

Rahmenbedingungen zum 33. Länderübergreifenden Ringversuch – Summenparameter in Abwasser, 11/2013–

Parameter

- AOX
- CSB
- Phenolindex
- TN_b
- TOC

Matrix

Kommunales Abwasser, abgesetzt und filtriert.

Termine

- Anmeldung bis: 16. August 2013
Bitte benutzen Sie den Anmeldebogen.
Sollte nach Anmeldung zum 33. LÜRv bis 5 Wochen vor Probenverteilung (s. u.) kein weiteres Schreiben mit weiteren Ringversuchsdetails bei Ihnen eingegangen sein, sind diese telefonisch anzufordern.
- Probenverteilung: Versand per Expressdienst am 11. November 2013
(Eintreffen der Proben im Labor am 12.11. bis 12:00 Uhr)
- Analytik bis: 22. November 2013

**Ergebnisabgabe: bis Freitag, 29. November 2013, 24:00 Uhr, schriftlich beim Veranstalter,
Achtung! Ausschlussfrist, Eingangsdatum entscheidet!
Später eingehende Werte werden nicht akzeptiert!**

Probendetails

- 3 Proben zur Bestimmung des AOX, jeweils in 250 ml Braunglasflaschen; Konservierung mit Salpetersäure (pH 2,1) und Kühlung
- 3 Proben zur Bestimmung des CSB, jeweils in 100 ml PE- oder Glasflaschen; Konservierung mit Schwefelsäure (pH 2,1) und Kühlung
- 3 Proben zur Bestimmung des Phenolindex, jeweils in 1 l Klarglasflaschen mit Teflondeckel; Konservierung mit Salzsäure und 1 g/l Kupfersulfat (pH 2,1) und Kühlung
- 3 Proben zur Bestimmung des TN_b, jeweils in 100 ml PE- oder Glasflaschen; Konservierung mit Salzsäure (pH 2,1) und Kühlung
- 3 Proben zur Bestimmung des TOC, jeweils in 100 ml PE- oder Glasflaschen; Konservierung mit Salzsäure (pH 2,1) und Kühlung.

Zugelassene Analysenverfahren

AOX	DIN EN 1485: 1996-11 (H 14) (Säulenverfahren) DIN EN 1485: 1996-11 (H 14) (Schüttelverfahren) DIN EN ISO 9562:2005-02 (H 14) (Säulenverfahren) DIN EN ISO 9562:2005-02 (H 14) (Schüttelverfahren) DIN EN ISO 9562:2005-02 (H 14) (Rührverfahren)
CSB	DIN 38409-H41:1980-12 DIN 38409-H44:1992-05 DIN ISO 15705: 2003-01 (H 45)
Phenolindex	DIN 38409-H 16-2: 1984-06 mit Destillation DIN EN ISO 14402 (H37): 1999-12, Abschnitt 4
TN _b	DIN ENV 12260: 1996-06 (H 34)* DIN EN 12260: 2003-12 (H 34)* DIN EN ISO 11905-1: 1998-08 (H 36)
TOC	DIN EN 1484: 1997-08 (H 3)

*) TN_b nach H 34: Kalibrierung entsprechend der DIN-Normen, weil bei den oxidativen Verfahren Ammonium-N nicht vollständig erfasst wird.

Die Wahl der Analysenverfahren kann ggf. durch länderspezifische Regelungen weiter eingeschränkt sein (s. u.).

Andere Analysenverfahren sind nicht zugelassen und ihre Anwendung führt zu einer negativen Bewertung.

Arbeitsbereich

Bei der Auswahl der Verfahren ist sicherzustellen, dass folgende untere Grenzen der Arbeitsbereiche erreicht werden können:

Parameter	Untere Grenze des Arbeitsbereichs
AOX	10 [µg/l]
CSB	15 [mg/l]
Phenolindex	10 [µg/l]
TN _b	3 [mg/l]
TOC	1 [mg/l]

Durchführung der Analytik

Die Proben sind vom Teilnehmerlabor vollständig selbst wie Routineproben zu untersuchen (im eigenen Labor mit eigenem Personal und eigenen Geräten). Eine Untervergabe der Analytik ist nicht zulässig. Die Dokumentation der Rohdaten ist vorzuhalten.

Die Proben sind in der Zeit vom 12. November bis 22. November 2013 zu untersuchen.

Angabe des Ergebnisses

Es sind je Probe zwei unabhängige Untersuchungen durchzuführen. Anzugeben ist der Mittelwert aus beiden Bestimmungen in **mg/l** bzw. beim AOX und Phenolindex in **µg/l** mit 3 signifikanten Stellen.

Auswertemethodik

Die statistische Auswertung dieses Ringversuchs erfolgt nach DIN 38402 - A 45 „Ringversuche zur externen Qualitätskontrolle von Laboratorien“ mit Hilfe des kombinierten Schätzverfahrens Hampel/Q-Methode, ein Verfahren der robusten Statistik.

Bewertung der Einzelwerte

Als Vorgabewert m_{soll} wird der Hampel-Schätzer verwendet, da es sich um matrixbehaftetes Material handelt und daher keine ausreichend rückführbaren Referenzwerte zur Verfügung stehen. Die mit der Q-Methode berechneten Vergleichsstandardabweichungen s_R werden zunächst als Sollstandardabweichungen s_{soll} , die zur Bewertung der Einzelwerte herangezogen werden, festgelegt.

Für die Sollstandardabweichung werden folgende Ober- und Untergrenzen festgelegt:

Parameter	Grenzen für s_{soll} in %	
	Untergrenze	Obergrenze
AOX	10 (< 100 µg/l, low level)	25 (< 100 µg/l, low level)
	5 (> 100 µg/l, high level)	15 (> 100 µg/l, high level)
CSB	4	10
Phenolindex	10	25
TN _b	7,5	15
TOC	5	10

Aus Vorgabewert m_{soll} und Sollstandardabweichung s_{soll} wird für jeden Messwert nach folgender Formel ein z-Score berechnet:

$$z - \text{Score} = \frac{(\text{Messwert} - m_{\text{soll}})}{s_{\text{soll}}}$$

Dieser z-Score wird gemäß den Vorgaben des LAWA-Merkblatts A-3 mittels Korrekturfaktoren zu z_U -Scores modifiziert.

Als Toleranzgrenze wird $|z_U| \leq 2$ festgelegt.

Gesamtbewertung

Aufgrund der Änderungen im Fachmodul Wasser erfolgt keine Bewertung des gesamten Ringversuchs durch den Ringversuchsveranstalter, sondern nur einzelner Parameter. Ein Parameter ist dann erfolgreich bestimmt, wenn mindestens 2 von 3 Werten eines Parameters innerhalb der Toleranzgrenzen liegen.

Als nicht erfolgreich analysiert gelten:

- 1) Nicht bestimmte Werte,
- 2) Werte, die mit „kleiner (<) untere Grenze des Arbeitsbereichs“ angegeben werden,
- 3) Werte, die aus Untervergaben an ein Fremdlabor resultieren,
- 4) Werte, die mit einem von den vorgegebenen Probenvorbereitungsmethoden/ Analysenverfahren abweichenden Verfahren ermittelt werden,
- 5) Werte, die nicht innerhalb des vorgegebenen Analysenzeitraumes ermittelt werden und
- 6) Werte, die nicht innerhalb der festgesetzten Frist beim Veranstalter eintreffen.

Falls Ihr Labor eine Notifizierung besitzt, kann sich Ihre für Sie zuständige notifizierende Stelle eine zusätzliche Gesamtbewertung des Ringversuchs vorbehalten.

Ausfall von Proben oder Parametern

Bei Ausfällen von Proben oder Parametern durch einen Fehler des Veranstalters muss der Ringversuch seitens des Ringversuchsveranstalters nicht wiederholt werden, sofern folgende Bedingungen eingehalten werden:

- Gleichbehandlung aller Teilnehmer des betreffenden Ausrichters
- die Teilnehmer der anderen Ausrichter dürfen keine gravierenden Nachteile haben
- der entsprechende Parameter muss noch auswertbar sein (also noch mindestens 2 von 3 Niveaus auswertbar)
- Kein Nachteil für einzelne Teilnehmer des betreffenden Ausrichters durch reduzierten Proben-Parameter-Satz.

Kosten

Die Gebühr für diesen Ringversuch richtet sich nach dem LAWA-Merkblatt A-3 und beträgt € 587,00 (ohne Umsatzsteuer), unabhängig von der Zahl der bestimmten Parameter.

Länderspezifische Hinweise zum 33. Länderübergreifenden Ringversuch - Summenparameter in Abwasser -

Die Ergebnisse dieses Ringversuchs werden in allen Bundesländern anerkannt. Somit entfällt für die Untersuchungsstellen eine unnötige Mehrfachbeteiligung an gleichen Ringversuchen in mehreren Bundesländern. Hierzu sind jedoch die ggf. vorhandenen länderspezifischen Regelungen zu beachten.

Baden-Württemberg

Laboratorien, die nach der "Verordnung des Ministeriums für Umwelt und Verkehr über sachverständige Stellen in der Wasserwirtschaft" vom 2. Mai 2001 anerkannt sind, sind zur Teilnahme an diesem Ringversuch entsprechend ihrem Anerkennungsumfang verpflichtet. Es sind die in der Anlage zum Bescheid genannten Analyseverfahren zu verwenden.

Bayern

Untersuchungsstellen mit einer entsprechenden Zulassung nach LaborV und VSU Boden und Altlasten (Untersuchungsbereich 4 c) sind verpflichtet an diesem Ringversuch teilzunehmen.

Berlin

Dieser Ringversuch gilt als Nachweis der Eignung für Akkreditierungen/Zulassungen nach der Berliner IndV und für Oberflächen- und Grundwasseruntersuchungen.

Brandenburg:

„Untersuchungsstellen, die eine Zulassung für Parameter dieses Ringversuches nach der Untersuchungsstellen-Zulassungsverordnung (UstZulV) vom 17.12.1997 (zuletzt geändert durch Gesetz vom 19.12. 2011) zur Untersuchung von Abwasser gemäß § 73 Abs. 1 des Brandenburgischen Wassergesetzes (BbgWG), zur Untersuchung von Indirekteinleitungen gemäß § 74 Satz 1 letzter Halbsatz BbgWG oder zur Untersuchung für die amtlichen Überwachung von Abwassereinleitungen gemäß § 110 des BbgWG besitzen, sind zur Teilnahme an diesem Ringversuch verpflichtet. Untersuchungsstellen, die eine solche Zulassung beantragen wollen, wird die Teilnahme empfohlen.“

Bremen

- keine -

Hamburg:

Die Laboratorien, die mit der FHH den Rahmenvertrag abgeschlossen haben und Untersuchungen dieser Parameter anbieten, werden entsprechend § 9 (1) aufgefordert, an diesem Ringversuch teilzunehmen.

Gemäß der "Verordnung über Anforderungen an Wasser- und Abwasseruntersuchungsstellen und deren Zulassung" vom 14.08.2001 werden alle Untersuchungsstellen, die eine Zulassung für den Teilbereich 4/5 besitzen oder anstreben, aufgefordert, an diesem Ringversuch teilzunehmen. Es sind die im "Merkblatt zur Zulassung von Messstellen im Wasser- und Abwasserbereich im Bundesland Hamburg" angegebenen Analyseverfahren anzuwenden.

Hessen

Dieser Ringversuch gilt als Nachweis der Eignung für Laboratorien, die nach § 5 EKVO (i.d. Fassung vom 21.01.2000) und § 10 EKVO (i.d. Fassung vom 23.07.2010) in Hessen zugelassen sind. Im Rahmen des EKVO-Anerkennungsverfahrens in Hessen haben Sie sich verpflichtet: "Regelmäßig an den von der HLUg veranlassten Ringversuchen bzw. Vergleichsmessungen zwischen den Untersuchungsstellen teilzunehmen". Eine Teilnahmepflicht besteht bei diesem Ringversuch für alle Parameter, für die Sie anerkannt sind. Darüber hinaus ist eine freiwillige Teilnahme mit nicht anerkannten Parametern möglich. Laboratorien, die sich im Anerkennungsverfahren gem. EKVO befinden, wird die Teilnahme an diesem Ringversuch dringend nahe gelegt. Nach EKVO staatlich anerkannte Laboratorien müssen die Analyseverfahren, für die sie zugelassen sind anwenden. Abweichende Verfahren können nicht anerkannt werden.

Mecklenburg-Vorpommern:

Untersuchungsstellen, die mit der behördlichen Überwachung von Abwassereinleitungen beauftragt sind, sollen, sofern sie hierfür Parameter dieses Ringversuches bestimmen, an dem Länderübergreifenden Ringversuch teilnehmen. Den übrigen Untersuchungsstellen, die eine Zulassung aufgrund der Verordnung über die Anerkennung als sachverständige Stelle für Abwasseruntersuchungen (AsSA-VO) vom 14. Dezember 2005 (GVOBl. M-V S. 667) besitzen oder beantragen wollen, wird die Teilnahme empfohlen. Der erfolgreiche Abschluss wird als Nachweis der externen Qualitätssicherung gemäß § 8 Abs. 3 der Verordnung anerkannt.

Niedersachsen:

Staatlich anerkannte Untersuchungsstellen sind verpflichtet an diesem Ringversuch teilzunehmen, sofern sie für die in diesem Ringversuch geprüften Parameter anerkannt sind. Das Bestehen des Ringversuchs ist für Laboratorien, die sich im Anerkennungsverfahren befinden, noch keine hinreichende Voraussetzung für die Erlangung der Anerkennung.

Es sind die Verfahren der Abwasserverordnung vom 17.06.2004 anzuwenden. Die Bestimmung mittels gleichwertiger Verfahren ist gemäß Erlass des MU v. 03.02.2011 – Az. 22 – 62411 (A) zulässig. Die Grundlage dafür bildet das LAWA AQS-Merkblatt A-11 „Verzeichnis gleichwertiger Analyseverfahren zur Abwasserverordnung“ (Stand: April 2008). Staatlich anerkannte Untersuchungsstellen müssen hierbei das Verfahren anwenden, für das die Anerkennung erteilt wurde.

Untersuchungsstellen bei denen die ausreichende Qualität der Eigenkontrolle gemäß § 5 Abs. 6 der Verordnung zur Behandlung von kommunalem Abwasser (KommAbwV) vom NLWKN festgestellt wurde (oder die sich z. Z. im Verfahren befinden), sind verpflichtet in diesem Ringversuch mindestens die Parameter CSB und Stickstoff, insgesamt zu bestimmen.

Nordrhein-Westfalen

Untersuchungsstellen mit Zulassungen nach § 25 LAbfG (Teilbereich 3) werden verpflichtet, an diesem Ringversuch teilzunehmen. Die Verpflichtung besteht nur für Parameter, für die sie zugelassen sind. Hierbei sind die in den jeweiligen Zulassungsbescheiden angegebenen Analyseverfahren anzuwenden. Darüber hinaus dient dieser Ringversuch zur Hilfestellung bei der Auswahl geeigneter Untersuchungsstellen für die Selbstüberwachung von Abwassereinleitungen nach §§ 60, 60a LWG.

Rheinland-Pfalz:

Laut Landeswassergesetz Rheinland-Pfalz –(LWG RhPf / Januar 2004) benötigt der Beauftragte nach §57 „Eigenüberwachung“ keine besondere Zulassung. Die Eignungsprüfung ist eine zivilrechtliche Angelegenheit zwischen Auftraggeber und Auftragnehmer. Daher bietet sich an, dass die Laboratorien sich notifizieren / akkreditieren lassen, um beim Vertragsabschluss diese Unterlagen vorzuweisen. Eine Notifizierung ist in Rheinland-Pfalz nicht vorgesehen.

Saarland:

Dieser Ringversuch gilt als Nachweis der externen Analytischen Qualitätssicherung für Laboratorien, die nach § 5 der Eigenkontrollverordnung - EKVO des Saarlandes zugelassen sind. Für Laboratorien mit einer entsprechenden Zulassung besteht laut Zulassungsbestimmungen die Pflicht zur Teilnahme am Ringversuch. Die Teilnahme wird nur berücksichtigt, wenn der gesamte Parameterumfang analysiert wird bzw. alle mit dem Zulassungsbescheid übereinstimmenden Parameter analysiert werden.

Sachsen

Dieser Ringversuch gilt als Nachweis zur Bestätigung von Laboren, die im Rahmen der Eigenkontrolle gemäß § 2 Abs. 2 Satz 2 der Verordnung des Sächsischen Staatsministeriums für Umwelt und Landesentwicklung über Art und Häufigkeit der Eigenkontrolle von Abwasseranlagen und Abwassereinleitungen (Eigenkontrollverordnung-EigenkontrollVO) vom 7. Oktober 1994 (SächsGVBl. S. 1592), Stand vom 28. Dezember 2009 Abwasser von Abwassereinleitern untersuchen wollen, an die Anforderungen für den Ort des Anfalls oder vor einer Vermischung festgelegt sind.

Vorzugsweise wird auf die in der Anlage zu § 4 der Verordnung über Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer (Abwasserverordnung-AbwV) in der Fassung der Bekanntmachung vom 17. Juni 2004 (BGBl. I S. 1108 ff, 2625), geändert durch Artikel 6 der Verordnung vom 2. Mai 2013 (BGBl. I S. 973) aufgeführten Analysen- und Messverfahren orientiert. Abweichend davon können andere geeignete DIN-Verfahren und auch entsprechende Schnellverfahren angewendet werden. Von Prüflaboratorien, die Auftragsanalytik im zu bewertenden Parameterspektrum für behördliche Stellen durchführen bzw. sich dafür bewerben, wird die erfolgreiche Teilnahme an diesem Ringversuch vorausgesetzt. In diesem Fall sind ausschließlich die in der Anlage zu § 4 der Verordnung über Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer (Abwasserverordnung-AbwV) in der oben genannten gültigen Fassung aufgeführten Analysen- und Messverfahren anzuwenden.

Sachsen-Anhalt

Die Teilnahme am Ringversuch bewirkt keinerlei Zulassung oder Auftrag für Wasseruntersuchungen zur behördlichen Überwachung in Sachsen-Anhalt.

Schleswig-Holstein

Untersuchungsstellen (Laboratorien) mit einer Zulassung nach der Landesverordnung über die Zulassung von Wasseruntersuchungsstellen (ZWVO), deren Zulassung den entsprechenden Teilbereich bzw. die entsprechenden Parameter umfasst – sind verpflichtet, sich an diesem Ringversuch zu beteiligen.

Die Ergebnisse des Länderübergreifenden Ringversuchs werden als wiederkehrende AQS- Maßnahme für die Zulassung nach ZWVO verwendet.

Untersuchungsstellen die eine entsprechende Zulassung beantragt haben oder beantragen wollen, wird die Teilnahme empfohlen.

Thüringen

Die erfolgreiche Teilnahme am 33. Länderübergreifenden Ringversuch ist Voraussetzung für folgende Zulassungen:

1. Thüringer Abwassereigenkontrollverordnung – ThürAbwEKVO vom 23. August 2004 i.V. mit der Ersten Verordnung zur Änderung der Thüringer Abwassereigenkontrollverordnung vom 10. September 2009
2. Thüringer Deponieeigenkontrollverordnung – ThürDepEKVO vom 08. August 1994

Zur erfolgreichen Teilnahme an diesem Ringversuch sind weiterhin alle Laboratorien verpflichtet, die Auftragsanalytik im zu bewertenden Parameterspektrum für die Thüringer Landesanstalt für Umwelt und Geologie durchführen bzw. sich dafür bewerben.

Für Sie gelten die länderspezifischen Regelungen des Bundeslandes, in dem Ihr Labor eine Anerkennung (Zulassung) hat.