



LAWA-AO

Rahmenkonzeption Monitoring

Teil B

Bewertungsgrundlagen und Methodenbeschreibungen

Arbeitspapier IV.1

Untersuchungsverfahren für chemische und
physikalisch-chemische Qualitätskomponenten

Anlage 3: Analytik für Biota-Untersuchungen

Stand: 27. Februar 2013

1. Veranlassung

Die LAWA hat mit Stand vom 18. Oktober 2011 das Arbeitspapier IV.3 „Konzeption für Biota-Untersuchungen zur Überwachung von Umweltqualitätsnormen gemäß RL 2008/105/EG“ veröffentlicht und zur Anwendung empfohlen. Diese Konzeption beinhaltet keine zur Untersuchung von Biota anzuwendenden Analyseverfahren, da diese Matrix bisher wenig etabliert ist und somit ein vertiefter Abstimmungsbedarf notwendig war. Das vorliegende Papier schließt nunmehr diese Lücke und ergänzt somit das vg. Arbeitspapier RaKon IV.3. Bei der Erstellung sind auch Methoden der Lebensmittelüberwachung berücksichtigt worden.

In dem Arbeitspapier RaKon IV.3 wird empfohlen, zumindest die Muskulatur (Filet, ohne Haut) zu untersuchen, da die Befunde dieses Gewebes für die Bewertung von Quecksilber, Hexachlorbenzol und Hexachlorbutadien nach der Verordnung zum Schutz der Oberflächengewässer (Oberflächengewässerverordnung – OGewV) vom 20. Juli 2011 (BGBl. I S. 1429) herangezogen werden. Darüber hinaus ist zusätzlich auch eine Untersuchung der Leber wünschenswert.

2. Analyseverfahren

Zur Untersuchung wird das zuvor homogenisierte Filet bzw. ggf. die Leber herangezogen. Da sich die Umweltqualitätsnormen (UQN) der OGewV auf das Nassgewicht des Gewebes beziehen, ist in diesem Zusammenhang die Ermittlung des Fettgehaltes und ein Bezug darauf nicht relevant.

Bei den durchzuführenden Untersuchungen sind die in Anlage 8 der OGewV aufgeführten „Anforderungen an die Beurteilung oder Überwachungsergebnisse, an Analysemethoden und an Laboratorien“ einzuhalten.

2.1 Quecksilber

In der OGewV ist eine UQN von 20 µg/kg Nassgewicht vorgegeben.

Bei Quecksilber können 2 unterschiedliche Verfahren angewandt werden.

A) Feststoff-Analysator

- entweder Frisch-/Nasssubstanz
- oder Gewebe nach Gefriertrocknung
- AAS-Detektion

B) Aufschluss-Verfahren

- Frisch-/Nasssubstanz
- Königswasseraufschluss evtl. mit umgekehrtem Konzentrationsverhältnis: HNO_3 : HCl – 3:1
- Mikrowellen-Druckaufschluss mit Salpetersäure evtl. mit H_2O_2
- Detektieren mittels CV-AAS ggf. ICP-MS bzw. AFS

2.2 Hexachlorbenzol (HCB) / Hexachlorbutadien (HCBd)

In der OGeV sind vorgegeben

- a) für HCB eine UQN von 10 µg/kg Nassgewicht und
- b) für HCBd eine UQN von 55 µg/kg Nassgewicht.

(Anmerkung: Die Bestimmungsgrenzen sind unrealistisch hoch.)

Bei diesen organischen Schadstoffen erfolgt die Untersuchung in den nachfolgend aufgeführten Schritten.

Es darf, um Verluste zu vermeiden, keine Ultraschallvorbehandlung durchgeführt werden.

1.) Extraktion der Proben

- ASE (beschleunigte Lösemittlextraktion) oder
- Klassische Säule oder
- Soxhlet / Soxtherm
- SLE (Aceton/Wasser z.B.)
- QuEChERS

2.) Aufarbeitung/Reinigung der Extrakte

Übliche Verfahren/Anwendungen sind beispielsweise

- Aluminiumoxid
- Florisil (Kieselgel)
- GPC (Gel-Permeations-Chromatographie)
- QuEChERS-Methode (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe)

3.) Messung

Detektion mittels GC-MS (HRGC/MS)