

<b>Titel: Udtagning af sedimentprøve til analyse for miljøfarlige forurenende stoffer i søer</b>			
Dokumenttype: Teknisk anvisning	TA. nr.: S07	Version: 4	Oprettet: 07.09.2011
Forfatter: Liselotte Sander Johansson Fagdatacenter for Ferskvand Institut for Bioscience	Gyldig fra: 01.01.2011		
	Sider:13		
	Sidst ændret: 12.10.2017		
TA henvisninger <a href="http://bios.au.dk/fileadmin/bioscience/Fagdatacentre/Ferskvand">http://bios.au.dk/fileadmin/bioscience/Fagdatacentre/Ferskvand</a>	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, sted og periode.....	3
2.2 Udstyr .....	3
2.3 Procedure.....	4
2.3.1 Ophentning af sediment.....	4
2.3.2 Afskæring af overfladesegment og blanding af prøverne ....	6
3 Databehandling .....	8
3.1 Beregninger.....	8
3.2 Data og koder.....	8
4 Kvalitetssikring .....	9
4.1 Kvalitetssikring af metode .....	9
4.2 Kvalitetssikring af data og dataaflevering .....	9
5 Referencer .....	10
6 Bilag .....	11
7 Oversigt over versionsændringer .....	12

## 1 Indledning

Denne tekniske anvisning har til formål at give retningslinjer for undersøgelse af forekomsten af udvalgte miljøfarlige forurenende stoffer i sedimentet i søer. Der beskrives, hvordan prøver af sediment skal indsamles, samt hvordan prøverne skal håndteres fra prøveindsamling, til de afhentes af analyselaboratoriet.

Ved de første målinger i den enkelte sø giver undersøgelsen et første indtryk af forekomsten og giver bidrag til afklaring af behovet for overvågning af stofferne fremover. Ved gentagne målinger i den enkelte sø vil udviklingen i forekomsten af de miljøfarlige forurenende stoffer kunne følges.

## 2 Metode

### 2.1 Tid, sted og periode

Prøveindsamlingen foretages i perioden 15/10-30/11.

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.

Prøverne tages på stationen for udtagning af prøver til vandkemi på den største dybde i søen (se TA S01).

Efter hver prøvetagning (se afsnit 2.3.1) skal man flytte båden lidt, for at sikre sig, at hver prøve tages i uforstyrret sediment.

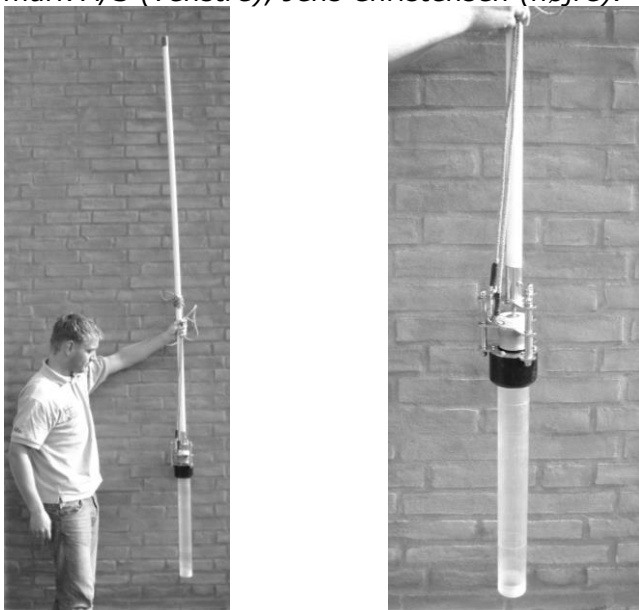
Hvis det pga. bundforholdene (tæt dække af planter, muslingebanker i brakke søer, bunddyrs forstyrrelse af sedimentet etc.) er helt umuligt eller helt u hensigtsmæssigt at tage prøver på de nedenfor beskrevne stationer, kan der undtagelsesvist tages prøver på steder, der ligger så tæt på de oprindelige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

### 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 7.1). Rørenes længde skal være 30-40 cm.
- Propper til Kajak rørene
- Stativ (evt. øl- eller sodavandskasse) til transport af Kajak rørene
- Stempel, krave, bred spatel, bakke og evt. opskæringsring til afskæring af overfladesediment
- Vægt
- Rilsanposer og jordglas (udleveres/godkendes af analyselaboratoriet)
- Rekvisitionsskema og etiketter på vandfast papir til mærkning af prøverne
- Køletaske med køleelementer



Figur 7.1a Eksempler på Kajak bundhenterer med påmonteret rør. Foto KC Denmark A/S (venstre), Jens Christensen (højre).



Figur 7.1b Bundhenter på stang

OBS – al materiale, der ved prøvetagningen er i direkte kontakt med prøven, som skal analyseres, skal være af plexiglas, glas eller rustfrit stål.

## 2.3 Procedure

### 2.3.1 Ophentning af sediment

Alt prøvetagningsudstyr skylles godt i søvand fra prøvetagningsstedet.

Der tages prøver af de øverste 2 cm af sedimentet, som puljes til én prøve, så man opnår mindst 400 g vådt sediment til analyser. Man kan altså stoppe opskæringen, når man ved afvejning har opnået 400 g i den puljede prøve. Hvis sedimentet har et tørstofindhold på 5 % eller mindre, svarer de 400 g til ca. 10 prøver (rør) a' 2 cm. Ud over dette tages der minimum to ekstra prøver i fald afskæring af overfladesegment (se afsnit 2.3.2) i en af prøverne mislykkes.

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 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 fra 0-2 cm 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.

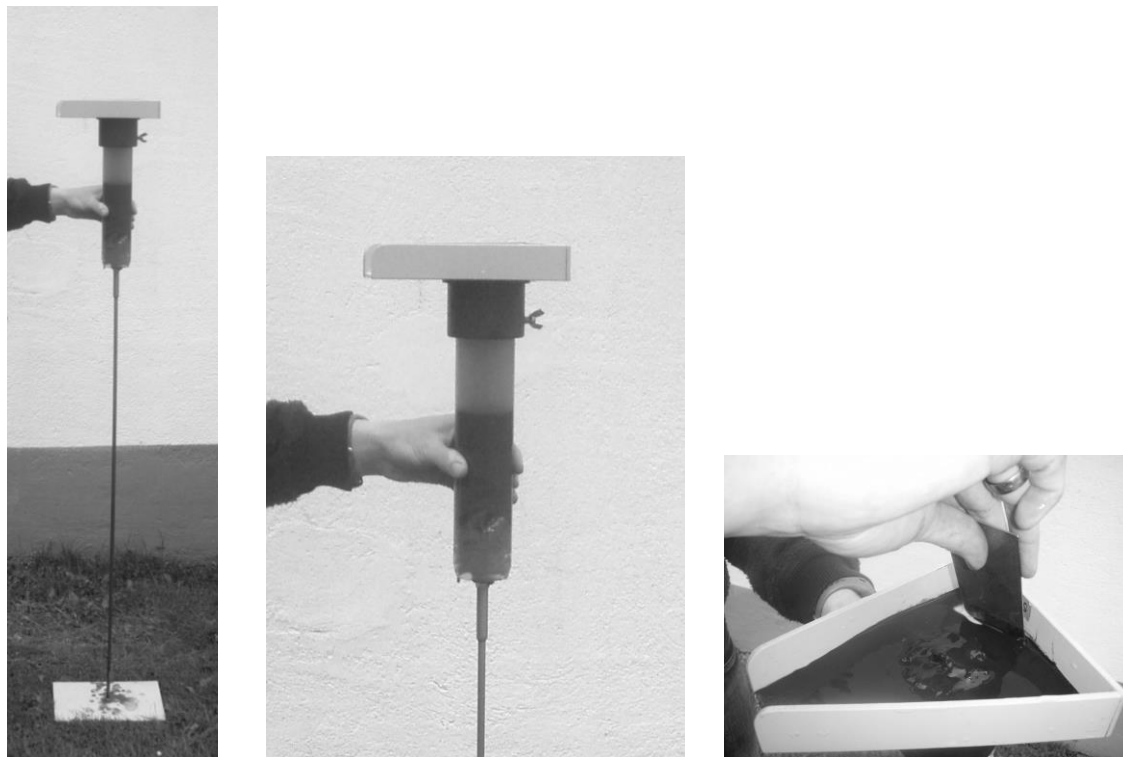
En sedimentkerne skal altid inspiceres, når den tages om bord, for at se om den er intakt, og man skal bl.a. sikre sig, at der står vand over prøven i prøvehenteren. Sedimentrester på den øverste kant på røret er tegn på, at rørets overkant har været under sedimentoverfladen. En sådan prøve skal kasseres. Derudover skal prøverne 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.

### **2.3.2 Afskæring af overfladesegment og blanding af prøverne**

Afskæring af overfladesegment 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. De øverste to cm af sedimentsøjlen presses ud af røret og opsamles i kraven. Der skæres langs kanten af røret og prøven skræbes ud i en samlebeholder. For illustration se figur 7.2.

Det letter opskæringen hvis der er afsat centimetermål på stempelets stang. Alternativt kan der anvendes en opskæringsring med en højde på 2 cm, der har samme udvendig og indvendig diameter som prøvetagningsrøret. Ringen sættes 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.



*Figur 7.2 Opstilling til afskæring af overfladeselement.*

Proceduren gentages for alle rørene og alle overfladeprøver samles til én blandingsprøve.

Blandingsprøven fordeles, så jordglasset er halvt fyldt og resten af sedimentet fyldes i rilsanposen.

Luft presses ud af rilsanposen og lukkes herefter. Rilsanposen og jordglasset mærkes med stationsnavn, stationsnummer, prøvedato og prøvetager eller der påsættes etiketter med strejkode tilsvarende den der sættes på rekvisitionsskemaet.

Der udfyldes et rekvisitionsskema til analyselaboratoriet (bilag 6.1).

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 metodetablade og godkendte danske eller internationale standarder.

## **3 Databehandling**

### **3.1 Beregninger**

Ingen særlige – ud over analyselaboratoriets beregning af koncentrationer.

### **3.2 Data og koder**

Data indberettes i stoq via indlæsningsfiler fra analyselaboratoriet og overføres til ODA.



## **4 Kvalitetssikring**

### **4.1 Kvalitetssikring af metode**

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

Det forudsættes, at laboratorier/institutioner, der fortager 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 trufne aftaler om omfang og detektionsgrænser, samt om resultaterne er sandsynlige ud fra kendskabet til lokale forhold og tilsvarende undersøgelser.

## 5 Referencer

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

**NST Roskilde**



**Rekvisitionsskema**

**Søsediment MFS**

Prøvetagningsdato:			Prøvetagningstidspunkt:		
Prøvetager:					Ordrenr. 551211  Søer

0252200001  
  
FRB1660  
Roskilde  
Farum Sø

Nummerlabel

Analyseprogram	Udstyr	Prøvedybde (cm)
MX238  Søsediment MFS (sø-mfs-1)	Kajak (02)	Top: 0 Bund: 2

Bemærkninger til analyserapport	Oplysninger til laboratorium (Intern)

10-10-2011

## 7 Oversigt over versionsændringer

Version	Dato	Emne:	Ændring:
1	07.09.2011		Ingen
2	25.10.2012	Udstyr	Opskæringsring, vægt og temperaturmåler tilføjet
2	25.10.2012	Ophentning af sediment	Præcisering vedr. ophentning af prøve og inspektion af denne.
2	25.10.2012	Prøvemængde	Tilføjet, at der skal bruges 500 g vådt sediment til analyser
2	25.10.2012	Opsplitning af søjlen	Skal foretages i felten Forslag til anvendelse af centimetermål på stempelstangen eller anvendelse af opskæringsringe
2	25.10.2012	Frysning af prøven	Prøven skal ikke nedfryses, derfor er anvisning om dette slettet
2	25.10.2012	Aflevering af prøven	Det er anført, at opbevaring indtil afhentning samt afhentningsprocedure skal aftales med analyselaboratoriet, samt at aflevering skal foretages, så gældende tidsfrister overholdes
2	25.10.2012	Prøvens temperatur	Tilføjelse om, at prøvens temperatur skal registreres før aflevering til analyselaboratoriet
2	25.10.2012	Homogenisering af prøven	Det er slettet, at prøven skal omrøres
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.
2	25.10.2012	Rekvissionskema/følgeskema	Følgeskemaet er slettet. I stedet er der indsat rekvissionskema
3	23.09.2015	Prøvetagnings-tidspunkt	Periode for prøvetagning er ændret til 15/10-30/11

Version	Dato	Emne:	Ændring:
3	23.09.2015	Blanding af overfladesegmenter	Følgende er tilføjet: ...luft presses ud af posen og lukkes herefter.
3	23.09.2015	Prøvetagningssted	Følgende tilføjet: Efter hver 3. prøvetagning (se afsnit 2.3.1) skal man flytte båden lidt, for at sikre sig, at hver prøve tages i uforstyrret sediment.
4	12.10.2017		Begrebet "miljøfarlige stoffer og tungmetaller" er ændret til "miljøfarlige forurenende stoffer".
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	GPS, ekkolod og rekvisitionsskema føjet til udstyrslisten
4	12.10.2017	Udstyr	Jordglas er føjet til udstyrslisten
4	12.10.2017	Procedure	Anvendelse af etiket med strejkode er tilføjet
4	12.10.2017	Procedure	Tip: Sediment på rørets kant kan være tegn på, at røret har være helt nedsænket i sedimentet.
4	12.10.2017	Procedure	Det er angivet, at man skal flytte sig efter hver prøvetagning og ikke kun efter hver 3.
4	12.10.2017	Procedure	Fordeling af sediment mellem jordglas og rilsanposer er beskrevet