

# **Teilthema 2.3:**

## **Probenbehandlung**

Beitrag des Landesamtes für Umweltschutz und Gewerbeaufsicht  
Rheinland-Pfalz

# Inhaltsverzeichnis

<b>2.3 PROBENBEHANDLUNG</b>	<b>3</b>
<b>2.3.1 PROBENGEFÄßE UND UNTERSUCHUNGSPARAMETER</b>	<b>3</b>
2.3.1.1 Reinigung und Konditionierung der Probengefäße	3
2.3.1.1.1 Gefäße aus Na-Silikatgläsern, Gefäße aus Bor-Silikatgläsern	3
2.3.1.1.2 Gefäße aus Polyethylen oder anderen PTFE-freien Kunststoffen, Gefäße aus PTFE	6
2.3.1.1.3 Bördelkappen-Verschlusssysteme und Septen, teilweise PTFE – kaschiert	7
2.3.1.1.4 Glasadsorber-Röhrchen unterschiedlicher Bauart mit folgenden Füllungen: RP-Phasen, A-Kohle, Tenax, Silicagel, chemisch modifizierte Silicagele, PU-Schaum etc.	7
2.3.1.2 Beschriftung der Probengefäße	7
<b>2.3.2 PROBENKONSERVIERUNG</b>	<b>8</b>
2.3.2.1 Matrix Boden	8
2.3.2.2 Matrix Grund- und Oberflächenwasser	9
2.3.2.2.1 Probenkonservierung durch Zugabe von Chemikalien	9
2.3.2.2.2 Probenkonservierung durch Kühlung der Proben	9
2.3.2.3 Matrix Luft	10
<b>2.3.3 PROBENTRANSPORT</b>	<b>10</b>
2.3.3.1 Probentransport unter gekühlten Bedingungen	10
2.3.3.2 Dokumentation des Probentransportes	10
<b>2.3.4 LITERATUR</b>	<b>11</b>

<b>ANHANG 1: AUSWAHL VON PROBENGEFÄßEN</b>	<b>12</b>
Tabelle 1: Auswahl der Gefäße für Bodenproben	12
Tabelle 2: Auswahl der Gefäße für Grund- / Oberflächenwasserproben	14
Tabelle 3: Auswahl der Gefäße für Bodenluft, Deponiegase und Raumluftproben	16
<b>ANHANG 2: PROBENKONSERVIERUNG DURCH ZUGABE VON CHEMIKALIEN FÜR GRUND- UND OBERFLÄCHENWASSER</b>	<b>17</b>
1. Allgemeine Parameter	17
2. Kationen	17
3. Metalle und Metalloide	18
4. Anionen	22
5. Organische Summenparameter	28
6. Organische Einzelstoffe	29
7. Sonstige Parameter	30
<b>ANHANG 3: ZUSAMMENSTELLUNG DER IM ANHANG 2 ZITIERTEN DIN – NORMEN MIT AUSGABEDATUM</b>	<b>31</b>
<b>ANHANG 4: GLOSSAR UND ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS</b>	<b>34</b>
Glossar	34
Abkürzungsverzeichnis	36

## **2.3 Probenbehandlung**

### **2.3.1 Probengefäße und Untersuchungsparameter**

Die Anwendung von Bestimmungsverfahren im Rahmen von Altlastenuntersuchungen macht den Einsatz unterschiedlicher Probengefäßen in Abhängigkeit von dem/den zu untersuchenden Parameter(n) notwendig (s. Anhang 1).

#### **2.3.1.1 Reinigung und Konditionierung der Probengefäße**

Das Ziel der Reinigung sind kontaminationsfreie neue oder gebrauchte Probengefäße, die bei der nachfolgenden Untersuchung in Bezug auf die zu untersuchenden Probenmatrizes und die entsprechenden Parameter keine für den/die zu untersuchenden Parameter(n) relevanten Blindwerte erzeugen.

Bei der Bestimmung von organischen Parametern ist vor der Probennahme zusätzlich mit dem Lösungsmittel (wenige ml) zu spülen, das später für die Extraktion verwendet wird. Bei geplanter Untersuchung auf Phenole oder Amine ist zusätzlich vorher mit einer Base bzw. Säure zu spülen.

Die gesamte Prozedur hängt entscheidend von dem Konzentrationsbereich ab, in welchem man den/die Parameter erwartet. Für die (Ultra-) Spurenanalytik kann es beispielsweise erforderlich sein, dass Lösungsmittel oder Säuren/Basen nachträglich gereinigt (z.B. destilliert) werden müssen, um Kontaminationen zu vermeiden.

##### **2.3.1.1.1 Gefäße aus Na-Silikatgläsern, Gefäße aus Bor-Silikatgläsern**

Bei der Reinigung von Probengefäßen aus Na-Silikatgläsern (Weichgläsern) oder Bor-Silikatgläsern (Hartgläsern) ist in Bezug auf Gefäße mit und ohne Schliff beim Trocknungsschritt und im Hinblick auf die zu untersuchenden Parameter (anorganisch, organisch) zu differenzieren (siehe Fließbilder 1a und 1b).

## **Fließbild 1a:** **Für die Bestimmung anorganischer Parameter**

*Entleerte oder neue Gefäße (incl. Glas-Schliffstopfen) sofern nicht blindwertfrei. Dies ist zu dokumentieren.*



*3 x mit dest. Wasser spülen  
(Volumen der dest. Wassermenge = ca. 20% des Nennvolumens des Gefäßes)*



*Reinigung und Entfettung der Gefäße mit einer für Laborgefäße geeigneten wässrigen Lösung aus einem tensidhaltigen Industriereiniger.*

Die Reinigung erfolgt durch ausreichende Lagerzeit der Gefäße in der Lösung oder durch mechanische, manuelle Reinigung. Der Einsatz moderner Laborspülmaschinen ist ebenfalls möglich. Bei sehr hartnäckigen Verunreinigungen können zusätzlich manuelle Reinigungsmaßnahmen mit modernen, partikelfreien, haushaltsüblichen Spezialreinigungsmitteln vorgenommen werden; in der Regel sollten diese Gefäße entsorgt werden.



*3 x mit dest. Wasser nachspülen.  
(Volumen der dest. Wassermenge = ca. 20% des Nennvolumens des Gefäßes)*



*2 x mit verdünnter Salpetersäure nachspülen.  
(Volumen der Salpetersäure = ca. 5 – 10% des Nennvolumens des Gefäßes)*

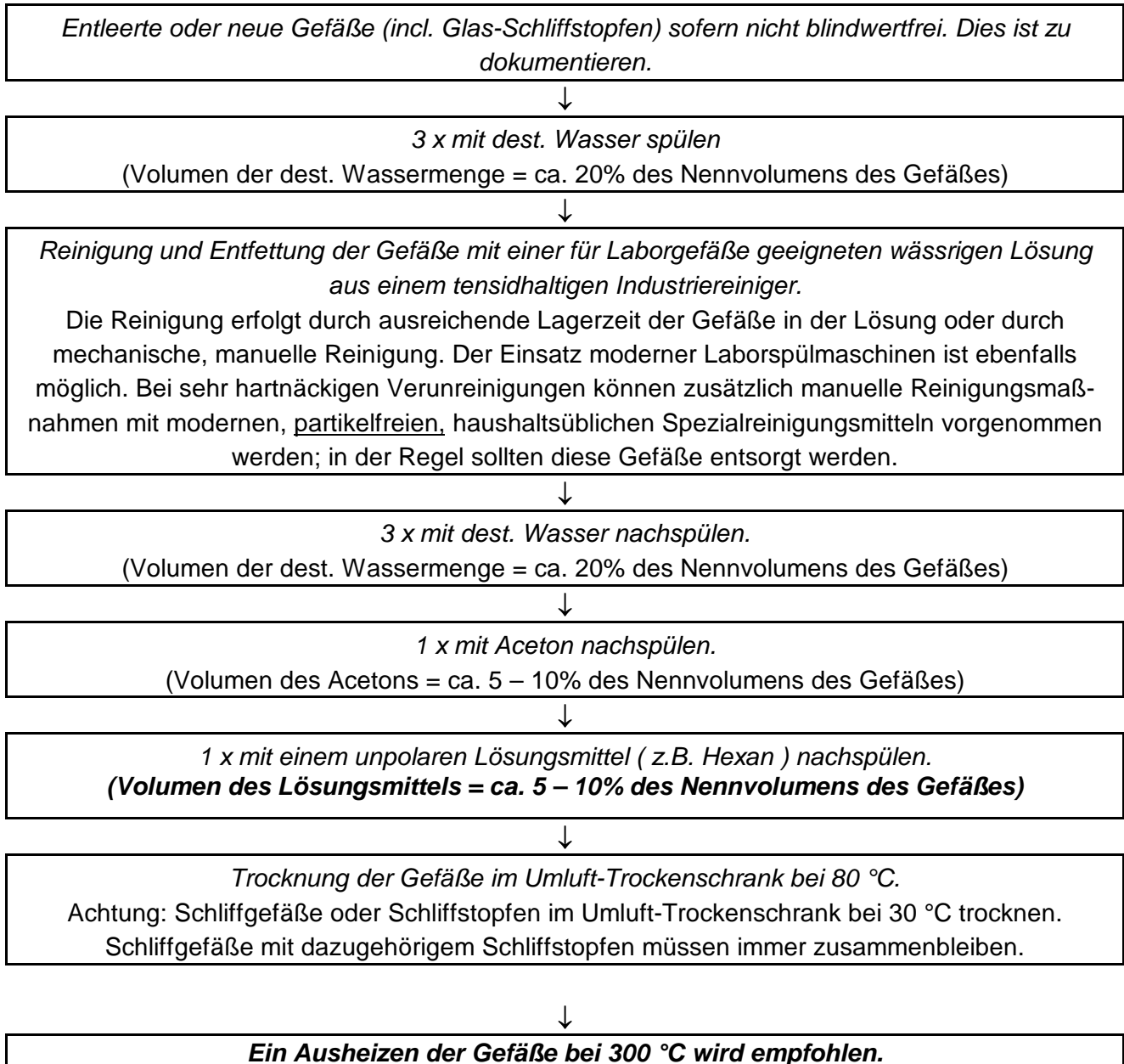


*Trocknung der Gefäße im Umluft-Trockenschrank bei 80 °C.  
Achtung: Schliffgefäße oder Schliffstopfen im Umluft-Trockenschrank bei 30 °C trocknen.  
Schliffgefäße mit dazugehörigem Schliffstopfen müssen immer zusammenbleiben.*

### Hinweis:

Die Gefäße müssen nach der Reinigung in Bezug auf den oder die Parameter blindwertfrei sein. Dies ist messtechnisch zu prüfen und für die gereinigte Charge an Probengefäßen zu protokollieren.

## **Fließbild 1b:** **Für die Bestimmung organischer Parameter**



### Hinweise:

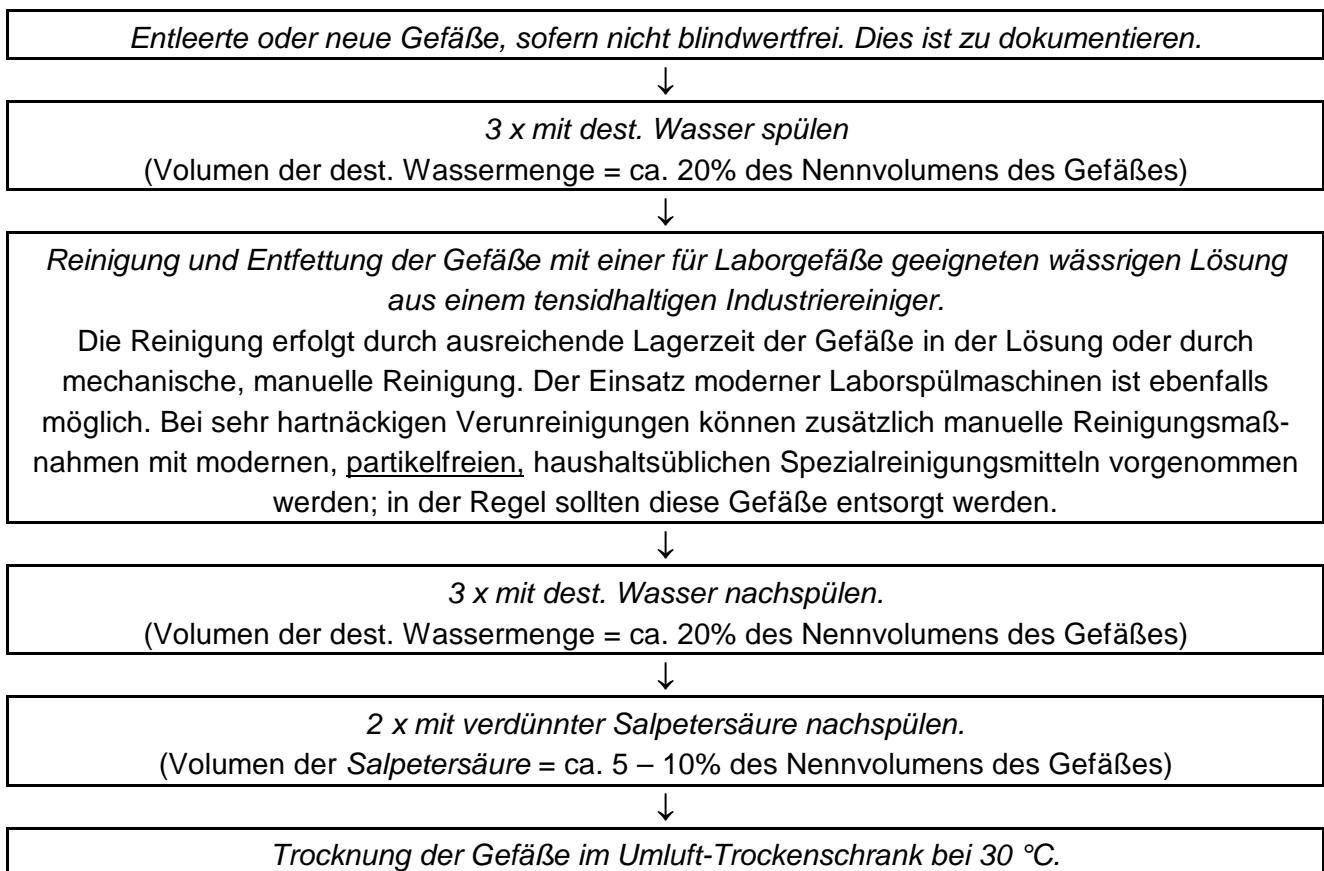
- Damit keine Veränderungen der GlasgefäÙe (z.B. Undichtigkeiten) durch das Ausheizen auftreten, ist darauf zu achten, dass das Aufheizen und das Abkühlen der GefäÙe langsam (schrittweise) erfolgt. Bei SchliffgefäÙen kann das Ausheizen zu erheblichen Beeinträchtigungen der Schliffqualität führen
- Die GefäÙe müssen nach der Reinigung in Bezug auf den oder die Parameter blindwertfrei sein. Dies ist messtechnisch zu prüfen und für die gereinigte Charge an ProbengefäÙen zu protokollieren.

### 2.3.1.1.2 Gefäße aus Polyethylen oder anderen PTFE-freien Kunststoffen, Gefäße aus PTFE

Bei Gefäßmaterialien aus Polyethylen sollten die Gefäße nur einmal verwendet und auf eine Reinigung sollte verzichtet werden, um die Gefahr von Querkontaminationen zu minimieren. Die Reinigung dieser Probengefäße, Verschlusssteile etc. erfolgt analog Fließbild 2.

#### **Fließbild 2:**

##### **Bevorzugt für die Bestimmung anorganischer Parameter**



#### Hinweis:

Die Gefäße müssen nach der Reinigung in Bezug auf den oder die Parameter blindwertfrei sein. Dies ist messtechnisch zu prüfen und für die gereinigte Charge an Probengefäßen zu protokollieren.

### **2.3.1.1.3 Bördelkappen-Verschlussysteme und Septen, teilweise PTFE-kaschiert**

Für analytische Messzwecke werden grundsätzlich neue blindwertfreie Bördelkappen-Verschlussysteme und Septen verwendet. Die Blindwertfreiheit ist nachzuweisen. Es müssen bei jeder Probencharge Chemikalien- bzw. Gefäßblindwerte bestimmt werden.

### **2.3.1.1.4 Glasadsorber-Röhrchen unterschiedlicher Bauart mit folgenden Füllungen: RP-Phasen, A-Kohle, Tenax, Silicagel, chemisch modifizierte Silicagele, PU-Schaum etc.**

Die Materialien sollten möglichst rein und für den Anwendungszweck geeignet von den jeweiligen Herstellern bezogen werden. Dennoch müssen die entsprechenden Adsorbens- und Füllmaterialien vor der Anwendung auf ihre Reinheit im spezifischen Anwendungsfall (= Analysenmethode) geprüft werden. Sollten die Füllmaterialien oder Glasadsorber-Röhrchen nicht blindwertfrei sein, so sind diese mit den methodenspezifischen organischen oder wässrig / organischen Elutionsmitteln lt. Vorgabe in den jeweiligen Analysenmethoden blindwertfrei zu waschen und (sofern notwendig) mittels Inertgas zu trocknen. Gereinigte und blindwertgeprüfte Chargen an Glasadsorber-Röhrchen unterschiedlicher Bauart mit den verschiedenen Füllungen sind zu kennzeichnen.

### **2.3.1.2 Beschriftung der Probengefäße**

Die Kennzeichnung der Proben muss eineindeutig sein. Von erheblicher Bedeutung ist, dass die zur Beschriftung der Probengefäße verwendeten Aufkleber dauerhaft die Lesbarkeit der Probenbeschriftung Gewähr leisten. Die Aufkleber müssen auch bei tiefgefrorenen Proben haften bleiben.

Beispielhaft wird folgendes Nummern-System zur eineindeutigen Kennzeichnung von Proben angegeben:

Die je Probe zu vergebende Nummer hat folgenden Aufbau:

Auftrags-Nr.(vierstellig)-Jahr/Monat/Tag-Probe-Nr.(vierstellig)-Probengefäßanzahl und /-nummer (je zweistellig)

Beispiel: 1034-960113-0124-15/03

Erläuterungen:

- Auftrags-Nr. (vierstellig), z. B.: 1034 (Auftrags-Nummer: 1034)
- Jahr/Monat/Tag (je zweistellig), z. B.: 960113 (Jahr: 1996, Monat: 01 = Jan., Tag:13, entspricht dem Datum: 13.01.96)
- Probe-Nr. (vierstellig), z. B.: 0124 (Probe-Nr. 124)
- Probengefäßanzahl und –nummer (je zweistellig), z. B.: 15/03 (Gefäß Nr. 3 von insgesamt 15 Gefäßen, die an dieser Probenahmestelle gefüllt wurden). Bei lediglich einem Gefäß je Probe lautet die Bezeichnung: 01/01.



## 2.3.2 Probenkonservierung

Proben aus Altlasten sind möglichst bald nach ihrer Entnahme zu untersuchen, da manche Inhaltsstoffe einem biologischen Abbau, einer chemischen Veränderung oder einer Verflüchtigung unterliegen können. Ist eine sofortige Untersuchung nicht möglich, müssen die Proben auf geeignete Weise konserviert werden.

Es werden zwei Arten der Konservierungsmethoden unterschieden (LAWA 1995):

- physikalische Verfahren (z. B. Kühlen, Tiefgefrieren) und
- chemische Verfahren (Zugabe fester Chemikalien oder Lösungen von Chemikalien).

Eine chemische Konservierung der Probenmatrix, durch Zugabe von Chemikalien in fester Form oder in Lösung, ist nur dann durchzuführen, wenn die Methode der Kühlung der Proben nicht ausreichend sicher ist, um Veränderungen der Probenmatrix in Bezug auf den zu bestimmenden Parameter zu verhindern.

### 2.3.2.1 Matrix Boden

Bodenproben werden ausschließlich durch Kühlung konserviert. Konservierungsmethoden durch Zugabe von Chemikalien sind für Bodenproben nicht bekannt.

Im Regelfall werden Bodenproben in Kühlzellen bei 4 °C gelagert. Hierbei ist zu bedenken, dass auch bei einer Kühlung der Bodenproben auf 4 °C noch gewisse mikrobiologische Reaktionen in der Bodenmatrix ablaufen. Es ist im Einzelfall zu entscheiden, wie lange eine Bodenprobe unter diesen Bedingungen gelagert werden kann, ohne dass signifikante mikrobiologische Abbaureaktionen stattfinden und die Zusammensetzung oder Struktur der Probe signifikant verändern. Sollen leichtflüchtige Komponenten in der Bodenprobe, wie z. B. die FCKW, LHKW, BTEX-Aromaten etc. bestimmt werden, so kann eine Lagerung der Bodenprobe in bestimmten Probengefäßen, wie z. B. Schliff-Flaschen, Flaschen mit einfachem Schraubverschluss etc., bei 4 °C zu Verlusten dieser leichtflüchtigen Verbindungen führen und im Extremfall sogar die Kühlzelle mit diesen Substanzen kontaminieren.

Zulässige Lagerungszeiten für Bodenproben mit organischen Verunreinigungen sind der E DIN ISO 14507: 02.96 zu entnehmen

Für eine Langzeitlagerung von Bodenproben ist ausschließlich die Kühlung bei –20 °C geeignet. Für diese Lagerungsart sind sowohl Kunststoff- als auch Glasgefäße geeignet. Leichtflüchtige Stoffe können auch hierbei entweichen.

## **2.3.2.2 Matrix Grund- und Oberflächenwasser**

### **2.3.2.2.1 Probenkonservierung durch Zugabe von Chemikalien**

„Bei Einsatz von chemischen Konservierungsverfahren ist darauf zu achten, dass die in der Nähe stehenden Teilproben gut verschlossen sind, um Quer-Kontaminationen zu verhindern“ [LAWA 1995].

Die im Anhang 2 aufgeführten Konservierungsverfahren sind im Wesentlichen der DEV A 21 entnommen. Sofern die DIN des anzuwendenden Analysenverfahrens das Konservierungsverfahren vorgibt, ist nur dieses anzuwenden. **Es ist immer die aktuelle Ausgabe der zitierten DIN-Norm (neuestes Datum) anzuwenden.**

### **2.3.2.2.2 Probenkonservierung durch Kühlung der Proben**

Sämtliche Grund- und Oberflächenwasserproben, für die auf Grund der zu bestimmenden Prüfparameter keine Vorschriften zur pH-Einstellung oder chemischen Konservierung existieren, müssen in Kühlzellen bei 4 °C gelagert werden. Dies gilt im Besonderen auch für die Proben, in denen organische Komponenten zu bestimmen sind. Speziell bei Anwesenheit flüchtiger Komponenten in den Proben, wie LHKW, BTEX-Aromaten etc. ist durch die Anwendung gasdichter Probengefäße eine Sekundärkontamination der Kühlzellen, durch evtl. ausgasende Verbindungen, zu vermeiden.

Das Einfrieren von Wasserproben auf –20 °C ist nur möglich, wenn sich die Proben in Kunststoff- oder Aluminium-Gefäßen befinden. Beim Auftauen von –20 °C auf Raumtemperatur kann eine Entmischung der Wasserproben auftreten.

Adsorber-Röhrchen zur Anreicherung von gelösten Komponenten aus Wasserproben müssen dunkel in Kühlzellen bei 4 °C gelagert werden. Auf die Dichtigkeit der eingelagerten Röhrchen ist zu achten.

### **2.3.2.3 Matrix Luft**

Luftproben, die in Gasmäusen aus Glas gezogen wurden, sollten bei Raumtemperatur (abgedunkelt) und nicht in Kühlzellen (bei z. B. 4 °C) gelagert werden, um unerwünschte Kondensationsprozesse in den Probengefäßen zu vermeiden.

Adsorber-Röhrchen, zur Anreicherung von flüchtigen Komponenten aus Gasen, sollten unabhängig vom Adsorbensmaterial dunkel und in Kühlzellen bei 4 °C gelagert werden. Auf die Dichtigkeit und eindeutige Kennzeichnung der eingelagerten Röhrchen ist zu achten.

### **2.3.3 Probentransport**

Die Bedingungen unter denen Proben transportiert werden, können in Abhängigkeit von der Jahreszeit ( $\Delta T$ ,  $\Delta p$ ) zu signifikanten und damit unerwünschten Veränderungen der verschiedenen Proben führen. Aus diesem Grund werden Bedingungen beschrieben, die einen gesicherten Transport von Proben unterschiedlichster Matrices, zu den verschiedenen Jahreszeiten, Gewähr leisten. Desweiteren werden nachfolgend die Regularien einer eindeutigen Dokumentation des Probentransportes formuliert.

#### **2.3.3.1 Probentransport unter gekühlten Bedingungen**

Der Transport von Wasser-, Boden- und Gasproben (nur Adsorber-Röhrchen) sollte bei 4 °C erfolgen (Regelfall-Maßnahme).

Lediglich Gasproben in Gasmäusen sind bei Raumtemperatur (ca. 20 °C) zu transportieren.

#### **2.3.3.2 Dokumentation des Probentransportes**

Zur eindeutigen Dokumentation des Transportes von Proben ist die Erfassung folgender Daten notwendig:

- *Probentransporteur*: Firma (Anschrift), Name des verantwortlichen Mitarbeiters
- *Transportfahrzeug*: Typ etc.
- *Bedingungen des Transportes*: Temperatur, Dauer, Temperaturkonstanz (ja/nein), Lichtzutritt (ja/nein) etc.
- *Protokoll*: Das Probentransportprotokoll, in dem sämtliche o. g. Daten erfasst sind, ist zu erstellen. Des Weiteren ist in diesem Protokoll zu vermerken, von wem und wann die Proben übernommen wurden (Name, Anschrift, Mitarbeiter, Datum, Uhrzeit) und wem die Proben übergeben wurden (Name, Anschrift, Mitarbeiter, Datum, Uhrzeit). Sämtliche Daten sind durch Unterschrift zu autorisieren.

Das Probentransportprotokoll ist sicher aufzubewahren und Bestandteil einer qualifizierten Bearbeitung und Begutachtung von Proben.

## 2.3.4 Literatur

DEV (1995): Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung, Stand: 33. Lieferung, 1995; Weinheim, VCH.

Funk, W., V. Dammann, G. Donnevert (1992): Qualitätssicherung in der Analytischen Chemie, Weinheim; VCH.

LAWA (1995): AQS-Merkbkätter für die Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung, Lose-Blatt-Sammlung der Länderarbeitsgemeinschaft Wasser, Stand: 4. Lieferung, 1995, Berlin; E. Schmidt.

Rump, H., B. Scholz (1995): Untersuchung von Abfällen, Reststoffen und Altlasten; praktische Anleitung zu chemischen, physikalischen und biologischen Methoden, Weinheim; VCH.

DIN EN ISO 5667-3, Probenahme, Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben, April 1996.

## Anhang 1: Auswahl von Probengefäßen

Für Probengefäße aus Glasmaterial wird das chemisch beständige Borsilikatglas nach DIN-ISO 3585 empfohlen, welches gegenüber Kalk-Soda-Gläsern eine deutlich höhere Temperaturwechselbeständigkeit und chemische Stabilität besitzt. Braunglas ist wegen der Lichtabsorption Klarglas vorzuziehen. Im Folgenden werden die verwendbaren Gefäßarten aufgelistet und die für die jeweiligen zu untersuchenden Parameter geeigneten Gefäße angegeben (Tabelle 1).

**Tabelle 1: Auswahl der Gefäße für Bodenproben**

Gefäßtyp Nr.	Beschreibung der Gefäße	Parameterzuordnung
1	Glas-Schliff-Standflaschen-Weithals mit Normschliff (NS) nach DIN 12039 mit NS-Glasstopfen in Klar- und Braunglas, Nennvolumen: 500 mL, 1000 mL oder 2000 mL	alle anorganischen Parameter, alle organischen und Summenparameter außer leichtflüchtigen Komponenten oder Gasen
2	Glas-Weithals-Gewindgläser mit Gewinde nach DIN 168 (Rundgewinde) in Klar- und Braunglas, schwarze Verschlusskappe mit Polyethylen-Einlage, Nennvolumen: 500 mL oder 1000 mL. Achtung: Diesen Gefäßtyp gibt es nur aus Kalk-Soda-Glas. Statt der Polyethylen-Einlage sind auch PTFE-beschichtete Butylgummischeiben lieferbar. Ggf. Einlage aus Aluminiumfolie.	alle anorganischen Parameter, alle organischen und Summenparameter außer leichtflüchtigen Komponenten oder Gasen, sofern keine Probenveränderung durch diesen Glastype oder das Verschlussmaterial möglich ist.
3	Glas-Laborstandflaschen nach ISO 4796 mit Gewinde nach DIN 168 (Rundgewinde) in Klar- und Braunglas, Nennvolumen: 500 mL oder 1000 mL (Achtung DIN-Gewinde für beide Größen GL 45), mit folgenden Verschlusskappen (ggf. Einlage aus Aluminiumfolie verwenden *): - Schraubverschlusskappen und Ausgießringe aus Polypropylen (PP), (stabil von - 40 °C bis + 140 °C), - Schraubverschlusskappen aus Polybutylenterephthalat (PBT) mit PTFE-beschichteter Dichtung (stabil von - 45 °C bis + 200 °C) und Ausgießringe aus Ethylen-Tetrafluorethylen-Copolymer (ETFE) (stabil von - 100 °C bis + 140 °C)	alle anorganischen Parameter,  alle organischen und Summenparameter  * für Halogenkohlenwasserstoffe keine Aluminiumfolie verwenden (Reduktion)!

Gefäßtyp Nr.	Beschreibung der Gefäße	Parameterzuordnung
4	Weck-Gläser mit Gummi- oder Teflondichtung und Metallbügelspanner, Nennvolumen: 350, 500, 1000 oder 1500 mL	alle anorganischen Parameter, alle organischen und Summenparameter außer leichtflüchtigen Komponenten oder Gasen
5	Headspace-Gläschen, gasdicht verschließbar mit Septum und Aluminiumkappe	alle leichtflüchtigen Parameter
6	Polyethylen und PMP-Weithalsflaschen aus transparentem oder braunem Polyethylen hoher Dichte (HDPE, stabil von - 50 °C bis + 105 °C), aus transparentem Polyethylen niedriger Dichte (LDPE, stabil von - 50 °C bis + 80 °C) oder transparentem Poly-4-Methylpenten-1 (PMP, stabil von 0 °C bis + 175 °C). Die Verschlüsse bestehen grundsätzlich aus Polypropylen (PP, stabil von 0 °C bis 135 °C). Nennvolumen: 500 mL (Öffnung 53 mm) oder 1000 mL (Öffnung 63 mm)	alle anorganischen Parameter
7	HDPE-Weithalsflaschen (Polyethylen hoher Dichte), naturfarbig mit Gewinde nach DIN 168 (Rundgewinde), Nennvolumen: 500 mL (Gewindegröße GL 50) oder 1000 mL (Gewindegröße GL 65)	alle anorganischen Parameter
8	Beutel aus LDPE (Polyethylen niedriger Dichte) mit „Reißverschluss“, Folienstärke 0,1 mm, transparent oder braun mit unterschiedlichen Maßen (z.B. 102 x 152 mm bis 304 x 304 mm)	alle anorganischen Parameter, nur zur Lagerung als Rückstellproben
9	Polypropylen-Dosen, auslaufsicher und stapelbar mit Schraubverschluss aus PP, Nennvolumen: 500 mL oder 1000 mL (Schraubverschluss-Durchmesser jeweils 120 mm)	alle anorganischen Parameter
10	Fässer aus HDPE (Polyethylen hoher Dichte) mit Standarddeckel und Spannring, Nennvolumen: 30 l oder 60 l (bis 220 l lieferbar)	alle anorganischen Parameter
11	Edelstahl-Eimer mit Deckel, Nennvolumen: 5 l oder 10 l	nicht für die chemische Analytik, nur zur Probenaufbewahrung von Rückstellproben zur visuellen Begutachtung

**Tabelle 2: Auswahl der Gefäße für Grund- / Oberflächenwasserproben**

Gefäßtyp Nr.	Beschreibung der Gefäße	Parameterzuordnung
12	Glas-Schliff-Standflaschen-Enghals mit Normschliff (NS) nach DIN 12036 mit NS-Glasstopfen als Vollstopfen in Klar- und Braunglas, Nennvolumen: 100 mL, 500 mL und 1000 mL	Außer Al, alle anorganischen, organischen und Summenparameter sowie sonstige Parameter außer leichtflüchtigen Komponenten oder Gasen
13	Glas-Enghals-Gewindegläser (sog. Verpackungsflaschen EHV) mit Gewinde nach DIN 168 (Rundgewinde) in Klar- und Braunglas und schwarzer Verschlusskappe mit Polyethylen-Einlage, Nennvolumen: 100 mL, 500 mL und 1000 mL. Achtung: - Diesen Gefäßtyp gibt es nur als Kalk-Soda-Glas. Statt der Polyethylen-Einlage sind als Dichtungsmaterial auch PTFE-beschichtete Butylgummischeiben lieferbar. - Das Dichtungsmaterial ist entscheidend, wenn organische Komponenten (Stoffe mit hohem Dampfdruck) bestimmt werden sollen.	Außer Al, alle anorganischen, organischen und Summenparameter sowie sonstige Parameter außer Gasen, sofern keine Probenveränderung durch diesen Glastype möglich ist.
14	Glas-Laborstandflaschen nach ISO 4796 mit Gewinde nach DIN 168 (Rundgewinde) in Klar- und Braunglas, Nennvolumen 100 mL, 500 mL und 1000 mL (Achtung: DIN-Gewinde für beide Größen GL 45) und folgende Verschlusskappen: - Schraubverschlusskappen und Ausgießringe aus Polypropylen (PP), stabil von - 40 °C bis + 140 °C - Schraubverschlusskappen aus Polybutylenterephthalat (PBT) mit PTFE-beschichteter Dichtung, stabil von - 45 °C bis + 200 °C und Ausgießringe aus Ethylen-Tetrafluorethylen-Copolymer (ETFE), stabil von - 100 °C bis + 140 °C	Außer Al, alle anorganischen und organischen Parameter
15	Polyethylen und PMP-Enghalsflaschen bestehend aus transparentem und braunem Polyethylen hoher Dichte (HDPE, stabil von - 50 °C bis + 105 °C), transparentem Polyethylen niedriger Dichte (LDPE, stabil von - 50 °C bis + 80 °C) sowie transparentem Poly-4-Methylpenten-1 (PMP, stabil von ± 0 °C bis + 175 °C). Nennvolumen: 125 mL (Öffnung: 24 mm), 500 mL (Öffnung: 28 mm), 1000 mL (Öffnung: 38 mm). Die Verschlüsse bestehen grundsätzlich aus Polypropylen (PP, stabil von ± 0 °C bis + 135 °C).	Alle anorganischen und Summenparameter sowie sonstige Parameter außer leichtflüchtigen Komponenten oder Gasen sowie AOX.

Gefäßtyp Nr.	Beschreibung der Gefäße	Parameterzuordnung
16	HDPE-Weithalsflaschen (Polyethylen hoher Dichte), naturfarbig mit Gewinde nach DIN 168 (Rundgewinde) Nennvolumen: 100 mL (Gewindegröße: GL 18), 500 mL (Gewindegröße: GL 25) und 1000 mL (Gewindegröße: GL 28).	Alle anorganischen und Summenparameter sowie sonstige Parameter außer leichtflüchtigen Komponenten oder Gasen sowie AOX.
17	Teflon®-Enghalsflaschen aus Tetrafluorethylen-Hexafluorpropylen-Copolymer (FEP, stabil von - 270 °C bis + 250 °C) mit Schraubverschlüssen bestehend aus Ethylen-Tetrafluorethylen-Copolymer (ETFE-stabil von - 100 °C bis + 150 °C) in transparent oder schwarz (undurchlässig für sichtbares und UV-Licht), Nennvolumen: 125 mL, 500 mL und 1000 mL. <i>Erläuterung: Die Materialien sind hoch chemikalienbeständig, korrosionsfest und mit Salpetersäure aus-kochbar (d.h. Eignung für Ultraspurenanalysen von Metallionen).</i>	Alle anorganischen und Summenparameter sowie sonstige Parameter außer leichtflüchtigen Komponenten oder Gasen.
18	Glas-Probengläser mit Rollrand (Rollrandflaschen), evtl. mit konisch zugeschliffenem Innenteil und Schraubgewinde sowie als Schnappdeckelgläser, Nennvolumen: 0,1 mL bis 100 mL. Für Wasserproben gängig: 10 mL und 20 mL. Diese Rollrandflaschen mit Aluminium-Bördelkappen mit und ohne Dichtscheiben (Septen) werden auch als „Head-space“-Gefäße bezeichnet. Als Verschlüsse sind erhältlich: - Aluminium-Bördelkappen mit und ohne Dichtscheiben (Septen). Die Dichtscheiben bestehen aus folgenden Materialien: Butylgummi (PTFE-kaschiert), Silikongummi (PTFE-kaschiert), - PTFE-Schraubkappen mit Dichtscheiben (Materialien analog Aluminium-Bördelkappen). <i>Hinweis:</i> Sämtliche Probengläser sind sowohl als Borsilikat-Gläser als auch als Kalk-Soda-Gläser erhältlich. Bördelkappen (bzw. die Dichtungen) können erfahrungsgemäß hohe Blindwerte erzeugen.	Alle anorganischen, organischen und Summenparameter sowie sonstige Parameter außer Gasen. Dieser Gefäßtyp ist speziell zur Bestimmung flüchtiger meist organischer Komponenten, im Sinne einer direkten gaschromatografischen Headspace-Analyse geeignet.
19	Kunststoff- oder Glasadsorber-Röhrchen unterschiedlicher Bauart mit folgenden Füllungen: RP-Phasen, A-Kohle, Tenax, Silicagel, chemisch modifizierte Silicagele, PU-Schaum etc. Hinweis: Adsorber-Materialien müssen gegebenenfalls für den Ultraspurenbereich gereinigt werden.	Für Anreicherungen von meist organischen Komponenten aus der Wasserprobe.



**Tabelle 3: Auswahl der Gefäße für Bodenluft, Deponiegase und Raumlufproben**

Gefäßtyp Nr.	Beschreibung der Gefäße	Parameterzuordnung
20	Glas-Gasmäuse (Gasprobenrohre oder auch Gas-Sammelrohre) nach DIN 12473 T1, Nennvolumen: 0,5 l oder 1 l	Alle anorganischen und organischen Gase.
21	Glas-Pasteur-Pipetten zum Einmalgebrauch in den Ausführungen mit 30 bzw. 70 mm und 60 bzw. 140 mm langer Kapillare (zuschweißbar), Kapillarinwenddurchmesser: 1,1 mm, Nennvolumen: jeweils 1 bzw. 2 mL. Diese Pipetten sind nur in Kalk-Soda-Glas lieferbar.	Alle anorganischen und organischen Gase.
22	Glasadsorber-Röhrchen unterschiedlicher Bauart mit folgenden Füllungen: RP-Phasen, A-Kohle, Tenax, Silicagel, chemisch-modifizierte Silicagele, PU-Schaum etc..	Für Anreicherungen bestimmter anorganischer und organischer Komponenten, z.B. FCKW, LHKW, BTEX-Aromaten etc.

Vor allem organische Schadstoffe können in Kunststoffe eindiffundieren und dort adsorptiv gebunden werden. Aus diesem Grund dürfen Proben, die auf organische Parameter untersucht werden sollen, auf keinen Fall in Kunststoffgefäße, sondern nur in luftdicht verschließbare Glasgefäße gefüllt werden. Dem unter Einwirkung von UV-Licht möglichen fotooxidativen Abbau von Schadstoffen kann durch Verwendung von Braunglasflaschen und dunkler Aufbewahrung entgegengewirkt werden.

## Anhang 2: Probenkonservierung durch Zugabe von Chemikalien für Grund- und Oberflächenwasser

### 1. Allgemeine Parameter

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren (Nur anzugeben sofern Abweichung von der Norm oder in der Norm nicht enthalten)	Bemerkungen (einschlägige Vor- schriften in den DIN Normen zur Konser- vierung haben Vor- rang)	Norm
Tempe- ratur	12 bis 17		immer vor Ort zu messen	DIN 38404 - 4
pH-Wert	12 bis 17	Transport unter Kühlung, 2°C bis 5°C	immer vor Ort zu messen	DIN 38404 - 5
Redox- Spannung	12 bis 17		immer vor Ort zu messen	DIN 38404 - 6
Leitfähig- keit	12 bis 17	Kühlen auf 2°C bis 5°C	immer vor Ort zu messen	DIN EN 27888
Sauerstoff	12 bis 17	Fixierung des Sauerstoffs vor Ort und Aufbewahren im Dunkeln	i.d.R. vor Ort zu messen	DIN EN 25814

### 2. Kationen

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
Ammoni- um, NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	12 bis 17	Keine Methode zur Konservierung der Probe empfohlen, außer Kühlen		DIN 38406 - 5-1
		<ul style="list-style-type: none"> <li>Proben möglichst <b>sofort analysieren</b>. Ist dies nicht möglich, sollte je Liter Probe zugesetzt werden:</li> <li>Schwefelsäure<sup>1</sup>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, ρ(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 1,84 g/L bis zum pH von etwa 2 zusetzen, dunkel und kühl (2-5 °C) lagern und innerhalb von 24 h analysieren.</li> </ul>		DIN EN ISO 11732

<sup>1</sup> gereinigte Schwefelsäure, bzw. Nanograde

### 3. Metalle und Metalloide

Bei der Konservierung sind gereinigte Säuren, bzw. Säuren vom Reinheitsgrad Nanograde zu verwenden.

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Aluminium</b>	15 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN EN ISO 12020
<b>Antimon</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN EN ISO 11969 (D18)
<b>Arsen</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
		Je Liter Probe werden zugesetzt: 1 mL Salzsäure ( $\rho = 1,16 \text{ g/mL}$ ) oder 1 mL Salpetersäure ( $\rho = 1,40 \text{ g/mL}$ ). Der pH-Wert muss $< 2$ sein.		DIN EN ISO 11969 (D18)
<b>Barium</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN EN ISO 5961 (E19) Abschn. 3
<b>Beryllium</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN EN ISO 5961 (E19) Abschn. 3

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Blei</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
		1) Gesamt-Pb 1 L Probe mit 1 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g/mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säurezugabe erhöhen. 2) Pb-gelöst: Probe durch einen Membranfilter (Porenweite 0,45 µm) filtrieren und 1 L Wasserprobe mit 10 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g/mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säurezugabe erhöhen.	Es ist zwischen der Bestimmung Gesamt-Blei und Blei-gelöst zu differenzieren.	DIN 38406 - 6
<b>Bor</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
<b>Cadmium</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN EN ISO 5961 (E19) Abschn. 3
<b>Calcium und Magnesium</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
		Keine Methode zur Konservierung der Probe empfohlen.		DIN 38406 - 3-1
<b>Chrom</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
		1) Gesamt-Cr: 1 Liter Probe mit 1 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g/mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säurezugabe erhöhen. 2) Cr-gelöst: Probe durch einen Membranfilter (Porenweite 0,45 µm) filtrieren und 1 Liter Wasserprobe mit 10 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g / mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säure-zugabe erhöhen.	Es ist zwischen der Bestimmung Gesamt-Chrom und Chrom-gelöst zu differenzieren.	DIN EN 1233 (E10) Abschn. 4

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Eisen</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN 38406 - 1
<b>Kalium</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN 38406 - 13
<b>Kobalt</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN 38406 - 24
<b>Kupfer</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
		1) Gesamt-Cu: 1 Liter Probe mit 1 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g/mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säurezugabe erhöhen. 2) Cu-gelöst: Probe durch Membranfilter (Porenweite 0,45 µm) filtrieren und 1 Liter Wasserprobe mit 10 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g/mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säurezugabe erhöhen.	Es ist zwischen der Bestimmung Gesamt-Kupfer und Kupfer-gelöst zu differenzieren.	DIN 38406 - 7
<b>Mangan</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN EN ISO 5961 (E19)
<b>Molybdän</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN EN ISO 5961 (E19)
<b>Natrium</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN 38406 - 14

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Nickel</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
		1) Gesamt-Ni: 1 Liter Probe mit 1 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g/mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säurezugabe erhöhen. 2) Ni-gelöst: Probe durch einen Membranfilter (Porenweite 0,45 µm) filtrieren und 1 Liter Wasserprobe mit 10 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g/mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säurezugabe erhöhen.	Es ist zwischen der Bestimmung Gesamt-Nickel und Nickel-gelöst zu differenzieren.	DIN 38406 - 11
<b>Quecksilber</b>	12 bis 17			DIN EN 12338
				DIN EN 1483
<b>Selen</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN 38405 - 23 - 2
<b>Thallium</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN 38406 - 26
<b>Vanadium</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN EN ISO 5961 (E19)

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Zink</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
		1) Gesamt-Zn: 1 Liter Probe mit 1 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g/mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säurezugabe erhöhen. 2) Zn-gelöst: Probe durch einen Membranfilter (Porenweite 0,45 µm) filtrieren und 1 Liter Wasserprobe mit 10 mL Salpetersäure (HNO <sub>3</sub> , ρ = 1,40 g/mL) ansäuern. Der pH-Wert muss < 2 sein, ansonsten die Säurezugabe erhöhen.	Es ist zwischen der Bestimmung Gesamt-Zink und Zink-gelöst zu differenzieren.	DIN 38406 - 8-1
<b>Zinn</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 11885
				DIN EN ISO 11969 (D18)

#### 4. Anionen

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Chlorid</b>	12 bis 17			DIN ISO 10304-2, LAWA Merkblatt P11
				DIN 38405 - 1-2
<b>Chrom (VI)</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 10304-3

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Chrom (VI)</b>	12 bis 17	<p><b>1)</b> Ohne Berücksichtigung oxidierender und reduzierender Substanzen: Je Liter Probe werden zugesetzt: 10 mL Pufferlösung (456 g Dikaliumhydrogenphosphat, <math>K_2HPO_4 \times 3 H_2O</math>, in 1000 mL Wasser lösen und pH-Wert prüfen und, falls erforderlich, auf 9,0 + 0,2 einstellen. Probe schütteln und pH-Wert messen. Er soll zwischen 7,5 und 8,0 liegen. Liegt er außerhalb dieses Bereiches mit Natriumhydroxid-Lösung (20 g Natriumhydroxid, NaOH, in 100 mL Wasser lösen) bzw. Phosphorsäure-Lösung (10 mL o-Phosphorsäure, <math>\rho = 1,71 \text{ g/mL}</math>, mit Wasser auf 100 mL auffüllen) auf diesen pH-Bereich einstellen. 1 mL Aluminiumsulfat-Lösung (247 g Aluminiumsulfat-18-hydrat, <math>Al_2(SO_4)_3 \times 18 H_2O</math>, in 1000 mL Wasser lösen) zusetzen, schütteln und den pH-Wert messen. Er soll zwischen 7,0 und 7,2 liegen. Liegt er außerhalb dieses Bereiches, mit Phosphor-säurelösung (10 mL o-Phosphorsäure, <math>\rho = 1,71 \text{ g/mL}</math>, mit Wasser auf 100 mL auffüllen) auf diesen pH-Bereich einstellen.</p> <p><b>2)</b> Mit Berücksichtigung oxidierender und reduzierender Substanzen: Je Liter Probe werden zugesetzt: Analog Absatz <b>1)</b> und 1 mL Sulfitlösung zugeben (11,8 g Natriumsulfit, <math>Na_2SO_3</math>, in Wasser lösen, mit Wasser auf 100 mL auffüllen. Die Lösung ist 1 Woche haltbar). Mit Sulfit-Testpapier prüfen, ob ein Sulfit-Überschuss vorliegt. Ist dies nicht der Fall, entsprechend mehr Sulfit zu geben.</p>	Man unterscheidet die Probenkonservierung mit und ohne Berücksichtigung oxidierender und reduzierender Substanzen	DIN 38405 - 24
<b>Cyanide gesamt / leicht frei- setzbar</b>	15 bis 17			E DIN EN ISO 14403



Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Cynide gesamt / leicht frei- setzbar</b>	15 bis 17	Je Liter Probe werden zugesetzt (alle Verfahren): <ul style="list-style-type: none"> <li>- 5 mL 5 M Natriumhydroxidlösung</li> <li>- 10 mL Chloroform / Phenolphthaleinlö- sung (0,03 g Phenolphthalein in 90 mL Ethanol lösen und 10 mL Chloroform zusetzen).</li> <li>- 5 mL Zinn(II)chloridlösung (50 g Zinn(II)- chlorid, <math>\text{SnCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}</math>, und 40 mL 1 M Salzsäure ad 100 mL mit <math>\text{H}_2\text{O}</math>. Stabilität der Lösung: Ca. 1 Woche !).</li> <li>- Färbt sich das Wasser rot, tropfenweise 1 M Salzsäure bis zu Entfärbung zusetzen.</li> <li>- Tritt keine Rotfärbung auf, wird bis zur schwachen Rotfärbung tropfenweise 1 M Natriumhydroxidlösung zugegeben.</li> <li>- Gefärbte Proben werden auf einen pH von etwa 8 eingestellt.</li> <li>- 10 mL Zink-Cadmiumsulfat-Lösung (100 g Zinksulfat, <math>\text{ZnSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}</math> und 100 g Cadmiumsulfat, <math>\text{CdSO}_4 \times 8 \text{H}_2\text{O}</math>, in 1 Liter dest. Wasser lösen).</li> </ul>		DIN 38405 D 13
<b>Chlorcyan</b>	15 bis 17	Konservierung analog Cyanid gesamt / leicht freisetzbar nach DIN 38405 D 13		DIN 38405 D 13
<b>Fluorid</b>	15 bis 16			DIN 38405 - 4 DIN EN ISO 10304-1
<b>Nitrat / Nitrit</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 13395

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Nitrat / Nitrit</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 13395
		Zur Vorbehandlung der Proben hat sich z.B. der Zusatz des folgenden Eluentenkonzentrats bewährt: In einem Messkolben, Nennvolumen 1000 mL, 25,4 g Natriumcarbonat ( $\text{Na}_3\text{CO}_3$ ) und 25,2 g Natriumhydrogencarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ) einwiegen, in Wasser lösen und mit Wasser (elektr. Leitfähigkeit < 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ und filtriert über Membranfilter, Porenweite 0,45 $\mu\text{m}$ ) bis zur Marke auffüllen. Die Lösung enthält 0,24 mol/L Natriumcarbonat und 0,3 mol/L Natriumhydrogencarbonat und ist gekühlt (4 bis 6 °C) mehrere Monate haltbar.		DIN EN ISO 10304-2 LAWA Merkblatt P 11
<b>Phosphat</b>	12 bis 14			DIN EN 1189
				DIN EN ISO 10304-2 LAWA- Merkblatt P11
<b>Phosphor</b>	12 bis 14			DIN EN ISO 11885
<b>Säuren- und Basen- kapazität</b>	12 bis 17			DIN 38409 - 7
<b>Sulfat</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 10304-2 (D20) LAWA- Merkblatt P11

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Sulfid (S<sup>2-</sup>) gelöst</b>	12 bis 17	<p><b>1) Leicht filtrierbare Wässer:</b>                      In einen Messkolben, Nennvolumen 50 mL, 5 mL Ascorbatlösung pipettieren (10 g Ascorbinsäure, C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>, in 90 mL Wasser lösen und mit 10 M Natriumhydroxidlösung auf einen pH-Wert von 10 ± 0,1 einstellen, Flasche sofort verschließen. Lösung jeweils vor Gebrauch frisch ansetzen). Die Wasserprobe in eine Dreiringkolbenspritze, Inhalt 50 mL, einziehen. Einen Einwegfiltrationsvorsatz (Porenweite 0,45 µm) an der Spritze befestigen und so viel Wasserprobe in den Messkolben filtrieren, bis die Messmarke erreicht ist.</p> <p><b>2) Schwieriger filtrierbare Wässer:</b>                      In einen Messkolben, Nennvolumen 50 mL, 5 mL Ascorbatlösung pipettieren [10 g Ascorbinsäure, C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>, in 90 mL Wasser lösen und mit 10 M Natriumhydroxidlösung auf einen pH-Wert von 10 ± 0,1 einstellen, Flasche sofort verschließen. Lösung jeweils vor Gebrauch frisch ansetzen]. Den Messkolben und das Druckfiltrationsgerät (mit Membranfilter, Porenweite 0,45 µm) etwa 10 min mit Stickstoff spülen. Das Vorratsgefäß mit der zu untersuchenden Wasserprobe vollständig füllen, die Wasserprobe mit Stickstoff mit einem Überschuss von höchstens 2 bar in den Messkolben bis zur Marke filtrieren. (die Verbindung zwischen Druckfiltrationsgerät und Messkolben muss so beschaffen sein, dass ein Luftzutritt weitestgehend vermieden wird). Die Filtrationszeit soll 5 min nicht überschreiten.</p>	Man unterscheidet die Probenkonservierung für leicht filtrierbare und schwieriger filtrierbare Wässer.	DIN 38405 - 26

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Sulfid (S<sup>2-</sup>) leicht freisetzbar</b>	12 bis 17	In eine Steilbrustflasche mit Schliff-Stopfen, Nennvolumen 500 mL: 10 mL Zinkacetat-Lösung (20 g Zinkacetatdihydrat, Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> x 2 H <sub>2</sub> O, in Wasser lösen und mit Wasser auf 1 Liter auffüllen. 490 mL der zu untersuchenden Wasserprobe zufügen und mischen. Einige Tropfen Phenolphthaleinlösung (0,1 % in Ethanol) zufügen und bis zur leichten Rosafärbung 2 M Natriumhydroxidlösung zugeben. Alkalische und / oder stark gefärbte Wasserproben unter elektrometrischer Indikation auf eine pH-Wert von 8,5 bis 9,0 einstellen. Flasche verschließen und Probe spätestens nach 72 h untersuchen. Bis zur Untersuchung die Probe bei 4 °C lagern.		DIN 38405 - 27
<b>Thio-cyanat</b>	12 bis 17			DIN EN ISO 10304 - 3

## 5. Organische Summenparameter

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>TOC, DOC</b>	12 bis 14		Ein Ansäuern mit konzentrierter Salzsäure pH < 2 hat sich zur Vorbehandlung der Proben bewährt.	DIN EN 1484 und LAWA-Merkblatt P14
<b>AOX</b>	12 bis 14	Proben mit 10 M Salpetersäure auf pH = 2 einstellen, kühl (2-5 °C) und dunkel lagern. Proben, die Oxidationsmittel enthalten (Freies Chlor, Hypochlorit etc.): bis zu 10 mL 1 M Natriumsulfit zusetzen.		DIN EN 1485 und LAWA-Merkblatt P5 (wird derzeit aktualisiert)
<b>Mineralöl- kohlenwas- serstoffe incl. Öle und Fette</b>	12 bis 14 (gespült mit Lösungsmitteln, z.B. Pentan, trocknen). Gefäße möglichst gekühlt einsetzen).	- Kühlung bei 4°C für 24 h. - Probe möglichst umgehend extrahieren.		DIN 38409 - 18 <sup>2</sup>
			Es wird empfohlen, das für die Extraktion benutzte Lösungsmittel unmittelbar nach der Probennahme zuzuführen oder die Extraktion am Probenahmeort ohne Umfüllung im Probenahmegefäß auszuführen.	E DIN EN ISO 9377 – 1 E DIN EN ISO 9377 – 4

<sup>2</sup> Aufgrund der Verwendung des ozonschädigenden Extraktionsmittels 1,1,2-Trichlortrifluormethan (R113) wird empfohlen diese Norm nicht weiter anzuwenden.

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Phenol- index</b>	12 bis 14	Wasserprobe auf einen pH-Wert $\leq 2$ mit $H_3PO_4$ einstellen und 1 g Kupfersulfat, $CuSO_4 \times 5 H_2O$ , zufügen. Evtl. ausgefälltes Kupfersulfid vor der Bestimmung abtrennen.	Es ist nur dann eine Konservierung erforderlich, wenn die Untersuchung der gezogenen Proben nicht innerhalb von 4 h möglich ist.	DIN 38409 - 16
				DIN EN ISO 14402

## 6. Organische Einzelstoffe

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Leicht- flüchtige Halogen- kohlen- wasser- stoffe</b>	12 bis 14 18	- Kühlung bei 4 °C. - Eine über 48 h hinausgehende Lagerungs- und Transportzeit ist im Analysenbericht anzugeben.		DIN EN ISO 10301
				ISO 15680, DIN 38407 - 19
<b>Leicht- flüchtige aromati- sche Kohlen- wasser- stoffe (BTEX)</b>	12 bis 14 18	Analog leichtflüchtiger Chlor- und Fluorkohlenwasserstoffe. Gegebenenfalls zum Aussalzen 6 g Kaliumcarbonat (je 5 mL Wasserprobe) im Headspace-Gefäß vor der Probenahme vorlegen.		DIN 38407 - 9
				ISO 15680, DIN 38407 - 19

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Polycycl. arom. Kohlenwasserstoffe</b>	12 bis 14	Kühlung bei 4 °C, dunkel.		DIN E 38407 - 18
<b>Schwerflüchtige Halogenkohlenwasserstoffe</b>	12 bis 14	Kühlung bei 4 °C.		DIN 38407 - 2
<b>Polychlorierte Biphenyle</b>	12 bis 14	Kühlung bei 4 °C.		DIN E 38407 - 3
<b>Phenole incl. Chorphenole</b>	12 bis 14	Die Anreicherung bzw. extraktive Derivatisierung sollte nach Möglichkeit innerhalb von 48 h durchgeführt werden. - Je Liter Wasser 2 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (ρ = 1,84 g/mL) vorlegen und die Flasche mit der Wasserprobe randvoll füllen. - Proben bis zur Analyse kühl (bei 4°C) lagern. - In Gegenwart von Oxidationsmitteln (insbesondere Chlor) je Liter Wasserprobe ca. 1 g Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> zugeben. - Der pH sollte < 2 sein, ansonsten Säurezugabe erhöhen.		DIN EN 12673  DIN E 38407 - 10

## 7. Sonstige Parameter

Parameter	Gefäßtyp Nr.	Konservierungsverfahren	Bemerkungen	Norm
<b>Deponiegase, Bodenluft</b>	20 bis 22	Keine Methode zur Konservierung der Probe empfohlen	Hinweise zur Lagerung siehe VDI 3865 Blatt 2	
<b>Raumluft</b>	22	Keine Methode zur Konservierung der Probe empfohlen.	Hinweise zur Lagerung siehe E ISO/DIS 16017 Teile 1 und 2	

### Anhang 3: Zusammenstellung der im Anhang 2 zitierten DIN – Normen mit Ausgabedatum

DIN Norm	Ausgabedatum
DIN 38404 - 4	Dezember 1976
DIN 38404 - 5	Januar 1984
DIN 38404 - 6	Mai 1984
DIN 38405 - 1 - 2	Dezember 1985
DIN 38405 - 4	Juli 1985
DIN 38405 - 13	Februar 1981
DIN 38405 - 23	Oktober 1994
DIN 38405 - 24	Mai 1987
DIN 38405 - 26	April 1989
DIN 38405 - 27	Juli 1992
DIN 38406 - 1	Mai 1983
DIN 38406 - 3 <sup>3</sup>	September 1982
DIN 38406 - 5	Oktober 1983
DIN 38406 - 6	Juli 1998
DIN 38406 - 7	September 1991
DIN 38406 - 8-1	Oktober 1980
DIN 38406 - 11	September 1991
DIN 38406 - 12-3	Ausgabe 1980
DIN 38406 - 13	Juli 1992
DIN 38406 - 14	Juli 1992
DIN 38406 - 26	Juli 1997
DIN 38407 - 2	Februar 1993
DIN 38407 - 3	Juli 1998
DIN 38407 - 9	Mai 1991
DIN E 38407 - 10	Dezember 1990
DIN 38407 - 18	Januar 1996

<sup>3</sup> Wird im Juli 2000 ersetzt durch DIN EN ISO 7980



<b>DIN Norm</b>	<b>Ausgabedatum</b>
DIN E 38407 - 19	Januar 1996
DIN 38409 - 7	Mai 1979
DIN 38409 - 16	Juni 1984
DIN 38409 - 18	Februar 1981
DIN EN 1189	Dezember 1996
DIN EN 1233	August 1996
DIN EN 1483	August 1997
DIN EN 1484	August 1994
DIN EN 1485	November 1996
DIN EN 10301	August 1997
DIN EN 12338	Oktober 1998
DIN EN 12673	Mai 1999
DIN EN 25814	November 1992
DIN EN 27888	November 1993
DIN EN ISO 5667 - 3	April 1996
DIN EN ISO 5961	Mai 1995
DIN EN ISO 10301	August 1997
DIN EN ISO 10304 - 1	April 1995
DIN EN ISO 10304 - 2	November 1996
DIN EN ISO 10304 - 3	November 1997
DIN EN ISO 11732	September 1997
DIN EN ISO 11885	April 1998
DIN EN ISO 11969	November 1996
DIN EN ISO 12020	Mai 2000
DIN EN ISO 13395	Dezember 1996
DIN EN ISO 14402	Dezember 1999
E DIN EN ISO 9377 - 1	Mai 2000
E DIN EN ISO 9377 - 4	Juli 1999
E DIN EN ISO 14403	Mai 1998
E DIN ISO 14507	Februar 1996
E ISO/DIS 16017 - 1	Oktober 1998
E ISO/DIS 16017 - 2	Juli 1999

<b>DIN Norm</b>	<b>Ausgabedatum</b>
ISO 15680	Entwurf 1999
LAWA Merkblatt P11	
LAWA Merkblatt P13	
LAWA Merkblatt P14	
LAWA Merkblatt P3/1	
LAWA Merkblatt P5	
VDI 3865 Blatt 2	Januar 1998

**Hinweis:**

**Unabhängig vom vorstehend angegebenen Ausgabedatum ist immer die aktuelle Ausgabe (neuestes Datum) der zitierten DIN-Norm, ISO-Norm und VDI-Richtlinie anzuwenden.**

## **Anhang 4: Glossar und Abkürzungsverzeichnis**

### **Glossar**

#### **Adsorbensmaterial**

Bezeichnung für meist feste Materialien, die auf Grund ihrer großen Oberfläche in der Lage sind, bestimmte Stoffe aus gasförmigen oder flüssigen Gemischen an ihrer Grenzfläche selektiv anzureichern.

#### **A-Kohle**

Kohlenstoff-Struktur aus kleinsten Graphit-Kristallen und amorphem Kohlenstoff mit poröser Struktur und inneren Oberflächen zwischen 500 und 1500 m<sup>2</sup>/g.

#### **Bördelkappe**

Verschluss aus Aluminium mit Septum.

#### **Elutionsmittel**

Flüssigkeit oder Gas mit der/dem in diesem Medium lösliche Verbindungen aus einem Feststoff/Flüssigkeit ausgewaschen werden.

#### **Gasmaus**

Gasprobenrohr oder auch Gassammelrohr aus Glas für den Transport und die Lagerung von Bodenluft- und Deponiegasproben.

#### **Headspace-Gaschromatographie**

Analysenverfahren zur Ermittlung der mittels Gaschromatographie bestimmbarer Verbindungen aus dem Dampfraum über einer Probe.

#### **Probenkonservierung**

Maßnahmen, die eine Probe weitgehend in ihrem ursprünglichen Zustand erhalten und diese vor der Umsetzung durch chemische, physikalische und biologische Einflüsse bewahren sollen.

#### **Probenmatrix**

Hauptbestandteile des Beprobungsmediums ohne Kontaminanten.

### **Querkontamination**

Kontaminationen, die im Rahmen der Probennahme und/oder Probenvorbereitung zwischen Proben auftreten können.

### **RP-Phasen**

Unpolare stationäre Phasen (reverse Phase; Umkehrphasen mit alkylsilyliertem Kieselgel).

### **Rückstellprobe**

Probe, die zurückgestellt wird, um Probenmaterial für die Wiederholung der chemisch-physikalischen Untersuchung zur Verfügung zu haben.

### **Sekundärkontamination**

Nachträgliche Kontamination einer Probe bei Probennahme, -lagerung, -transport und -behandlung.

### **Septum**

Dichtscheibe in der Regel aus Silikongummi oder Teflon, die in die Verschlusskappe eingebettet ist.

### **Silikagel**

Kolloidale Kieselsäure mit hohem Adsorptionsvermögen für Gase, Dämpfe und Flüssigkeiten.

### **Summenparameter**

Parameter, die nicht die Ermittlung einzelner Stoffe oder Verbindungen zum Ziel haben, sondern durch bestimmte Eigenschaften gekennzeichnete Stoffe zusammenfassen.

### **Tenax**

Polyphenylenoxid auf der Basis von 2,6-Diphenylphenol, dient als Träger in der Gaschromatographie und als Adsorbens für Halogenkohlenwasserstoffe.

## Abkürzungsverzeichnis

### **AOX**

Adsorbierbare organische Halogenverbindungen

### **BTEX**

Abkürzung für alle C<sub>2</sub>- und C<sub>3</sub>-alkylierten aromatischen Kohlenwasserstoffe z.B. Benzol, Toluol, Ethylbenzol und Xylole

### **DOC**

Gelöster organischer Kohlenstoff (**D**issolved **O**rganic **C**arbon)

### **FCKW**

Fluor-Chlor-Kohlenwasserstoffe

### **LHKW**

Leichtflüchtige halogenierte Kohlenwasserstoffe

### **MKW**

Mineralölkohlenwasserstoffe

### **TOC**

Gesamt organischer Kohlenstoff (**T**otal **O**rganic **C**arbon)