Dez. 2025	**AQS - Merkblatt** *zu den Rahmenempfehlungen der Bund/Länder-Arbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA) für die Qualitätssicherung bei Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchungen*	**P-16**

Fließanalyseverfahren (FIA und CFA)

1 Arbeitsgrundlagen

- DIN EN ISO 11732 (E23); Bestimmung von Ammoniumstickstoff – Verfahren mittels Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion, 2005-05
- DIN EN ISO 13395 (D28); Bestimmung von Nitritstickstoff, Nitratstickstoff und der Summe von beiden mit der Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion, 1996-12
- DIN EN ISO 14402 (H37); Bestimmung des Phenolindex mit der Fließanalytik (CFA und FIA), 1999-12
- DIN EN ISO 14403-1 (D2); Bestimmung von Gesamtcyanid und freiem Cyanid mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA), 2012-10
- DIN EN ISO 14403-2 (D3); Bestimmung von Gesamtcyanid und freiem Cyanid mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA), 2012-10
- DIN EN ISO 15682 (D31); Bestimmung von Chlorid mittels Fließanalyse (CFA und FIA) und photometrischer oder potentiometrischer Detektion, 2002-01
- DIN EN ISO 15681-1 (D45); Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA), 2005-05
- DIN EN ISO 15681-2 (D46); Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA), 2019-05
- DIN EN ISO 16264 (H57); Bestimmung löslicher Silicate mittels Fließanalytik (FIA und CFA). und photometrischer Detektion, 2004-05
- DIN EN ISO 23913 (D41); Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Chrom(VI) - Verfahren mittels Fließanalytik (FIA und CFA) und spektrometrischer Detektion (in Vorbereitung für die DEV); ISO-Norm, 2009-09
- DIN ISO 22743 (D44); Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Sulfaten mit der kontinuierlichen Fließanalytik (CFA) (in Vorbereitung für die DEV); ISO-Norm, 2015-08
- DIN EN ISO 16265 (H58); Bestimmung des Indexes von methylenblauaktiven Substanzen (MBAS) - Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA), 2012-05
- AQS-Merkblätter für die Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
  Herausgegeben von der Bund/Länder-Arbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA)

Weitere Literatur siehe Abschnitt 8.

2 Zweck

Dieses Merkblatt beinhaltet Ergänzungen zu den Normen und gibt Hinweise für die praktische Durchführung der kontinuierlichen Durchflussanalyse (CFA) und Fließinjektionsanalyse (FIA). Es legt außerdem verbindliche Maßnahmen zur analytischen Qualitätssicherung (AQS) fest.

Das Merkblatt gilt – ebenso wie die Normen – nur für die Analyse wässriger Proben. Bei Proben mit mehreren voneinander getrennten flüssigen Phasen darf nur die wässrige Phase untersucht werden. Für die übrigen Phasen müssen andere Bestimmungsverfahren angewandt werden.

Grundsätzlich soll dieses Merkblatt für beide Analysensysteme, CFA und FIA, gelten. Im Einzelfall können sich aber Unterschiede bei der Anwendung einzelner Passagen dieses Merkblattes ergeben.

3 Probenahme, Probenkonservierung und Probenvorbehandlung

Die Probenahme und Probenkonservierung ist unter Berücksichtigung der Besonderheiten der Probenmatrix gemäß den in den Arbeitsgrundlagen genannten Fließanalytiknormen durchzuführen. Gefäßmaterialien sind gemäß den Fachnormen zu verwenden. Die Gefäße sollen – sofern nicht anders vorgeschrieben – randvoll und luftblasenfrei gefüllt werden (außer bei Nitratproben, welche eingefroren werden sollen).

Anmerkung 1: *Sofern in der jeweiligen Fließanalytiknorm nicht anders geregelt, sind die Vorgaben der Probenkonservierung aus der Norm DIN EN ISO 5667-3 - A21 , Abschnitt 3 [1], zu beachten.*

Anmerkung 2: *Falls die Gefahr der Verstopfung der Transportschläuche besteht (im Fall von Partikeln mit einem Durchmesser >0,1 mm), ist eine Membranfiltration (0,45 µm) der Probe vor der Messung erforderlich.*

Anmerkung 3: *Insbesondere bei der Analytik von Phosphat und Silikat ist bei der Reinigung der Probengefäße und Laborgefäße sicherzustellen, dass diese nicht durch Reinigungsmittel kontaminiert werden. Bei der Verwendung von Spülmaschinen sind entsprechende Vorsichtsmaßnahmen zu treffen.*

Anmerkung 4: *Phosphat kann in Fe(II)-haltigen Proben (z.B. Grundwasser) mittels DIN EN ISO 15681-1 oder -2 ggf. nicht bestimmt werden. Nach Sauerstoffzutritt können Ausfällungen von Fe(III)hydroxid und Mitfällung von Phosphat zu Minderbefunden führen. Entsprechende Beobachtungen und daraus abgeleitete Maßnahmen sind zu dokumentieren. Optional kann die Probe zur Phosphatbestimmung mit H_2SO_4 angesäuert werden.*

Ergänzend zu den zugrunde liegenden Fließanalytiknormen ergeben sich folgende Konservierungsmaßnahmen:

Tabelle 1: Konservierungsmaßnahmen

Parameter	**Konservierungsart**	**Temperatur, Konservierungsdauer**
Ammonium gemäß DIN EN ISO 11732 (E23)	s. Anmerkung 2	Kühlung und Sofortbestimmung
	Oder: Mit H_2SO_4 oder HCl auf pH 2 einstellen	Kühlschrank, 1 Tag
	Oder: Membranfiltration und mit H_2SO_4 oder HCl auf pH 2 einstellen	Kühlschrank, 21 Tage
Nitrat[1)], Nitrit, Summe beider (NO_x) gemäß DIN EN ISO 13395 (D28) Wenn Nitrit[2)] (mit)bestimmt wird	Keine Angaben	

Wenn nur Nitrat[1)] oder NO_X bestimmt wird	Mit HCl oder H_2SO_4 auf pH 1 - 2 einstellen	Kühlschrank, 1 Tag *Alternativ:* circa -20° C, 1 Woche
Phenolindex gemäß DIN EN ISO 14402 (H37)	Ohne	Sofortbestimmung
	Oder: In Glasbehälter abfüllen und mit H_3PO_4 oder H_2SO_4 auf pH <4 einstellen	Kühlschrank, 1 Tag
	Oder: Membranfiltration, in Glasbehälter abfüllen und mit H_3PO_4 oder H_2SO_4 auf pH <4 einstellen	Kühlschrank, 21 Tage
Cyanid gemäß DIN EN ISO 14403-1, -2 (D2, D3) a) Wenn Cyanid, leicht freisetzbar bestimmt wird	Mit NaOH auf pH 12 einstellen	Kühlschrank, 7 Tage
b) Wenn Gesamtcyanid bestimmt wird	Mit NaOH auf pH 12 einstellen	Kühlschrank, 14 Tage
Chlorid gemäß DIN EN ISO 15682 (D31)	Ohne	Raumtemperatur, 1 Monat
Silikat gemäß DIN EN ISO 16264 (H57)	In Kunststoffbehälter abfüllen	4 – 25 °C, 1 Tag
	Membranfiltration	4 – 25 °C, 1 Monat
Sulfat gemäß DIN EN ISO 22743 (D44)	Ohne	Mindestens 1 Monat
Chromat gemäß DIN EN ISO 23913 (D41)	Ohne	Kühlschrank, 1 Tag
MBAS Index mit der Fließanalyse gemäß DIN EN ISO 16265 (H58)	Ohne, oder wenn die Probe ohne Konservierungsmittel nicht stabilisierbar ist: 1 % Formaldehyd (v/v) einer 40 % Formaldehydlösung (v/v) zugeben	Kühlschrank, 4Tage

Phosphat und Gesamt-P gemäß DIN EN ISO 15681-1, -2 (D45, D46) a) Wenn nur PO_4 bestimmt wird	Wenn Partikel >0,1 mm ∅ Membranfiltration vor Ort	Kühlschrank, 1 Tag
b) Wenn nur Gesamt-P bestimmt wird	Vor Ort mit H_2SO_4 auf pH < 2 einstellen	Kühlschrank, 1 Monat
c) Wenn PO_4 und Gesamt-P bestimmt werden sollen	Probe zweiteilen Wenn Partikel >0,1 mm ∅: PO_4-Teilprobe wie a), Gesamt-P-Teilprobe wie b) behandeln Wenn Partikel ≤0,1 mm ∅: PO_4-Teilprobe unbehandelt, Gesamt-P-Teilprobe wie b) behandeln	Für PO_4-Bestimmung: 1 Tag Kühlschrank Für Gesamt-P-Bestimmung: 1 Monat im Kühlschrank

1) Vor-Ort 0,45-µm-Membranfiltration und Lagerung im Kühlschrank. Damit können die Nitratproben ggf. bis zu 8 Tagen stabil sein (s. Anlage 1).
2) Vor-Ort 0,45-µm-Membranfiltration, mit HCl auf ca. pH 2 einstellen, kühlen auf 2°C – 5°C. Damit sind die Proben ggf. 24 h und länger haltbar. Bei geringen Konzentrationen (kleiner 0,2 mg/l) kann es jedoch zu Minderbefunden kommen (s. Anlage 2).

Abweichungen von den o.g. Normvorgaben, insbesondere bei einer längeren Probenkonservierung (z.B. auch die der DIN EN ISO 5667-3 (A21) [1]), sind nach LAWA-AQS-Merkblatt A-5 zu validieren.

Anmerkung 5: *Es können mehrere Parameter (Ammonium, Nitrat, NOx, Phenolindex und Gesamt-P) aus einer einheitlichen schwefelsauren Probe (pH < 2) analysiert werden.*

Die Konservierungsmittel und Filter müssen auf Blindwertfreiheit geprüft werden.

4 Kalibrierung

Die Kalibrierung bzw. die Ermittlung der Auswertefunktion erfolgt gemäß Verfahrensnorm.

Abweichungen davon (z.B. Kalibrierung über mehrere Konzentrationsdekaden) sind gemäß LAWA-AQS-Merkblatt A-5 zu validieren.

Die in Abschnitt 7.1 beschriebene Grundkalibrierung dient zur Ermittlung von Verfahrenskenngrößen (z.B. Bestimmungsgrenze). Sie wird gemäß DIN 38402-A51 [5] innerhalb einer Konzentrationsdekade durchgeführt.

5 Durchführung

Für die Fließanalytik ist es wichtig, während einer längeren Messserie die Basisliniendrift sowie die Peakhöhen zu beobachten. Hierzu können die Blindwertmessungen (nach Abschnitt 7.1.2) sowie die Messungen für die Mittelwert-Kontroll/-Zielkarte (siehe Abschnitt 7.1.3) herangezogen werden (mehrere Kontrollproben pro Messserie).

Sofern das Verfahren und der zu erwartende Konzentrationsbereich des Analyten es zulassen, sollte die Probe durch ein geeignetes Inline-Verfahren gereinigt bzw. der Analyt angereichert werden (Filtration, Dialyse, Gasdiffusion, Destillation usw.). Wenn die Probe eine Eigenfarbe hat, die durch die vorgenannten Maßnahmen nicht beseitigt werden kann, muss deren zugehöriger Extinktionswert ermittelt und vom Messwert abgezogen werden. Ist dies gerätebedingt nicht möglich, sollte die Anwendung alternativer Analysentechniken (z.B. Ionenchromatographie oder Volumetrie) geprüft werden (gleiches gilt bei sonstigen Störungen photometrischer Verfahren durch die Matrix).

Wird von den entsprechenden Normen vorgegebenen Chemikalienhaltbarkeiten abgewichen, z. B. aufgrund von abweichenden Herstellerempfehlungen, ist durch geeignete Messungen zu beweisen, dass eine längere Verwendung der Chemikalien keinen Einfluss auf die Qualität der Messung hat.

Um gestörte Signale zu erkennen, soll das Bedienungspersonal den Analysenverlauf visuell verfolgen und nach Abschluss der Messung nachvollziehen können.

Grundsätzlich müssen alle Rohdaten (gerätespezifische Einheiten) zugänglich sowie alle Umrechnungsalgorithmen bekannt und nachvollziehbar sein.

Hinweis zur Gesamt-Phosphor-Analytik
Für den letzten Reaktionsschritt bei der Bestimmung niedriger Konzentrationen an Gesamtphosphor muss ein enges pH-Fenster von 0,5 bis 1 eingehalten werden. Bei höheren pH-Werten ist mit Überbefunden zu rechnen, die bei höheren Gesamtphosphor-Konzentrationen kaum ins Gewicht fallen. Hierzu ist durch externe Batch-Versuche, durch Berechnungen oder mit inline-pH-Messungen sicherzustellen, dass dieses pH-Fenster eingehalten wird, z.B. unter Verwendung geeigneter Pumpenschläuche.

6 Angabe der Ergebnisse

Die Angabe der Ergebnisse erfolgt mit maximal 2 signifikanten Stellen in mg/l oder µg/l, z.B.:

0,033 mg/l, 0,54 mg/l oder 78 µg/l

7 Maßnahmen zur analytischen Qualitätskontrolle (AQK)

7.1 Interne Qualitätskontrolle

Die Maßnahmen der internen Qualitätskontrolle sind im Anhang tabellarisch zusammengestellt.

Der Einsatz rückgeführter Standardsubstanzen wird empfohlen.

Für jedes Analysenverfahren sind messplatzbezogen folgende interne Kontrollmaßnahmen vorzunehmen:

7.1.1 Grundkalibrierung für den niedrigsten angestrebten Arbeitsbereich gemäß DIN 38 402 - A51

Kontrollproben: Mindestens 6 Kalibrierlösungen, die Konzentrationen können äquidistante Abstände haben.

Häufigkeit: Bei wesentlichen Änderungen der Versuchsbedingungen; mindestens 3 mal pro Jahr

Qualitätsziel: Verfahrensvariationskoeffizient $V_{x0} \leq 3{,}33$ %

Mit Linearitätstest Auswertefunktion festlegen (linear [5] oder quadratisch [6]). Aus den Kalibrierdaten kann die Nachweis- und Bestimmungsgrenze gem. DIN 32645 [3] ermittelt werden. Diese sind nach DIN 38402 - A60, Abschn. 6.3 [4] zu verifizieren.

Messung: Messung gemäß Analysenvorschrift

7.1.2 Blindwertmessung

Kontrollproben: entionisiertes Wasser (ggf. der Matrix angepasst, z.B. Meerwasseranalytik oder Messung von Aufschlussproben)

Häufigkeit: arbeitstäglich, mindestens einmal pro Messserie

Um eine Basisliniendrift bei CFA-Systemen festzustellen, ist der Blindwert arbeitstäglich mehrfach zu messen (am Anfang, in der Mitte und am Ende der Serie)

Qualitätsziel: Messwert < unterster Kalibrierstandard

Messung:
1. Die Kontrollprobe unterliegt den gleichen Analysenschritten wie reale Proben.
2. Dokumentation des Blindwertes, z.B. in der Blindwert-Kontrollkarte bzw. -Zielkarte.
3. Prüfung des Blindwertes auf die Einhaltung des Qualitätsziels.
4. Führung der Kontrollkarte bzw. Zielkarte gemäß LAWA-AQS Merkblatt A-2.

7.1.3 Mittelwert-Kontroll/-Zielkarte für Einzelparameter für alle Arbeitsbereiche

Kontrollproben: Standardlösung, arbeitstäglich neu aus einer eigens hierfür hergestellten Stammlösung ansetzen. Es darf nicht dieselbe Stammlösung verwendet werden, die zum Ansetzen der Kalibrierstandards dient. Die Kontrollprobe unterliegt den gleichen Analysenschritten wie reale Proben.

Häufigkeit: arbeitstäglich, mindestens einmal pro Messserie.
Bei langen Messserien und/oder bei einer Signaldrift (s.o.) sollte der Kontrollstandard arbeitstäglich mehrfach gemessen werden (am Anfang, in der Mitte und am Ende der Serie).

Qualitätsziel: Ausschlussgrenzen: Sollwert ± 15%, sofern in LAWA-AQS-Merkblatt A-6/1 nichts anderes geregelt wird.

Messung:
1. Messung gemäß Analysenvorschrift (siehe Abschnitt1).
2. Führung der Mittelwert-Kontrollkarte bzw. -Zielkarte gemäß LAWA-AQS-Merkblatt A-2.

7.1.4 Spannweiten-Kontroll/-Zielkarte für Summenparameter für alle Arbeitsbereiche

Kontrollproben:	reale Proben
Häufigkeit:	arbeitstäglich, mindestens einmal pro Messserie
Qualitätsziel:	relative Spannweite ≤ 15% des Mittelwertes (aus den Einzelmessungen). Für niedrige Gehalte kann auch eine absolute Spannweitenkontrollkarte geführt werden. Die Qualitätsziele sind vom Labor festzulegen.
Messung:	1. Messung gemäß Analysenvorschrift. 2. Führung der Spannweiten-Kontrollkarte bzw. -Zielkarte gemäß LAWA-AQS-Merkblatt A-2.

7.2 Externe Qualitätskontrolle

Zur externen Qualitätskontrolle ist eine regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen bzw. Vergleichsuntersuchungen zwingend notwendig.

8 Literatur

[1] DIN EN ISO 5667-3 (A21); Konservierung und Handhabung von Wasserproben, 2024-09

[2] Strategien für die Wasseranalytik: Verfahrensentwicklung, Validierung und Qualitätssicherung in der Routine, DEV, Band 1, 39. Lieferung 1997

[3] DIN 32645; Chemische Analytik - Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen - Begriffe, Verfahren, Auswertung, 2008-11

[4] DIN 38402-60 (A60); Analytische Qualitätssicherung für die chemische und physikalische-chemische Wasseruntersuchung; 2013-12

[5] DIN 38402 (A51); Kalibrierung von Analysenverfahren – Lineare Kalibrierfunktion, 2017-05

[6] DIN ISO 8466-2 (A44); Wasserbeschaffenheit – Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und Beurteilung von Verfahrenskenndaten – Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades, 2004-06

Anhang

Tabelle 1: Zusammenfassung der internen AQK-Maßnahmen nach Abschnitt 7.1

AQK-Maßnahme	Matrix	Häufigkeit	Qualitätsanforderungen	Bemerkungen
Grundkalibrierung	Mind. 6 Kalibrierlösungen im niedrigsten angestrebten Arbeitsbereich	Bei wesentlichen Veränderungen der Versuchsbedingungen; Mindestens alle 3 Jahre	- Vx0 ≤ 3,33 % - Auswertefunktion (linear oder quadratisch) festlegen	
Ermittlung der Nachweisgrenze und Bestimmungsgrenze sowie Verifizierung der Bestimmungsgrenze bzw. der Berichtbestimmungsgrenze	Standardlösungen	Mindestens einmal alle 3 Jahre und bei wesentlichen Änderungen der Versuchsbedingungen		
Blindwertmessung	Reinstwasser (spez. Leitfähigkeit ≤ 0,1 µS/cm), behandelt und analysiert wie reale Probe	Arbeitstäglich, Mindestens einmal pro Messserie (s. dazu 7.1.2)	Messwert < 1. Kalibrierstandard	Blindwerte dokumentieren oder Blindwert-Kontrollkarte oder -Zielwertkarte (gemäß LAWA - AQS-Merkblatt A-2) führen; Basisliniendriftkontrolle
Mittelwert-Kontrollkarte/-Zielkarte	Standardlösung mit Konzentration in der Mitte des Arbeitsbereiches; behandelt und analysiert wie reale Probe	Arbeitstäglich, Mindestens einmal pro Messserie (s. dazu 7.1.3)	- LAWA-AQS-Merkblatt A-2 einhalten - Ausschlussgrenzen: Sollwerte ± 15 %, besser kleiner	Siehe LAWA-AQS-Merkblätter A-2, A-6/1; Präzisionskontrolle; Peakhöhendriftkontrolle

Anhang

Tabelle 1: Zusammenfassung der internen AQK-Maßnahmen nach Abschnitt 7.1 (Fortsetzung)

AQK-Maßnahme	Matrix	Häufigkeit	Qualitätsanforderungen	Bemerkungen
Relative oder absolute Spannweiten-Kontroll-karte/- Zielkarte	Reale Proben, repräsentativ für die Analysenserie	Arbeitstäglich, mindestens einmal pro Messserie	- LAWA-AQS-Merkblatt A-2 einhalten - relative Spannweite ≤ 15 % (Einzelwerte)	Siehe LAWA-AQS-Merkblatt A-2; bei einheitlicher Matrix und engem Konzentrationsbereich kann auch absolute Spannweiten-Kontroll-karte/-Zielkarte geführt werden
Feldblindprobe	Reinstwasser	Bei Bedarf	Keine merkliche Beeinflussung des Analysenergebnisses	Minimierung des Feldblindwertes ist anzustreben

Anlage 1

(informativ)

Untersuchungen zur Konservierung von Wasserproben für die Nitratbestimmung

Durchführung

Alle Proben wurden vor Ort direkt nach der Probenahme filtriert und dann gekühlt transportiert. Im Labor lagerte eine Teilprobe gekühlt bei 1 bis 5°C und eine zweite Teilprobe tiefgefroren bei ≤ -20°C. Die gekühlten Proben sind am ersten und 8. Tag nach der Probenahme analysiert worden, die tiefgefrorene Probe nach 8 Tagen.

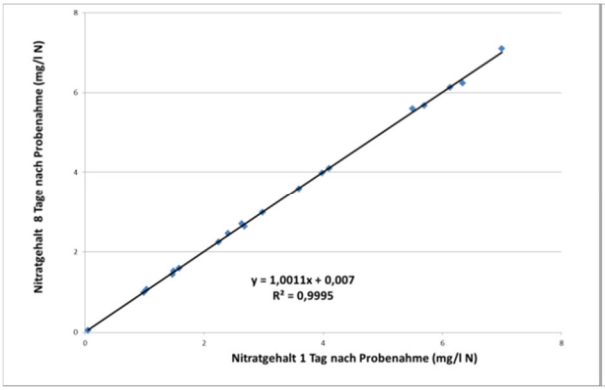
Tabelle A.1.1: Anzahl der Vergleichsuntersuchungen

	8 d gekühlt 1 – 5 °C	8 d tiefgekühlt ≤ -20 °C
Anzahl Abwasserproben	62	85
Anzahl Grund- und Oberflächenwasserproben	20	20

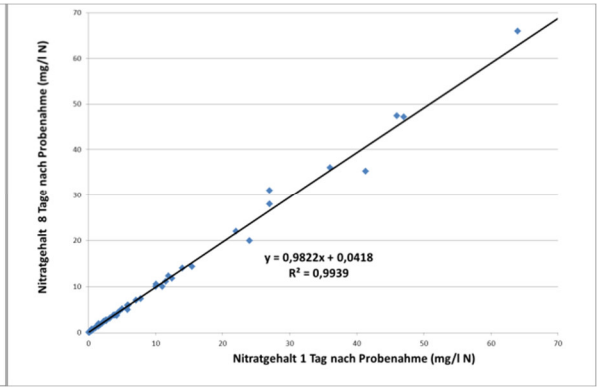
Ergebnisse

Die Diagramme in Abb. 1 deuten darauf hin, dass die Nitratgehalte in den **Abwasserproben** (Abläufe kommunaler Kläranlagen), die nach 8 Tagen ermittelt wurden, unabhängig von den eingesetzten Konservierungsmethoden (kühlen oder tiefgefrieren) weitgehend vergleichbar sind mit denen, die am Tag nach der Probenahme ermittelt wurden.

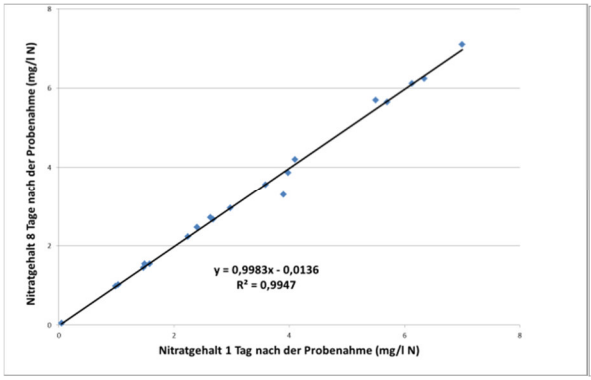
Die Vergleichbarkeit der Messergebnisse der 20 **gekühlten Grund**- und **Oberflächenwasserproben**, die nach einem und nach 8 Tagen analysiert wurden, ist hier unzweifelhaft gegeben, ebenso die Vergleichbarkeit der **tiefgefrorenen**, nach 8 Tagen gemessenen Grund- und **Oberflächenwasserproben** und der gekühlten, am Tag nach der Probenahme untersuchten Proben.



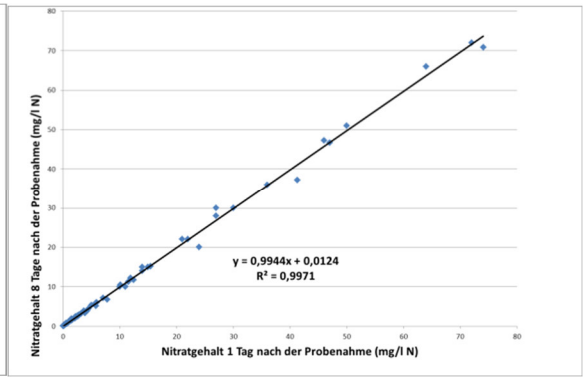
Grund – und Oberflächenwasserproben gekühlt



Abwasserproben gekühlt



Grund – und Oberflächenwasserproben tiefgefroren



Abwasserproben tiefgefroren

Abb. A.1.1: Vergleich von Nitratgehalten nach unterschiedlicher Konservierung

Anlage 2

(informativ)

Untersuchungen zur Konservierung von Wasserproben für die Bestimmung von Nitrit-N

Zusammenfassung

Die Untersuchungen zur Lagerung der Proben für die Nitrit-N-Bestimmung ergaben für den Bereich Oberflächengewässer keine signifikanten Abweichungen der Messergebnisse vom Tag der Probenahme, nach 24 Stunden und nach 7 Tagen Lagerung.

Für Abwässer erbrachte die Analyse 24 Stunden nach der Erstmessung bereits deutliche Abweichungen in allen Probenherkunftsbereichen. Dabei ist die Höhe der Abweichungen konzentrationsabhängig. Ab einer Nitrit-N-Konzentration von 0,2 mg/l NO_2-N sind die Messwertabweichungen nur noch geringfügig.

Konservierung

Die Konservierung erfolgte nach Filtration durch 0,45 µm Membranfilter mittels HCl bei pH-Wert ≈ 2 und Lagerung bei 4°C.

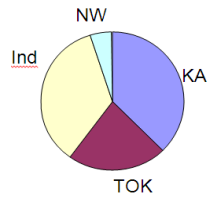
Durchführung

Im Zeitraum November und Dezember 2011 wurden während jeder regulären Probenahme für Abwasser und Fließgewässer zusätzlich drei Proben für die Nitritbestimmung entnommen.

Die Bestimmung von NO_2-N erfolgte gemäß DIN EN 26777: 1993 (DEV D10).

1. Flasche nach Eingang im Labor (ca. 3-5 h nach der Probenahme)
2. Flasche nach 24 h Kühllagerung
3. Flasche nach 7 Tagen Kühllagerung.

Probenherkunft Abwasser



Es wurden im Auswertungszeitraum 40 Abwasserproben unterschiedlicher Herkunftsbereiche (siehe Grafik) und 32 Fließgewässerproben untersucht.

- Ind – Industrieeinleitungen
- KA – kommunale Kläranlagen
- TOK – Teilortskanalisationen
- NW – Niederschlagswasser

Abb. A.2.1 Probenherkunft Abwasser

Ergebnis

Abwasser

In den Abbildungen sind die Messwertabweichungen für die Vergleichsmessungen am Tag der Probenahme und nach 24 Stunden Lagerung in Abhängigkeit von der Konzentration dargestellt.

Hieraus ergibt sich eine Messwertänderung von mehr als 20% NO_2-N für den Konzentrationsbereich bis ca. 0,2 mg/l. Ab dieser Konzentration sind die Ergebnisse vergleichbar.

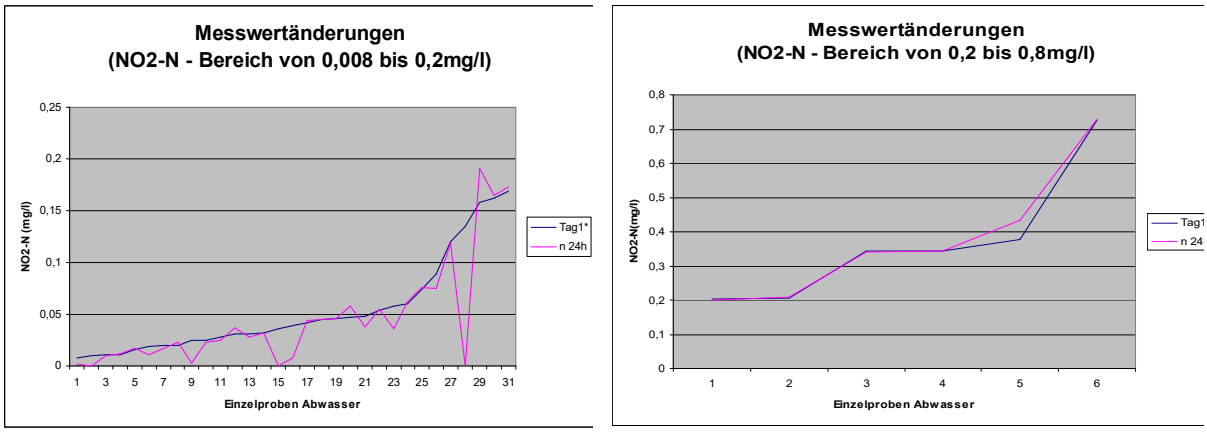


Abb. A.2.2 Messwertabweichungen von Vergleichsmessungen

Fließgewässer

Bei den Fließgewässern sind kaum Veränderungen nach 24 Stunden zu verzeichnen.

Vier Proben enthielten NO_2-N kleiner der Bestimmungsgrenze von 0,013 mg/l und wurden nicht bewertet.

In 26 Proben lag der NO_2-N-Gehalt im Bereich von 0,014 bis 0,05 mg/l. Hier wurden nur ein Messergebnis mit 20% Abweichung nach 24h und 4 Abweichungen nach 7 Tagen Lagerzeit ermittelt.