

Titel: Udtagning af sedimentprøver til analyse for næringsstoffer og totaljern i søer			
Dokumenttype: Teknisk anvisning	TA. nr.: S06	Version: 4	Oprettet: 03.02.2012
Forfatter: Liselotte Sander Johansson Fagdatacenter for Ferskvand Institut for Bioscience	Gyldig fra: 01.01.2011		
	Sider: 16		
	Sidst ændret: 12.10.2017		
TA henvisninger: http://bios.au.dk/fileadmin/bioscience/Fagdatacentre/Ferskvand	TA S01 Feltmålinger, profilmålinger samt udtagning af prøver til analyse af vandkemiske parametre i søer.		

0 Indhold

1 Indledning	2
2 Metode	3
2.1 Tid og sted	3
2.1.1 Niveau 1 undersøgelse	3
2.1.2 Niveau 2 undersøgelse	3
2.2 Udstyr	5
2.3 Procedure.....	6
2.3.1 Ophentning af sediment.....	6
2.3.2 Opsplitning af sedimentsøjlen	8
2.3.3 Opbevaring af prøven indtil afhentning	10
3 Databehandling	11
3.1 Data og koder.....	11
4 Kvalitetssikring	12
4.1 Kvalitetssikring af metode	12
4.2 Kvalitetssikring af data og dataaflevering	12
5 Referencer	13
6 Bilag	14
Bilag 6.1 Rekvisitionsskema	14
7 Oversigt over versionsændringer	15

1 Indledning

Denne tekniske anvisning har til formål at give retningslinjer for udtagning af prøver til analyse for forekomst af totalfosfor og totaljern i søsediment. Der beskrives, hvordan prøver af sediment skal indsamles samt hvordan prøverne skal håndteres fra indsamlingen til de afhentes af analyselaboratoriet.

Resultaterne af analyserne bidrager sammen med fysiske, kemiske og biologiske analyser i søvandet til at give et helhedsbillede af søernes tilstand og udvikling.

Der skelnes mellem to niveauer (niveau 1 og niveau 2) af undersøgelsen. De to niveauer adskiller sig ved antallet af stationer i den enkelte sø og ved opdelingen i dybdeintervaller i de enkelte sedimentsøjler.

2 Metode

2.1 Tid og sted

Prøven skal udtages i perioden 15/10 til 30/11.

Hvis prøvetagningen foregår sammen med feltmålinger og prøveudtagning til vandkemi, foretages indsamlingen af sediment efter disse. For at undgå prøvetagning ved høj resuspension skal det tilstræbes at tage prøver ved rolige vindforhold.

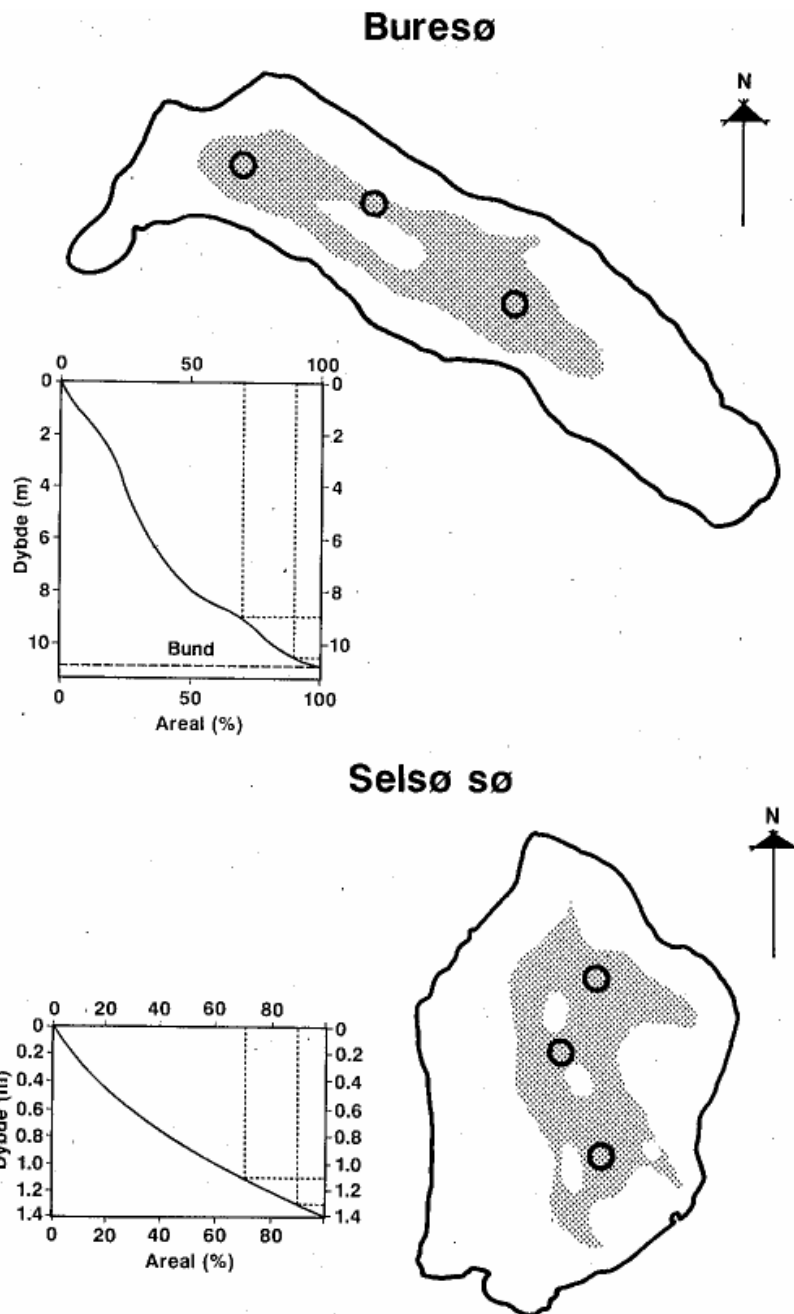
Hvis det pga. bundforholdene (tæt dække af planter, muslingebanker i brakke søer, bunddyrs forstyrrelse af sedimentet etc.) er helt umuligt eller helt u hensigtsmæssigt at tage prøver på de nedenfor beskrevne stationer, kan der undtagelsesvist tages prøver på steder, der ligger så tæt på de oprindelige stationer som muligt. I sjældne tilfælde, f.eks. ved kridtbund i hele søen, kan det være umuligt at finde egnede prøvetagningssteder i søen og prøvetagningen må opgives. Afvigelser mht. prøvetagningssteder skal altid aftales med fagdatacenteret.

2.1.1 Niveau 1 undersøgelse

Sedimentprøverne udtages på tre forskellige stationer. De tre stationer placeres inden for de 20% af søens areal og de dybder, som svarer til intervallet mellem 70% og 90% grænserne på hypsografen, regnet fra land mod største dybde (figur 6.1). De tre stationer placeres med stor indbyrdes afstand og nogenlunde midt i dybdeintervallet. Der tages prøver på samme stationer i samme sø ved hver undersøgelse og for at kunne genfinde stationerne defineres de vha. UTM positioner.

2.1.2 Niveau 2 undersøgelse

Sedimentprøverne udtages på fire forskellige stationer. De tre af disse placeres som ovenfor beskrevet for Niveau 1 undersøgelsen. Den fjerde placeres på hovedstationen på søens dybeste sted, hvor prøver til analyse for vandkemi udtages. Der tages prøver på samme stationer i samme sø ved hver undersøgelse og for at kunne genfinde stationerne defineres de vha. UTM positioner.



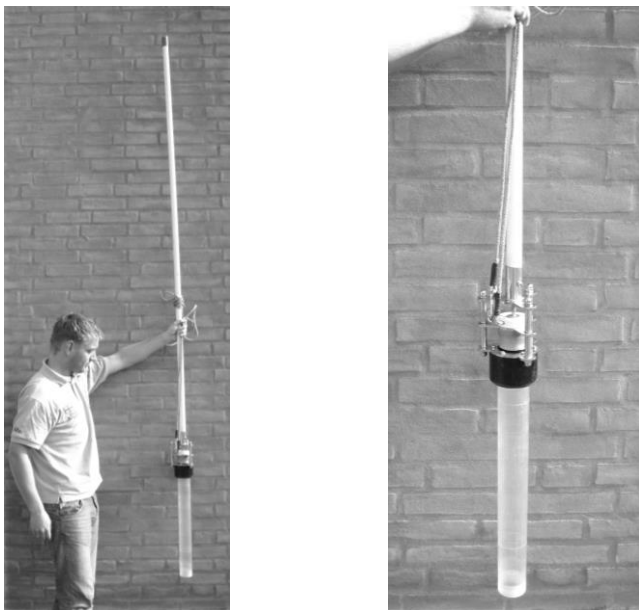
Figur 6.1 Hypsograf og søkort for to søer med angivelse af hhv. dybdeintervallet for prøvetagningen og det areal, inden for hvilket prøverne kan udtages (området med raster). Desuden er vist et eksempel på placering af de tre stationer i hver af søerne (fra Lauridsen et. al, 2007).

2.2 Udstyr

- GPS
- Ekkolod
- *Enten* Kajak bundhenter i snor (i dybere søer) med tilhørende Kajak rør *eller* Kajak rør på stang (i lavvandede søer) (figur 6.2). Rørenes længde skal være mindst 40 cm (til søjler af 30 cm længde – til **niveau 2** undersøgelse) henholdsvis 70 cm (til søjler af 60 cm længde - til både **niveau 1** og **niveau 2** undersøgelse). NB – der henvises dog til afsnit 2.3.1.
- Propper til Kajak rørene
- Stativ (evt. øl- eller sodavandskasse) til transport af Kajak rørene
- Stempel, krave, bred spatel, bakke og evt. opskæringsringe til brug ved opsplitting af søjlen
- Prøvebeholdere (udleveres eller godkendes af analyselaboratoriet) af volumen, der passer til prøvestørrelsen i de enkelte dybdeintervaller – se afsnit 2.3.2.
- Rekvisitionsskema og etiketter på vandfast papir til mærkning af prøverne
- Køletaske med fryseelementer



Figur 6.2a Eksempler på Kajak bundhenter med påmonteret rør. Foto KC Denmark A/S (venstre), Jens Christensen (højre).



Figur 6.2b Bundhenter på stang

2.3 Procedure

2.3.1 Ophentning af sediment

Alt prøvetagningsudstyr skylles godt i søvand fra prøvetagningsstedet.

Til **niveau 1** undersøgelse skal der udtages mindst fire søjler på hver af de tre stationer, dvs. i alt mindst 12 søjler i søen.

Til **niveau 2** undersøgelse skal der udtages mindst fire søjler på hver af de fire stationer, dvs. i alt mindst 16 søjler i søen.

For begge undersøgelsesniveauer gælder det, at mindst én søjle fra hver station anvendes til reserve, hvis opsplittningen mislykkes. Efter hver søjleudtagning skal man "flytte sig lidt", så man tager prøven i uforstyrret sediment.

Røret monteres på stangen eller Kajak bundhenteren. Det sikres, at der er fri passage gennem røret og bundhenteren sænkes ned til bunden, således at røret presses ned i sedimentet.

Sedimentets sammensætning og dermed dets hårdhed varierer ofte mellem prøvetagningsstationerne i den enkelte sø og mellem søerne. Det er derfor oftest nødvendigt at justere detaljer omkring prøvetagningen og udstyret i henhold til dette. Ved meget hårdt sediment kan det af praktiske årsager være nødvendigt at anvende kortere rør og ved meget blødt sediment anbefales en rørlængde på 1 m.

Ved prøvetagningen med udstyr på snor benytter man sig af tyngdekraften og man skal derfor bruge tid på at justere rørlængde, vægt og nedsænkningstid af bundhenteren (se nedenfor) for at få en brugbar sedimentprøve. Afhængig af sedimentets hårdhed skal man regulere vægten på Kajak bundhenteren med lodder. Det skal bemærkes, at lodderne, der er afbildet på figur 6.2a til højre giver den bedste vægtfordeling på røret.

Det er vigtigt hele tiden at have hånden på snoren, således at røret ikke vælter, men holdes lodret når det rammer sedimentoverfladen og trænger ned i sedimentet. I en passende afstand (oftest 0,5 m – højst 1 m afhængig af sedimentets hårdhed) lader man røret falde frit gennem vandet.

For at undgå, at sedimentet presses sammen i søjlen foretages der, efter at røret har ramt sedimentoverfladen et lille ryk tilbage i snoren, således at røret åbnes. Dermed lukkes der vand ud af røret og der sikres fri passage for sedimentet.

Ved brug af prøvehenter på stang kan det ved hårdt sediment være nødvendigt langsomt og forsigtigt at presse røret ned i sedimentet.

Røret lukkes og trækkes forsigtigt op. Under vandoverfladen sættes der en bundprop i røret, røret hales forsigtigt fri af vandet, fjernes fra Kajak henteren eller stangen og placeres i stativet. Røret lukkes med en prop foroven. For at undgå resuspension skal det sikres, at der ikke er luft mellem den øverste prop og vandet i røret.

Røret med prøven skal **altid** holdes lodret.

Det er meget vigtigt, at sedimentet indsamles så uforstyrret som muligt. F.eks. skal prøven tages om, hvis der sker en ophvirvling af overfladen, så sedimentet i det øverste lag (0-2 eller 0-5 cm afhængigt af undersøgelsesniveau) bliver blandet med det underliggende sediment, hvis der er synlige dyr (f.eks. større muslinger) i prøven eller hvis der er synlige gaslommer i prøven. Det er særlig vigtigt, at overfladesedimentet ikke hvirvles op ved prøvetagningen. Dette kan specielt ske, hvis prøvehenteren rammer bunden med en skæv vinkel, eller hvis der er problemer, når den hejses op fra bunden.

En sedimentkerne skal altid inspiceres, når den tages om bord, for at se om den er intakt, og man skal bl.a. sikre sig, at der står vand over prøven i prøvehenteren. Sedimentrester på den øverste kant på røret er tegn på, at rørets overkant har været under sedimentoverfladen. En sådan prøve skal kasseres. Derudover skal de fire (evt. flere) prøver fra samme station sammenlignes. Hvis der er tydelige forskelle mellem søjlerne (f.eks. mellem placering af farveovergange i sedimentet) er det tegn på forstyrrelse ved prøvetagningen, og de afvigende prøver skal tages om.

Sedimentsøjlerne udtages, så de i **niveau 1** undersøgelser er mindst 60 cm lange og **niveau 2** undersøgelser mindst 30/60 cm lange (se nedenfor). I nogle søer med hårde sedimentlag af sand eller ler kan det være vanskeligt at opnå så lange sedimentsøjler (se afsnit 2.3.2).

I nogle tilfælde, hvor sedimentet er meget løst er det nødvendigt (forsigtigt) at bore ned til fast sediment, som kan ligge dybere end 60 cm, for at få en søjle med op.

Sønavn, observationsstednavn og observationsstednr. for hver prøvetagningsstation, dato, navnet på miljøstørelsesenheden og prøvetagere noteres på rekvisitionsskemaet (bilag 6.1). Derudover registreres vanddybden samt UTM-koordinater for hver af de tre eller fire (afhængigt af undersøgelsesniveau) stationer i søen.

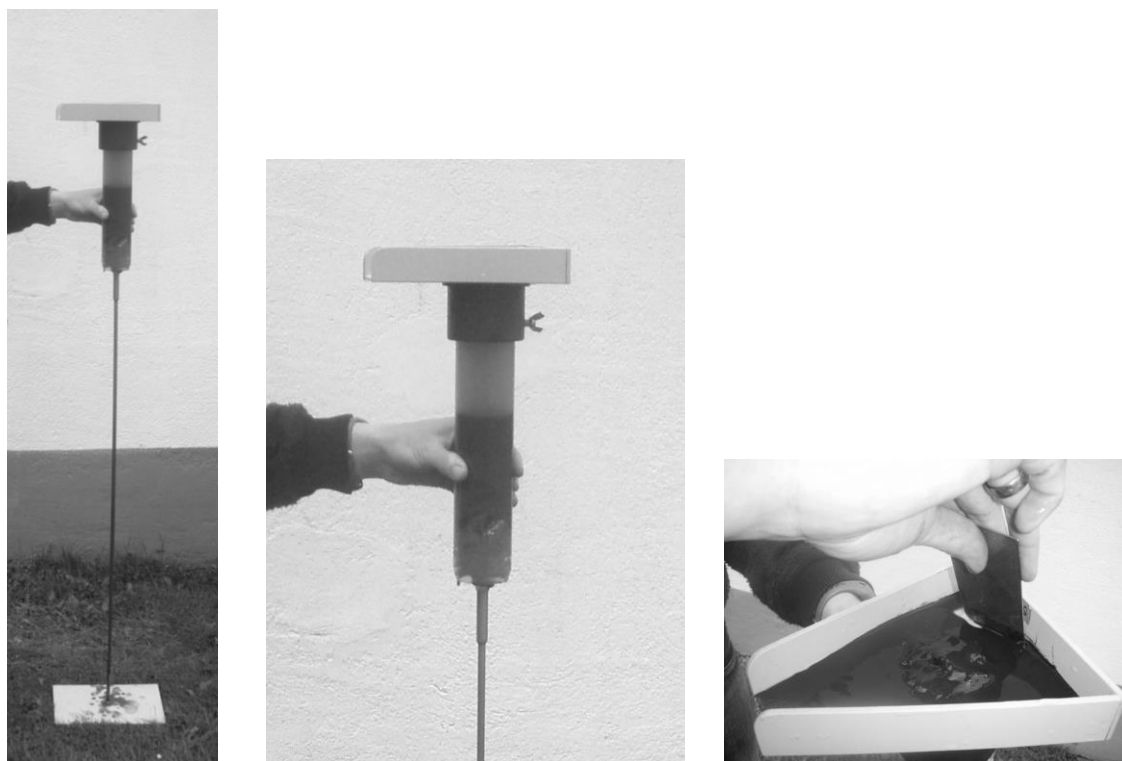
Hvis der er andre forhold, der har betydning for prøvetagningen (f.eks. vejrforhold) noteres det i bemærkningsfeltet på rekvisitionsskemaet.

2.3.2 Opsplitning af sedimentsøjlen

Opsplitningen skal foregå på søbredden, umiddelbart efter prøvetagningen.

Det kontrolleres, at der ikke er luftbobler i vandsøjlen og at proppen øverst i røret sidder godt fast. Hvis der findes små luftbobler, kan disse elimineres ved forsigtigt at presse proppen lidt længere ned i røret. Herefter fjernes proppen i bunden af røret og stemplet placeres i stedet. Kraven til brug ved afskæring påmonteres røret og den øverste prop fjernes.

Opstillingen er illustreret på figur 6.3.



Figur 6.3 Opstilling til opsplittning af sedimentsøjle.

Vha. stemplet presses sedimentet opad. Der opsplittes i følgende dybdeintervaller:

Niveau 1 undersøgelse: 0-2 cm, 2-5 cm, 5-10 cm, 10-20 cm, 20-30 cm og 30-50 cm.

Niveau 2 undersøgelse:

På den dybeste station 0-5 cm, 5-10 cm, 10-20, 20-30 og 30-50 cm

På de øvrige tre stationer: 0-5 cm, 5-10 cm og 10-20 cm.

Hvis det er umuligt at opnå en søjle, der er 10 cm længere end det dybeste dybdeinterval (60 cm eller 30 cm jfr. ovenstående) søjle, skal de dybdeintervaller, der er muligt at tage i den enkelte søjle blandes med tilsvarende dybdeintervaller i de andre søjler, og det skal anføres i bemærkningsfeltet på rekvisitionsskemaet, at der mangler sediment i de pågældende dybdeintervaller. Endvidere noteres den totale længde på søjlen, hvis denne er under 30 eller 50 cm, jfr. ovenstående.

Det letter opskæringen hvis der er afsat centimetermål på stempelets stang. Alternativt kan der anvendes opskæringsringe, der har samme udvendig og indvendig diameter som prøvetagningsrøret. Ringene skal have samme højde, som ovennævnte dybdeintervaller. Ved hvert prøveinterval sættes den pågældende ring over hullet i kraven og sedimentet presses op

til ringens overkant. Derefter føres ringen med indholdet ud over kravens kant og opsamles i en prøvebeholder.

Sedimentet fra de samme dybdeintervaller fra de tre søjler på samme station puljes. Al sediment skal indleveres til analyselaboratoriet, dvs. der må ikke udtages delprøver fra den puljede prøve i felten. Hver puljet prøve overføres til en prøvebeholder.

Ved **niveau 1** undersøgelser skal der dermed foretages i alt 18 sedimentanalyser pr. sø og

Ved **niveau 2** undersøgelser skal der dermed foretages i alt 14 sedimentanalyser pr. sø.

Hver af de puljede prøver mærkes med observationsstednavn, observationsstednummer og dybdeinterval eller der påsættes etiketter med stregkoder tilsvarende den der sættes på rekvisitionsskemaet i feltet for det pågældende dybdeinterval.

For hver prøvestation udfyldes der et rekvisitionsskema til analyselaboratoriet (bilag 6.1).

2.3.3 Opbevaring af prøven indtil afhentning

Prøverne opbevares mørkt og køligt indtil analyserne foretages. Dvs. de lægges i køletaske med køleelementer så hurtigt som muligt og sættes på køl ved ca. 4°C på prøveafleveringsstedet, indtil analyselaboratoriet afhenter prøverne.

Prøver skal være rettidigt afhentet af analyselaboratoriet, så de overholder de krav der er til opbevaringstider fra prøvetagning til analyse i gældende metodedatablade og godkendte danske eller internationale standarder.

3 Databehandling

Data indberettes i stoq via indlæsning af standatfiler fra analyselaboratoriet og overføres til ODA.

3.1 Data og koder

For hvert dybdeinterval (se ovenfor) skal følgende data indberettes til fag-datacenteret:

- Prøvetagningsdato
- Stationsnr.
- Stationsnavn
- UTM-kordinater for hver af de tre prøvetagningsstationer
- Prøvetagere
- Vanddybde (Totaldybde) på hver af de tre prøvetagningsstationer
- Prøvetagningsudstyr
- Dybdeinterval (cm)
 - Fra - dybde
 - Til - dybde
- Tørstof (% af vådvægt)
- Glødetab (% af tørstof)
- Totalfosfor (mg/kg tørstof)
- Totaljern (mg/kg tørstof)
- Analyselaboratorium
- Målemetode

Parameternavn	Standatkode parameter Stofparameter Std00019	Enhed	Standatkode – måleenhed Måleenheder Std00016
Totaldybde	8996	m	63
Tørstof, total	126	pct.	4
Glødetab, total	146	pct. af tørstof	21
Totalfosfor	1376	mg/kg tørstof	2
Totaljern	2041	mg/kg tørstof	2

Parameter	Kodeliste
Stofparameter	std00019
Måleenheder	std00016
Prøvetagningsudstyr	std00024
Prøvetype	std00034
Laboratorium	std00032
Målemetode	std00018

4 Kvalitetssikring

4.1 Kvalitetssikring af metode

Den tekniske anvisning skal følges nøje på alle punkter, herunder hvad angår planlægning af prøveindsamling, prøvetagning og prøvehåndtering.

Det forudsættes, at laboratorier/institutioner, der foretager sedimentprøvetagning, deltager i eventuelle, af fagdatacentret arrangerede interkalibreringsmøder og temadage. Hvis dette undtagelsesvis ikke er muligt, skal laboratoriet/institutionen på anden vis indhente de indhøstede erfaringer.

4.2 Kvalitetssikring af data og dataaflevering

Analyselaboratoriet er ansvarlig for at levere kvalitetssikrede resultater i overensstemmelse med analyseforskrifter og intern kvalitetskontrol. Derudover skal rekvirenten kontrollere, at de modtagne resultater er i overensstemmelse med de truffe aftaler om omfang og detektionsgrænser, samt om resultaterne er sandsynlige ud fra kendskabet til lokale forhold og tilsvarende undersøgelser.

5 Referencer

Lauridsen, T., Søndergaard, M., Jensen, J.P., Jeppesen, E. & Jørgensen, T.B. (2007): Undersøgelser i søer. NOVANA og DEVANO overvågningsprogram. Danmarks Miljøundersøgelser, Aarhus Universitet. 172 s. - Teknisk anvisning fra DMU nr. 25. <http://www.dmu.dk/Pub/TA25.pdf>

Pedersen, B. & Larsen, M.M. (2004) NOVANA - Teknisk anvisning for marin overvågning. 5.4. Miljøfremmede stoffer i sediment. Miljøministeriet, Danmarks Miljøundersøgelser.

6 Bilag

Bilag 6.1 Rekvisitionsskema



ANALYSEREKVISITION
SØSEDIMENT

Version 1.1 2017.09.15

Udtaget dato:	Udtaget kl.:	Prøvetager:
Telefon nr.:	MST Enhed:	
Stations nr.:	Stations navn:	
Analysér: Søsediment (5250)		

Prøvenummer: (ALS)	Prøvedybde (cm)	Vanddybde (m)	Nummerlabel:
	Top: 0 Bund: 2		
	Top: 2 Bund: 5		
	Top: 5 Bund: 10		
	Top: 10 Bund: 20		
	Top: 20 Bund: 30		
	Top: 30 Bund: 50		

Prøvetagningsmetode: Delprøve (33)	Prøvetagningsudstyr: Kajak (02)
Antal delprøve: 3	Prøveareal (cm ²): 21

Bemærkninger til analyserapport:	Bemærkninger til laboratoriet (intern):
----------------------------------	---

7 Oversigt over versionsændringer

Version	Dato	Emne:	Ændring:
1	03.02.2012	Intet	Ingen
2	25.10.2012	Udstyr	Opskæringsringe tilføjet
2	25.10.2012	Ophentning af sediment	Præcisering vedr. ophentning af prøve og inspektion af denne.
2	25.10.2012	Opsplitning af søjlen	Skal foretages i felten Forslag til anvendelse af centimetermål på stempelstangen eller anvendelse af opskæringsringe Understregning af, at der ikke må udtages delprøver af den puljede prøve i felten.
2	25.10.2012	Mærkning af prøverne	Krav om, at der skal angives UTM-kordinater, totaldybde og prøvetagere på hver enkelt prøve slettet.
2	25.10.2012	Kvalitetssikring	Tilføjet, at det forudsættes, at firmaer/institutioner, der skal tage sedimentprøver, deltager i de af fagdatacenteret arrangerede interkalibreringsmøder og temadage. Eller, hvis dette ikke er muligt, skal prøvetagere på anden vis indhente de indhøstede erfaringer.
3	23.09.2015	Prøvetagnings-tidspunkt	Periode for prøvetagning er udvidet fra 1/11-30/11 til 15/10-30/11
3	23.09.2015	Sted	Følgende er slettet: Prøvetagningsstationernes placering svarer til stationer for udtagning af dyreplanktonprøver.
3	23.09.2015	Ophentning af sediment	Følgende er tilføjet: Ved hver søjleudtagning skal man "flytte sig lidt", så man tager prøven i uforstyrret sediment.
4	12.10.2017	Indledning og procedure	Det er specificeret, at anvisningen beskriver prøveindsamling mm. indtil prøverne afhentes af analyselab.
4	12.10.2017	Procedure	Der indføres to niveauer af prøvetagning, hvor der differentieres mellem antallet af stationer i den enkelte sø og antallet af dybdeintervaller i de enkelte søjler.

Version	Dato	Emne:	Ændring:
4	12.10.2017	Tid og sted	Forholdsregler vedr. sediment, hvorfra det er vanskeligt/uhensigtsmæssigt/umuligt at tage prøver tilføjes.
4	12.10.2017	Udstyr	Rekvisitionsskema føjet til udstyrslisten
4	12.10.2017	Procedure	Anbefaling om at tage én ekstra sedimentsøjle er ændret til "mindst én"
4	12.10.2017	Procedure	Anvendelse af etiket med strejkode er tilføjet
4	12.10.2017	Bilag	Eksempel på rekvisitionsskema er udskiftet