“ die Bedeutung „Test“ hat, steht „Probe“ immer im Singular: Probealarm, Probeexemplar, Probelauf, Probejahr u. v. a. (= Alarm etc. zum Zwecke des Tests). In Zusammensetzungen, in denen das Bestimmungswort „Probe...“ die Bedeutung „kleine Menge, Teil von etwas, woraus die Beschaffenheit des Ganzen zu erkennen ist“ hat, steht gewöhnlich der Plural: Probenentnahme (= Entnahme von Proben). Obwohl gegen den Singular auch hier nichts einzuwenden wäre, empfehlen wir in Analogie zu „Probenentnahme“ u. a. die Bildungen „Probennehmer“ und „Probennahmegerät“.

Die Verfasser hoffen und wünschen, daß die erfahrenen Praktiker für ihre Arbeit Anregungen, Anleitungen und Anweisungen diesem Buch entnehmen können. Für Anfänger, die sich neu in die Thematik einarbeiten müssen, kann dieses Buch ein Lehrbuch sein. Kollegiale Hinweise und Verbesserungsvorschläge sowohl zum vorliegenden Buch als auch zu den jeweiligen DIN-Normen werden von den Herausgebern gerne aufgenommen.

Allen Damen und Herren, die durch jahrelange Arbeit im Fachnormenausschuß 'Probenahme' das Fundament für dieses Buch gelegt haben, möchten wir hiermit unseren Dank aussprechen.

Hagen und Dormagen, Oktober 1997 K. Selent, A. Grupe

Mitglieder und Mitarbeiter des DIN-Ausschusses Probenahme seit der Gründung 1978:

Dr. Adelt	Dr. Klukas	Dr. Schenk
Dr. Benda	Dipl.-Ing. Kornatzki	Dr. Schermann
Dr. Clasen	Dr. Leger	Dipl.-Ing. Selent
Dr. Eichelsdörfer	Dipl.-Ing. Lipka	Dipl.-Ing. Wutte
Dipl.-Ing. Grubert	Dipl.-Ing. Nissing	Dipl.-Ing. Yawari
Dr. Grupe	Dr. Riegler	Dipl.-Ing. Zur Mühlen
Dr. Gudernatsch	Dr. Sager	

Autorenverzeichnis 2. Auflage

Dr. Ulrich Borchers

c/o IWW Rheinisch-Westfälisches
Institut für Wasser Beratungs- und
Entwicklungsges. mbH
Moritzstr. 26
45476 Mülheim an der Ruhr

Dipl.-Ing. (FH) Markus Donder

c/o Landesamt für Natur, Umwelt und
Verbraucherschutz NRW
Leibnizstrasse 10
45659 Recklinghausen

Dr. Klaus Furtmann

c/o Landesamt für Natur, Umwelt und
Verbraucherschutz NRW
Leibnizstrasse 10
45659 Recklinghausen

Roland Hanke

Ehemals BAYER AG / CURRENTA
41539 Dormagen

Dr. Jutta Köhler

c/o Bayerisches Landesamt für Umwelt
Bürgermeister-Ulrich-Str. 160
86177 Augsburg

Dr. Bibiana Preuß

c/o Bergisches Wasser- und
Umweltlabor
der BTV - GmbH (bwl)
Schützenstr. 34
42281 Wuppertal

Dr. Jürgen Diemer

c/o Bayerisches Landesamt für Umwelt
Bürgermeister-Ulrich-Str. 160
86177 Augsburg

Dipl.-Ing. Cornelia Dümpling

c/o Landesamt für Natur, Umwelt und
Verbraucherschutz NRW
Leibnizstrasse 10
45659 Recklinghausen

Dr. Albrecht Grupe

Ehemals BAYER AG/CURRENTA
41539 Dormagen

Dipl.-Geol. Dieter Horchler

c/o Niedersächsisches Landesamt für
Bau und Liegenschaften (NLBL)
Waterloostr. 4
30169 Hannover

Dipl.-Ing. Armin Kreimer

Currenta GmbH & Co. OHG
Wasserversorgung Dormagen
41538 Dormagen (Chempark)

Anita Nienhüser

c/o Bergisches Wasser- und
Umweltlabor
der BTV - GmbH (bwl)
Schützenstr. 34
42281 Wuppertal

Prof. Dr. Detlef Schulz-Bull

c/o Leibniz-Institut für
Ostseeforschung-Warnemünde
Seestr. 15
18119 Rostock-Warnemünde

Dipl.-Ing. Klaus-Dieter Selent

c/o Landesamt für Natur, Umwelt und
Verbraucherschutz NRW
Leibnizstrasse 10
45659 Recklinghausen

Dipl.-Ing. Herbert Zerbe

c/o SGS INSTITUT FRESENIUS GmbH
Im Maisel 14
65232 Taunusstein

Inhaltsverzeichnis

Vorwort 2. Auflage	V
Vorwort 1. Auflage	VI
Autorenverzeichnis 2. Auflage.....	VIII
1 Einführung und allgemeine Aufgabenstellung.....	1
1.1 Einführung und allgemeine Aufgabenstellung	3
1.2 Historische Entwicklung der Normungsarbeit	4
1.3 Anstoß zur Erstellung des Handbuches	8
1.4 Gestaltung und Titel des Handbuches	9
2 Allgemeine Anmerkungen zu Wasseruntersuchungen.....	13
2.1 Management von Wasseruntersuchungen	15
2.1.1 Strategische Ebene	18
2.1.2 Planung und Bewertung	18
2.1.2.1 Planung.....	18
2.1.2.2 Bewertung	22
2.1.2.3 Anpassung des Programms	22
2.1.3 Durchführung.....	22
2.1.3.1 Probenahme	22
2.1.3.2 Probenvorbehandlung	24
2.1.3.3 Dokumentation und Probeneingang.....	24
2.1.3.4 Analytik	25
2.2 Qualitätssicherung von Wasseruntersuchungen	25
2.2.1 Zweck	25
2.2.2 Definitionen.....	26
2.2.2.1 Fehler.....	26
2.2.2.2 Genauigkeit.....	27
2.2.3 Qualitätsziele bei den Teilschritten einer Wasseruntersuchung...	28
2.2.4 Fehleranalyse.....	29
2.2.4.1 Fehlermöglichkeiten	29
2.2.4.2 Fehlermöglichkeiten und Einflussanalyse.....	31
2.2.4.3 Fehleranalysen durch Qualitätskontrollmessungen	34
2.2.4.4 Kontrollproben zur Überprüfung der Präzision des Gesamtverfahrens	36

2.2.4.5	Kontrollproben zur Bestimmung der Genauigkeit von Probenvorbehandlung, Probenbehandlung und Messung	38
2.2.4.6	Kontrollproben zur Ermittlung der Präzision der Probenbehandlung und Messung	38
2.2.4.7	Kontrollproben zur Ermittlung von Blindwerten des Gesamtverfahrens	38
2.2.4.8	Maßnahmen bei Abweichungen	38
2.2.4.9	Summarische Betrachtung der Fehler	39

3 Probenvorbehandlung, Konservierung, Transport und Lagerung 43

3.1	Einleitung	45
3.2	Homogenisierung und Probenteilung	51
3.2.1	Störungen	51
3.2.2	Durchführung des Verfahrens	52
3.2.2.1	Vorbehandlung der Probe	53
3.2.2.2	Homogenisierung durch Schütteln	53
3.2.2.3	Homogenisierung mittels Magnetrührer	53
3.2.2.4	Homogenisierung mittels Rührstab	53
3.2.2.5	Probenteilung	54
3.2.2.6	Reinigung der Homogenisiereinheit	55
3.2.2.7	Entsorgung	55
3.2.2.8	Qualitätssicherungs- und -kontrollmaßnahmen	55
3.3	Filtration von Wasserproben vor Ort	56
3.3.1	Durchführung des Verfahrens	59
3.4	Probenkonservierung	60
3.4.1	Konservierung durch Kühlen oder Tiefgefrieren	61
3.4.2	Chemische Konservierungsmethoden	61
3.5	Probenbehälter, -beschriftung	69
3.6	Probentransport	70
3.7	Probenannahme und Lagerung der Proben	71
3.8	Reinigung der Probenbehälter	72

4 Die Probenahme von Grundwasser 75

4.1	Einleitung	77
4.2	Zweck der Grundwasseruntersuchungen	78
4.3	Probenahmestrategie und Probenahmeplanung	79
4.3.1	Allgemeines	79
4.3.2	Aufgabenstellung und konzeptionelles Modell	80
4.3.3	Auswahl der Untersuchungsparameter	82
4.3.4	Art, Umfang und Anzahl der Proben	83

4.3.5	Zeitpunkt und Häufigkeit der Probenahme	84
4.3.6	Probenahmestellen	85
4.3.6.1	Brunnen	86
4.3.6.2	Grundwassermessstellen	87
4.3.6.3	Stollen	89
4.3.6.4	Schächte	89
4.3.6.5	Bohrungen	89
4.3.6.6	Quellen und Grundwasserblänken	89
4.3.7	Auswahl der Probenahmegeräte	90
4.3.8	Eignung von Messstellen für die Probenahme	92
4.3.8.1	Eignungsprüfung	92
4.3.8.2	Erstcharakterisierung	93
4.4	Durchführung der Probenahme	95
4.4.1	Arbeitsschutz und Arbeitssicherheit	96
4.4.2	Vorbereitung der Probenahme / des Fahrzeugs	97
4.4.3	Visuelle Prüfung	98
4.4.4	Probenahmetechnik	99
4.4.4.1	Schöpfproben	99

■■■ Innovation made in Germany

MAXX®

Mess- und Probenahmetechnik GmbH

probenahme
ist unsere welt

sampling
at its best



MAXX GmbH
Hechinger Straße 41
72414 Rangendingen
Telefon 07471 9848-10
www.maxx-gmbh.com



4.4.4.2	Abpumpen des Standwassers	101
4.4.4.3	Berechnung des Abpumpvolumens	102
4.4.4.4	Pumpenförderleistung und maximale Absenkung.....	103
4.4.4.5	Einbautiefe der Pumpe	104
4.4.4.6	Ableitung des geförderten Wassers	105
4.5	Probenahme in Sonderfällen	105
4.5.1	Gering ergiebige Grundwasserleiter	105
4.5.2	Schadstoffe in freier Phase (DNAPL/LNAPL).....	105
4.6	Messungen und Feststellungen vor Ort	107
4.7	Abfüllen der Proben	110
4.8	Probenbehälter/-beschriftung	111
4.9	Probenvorbehandlung vor Ort	111
4.9.1	Filtration	112
4.9.2	Probenkonservierung.....	113
4.10	Dokumentation und Messwerterfassung.....	114
4.11	Transport und Lagerung	114
4.12	Reinigung der Probenahmegeräte.....	114
4.13	Spezifische Qualitätssicherungs- und -kontrollmaßnahmen	117

5 Die Probenahme von Roh- und Trinkwasser 121

5.1	Einleitung	123
5.2	Wasserarten	124
5.2.1	Rohwasser	124
5.2.2	Trinkwasser	125
5.2.3	Wasser aus Wasserwerken	126
5.3	Planung der Probenahme	126
5.4	Generelle Anforderungen an die Probenahme	128
5.4.1	Anforderungen an eine parameterabhängige Probenahme	129
5.4.2	Probenahmeort	130
5.5	Durchführung der chemischen Probenahme	139
5.5.1	Vorbehandlung, Transport und Konservierung	141
5.5.2	Stagnationsprobenahme	143
5.5.3	Probenahme zur Untersuchung auf radioaktive Stoffe.....	144
5.6	Durchführung der Probenahme für mikrobiologische Untersuchungen	145
5.6.1	Mikrobiologische Trinkwasserüberwachung im Wandel.....	145
5.6.2	Probenahme nach DIN EN ISO 19458.....	148
5.6.2.1	Probenbehälter	148
5.6.2.2	Spülen der Glasgeräte	148
5.6.2.3	Sterilisation und Vorbereitung der Probenahmeflaschen.....	149

5.6.2.4	Probenahme aus Entnahmearmaturen	150
5.6.2.5	Wasseraufbereitungsanlagen und Trinkwasserspeicher	150
5.6.2.6	Feststellung der Wasserbeschaffenheit im Verteilungsnetz	151
5.6.2.7	Feststellung der Wasserbeschaffenheit an der Entnahmearmatur des Verbrauchers	152
5.6.2.8	Feststellung der Wasserbeschaffenheit während der Entnahme	152
5.6.2.9	Schöpfproben	152
5.6.2.10	Transport und Lagerung der Proben	153
5.6.3	Abweichungen von der Probenahme nach DIN EN ISO 19458	154
5.7	Messungen bei der Probenahme (Vor-Ort-Parameter)	154
5.8	Kontinuierliche Messungen	155
5.9	Probenahmeprotokoll	155

6 Die Probenahme von Mineral- und Heilwasser 159

6.1	Einleitung	161
6.1.1	Definition der zu untersuchenden Wasserarten.....	161
6.1.2	Begriffsbestimmungen.....	162
6.1.3	Behandlung	163
6.1.4	Anforderungen an die Beschaffenheit des Wassers.....	163
6.2	Probenahmeplanung	166
6.2.1	Zweck der Probenahme	166
6.2.2	Probenahmeprogramm.....	166
6.2.3	Häufigkeit, Dauer und Zeitpunkt der Probenahme.....	167
6.2.4	Probenahmestellen.....	167
6.3	Durchführung der Probenahme	168
6.3.1	Vorbereitung der Probenahme.....	168
6.3.2	Arbeitsschutz und Arbeitssicherheit	168
6.3.3	Messungen vor Ort.....	169
6.3.4	Probenahmearten	171
6.3.5	Probenahmegeräte	171
6.3.6	Probenahmetechnik.....	172
6.3.7	Befüllen der Probenbehälter.....	172
6.3.8	Probenvorbehandlung vor Ort	175
6.3.8.1	Homogenisierung und Probenteilung	175
6.3.8.2	Filtration	175
6.3.8.3	Probenkonservierung.....	176
6.3.9	Probenbehälter / Probenbeschriftung	176
6.3.10	Reinigung der Probenahmegeräte	176

6.4	Probenahmeprotokoll	177
6.5	Qualitätssicherung	180
7	Die Probenahme aus fließenden Gewässern.....	183
7.1	Einleitung	185
7.1.1	Definition und Begriffserklärungen	186
7.1.2	Anforderungen an die Beschaffenheit des Wassers.....	188
7.2	Probenahmeplanung	189
7.2.1	Zweck der Probenahme und Untersuchung.....	189
7.2.2	Probenahmeprogramm	190
7.2.3	Häufigkeit, Dauer und Zeitpunkt der Probenahme.....	192
7.2.4	Auswahl des Probenahmegebietes	194
7.2.5	Probenahmestellen.....	195
7.2.5.1	Bedeutung der Durchmischung.....	196
7.2.5.2	Berücksichtigung der Fließzeit	201
7.3	Vorbereitung der Probenahme.....	204
7.3.1	Arbeitssicherheit am Ort der Probenahme	205
7.3.2	Probenahmeausrüstung	207
7.4	Probenahmegeräte	208
7.4.1	Einzelproben	208
7.4.2	Probenahme von Oberflächenschichten	209
7.4.3	Geräte für die Probenahme aus festgelegten Tiefen	209
7.4.4	Automatische Probenahmegeräte.....	210
7.5	Durchführung der Probenahme	211
7.5.1	Vorspülen der Geräte.....	211
7.5.2	Direkte Probenahme im Fließgewässer	212
7.5.3	Indirekte Probenahme	213
7.5.4	Probenahme von Brücken	213
7.5.5	Probenahme vom Ufer.....	214
7.5.6	Probenahme vom Boot.....	215
7.5.7	Probenahme unter Eis	215
7.5.8	Probenahme von Oberflächenschichten oder -filmen	216
7.5.9	Probenahme durch Teilproben	216
7.5.10	Probenvorbehandlung	217
7.5.10.1	Homogenisierung und Probenteilung	217
7.5.10.2	Filtration	218
7.5.11	Messungen vor Ort.....	218
7.5.12	Probenkennzeichnung und Probenahmeprotokoll	220
7.5.13	Reinigung der Probenahmegeräte.....	221
7.6	Spezifische Qualitätssicherungs- und -kontrollmaßnahmen.....	222
7.7	Probenahme in Schadens- und Gefahrenfällen.....	223

7.7.1	Gefäßmaterialien, Probenkonservierung, Transport und Lagerung	224
7.7.2	Probenahmestellen	225
7.7.3	Entnahme und Behandlung der Wasserproben	226
7.7.4	Probenbeschriftung	227
7.7.5	Vor-Ort-Messungen	227
7.7.6	Besonderheiten bei Fischsterben	227
7.7.7	Probenahmeprotokoll	228
7.7.8	Arbeitsschutz und -sicherheitsmaßnahmen	228
8	Die Probenahme aus stehenden Gewässern	233
8.1	Einleitung	235
8.2	Zweck der Probenahme	235
8.3	Arten der Probenahme	237
8.3.1	Einzelproben	237
8.3.2	Probenserien	237
8.3.2.1	Unterschiedliche Wasserbeschaffenheit zwischen Gewässeroberfläche und Gewässergrund	237
8.3.2.2	Unterschiedliche Wasserbeschaffenheit in verschiedenen Teilen des Gewässers	241
8.3.3	Die Entnahme integrierter Proben	241
8.4	Wahl der geeigneten Behälter und Geräte	242
8.4.1	Werkstoffe	242
8.4.2	Geräte	243
8.5	Durchführung	245
8.5.1	Probenahmeort	245
8.5.2	Transportstabilisierung und Konservierung der Proben	246
8.5.3	Sicherheitsbestimmungen	248
8.5.4	Probenahmeprotokoll	248
9	Die Probenahme von Schwimm- und Badebeckenwasser	251
9.1	Einleitung	253
9.2	Begriffe	254
9.2.1	Bezeichnung der Wasserarten im Schwimmbadwasserkreislauf	254
9.3	Überwachung	255
9.4	Zweck, Umfang und Zeitfolge von Kontrolluntersuchungen	256
9.4.1	Kontrolluntersuchungen durch die Gesundheitsämter oder auf deren Veranlassung	256
9.4.2	Betriebseigene Überwachung	257
9.5	Arten der Probenahme	258

9.6	Behälter und Geräte zur Probenahme	258
9.6.1	Probenahmebehälter und -geräte für mikrobiologische Untersuchungen	259
9.6.1.1	Sterile Flaschen für Zapfhahnproben	259
9.6.1.2	Sterile Flaschen für Schöpfproben	260
9.6.2	Probenahmebehälter für wasserchemische Untersuchungen...	260
9.7	Durchführung der Probenahme	261
9.7.1	Zapfhahnprobe	261
9.7.2	Schöpfprobe	263
9.7.3	Probenahmestellen im Kreislauf des Schwimm- und Badebeckenwassers	264
9.7.3.1	Füllwasser	265
9.7.3.2	Rohwasser	265
9.7.3.3	Filtrat	265
9.7.3.4	Reinwasser	265
9.7.3.5	Beckenwasser	266
9.7.4	Transport der Proben	267
9.8	Untersuchungen und Erhebungen bei der Probenahme	268
9.8.1	Untersuchungen vor Ort	268
9.8.2	Örtliche Erhebungen bei der Probenahme	269
9.8.3	Probenahmeprotokoll	270
10	Die Probenahme aus Badegewässern	273
10.1	Einleitung	275
10.2	Begriffe	276
10.2.1	Badegewässer	276
10.2.2	Badegebiet	276
10.2.3	Badestelle	276
10.2.4	Badesaison	276
10.2.5	Badegewässerprofile	277
10.3	Untersuchungsparameter	277
10.3.1	Mikrobiologische Parameter	277
10.3.2	Physikalische und chemische Parameter	277
10.4	Untersuchungshäufigkeit	278
10.4.1	Probenahmeplanung	279
10.4.2	Kurzzeitige Verschmutzung	279
10.5	Probenahmevergung	280
10.5.1	Behälter und Geräte zur Probenahme	280
10.5.2	Probenahmebehälter für mikrobiologische Untersuchungen	281
10.5.3	Probenahmebehälter für physikalisch-chemische Untersuchungen	281
10.5.4	Transport der Proben	282

10.5.5 Entnahmeort und -tiefe	282
10.5.6 Probenahmeprotokoll	283
10.6 Bewertung der Badegewässerqualität	283
10.6.1 Badeverbot	284
11 Die Probenahme von Meer- und Brackwasser	287
11.1 Einleitung	289
11.1.1 Problemstellung	290
11.1.2 Untersuchungsgegenstand	290
11.2 Probenahmestrategien	292
11.2.1 Probenahme im Meer	293
11.2.2 Probenahme in gezeitenbeeinflussten Ästuaren	295
11.3 Untersuchungsparameter	296
11.4 Entnahmetiefen	298
11.5 Probenahme	301
11.5.1 Oberflächen- und Mikroschichtproben	302
11.5.2 Standardschöpfgeräte	305
11.5.2.1 Serienschöpfer mit Kippthermometern	305
11.5.2.2 Rosetten-Wasserschöpfer	306
11.5.3 Schöpfer für Spurenstoffuntersuchungen	308
11.5.3.1 Spurenmetalle	308
11.5.3.2 Organische Spurenstoffe	311
11.5.3.3 Radionuklide	313
11.5.4 Spezialschöpfer	314
11.6 Probenbehandlung an Bord	315
11.6.1 Filtration	315
11.6.2 Konservierung und Lagerung	317
11.7 Qualitätssicherung	319
12 Die Probenahme von Niederschlägen	325
12.1 Einleitung	327
12.1.1 Definition des Begriffs „Niederschlag“	327
12.1.2 Abgrenzung	328
12.1.3 Ziel der Untersuchung	328
12.2 Probenahmeplanung	329
12.2.1 Messplanung in Abhängigkeit des Untersuchungszieles	329
12.2.2 Anforderungen und regulative Vorgaben	330
12.2.3 Probenahmegeräte	331
12.2.3.1 Wet-only-Sammler	331
12.2.3.2 Bulk-Sammler	333
12.2.3.3 Nebelsammler	336

12.2.4 Probenahmeorte und Aufstellung der Sammler	337
12.2.5 Probenahmedauer	337
12.3 Durchführung der Probenahme	338
12.3.1 Vorbereitung der Probenahme	338
12.3.2 Durchführung der Probenahme	338
12.3.2.1 Probenahme bei Trichter-Flasche-Sammlern	338
12.3.2.2 Probenahme bei Topf-Sammlern	340
12.3.2.3 Probenahme bei Trichter-Adsorber-Sammlern	340
12.3.3 Probentransport	340
12.3.4 Probenahmeprotokoll	341
12.4 Analytische Bestimmung ausgewählter Parameter	343
12.4.1 Bestimmung des Niederschlagsvolumens	343
12.4.2 Bestimmung von pH-Wert und Leitfähigkeit	343
12.4.3 Bestimmung löslicher Ionen	343
12.4.4 Bestimmung der Menge des Staubniederschlags	343
12.4.5 Bestimmung von Elementen im Staubniederschlag	344
12.4.6 Bestimmung von Quecksilber	344
12.4.7 Bestimmung von PAK	344
12.4.8 Bestimmung von PCB und PCDD/F	345
12.5 Angabe der Ergebnisse	345
13 Die Probenahme von Kühlwasser	347
13.1 Einleitung	349
13.1.1 Definitionen und Begriffserklärungen	350
13.1.2 Industrielle Kühlverfahren	350
13.2 Zweck der Untersuchung	352
13.2.1 Grenz- und Richtwerte für Kühlwasser	352
13.2.2 Überwachung der Einhaltung von Grenzwerten	353
13.2.3 Überwachung von Legionellen in Verdunstungskühlanlagen, Kühltürmen und Nassabscheidern	354
13.2.4 Kontrolle der chemischen Konditionierung	355
13.2.5 Überwachung der Stabilität und Korrosivität eines Kühlwassers	356
13.2.6 Kontrolle von verfahrenstechnischen Einrichtungen	357
13.3 Probenahmeplanung	357
13.3.1 Häufigkeit, Dauer und Zeitpunkt der Probenahme	358
13.3.2 Vorbereitung der Probenahmen und Auswahl der Probenahmestellen	359
13.3.2.1 Durchlaufkühlung	360
13.3.2.2 Offene Rückkühlwerke (Nasskühlturm/Verdunstungskühlturm)	361
13.3.2.3 Geschlossene Rückkühlwerke	362

13.3.2.4 Sonderkühlsysteme	362
13.4 Probenahmetechnik.....	363
13.4.1 Arbeitssicherheit am Ort der Probenahme	363
13.4.2 Probenahmegeräte und Probenbehälter	363
13.4.2.1 Sterilisation der Probenahmegeräte	364
13.4.2.2 Probenbehälter	365
13.4.3 Durchführung der Probenahme	366
13.4.4 Vor-Ort-Messungen	368
13.4.5 Vorbehandlung, Konservierung, Transport der Proben	368
13.4.5.1 Beispiel zur chemischen Probenkonservierung.....	369
13.4.5.2 Inaktivierung von Desinfektionsmitteln	369
13.4.5.3 Probentransport.....	370
13.4.6 Probenahmeprotokoll	371
14 Die Probenahme von Abwasser	373
14.1 Einleitung	375
14.2 Rechtliche Grundlagen der Überwachung von Abwassereinleitungen	375
14.2.1 Überwachung von Direkteinleitungen.....	377
14.2.2 Überwachung von Indirekteinleitungen	378
14.2.3 Selbstüberwachung.....	378
14.2.4 Abwasserüberwachungskonzept NRW	380
14.3 Probenahmeplanung	381
14.3.1 Häufigkeit der Probenahme.....	383
14.3.2 Dauer der Probenahme	390
14.3.3 Zeitpunkt der Probenahme.....	393
14.3.4 Probenahmestelle.....	397
14.3.4.1 Allgemeine Anforderungen an die Einrichtung einer Probenahmestelle	397
14.3.4.2 Hinweise zur Auswahl von Probenahmestellen.....	398
14.3.5 Untersuchungsparameter	403
14.4 Abwassermanagement in einem Chemiepark.....	404
14.4.1 Ziele des Abwassermanagements.....	404
14.4.2 Gesetzliche Vorgaben	405
14.4.3 Definitionen.....	406
14.4.4 Regelungen zur Entsorgung von Abwasser.....	408
14.4.4.1 Freigabeverfahren für neue oder veränderte Abwässer	408
14.4.4.2 Rahmenvereinbarung für das Gesamtabwasser eines Betriebes	410
14.4.4.3 Anpassung von Abwasserkataster und Einleitungserlaubnis.....	410
14.4.5 Selbstüberwachung der Abwässer im Chemiepark	411

14.5 Technische Vorbereitung der Probenahme.....	412
14.5.1 Arbeitsanweisungen	413
14.5.2 Probenahmeauftrag / Probenahmeakte	413
14.5.3 Vorbereitung der Probenahmeausrüstung.....	414
14.6 Durchführung der Probenahme	414
14.6.1 Vorarbeiten vor Ort und allgemeine Verhaltensregeln	415
14.6.2 Arbeitsschutz und Arbeitssicherheit	416
14.6.3 Messungen vor Ort	418
14.6.4 Probenahmearten	419
14.6.5 Probenahmetechnik.....	420
14.6.6 Probenvorbehandlung vor Ort	425
14.6.6.1 Homogenisierung und Teilung (Abfüllung)	425
14.6.6.2 Probenkonservierung, Transport und Lagerung	426
14.6.7 Probenahmeprotokoll	427
14.6.8 Reinigung der Probenahmegeräte.....	429
14.7 Spezifische Qualitätssicherungs- und kontrollmaßnahmen	429
15 Analytik im Rahmen der Probenahme.....	433
15.1 Einleitung	435
15.1.1 Definitionen.....	435
15.1.2 Methodenspektrum	436
15.2 Grundlagen zur Bestimmung ausgewählter Vor-Ort-Messgrößen	439
15.2.1 Temperatur.....	439
15.2.2 Färbung	440
15.2.3 Elektrische Leitfähigkeit.....	441
15.2.4 pH-Wert	442
15.2.5 Sauerstoffgehalt	443
15.3 Einsatz von Feld- und Betriebsmethoden im geregelten Bereich	443
15.3.1 Untersuchung von Abwasser	444
15.3.2 Untersuchung von Wasser (Oberflächenwasser, Grundwasser, ...).....	444
15.4 Fragestellungsbezogene Auswahl von analytischen Methoden.....	444
15.4.1 Überwachung eines Prüfwertes.....	445
15.4.2 Qualitätskontrolle (Konzentrationsbereich)	445
15.4.3 Feststellung einer Konzentration	446
15.5 Praktisches Vorgehen bei der Auswahl geeigneter Methoden.....	447
15.5.1 Vorgehen.....	447
15.5.2 Auswahlkriterien	447
15.6 Qualitätssicherung.....	448
15.6.1 Dokumentation des Entscheidungsprozesses	448
15.6.2 Ermittlung der Gleichwertigkeit	452

Bilderverzeichnis	455
Tabellenverzeichnis	461

Wissen aus erster Quelle



Bestellen Sie Ihr Probeheft:
www.gwf-wasser.de

Alles **Wasserwissen** was Sie wissen müssen. Die Fachzeitschrift rund um die Wasser- und Abwasserversorgung

gwf Wasser
Abwasser

1 Einführung und allgemeine Aufgabenstellung

*A. Grupe und K. Selent **

* unter Verwendung des Kapitels von. H. Gudernatsch aus der 1. Ausgabe 1998

1.1 Einführung und allgemeine Aufgabenstellung

1

In einem Übersichtsartikel über Trends in der analytischen Chemie im Jahr 1994 [1] grenzt Ballschmitter die analytische Chemie von den klassischen Fächern der Chemie (anorganische, organische und physikalische Chemie) dadurch ab, dass zwar die Grundkenntnisse der Chemie identisch sind, aber in Fragestellung und Bewertung der Antworten grundlegende Unterschiede bestehen. Die analytische Chemie wird dabei stark abstrahierend als: „Sammeln – Lösen – Anreichern – Trennen – Detektieren – Identifizieren – Quantifizieren – Validieren“ beschrieben. Ab dem zweiten Begriff finden alle Arbeiten im Labor statt. Der unter dem Dachbegriff „Sammeln“ beschriebene erste Arbeitsschritt kann besser aufgeteilt als Probenahme, Probenteilung, Probentransport und Probenstabilisierung bzw. -konservierung definiert werden. Er muss meistens außerhalb des Labors ausgeführt werden, so auch bei der Wasserprobenahme, ganz gleich welche Wasserart beprobt werden soll.

Beim Quantifizieren fallen als Analysen- oder Prüfergebnis Werte an, die beim Validieren kritisch bewertet werden. Da Analytik im Regelfall nicht um ihrer selbst willen betrieben wird, kann es auch nicht Ziel oder Zweck von Analysen sein, eine Vielzahl von Werten und damit von Zahlenfriedhöfen zu produzieren. Aus diesem Grund hat es immer warnende Stimmen gegeben, die die kritische Bewertung der Analyseergebnisse gefordert haben [2]. Seit den 1990er Jahren hat sich für diese Bewertung der Begriff Validierung durchgesetzt und die Publikationen, die sich mit dieser Problematik auseinandersetzen, nehmen ständig zu [3, 4, 5]. Inzwischen existieren außerdem zahlreiche Leitlinien und Vorgaben [6, 7, 8]. Leider wird in diesen Publikationen gar nicht oder nur unzureichend auf die Probleme bei der Probenahme hingewiesen, obwohl jedem Analytiker klar ist, dass Fehler bei der Probenahme, der Probenvorbereitung, dem Probentransport oder der Lagerung später weder durch exakte analytische Tätigkeit noch durch Schätzung oder Berechnung beseitigt oder korrigiert werden können. Jede Probenahme ist stets mit Unsicherheiten behaftet, die zu berücksichtigen sind [9]. Die Validierung eines Verfahrens, welches die Probenahme einschließt, ist wesentlich komplexer als die eines Analysenverfahrens. Für die Validierung von neuen Feldprobenahme- und Screening-Verfahren existieren erste Ansätze [10, 11, 12]. Die analytische Zuverlässigkeit hängt weitestgehend von einer richtigen und reproduzierbaren Probenahme ab, deshalb muss der Analytiker höchste Sorgfalt bei der Probenahme fordern [13]. Die meisten Fehler, die in diesem Problemfeld gemacht werden, sind systematische Fehler und beeinflussen damit die Richtigkeit (trueness, accuracy of the mean) der Analysenwerte [14]. Da die üblichen Prüfmethode in Bezug auf die Richtigkeit und damit auf systematische Fehler – Vergleich mit einem Standard, Vergleich mit einer anderen validierten Methode oder einem Aufstockverfahren – bei Wasserproben wegen ihrer unbekannten Zusammensetzungen nicht durchführbar sind, muss sichergestellt sein, dass bei der Probenahme eine repräsentative Probe des zu beprobenden Wassers gewonnen wird. Nur so werden systematische Fehler vermieden.

Bereits Ende der 1970er Jahre, als die Normung der Analytik und der Probenahme noch in den Kinderschuhen steckte und die Begriffe Qualitätssicherung und Validierung kaum verwendet wurden, wurde versucht, durch praxisbezogene Untersuchungen die Fehlerquellen bei der Probenahme, sowohl wasserartenspezifisch als auch generell, zu ermitteln [15]. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind später in die Normen eingeflossen.

Bisher ist man davon ausgegangen, dass die Probenahmenormen nicht in Ringversuchen, wie es bei allen Analysenverfahren, die als DIN-Normen erscheinen, zwingend vorgeschrieben ist [16], getestet werden können. Es ist jedoch davon auszugehen, dass sich alle genormten Vorschriften allgemeingültig in der Praxis bewährt haben. Mit diesen gleichen Methoden wird sowohl bei den Staatlichen Umweltämtern, den Wasserwirtschaftsämtern, den Wasserverbänden, den Kommunen und den Umweltschutzabteilungen der Industrie gearbeitet. Damit wird sichergestellt, dass auch ohne die statistische Absicherung eines Ringversuches die richtig durchgeführte Probenahme und Probenvorbereitung zu repräsentativen Proben führt und die Analysenergebnisse unterschiedlicher Laboratorien innerhalb tolerierbarer Schwankungsbreiten übereinstimmen.

Trotzdem war von den Notifizierungsstellen in Deutschland und der Deutschen Akkreditierungsstelle (DAkkS) auch die Durchführung von Ringversuchen im Bereich der Abwasserprobenahme erwünscht. Im Juni 2013 wurde von AQS Baden-Württemberg am Lehr- und Forschungsklärwerk des Instituts für Siedlungswasserbau, Wassergüte- und Abfallwirtschaft der Universität Stuttgart (AQS BW) ein erster Pilot-Ringversuch zur Probenahme von Abwasser durchgeführt. Anschließend wurde von AQS BW ein Ringversuch auf Basis einer mobilen Anlage konzipiert [17, 18].

1.2 Historische Entwicklung der Normungsarbeit

Der Beginn der Normung in der Wasseranalytik ist das Jahr 1971, in dem die ISO einen Hauptausschuss (TC 147) mit dem Titel Wasserbeschaffenheit (Water quality) gründete, der bei seiner ersten Sitzung in Budapest sieben Unterausschüsse mit vielen Arbeitsgruppen einrichtete. Der Unterausschuss 6 Probenahme (SC 6 Sampling) hatte damals drei Arbeitsgruppen, die Normen für die Aufstellung von Probenahmeprogrammen, zur Probenahmetechnik bzw. Konservierung und Probenvorbehandlung verfassen sollten. Da im Jahr 1979 die Arbeiten für diese drei grundlegenden Normen der Probenahme kurz vor ihrer Vollendung standen, beschloss der SC 6 wasserartenspezifische Normen in sieben weiteren Arbeitsgruppen zu erarbeiten. Inzwischen sind 24 ISO-Probenahmenormen in der Reihe ISO 5667 rechtsgültig verabschiedet (Tabelle 1.1). Im Gegensatz zu den anderen von den fünf weiteren Unterausschüssen des TC 147 erarbeiteten Analytiknormen, die auf viele nationale Vorschriftensammlungen zurückgreifen konnten und nur vereinheitlicht werden mussten, gab es weder in Deutschland noch in einem anderen Land für den Sektor der Wasserprobenahme irgendwelche aussagekräftigen Vorschriften. In den

Deutschen Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung (DEV) gab es zwar unter der Verfahrensvorschrift A1 für die verschiedenen Wasserarten die Anweisung, geeignete Geräte einzusetzen, die Auswahl war aber dem Sachverständigen zu überlassen. Festgelegt oder gar normiert war dabei nichts. Erst bei den grundlegenden ISO-Probenahmenormen, besonders aber dann bei den wasserartenspezifischen Probenahmenormen sind Richtlinien zur Probenahme sowie zur Probenkonservierung und Probenvorbehandlung festgelegt worden. Jedes Normpapier ist von einem federführenden nationalen Norminstitut als Entwurf (CD) allen Mitgliedern des Unterausschusses vor der nächsten ISO/TC 147-Sitzung zugesandt und dann dort in der Arbeitsgruppe (WG - Working Group) diskutiert, akzeptiert, verändert oder abgelehnt worden. Erst wenn bei einer TC 147-Sitzung Konsens hergestellt war, wurde das Papier dem SC 6 übergeben, damit eine vorläufige Norm (DIS) erstellt werden konnte. Da die Sitzungen jeweils im Abstand von eineinhalb Jahren stattfinden, ergeben sich zwangsläufig lange Vorlaufzeiten bis zur endgültigen Verabschiedung einer ISO-Norm.

Wenn auch die Probenahmenormen der ISO oft den Zusatz Richtlinie (guidance) tragen, so waren sich bei den Sitzungen des Unterausschusses Probenahme einschließlich aller Arbeitsgruppen im TC 147 alle Delegierten einig, dass diese Richtlinien normativen Charakter haben.

Nachdem auch in Deutschland durch Zusammenarbeit von DIN und der Fachgruppe Wasserchemie in der GDCh, die für die Herausgabe der DEV verantwortlich war und ist, ein einheitliches Normenwerk zur Wasseranalytik erstellt werden sollte, war es selbstverständlich, dass der bestehende Unterausschuss Probenahme auch deutsche Normen zur Probenahme der verschiedenen Wasserarten erarbeiten musste, um auch deutsche Wünsche und Vorstellungen in die internationale Normarbeit einbringen zu können. Als die drei grundlegenden Normen von der ISO erarbeitet wurden, hatte es diesen deutschen Ausschuss noch nicht gegeben. Deshalb waren die ISO-Normen der Reihe 5667 ganz anders als DIN-Normen aufgebaut. Im Gegensatz zu den inhaltlich gestrafften DIN-Normen haben die ISO-Normen einen fast lehrbuchhaften Umfang. Einige der ISO-Normen sind aber inzwischen von CEN ins europäische Normenwerk aufgenommen worden und damit auch in Deutschland verbindlich (siehe Tabelle 1.1).

Ganz anders verlief die Entwicklung bei den wasserartenspezifischen Normen. Hier lagen durch zügige Bearbeitung teilweise bereits einige Jahre vor den ISO-Normen vergleichbare DIN-Normen (Tabelle 1.2) vor und so sind viele Anregungen aus Deutschland in die ISO-Normenarbeit eingeflossen. Wenn auch die Texte der DIN- und ISO-Normen nicht wortwörtlich identisch sind, so sind in diesen Normen die meisten Sachaussagen identisch. Vor allem wurde bei den ISO-Arbeitsgruppensitzungen des SC 6 im TC 147 bald Konsens erzielt, dass die Normen zwar genaue Anweisungen für die Geräteauswahl und die Durchführung der Probenahme enthalten müssen, auf Geräteabbildungen, die ja meistens firmenspezifische Angaben beinhalten, soll aber verzichtet werden.

Tabelle 1.1: ISO-Probenahmenormen des TC 147 – SC 6, water quality – sampling (Stand: 01.2018)

Nr.	Titel	Ausgabe- datum	identisch mit ... vom ...
ISO 5667-1	Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques	12.2006	DIN EN ISO 5667-1 (04.2007)
ISO 5667-3	Preservation and handling of water samples	11.2012	DIN EN ISO 5667-3 (03.2013)
ISO 5667-4	Guidance on sampling from lakes, natural and man-made	06.2016	
ISO 5667-5	Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems	04.2006	DIN ISO 5667-5 (02.2011)
ISO 5667-6	Guidance on sampling of rivers and streams	07.2014	DIN EN ISO 5667-6 (12.2016)
ISO 5667-7	Guidance on sampling of water and steam in boiler plants	11.1993	
ISO 5667-8	Guidance on sampling of wet deposition	03.1993	
ISO 5667-9	Guidance on sampling from marine waters	10.1992	
ISO 5667-10	Guidance on sampling of waste waters	11.1992	
ISO 5667-11	Guidance on sampling of groundwaters	04.2009	
ISO 5667-12	Guidance on sampling of bottom sediments from rivers, lakes and estuarine areas	07.2017	DIN ISO 5667-12 (04.2016 Entwurf)
ISO 5667-13	Guidance on sampling of sludges from sewage and water-treatment works	05.2011	DIN EN ISO 5667-13 (08.2011)
ISO 5667-14	Guidance on quality assurance and quality control of environmental water sampling and handling	12.2014	DIN EN ISO 5667-14 (12.2016)
ISO 5667-15	Guidance on preservation and handling of sludge and sediment samples	08.2009	DIN EN ISO 5667-15 (01.2010)
ISO 5667-16	Guidance on biotesting of samples	04.2017	DIN EN ISO 5667-16 (03.2016 Entwurf)
ISO 5667-17	Guidance on sampling of bulk suspended solids	10.2008	
ISO 5667-19	Guidance on sampling of marine sediments	06.2004	DIN EN ISO 5667-19 (09.2004)
ISO 5667-20	Guidance on the use of sampling data for decision making – Compliance with thresholds and classification systems	03.2008	
ISO 5667-21	Guidance on sampling of drinking water distributed by tankers or means other than distribution pipes	10.2010	
ISO 5667-22	Guidance on the design and installation of groundwater monitoring points	08.2010	
ISO 5667-23	Guidance on passive sampling in surface waters	03.2001	DIN EN ISO 5667-23 (06.2011)
ISO 5667-24	Guidance on the auditing of water quality sampling	04.2016	

Tabelle 1.2: DIN-Probenahmenormen für Wasser-, Schlamm- und Sedimentuntersuchungen (Stand: 01.2018)

Nr.	Titel	Ausgabe- datum	vergleich- bar mit ISO	identisch mit DEV
DIN EN ISO 5667-1	Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken	04.2007	5667-1	A 4
DIN EN ISO 5667-3	Konservierung und Handhabung von Wasserproben	03.2013	5667-3	A 21
DIN EN ISO 5667-14	Anleitung zur Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle bei der Entnahme und Handhabung von Wasserproben	12.2016	5667-14	A 25
DIN ISO 5667-5	Anleitung zur Probenahme von Trinkwasser aus Aufbereitungsanlagen und Rohrnetzsystemen	02.2011	5667-5	A 14
DIN EN ISO 5667-6	Anleitung zur Probenahme aus Fließgewässern	12.2016	5667-6	A 15
DIN 38402-11	Probenahme von Abwasser	02.2009	5667-10	A 11
DIN 38402-12	Probenahme aus stehenden Gewässern	06.1985	5667-4	A 12
DIN 38402-13	Probenahme aus Grundwasserleitern	12.1985	5667-11	A 13
DIN 38402-16	Probenahme aus dem Meer	08.1987	5667-9	A 16
DIN 38402-18	Probenahme von Wasser aus Mineral- und Heilquellen	05.1991		A 18
DIN 38402-20	Probenahme aus Tidegewässern	08.1987	5667-9	A 20
DIN 38402-24	Anleitung zur Probenahme von Schwebstoffen	05.2007	5667-17	A 24
DIN EN ISO 5667-16	Anleitung zur Probenahme und Durchführung biologischer Testverfahren	03.2016	5667-16	L 1
DIN EN ISO 5667-19	Anleitung zur Probenahme mariner Sedimente	09.2004	5667-19	A 23
DIN EN ISO 5667-23	Anleitung zur Anwendung von Passivsammlern in Oberflächengewässern	06.2011	5667-23	A 28
DIN EN ISO 5667-13	Anleitung zur Probenahme von Schlämmen	08.2011	5667-13	S 1
DIN 38414-11	Probenahme von Sedimenten	08.1987		S 11
DIN ISO 5667-12	Anleitung zur Probenahme von Sedimenten (Entwurf)	03.2016	5667-12	
DIN EN ISO 5667-15	Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Schlamm und Sedimentproben	01.2014	5667-15	S 16

Zuständig für die Normung auf dem Gebiet der Wasseruntersuchungen ist der DIN-Normenausschuss NA 119-01-03 AA Wasseruntersuchung (ehemals NAW I 3) mit neun Unterausschüssen und über 80 Arbeitskreisen. Der Normenausschuss Wasseruntersuchung fungiert auch als Spiegelgremium zum internationalen Technischen Committee ISO/TC 147 ‚water quality‘ und zum europäischen Ausschuss CEN/TC 230 ‚water analysis‘. Für den Bereich der Probenahmennormung ist der zuständige Unterausschuss NA 119-01-03-09 UA Probenahme (ehemals NAW 1 W1/UA2 bzw. NA 119-01-03-01-01 AA Probenahme), der gleichzeitig als Spiegelgremium zum ISO/TC 147/SC 6 und seinen Working groups fungiert.

1.3 Anstoß zur Erstellung des Handbuchs

Laut Protokoll der 1. Sitzung des DIN-GDCh-Ausschusses Probenahme am 07.02.1979 in Hürth-Knapsack wurde von Prof. Paul Koppe angeregt, ein Handbuch über die Wasserprobenahme zu verfassen, um Erfahrungen, die über die Aussagen der deutschen und internationalen Normen hinausgehen, weiterzugeben. Da aber erst die Arbeit an den ISO-Normen und ihre Übertragung ins deutsche Normsystem als dringender angesehen wurden, wurde beschlossen, die Handbucharbeit auf einen späteren Zeitpunkt zu verschieben. Im Jahr 1994 wurden dann die Herausgeber des vorliegenden Buches mit der redaktionellen und fachlichen Koordination beauftragt und alle Ausschuss-Mitglieder erklärten sich bereit, entsprechend ihrer Erfahrungen Beiträge beizusteuern. Nach fast fünfjähriger Bearbeitungszeit konnte das Buch mit der 1. Auflage 1998 veröffentlicht werden.

Dass in diesem Buch nur die Wasserprobenahme und nicht die Schlammprobenahme behandelt wird, liegt vorwiegend an der Organisation der DIN-GDCh-Ausschüsse und ist eine Fernwirkung der alten Einteilung der DEV, die auch von DIN bei der Normung übernommen wurde. Bei den DEV-Vorschriften war die Analytik des Wassers und der Schlämme genauso wie die Probenahme in getrennten Kapiteln beschrieben worden. Die ISO macht diese Unterscheidung nicht, deshalb behandeln die ISO-Normen der Reihe 5667 sowohl Schlamm- als auch Wasserprobenahmen.

In den nachfolgenden Kapiteln wird die Vorgehensweise bei der Probenahme der verschiedenen Wasserarten behandelt. In allen Abschnitten wird sowohl auf die DIN- als auch auf die ISO-Normen eingegangen, daneben werden viele zusätzliche Anregungen mitgeteilt. Sofern sich auch andere Organisationen als die Norminstitute mit der Problematik der Wasserprobenahme befassen, sind deren Erfahrungen mit in diese Berichte eingeflossen.

1.4 Gestaltung und Titel des Handbuches

Das Buch ist in Kapiteln zu einzelnen Wasserarten gemäß der Normung aufgeteilt. Das impliziert vordergründig eine isolierte Betrachtung der Wasserarten. Das mag für die Praxis der Probenahme und Vorbereitung zur Analytik ausreichen, ist aber im Grunde zu wenig.

Wasseruntersuchungen werden aufgrund von strategischen Schutzziele durchgeföhrt, z. B. zur Sicherstellung von einwandfreiem Trinkwasser, zum Schutz der aquatischen Biosphäre in Fließgewässern, Seen und im Meer, unter anderem auch zur Nutzung als Badewasser.

Um Maßnahmen bei nicht ausreichender Qualität des Wassers ableiten zu können, ist die Beobachtung des gesamten Wassersystems (Kreislauf) erforderlich.

Dazu müssen die entsprechenden Wassereinträge in die einzelnen Kompartimente zusätzlich betrachtet werden, d. h. Niederschlag, Aufbringung von Dünger, Klärschlamm und Pflanzenschutzmitteln auf landwirtschaftliche Flächen, die Einleitung von Abspülungen von versiegelten Flächen und Abwasser in Fließgewässer sowie die Elution von Altlasten ins Grundwasser.

Die Maßnahmen müssen in Programmen zu Wasserbeprobungen und Untersuchungen zusammengefasst werden, deren Ergebnisse zu einem komplexen Gesamtbild von Ursachen und Wirkungen zusammengeführt werden müssen.

Diese Gesamtaufnahme und ihre Darstellung in Bezug auf den Nutzen sind für die Akzeptanz der oft immensen Kosten für die Untersuchungen unbedingt erforderlich.

Beispiel: Ziele des Integrierten Überwachungskonzeptes NRW

Im Sinne eines vorsorgenden Gewässer- und Verbraucherschutzes wurde im Jahr 2008 im Land Nordrhein-Westfalen das Programm „Reine Ruhr“ [19] beschlossen. Das Programm hat eine umfassende und nachhaltige Strategie zur Verbesserung der Gewässer- und Trinkwasserqualität insbesondere an der Ruhr zum Ziel. Das Programm besteht aus sieben Elementen, die teilweise parallel und teilweise aufeinander aufbauend bearbeitet und sukzessive abgearbeitet werden, u. a. sollte ein neues „Integriertes Überwachungskonzept“ erarbeitet werden.

Wesentliches Ziel des Integrierten Überwachungskonzeptes ist es, alle relevanten Daten und Informationen zur Gewässerbelastung und Eintragssituation im gesamten Fluss-Einzugsgebiet zu verknüpfen und die Früherkennung möglicher Belastungen für die Gewinnung von Trinkwasser aus Oberflächengewässern oder für die Gewässerökologie zu sichern und ständig weiter zu optimieren.

Die Überwachungsprogramme der verschiedenen Akteure (Behörden, Wasserversorger, Wasserverbände) für Gewässer, Abwasser, Rohwasser und Trinkwasser sollen, soweit möglich und sinnvoll, noch stärker aufeinander abgestimmt und miteinander verzahnt werden.

Das integrierte Überwachungskonzept stützt sich auf drei Säulen: Zum einen die behördliche Überwachung, zum zweiten auf eigenverantwortliches Handeln und zum dritten auf eine Sensibilisierung aller Beteiligten (Wasserwirtschaft, Industrie, Gewerbe, Landwirtschaft, Verbraucher) für die Empfindlichkeit und Schutzbedürftigkeit der Wasserressourcen und durch einen intensiven Dialog auf Augenhöhe zu der jeweiligen, sich oft sehr schnell ändernden Belastungssituation [19].

Für die behördliche Überwachung von Abwassereinleitungen und Abwasseranlagen wurde 2010 ein landesweites „Konzept zur Überwachung von Abwassereinleitungen und Abwasseranlagen, insbesondere unter Berücksichtigung des Schutzes der öffentlichen Trinkwasserversorgung“ [20] per Erlass des Ministeriums für Umwelt und Verbraucherschutz, Landwirtschaft und Verbraucherschutz (MKULNV) NRW eingeführt, welches als Richtschnur für die Planung und die Durchführung der Überwachung von kommunalen Abwasseranlagen, Industrie- und Gewerbebetrieben einschließlich derer Abwasseranlagen sowie zur Überwachung von Abwassereinleitungen in Gewässer und/oder öffentlichen Abwasseranlagen anzuwenden ist.

Das Handbuch geht über die Praxis zur Probenahme hinaus, im Prinzip betrachtet es die Untersuchung von Wasser. Wir haben trotzdem den alten Titel „Die Probenahme von Wasser“ beibehalten, weil explizite Kapitel zur Analytik fehlen.

Literatur

- [1] Ballschmitter, K. & Hoyer, G.-A. (1995): Trends Analytische Chemie, Nachr. Chem. Tech. Lab. 43, p. 239 – 245.
- [2] Funk, W., Dammann, V. und Donnevert, G. (2005): Qualitätssicherung in der Analytischen Chemie; Wiley-VCH, Weinheim.
- [3] Günzler, H. (1994): Akkreditierung und Qualitätssicherung in der Analytischen Chemie, Springer-Verlag, Heidelberg.
- [4] Masing, W. (Hrsg.) (1994): Handbuch Qualitäts-Management, C. Hauser, München.
- [5] Neitzel, V. & Middeke, K. (1994): Praktische Qualitätssicherung in der Analytik, VCH, Weinheim.
- [6] Steck, W. (2006): Harmonisierter Leitfaden für die Validierung von Analysenmethoden durch Einzellaboratorien. Angewandte Chemie, 118 (12): p. 2019 – 2034.
- [7] Taverniers, I., De Loose, M. & Van Bockstaele, E. (2004): Trends in quality in the analytical laboratory. II. Analytical method validation and quality assurance. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 23 (8): p. 535 – 552.
- [8] Wellmütz, J. & Gluschke, M. (2005): Leitlinie zur Methodenvalidierung. UBA-Text: Dessau-Roßlau. p. 51.
- [9] Ramsey, M. H. & Ellison, S. L. (2007): Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC Guide. Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches. Eurachem.
- [10] Gonzalez, C. et al. (2007): Validation procedure for existing and emerging screening methods. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 26 (4): p. 315 – 322.
- [11] Kraus, U. R., Theobald, N., Gunold, R. & Paschke, A. (2015): Prüfung und Validierung der Einsatzmöglichkeiten neuartiger Passivsammler für die Überwachung prioritärer Schadstoffe unter der WRRL, der MSRL und im Rahmen von HELCOM und OSPAR. Texte 25/2015, Umweltbundesamt (Hrsg.), Dessau-Roßlau, ISSN 1862-4804.
- [12] Dorgerloh, U., Theißen, H., Becker, R. & Win, T. (2010): Forschungsbericht 290: Ableitung validierter Probenahme- und Analysenmethoden für Zwischen- und Endprodukte der anaeroben Stoffverwertungsprozesse von Leichtflüchtigen Chlorierten Kohlenwasserstoffen (LCKW) im Grundwasser im Rahmen von Altlastenuntersuchungen; BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin.
- [13] Gy, P. M. (1994): Sampling or gambling; Process Control. Qual. 6, p. 97 – 102.
- [14] Kromidas, S., Klinkner, R. & Mertens, R. (1995): Methodenvalidierung im analytischen Labor, Nachr. Chem. Tech. Lab. 43, S. 669 – 676.
- [15] Gudernatsch, H. (1982): Probleme der Probenahme und der Probenahmehäufigkeit in der Wasseranalytik, Forum Städte-Hygiene 33, S. 129 – 135.
- [16] Caspers, N., Hartmann, P. & Schmidt, S. (1994): Genauigkeit in der genormten Wasseranalytik, Nachr. Chem. Tech. Lab. 42, S. 601 – 604.
- [17] AQS Baden-Württemberg am Institut für Siedlungswasserbau, Wassergüte- und Abfallwirtschaft der Universität Stuttgart: <http://www.iswa.uni-stuttgart.de/ch/aqs/rv/index.html>
- [18] Just, A. (2013): Ringversuch zur Probenahme von Abwasser mit Hilfe einer mobilen Anlage; AV Akademikerverlag.
- [19] Ministerium für Klimaschutz, Umwelt, Landwirtschaft, Natur- und Verbraucherschutz des Landes Nordrhein-Westfalen (MKULNV) (2014): Programm Reine Ruhr zur Strategie einer nachhaltigen Verbesserung der Gewässer- und Trinkwasserqualität in Nordrhein-Westfalen, Düsseldorf: www.umwelt.nrw.de
- [20] LANUV NRW (2010): Abwasserüberwachungskonzept: Konzept zur Überwachung von Abwassereinleitungen und Abwasseranlagen, insbesondere unter Berücksichtigung des Schutzes der öffentlichen Trinkwasserversorgung; eingeführt per MKULNV-Erlass IV-7-316 000 2001 vom 17.06.2010.

2 Allgemeine Anmerkungen zu Wasseruntersuchungen

*A. Grupe**

* unter Verwendung des Kapitels 2 von G. Grubert und von Kapitel 15 der 1. Ausgabe 1998

Dabei werden im Schema die Abläufe den drei Ebenen

- strategische Ebene (Politik): Ziele, Vorgaben,
- taktische Ebene (Planungs- und Bewertungsebene): Plan, Check, Act,
- Durchführungsebene: Do

zugeordnet (siehe Bild 2.2). Wichtig ist, dass alle an dem Prozess beteiligten Personen miteinander kommunizieren und alles aufeinander abstimmen. Je nach Komplexität des geplanten Untersuchungsvorhabens muss dieser Kreis entsprechend durch



Bild 2.2: Schema des Managements von Wasseruntersuchungen. Die Pfeile zeigen die Abläufe im Sinne eines Demming-Circles (siehe Bild 2.1).

weitere Fachleute (z. B. mit Kenntnissen der zu beprobenden technischen Anlage und/oder der örtlichen Gegebenheiten) ergänzt werden.

Im Bild 2.3 ist die Durchführung für den Fall A von kurzen Entfernungen zwischen Probenahmeort und Labor dargestellt, wie er üblicherweise in Chemieparks oder größeren kommunalen Kläranlagen anzutreffen ist. Wenn Probenahmeort und Labor weit entfernt voneinander liegen, d. h. mit langen Transportwegen für die Proben, wie sie in der Regel bei behördlichen Probenahmen von Wasser zu erwarten sind, muss, in Abhängigkeit von den zu bestimmenden Parametern



Bild 2.3: Schema zur Durchführung der einzelnen Arbeiten von Probenahme, Probenvorbehandlung und Analyse in Abhängigkeit von der Entfernung zwischen Probenahmeort und Labor

eine andere Reihenfolge B für die Durchführung gewählt werden. Die Proben werden teilweise schon am Probenahmeort homogenisiert und geteilt/abgefüllt und ggf. konserviert. Die Qualifikation der mit der Probenahme betrauten Mitarbeiter ist damit auch höher, die regelmäßigen Schulungen und Unterweisungen aufwendiger. Auch die Transportfahrzeuge sind i. d. R. geschlossen mit Kühlung sowie mit entsprechender Ausrüstung bestückt.

2.1.1 Strategische Ebene

Zielsetzung

Ziele werden aus gesetzlichen bzw. genehmigungsrechtlichen Vorgaben, ggf. ergänzt durch Normen bzw. BVT (beste verfügbare Technik), die den Stand der Technik beschreiben, oder aus politischen Vorgaben abgeleitet. Nach Festlegung des Untersuchungsprogramms und der Kontrollmaßnahmen erfolgt ein konkreter Untersuchungsauftrag.

2.1.2 Planung und Bewertung

2.1.2.1 Planung

Bei der Planung wird ein Untersuchungsprogramm festgelegt, das die Probenahmeorte, die zu untersuchenden Parameter und damit die Art der Probenahme sowie Häufigkeit, Dauer und den genauen Zeitplan festlegt. Wesentlich ist die Bereitstellung von ausreichendem qualifiziertem Personal.

Probenahmezeitpunkt

Die Wahl des Probenahmezeitpunktes spielt je nach Aufgabenstellung eine mehr oder minder große Rolle und sollte, wenn nötig, exakt festgelegt werden. Dieses ist besonders wichtig bei der Beprobung von Medien, die bezüglich der zu untersuchenden Inhaltsstoffe starken Konzentrationsschwankungen unterworfen sind. Sind keine derartigen Schwankungen zu erwarten, kann unter Umständen auf eine vorherige Festlegung verzichtet werden und der Probenahmezeitpunkt zufällig ausgewählt werden.

Häufigkeit und Dauer der Probenahme

Je nach dem Untersuchungsziel der Probenahme, z. B.

- zur Überwachung der Einhaltung von Grenzwerten,
- zur Ermittlung des Wirkungsgrades einer Abwasserbehandlungsanlage,
- bei besonderen Fragestellungen,

können Häufigkeit, Dauer und Zeitpunkt der Probenahme unterschiedlich sein.

Die Zusammensetzung der Abwässer unterliegt Schwankungen. Ob zufällige oder systematische Schwankungen vorliegen, kann an Einzelproben mit Hilfe der Statistik erkannt werden (siehe DIN EN ISO 5667 Teil 1).

Die Dauer der Probenahme muss einerseits den Gegebenheiten der zu beprobenden Medien und andererseits den zu untersuchenden Inhaltsstoffen angepasst werden. Will man z. B. größere Konzentrationsschwankungen summarisch erfassen, so sollte über einen längeren Zeitraum beprobt werden. Hierbei ist jedoch sicherzustellen, dass die gesammelte Probe durch die lange Standzeit keine messbaren Veränderungen (z. B. durch Ausgasung leichtflüchtiger Stoffe, Kontamination aus dem Gefäßmaterial, biochemischen Abbau) seiner Zusammensetzung erfährt [1]. Sind durch Anwendung geeigneter Maßnahmen derartige Veränderungen nicht auszuschließen, so muss auf jeden Fall eine kürzere Entnahmedauer gewählt werden. In besonderen Fällen kann es nötig sein, mehrere Kurzzeitproben in definierten Zeitintervallen zu entnehmen. Die Untersuchung leichtflüchtiger Stoffe hat grundsätzlich aus Einzelproben zu erfolgen.

Örtliche Repräsentanz

Unter örtlicher Repräsentanz wird die genaue Festlegung der Probenahmestelle verstanden. Allgemeingültige Regeln sind an dieser Stelle nicht aufzuführen, da diese sich nach dem zu beprobenden Medium und nach dem vorgegebenen Untersuchungsziel richtet. Beispielsweise wird man in der Überwachung von Abwassereinleitungen möglichst eine Stelle wählen, an der das Abwasser weitestgehend durchmischt ist, während man bei der Probenahme aus stehenden Gewässern u. U. Proben aus verschiedenen Schichten entnehmen wird. Unabdingbar ist jedoch in jedem Fall die eindeutige Festlegung und Beschreibung der Probenahmestelle. Weitere Hinweise hierzu sind den nachfolgenden Kapiteln zu entnehmen.

Zur Erzielung von repräsentativen Proben und reproduzierbaren Ergebnissen ist die schriftliche Fixierung der Vorgehensweise bei der Probenahme, Probenvorbehandlung und Analytik mit Angaben zu den zu verwendenden Materialien und Methoden unbedingt erforderlich. Zu diesem Zweck sind schriftliche Anweisungen zu erstellen, die dem Personal leicht verfügbar sein und auf dem neuesten Stand gehalten werden müssen.

Arbeitssicherheit

Vor der Probenahme ist pro Probenahmestelle eine Gefährdungsbeurteilung durchzuführen, wobei Maßnahmen zur Arbeitssicherheit (z. B. Absicherung gegen Absturz, Kontamination durch Proben oder Chemikalien, persönliche Schutzausrüstung) festzulegen sind. Diese sind in Betriebsanweisungen zu regeln.

Vorbereitungen zur Probenahme

Die Durchführung einer normgerechten Probenahme ist nur möglich, wenn entsprechende personelle und technische Voraussetzungen erfüllt sind. Das mit der Probenahme befasste Personal sollte zumindest eine abgeschlossene Ausbildung als Chemielaborant, Fachkraft für Abwassertechnik oder eine sonstige einschlägige Fachausbildung haben. Vor allem aber muss sich das mit der Durchführung der Probenahme betraute Personal der Wichtigkeit und der hohen Anforderung an die gestellte Aufgabe bewusst sein. Darüber hinaus ist das Personal regelmäßig intensiv zu schulen [2]. Hierüber empfiehlt es sich, entsprechende Aufzeichnungen zu führen, wie es auch zur Qualitätssicherung nach DIN EN ISO/IEC 17025 [3] verlangt wird. Aus Gründen der Arbeitssicherheit und zur besseren Dokumentation kann es sinnvoll sein, die Probenahmen von einem Team durchführen zu lassen.

Geräte

Weitere unabdingbare Voraussetzung ist das Vorhalten geeigneter Geräte in ausreichender Zahl, die regelmäßig gewartet werden. Wartungsintervalle sind in entsprechenden Arbeitsanweisungen festzuschreiben und die Arbeit verantwortlich definierten Mitarbeitern zu übertragen. Über sämtliche diesbezüglichen Arbeiten sind Aufzeichnungen zu führen. Sinnvoll ist die Erstellung eines Wartungshandbuchs. Nur durch diese Maßnahmen kann sichergestellt werden, dass jederzeit qualifiziertes Gerät für eine Probenahme vorhanden ist. Zur Wartung gehört auch das regelmäßige Kalibrieren der Messgeräte für Vor-Ort-Messungen, das Laden von Akkus und das Vorhalten von tiefgekühlten Kühlelementen.

Je nach Art der gewünschten Probe (z. B. Einzelprobe, manuell oder automatisch gewonnene Mischprobe) erhält man diese durch den Einsatz unterschiedlichster Probenschöpfer oder Pumpen. Vor- und Nachteile der verschiedenen Geräte sind in den nachfolgenden Kapiteln beschrieben. Grundsätzlich sollte man Probenahmetechniken wählen, die eine Veränderung der Probe bezüglich ihrer zu untersuchenden Inhaltsstoffe weitestgehend ausschließen, d. h., man sollte eine Technik wählen, bei der der Kontakt von Probe zu Gerätschaft möglichst gering gehalten wird [4, 5]. Ebenfalls sollte man jedes unnötige Handling, wie häufiges Umfüllen der gewonnenen Probe, unterlassen. Bei Einsatz von Geräten ist zu beachten, dass alle probeführenden Teile – auch Schläuche – aus Materialien bestehen, durch deren Kontakt die Probe keine Veränderungen erfährt. Gleiches gilt auch für

die eingesetzten Probenbehältnisse. Bei Gebrauch von Pumpen sollte man sich, wenn möglich, für druckseitig wirkende (z. B. Tauchmotorpumpen) entscheiden, um Ausgasungen leichtflüchtiger Inhaltsstoffe zu minimieren.

Nachdem die Anforderungen an die zeitliche und örtliche Repräsentanz sowie die anzuwendende Probenahmetechnik festgelegt wurden, sind weitere organisatorische Maßnahmen durchzuführen. Hier ist vor allem sicherzustellen, dass sämtliche für die Probenahme benötigten Geräte, Materialien und Hilfsmittel gereinigt und bereitgestellt werden. Es empfiehlt sich das Aufstellen einer entsprechenden Checkliste. Diese könnte auszugsweise wie folgt aussehen:

Beispiel Checkliste:

- ☐ Reinigung und Bereitstellung der Probenahmegeräte
 - ☐ Probenschöpfer
 - ☐ automatische Systeme (ggf. Testlauf)
- ☐ Reinigung und Bereitstellung der Geräte zur Homogenisierung und Probenteilung
- ☐ Reinigung und Bereitstellung geeigneter Probenbehältnisse
- ☐ Reinigung und Bereitstellung von Filtrationsgeräten
- ☐ Bereitstellung von Material zur Kennzeichnung der Probenbehältnisse
- ☐ Bereitstellung von Chemikalien zur Konservierung
- ☐ Bereitstellung von Kühltaschen und Kühlelementen
- ☐ Testen und Bereitstellen der Geräte zur Vor-Ort-Analytik
- ☐ Bereitstellung von Chemikaliensätzen zur Vor-Ort-Analytik
- ☐ Bereitstellung von Schutzkleidung und Gerätschaften zur Arbeitssicherheit
- ☐ Vorbereitung von Probenahmeprotokollen
- ☐ Vorbereitung des Probenahmefahrzeuges
- ☐ Zusammenstellen von Karten und Plänen

Zu letzterem Punkt empfiehlt es sich, eine entsprechende Akte für Stellen, die häufiger beprobt werden, anzulegen. Hierin sollten zumindest enthalten sein:

- ☐ Anfahrtsskizzen,
- ☐ Lagepläne, ggf. Fotos der Probenahmestelle,
- ☐ Hinweis auf mögliche Ansprechpartner vor Ort und
- ☐ Hinweise auf Besonderheiten der Probenahmestelle.

Darüber hinaus sollte bereits vor der Probenahme sichergestellt sein, dass die erzielten Proben schnell und qualifiziert dem untersuchenden Labor übergeben werden können.

2.1.2.2 Bewertung

Nach der Durchführung werden die Messergebnisse zu der Stelle, die die Planung gemacht hat, weitergegeben. Hier werden die Ergebnisse hinsichtlich ihrer Relevanz bewertet, d. h. ob sie genügend Aussagekraft zur Zielerreichung, z. B. Grenzwerteinhaltung, haben.

2.1.2.3 Anpassung des Programms

Es muss anhand der Ergebnisse geprüft werden, ob die Probenahmeplanung ein geeignetes Programm zur Zielerreichung festgelegt hat oder ob dieses ggf. angepasst werden muss, um aussagekräftige Messwerte zu erhalten.

2.1.3 Durchführung

2.1.3.1 Probenahme

Der Probenahme, als erster Teilschritt einer jeden chemischen, physikalisch-chemischen oder (mikro-)biologischen Untersuchung kommt eine ganz besondere Bedeutung zu, da sich Fehler, die dort entstehen, in der Regel – selbst durch aufwendigste Maßnahmen – nicht kompensieren lassen. Im Folgenden werden allgemein gültige Regeln und Maßnahmen beschrieben, deren Einhaltung unabhängig von der Art der Probenahme und vom zu beprobenden Medium dazu beiträgt, eine möglichst unverfälschte Probe zu erzielen. Spezielle Maßnahmen sind darüber hinaus den nachfolgenden Kapiteln zu entnehmen.

Bei Ankunft an der Probenahmestelle ist diese mit den Angaben aus der Probenahmeakte zu vergleichen, um ein Vertauschen der Entnahmestelle auszuschließen. Veränderungen der Situation an der Probenahmestelle gegenüber den Angaben in der Probenahmeakte sind zu dokumentieren und ggf. durch Fotos zu belegen.

Sämtliche Arbeiten vor Ort sind „analytisch sauber“ durchzuführen, wobei die Innenseiten der Geräte und Behältnisse nicht mit „bloßen Fingern“ zu berühren sind. Man sollte möglichst im Labor gereinigte Schöpfbecher und Behältnisse einsetzen. Es ist weitestgehend zu verhindern, dass Partikel aus der Umgebung die Probe kontaminieren. Auf die Benutzung lösungsmittelhaltiger Filzschreiber sollte aus Gründen möglicher Kontamination verzichtet werden. Darüber hinaus sind sämtliche Tätigkeiten (wie Rauchen und Essen) zu unterlassen, die die Probe beeinflussen können.

Bei der Entnahme von Schöpfproben ist insbesondere darauf zu achten, dass z. B. durch versehentliches Kratzen an Schachtwänden oder an Gerinneböden

keine Partikel gelöst werden, die in die Probe gelangen können. Ebenfalls sollte man unterlassen, das Schöpfgerät vor oder zwischen den Schöpfvorgängen auf den Boden zu stellen. Hier empfiehlt sich die Verwendung eines geeigneten Stativs.

Bei Einsatz automatischer Probenahmesysteme ist das gesamte System nach Möglichkeit vor der Probenahme ausreichend mit dem Probengut und nach der Entnahme mit sauberem Wasser zu spülen. Je nach Einsatz sind unterschiedliche Anforderungen an das Wasser zu stellen. Beispielsweise bei einer Beprobung von Abwasser reicht in der Regel Leitungswasser aus. Bei Probenahmen über einen längeren Zeitraum wird durch Kühlung der Sammelgefäße ein biochemischer Abbau der Probe minimiert. Bei Einsatz von Pumpen ist der Ablauf derart zu verlegen, dass ein möglicher Kreislauf verhindert wird. Schlauchpumpen sollten nur eingesetzt werden, wenn sichergestellt ist, dass die Pumpen mit einer ausreichenden Drehzahl laufen, um mögliche Sedimentationen im Schlauchsystem auszuschließen. Darüber hinaus kann es hierbei, wie beim Einsatz anderer Vakuumsysteme, zu Minderbefunden durch Ausgasung kommen.

Bei bestimmten Anwendungen, gerade im Bereich der Abwasserprobenahme, kann es vorkommen, dass Probenahmesysteme derart kontaminiert werden, dass selbst nach intensivem Spülen über einen längeren Zeitraum Verschleppungen nicht auszuschließen sind. Zur Erkennung derartiger Kontaminationen sollten die normal gereinigten Probenahmesysteme im Labor regelmäßig einer spezifischen Kontrolle unterzogen werden. Hierzu sollte das komplette Probenahmesystem nach einem vorher festgelegten, gleichbleibenden Modus mit Reinstwasser über einen definierten Zeitraum im Kreislauf gespült werden. Das Spülwasser wird anschließend auf entsprechende Leitparameter untersucht.

Überschreiten diese festgelegte Grenzen, so ist das System wie folgt zu behandeln:

- Stufe 1: gezielte Reinigung des Systems,
- Stufe 2: gezielter Austausch von kontaminierten Einzelteilen,
- Stufe 3: zukünftig nur Einsatz bei höher belasteten Wässern,
- Stufe 4: Aussondern des kompletten Systems.

Selbst eine Komplettaussonderung ist in der Regel kostengünstiger als weitere Probenahmen und entsprechende Analytik, die zu ungesicherten oder falschen Ergebnissen führt. Voraussetzung für das Erkennen einer Kontamination nach der beschriebenen Vorgehensweise ist die unverwechselbare Kennzeichnung sämtlicher Probenahmesysteme.

Prinzipiell ist eine Schöpfprobe einer mittels Pumpe erzielten Probe vorzuziehen, da Veränderungen durch Kontamination und Adsorption verringert werden. Der Idealfall ist das Schöpfen einer Probe direkt mit einem im Labor vorgereinigten Probenbehältnis, das unmittelbar verschlossen dem Labor zur Untersuchung zugestellt wird.

2.1.3.2 Probenvorbehandlung

Bei der Probenvorbehandlung ist unbedingt darauf zu achten, dass die Probe möglichst schonend behandelt wird, d. h. dass einerseits Luftsauerstoffeintrag und andererseits Ausgasung leichtflüchtiger Inhaltsstoffe weitestgehend vermieden wird. Homogenisierungsgefäß und Rührer sollten aus einem Material bestehen, durch das die Probe nicht verändert wird.

Wie bereits in Kapitel 2.1.2.1, Unterpunkt „Geräte“, beschrieben, ist unbedingt darauf zu achten, dass die Probenbehältnisse aus einem Material bestehen, das die Probe bzw. Teilprobe bezüglich der zu untersuchenden Inhaltsstoffe nicht verändert. Grundsätzlich sind verschlossene Probenbehälter vorzuhalten, die vorher im Labor gereinigt worden sind.

Probengefäße sind eindeutig und dauerhaft zu beschriften, um Verwechslungen auszuschließen. Zur verstärkten Information des Laborpersonals empfiehlt es sich, wichtige Hinweise zu Besonderheiten (z. B. Vorbehandlungsmaßnahmen, Giftigkeit) außer im Protokoll auch unmittelbar auf der Probenflasche zu vermerken.

Die Proben sollten nach der Entnahme unmittelbar dem Labor zugeführt werden, um Veränderungen der Inhaltsstoffe möglichst auszuschließen. Da dieses jedoch nicht immer möglich ist, müssen häufig unmittelbar nach der Entnahme parameterspezifische Behandlungs- und Konservierungsmaßnahmen durchgeführt werden.

2.1.3.3 Dokumentation und Probeneingang

Der nächste Schritt ist die Probenbereitstellung im Labor, d. h. Registrierung, Probenteilung ggf. nach Homogenisierung und Konservierung (diese Arbeiten werden ggf. schon am Ort der Probenahme vorgenommen) sowie eine adäquate Lagerung.

Die Dokumentation ist wichtiger Bestandteil der Probenahme. Entsprechende Beispiele sind in den einschlägigen Normen zu finden. Hier finden sich in der Regel Blankovorlagen, die keinem Kopierverbot unterliegen. Es empfiehlt sich jedoch, die Protokolle für die eigenen Bedürfnisse anzupassen.