

Titel: Miljøfremmede stoffer og tungmetaller i vandløbsvand			
Dokumenttype: Teknisk anvisning	TA. nr.: V19	Version: 1	Oprettet: 12.5. 2011
Forfatter: Peter Wiberg-Larsen FDC for Ferskvand, DMU, AU	Gyldig fra: 01.01.2011		
	Sider: 8		
	Sidst ændret:		
TA henvisninger			

0 Indhold

1 Indledning	2
2 Metode.....	3
2.1 Tid, sted og periode.....	3
2.2 Udstyr	3
2.3 Procedure	3
2.3.1 Udtagning af vandprøver.....	3
2.3.2 Behandling af vandprøver inden analysering	4
2.4 Tjekliste.....	5
2.5 Vedligeholdelse af instrumenter	5
2.6 Særlige forholdsregler - faldgruber	5
3 Databehandling	6
3.1 Beregninger	6
3.2 Data og koder.....	6
4 Kvalitetssikring.....	6
4.1 Kvalitetssikring af metode	6
4.2 Kvalitetssikring af data og dataaflevering.....	6
5 Referencer	6
6 Bilag.....	7
7 Oversigt over versionsændringer	8

1 Indledning

Denne tekniske anvisning har til formål at bidrage til undersøgelse af forekomsten af udvalgte miljøfremmede stoffer og tungmetaller i vandfasen i vandløb. Der beskrives, hvordan prøverne udtages, samt hvordan prøverne skal håndteres fra prøveindsamling til analyse på laboratoriet.

Miljøfremmede stoffer og tungmetaller forekommer både i vand, sediment og biota, og kan i høje koncentrationer have betydelig negativ effekt på organismerne i vandløbene.

2 Metode

2.1 Tid, sted og periode

Prøverne udtages som stikprøver gennem hele prøvetagningsåret, typisk med én prøve pr. måned. Det tilstræbes, at der ikke udtages prøver under flom-situationer.

2.2 Udstyr

Flasketype og flaskestørrelse aftales med analyselaboratoriet. Som udgangspunkt anvendes forbehandlede glasflasker til analyser for organiske miljøfremmede stoffer samt kviksølv, mens der anvendes forbehandlede polyethylenflasker til analyser for tungmetaller andre end kviksølv. Analyselaboratoriet forudsættes at levere de forbehandlede flasker. Brug af andet flaske-materiale skal begrundes og noteres.

Anvendte prøvetagningsbeholdere til forskellige stofgrupper:

- Organiske stoffer: glasflasker med låg med teflonindlæg
- Kviksølv: glasflaske med låg med teflonindlæg
- Tungmetaller andre end kviksølv: polyethylenflasker.

2.3 Procedure

2.3.1 Udtagning af vandprøver

Vandprøver udtages manuelt. Der vades forsigtigt ud i vandløbet, uden at mudre bunden voldsomt op. Prøven tages på et sted med frit strømmende profil, dvs. så vidt muligt uden tilstedeværelse af vandplanter og med tilstrækkelig stor vanddybde til at undgå kontaminering med vandløbssediment.

Selve prøvetagningen foretages ved at neddykke flasken med løst påsat skrue-låg umiddelbart under vandoverfladen. Låget fjernes derefter forsigtigt med flaskemundingen vendende i opstrøms retning.

Ved prøvetagning til analyser for organiske stoffer fyldes flaskerne langsomt for at undgå luftbobler (for at undgå tab af særligt flygtige stoffer). Det kan gøres ved at fastholde låget over den nedsænkede flaske, så vandløbsvandet siver ind. Fyld til overløb (dvs. uden at der står luft mellem vand og låg). Efter endt fyldning skrues låget omhyggeligt på.

Udtages der flere prøver fra samme vandløb, udtages disse præcis samme sted og inden for kortest muligt tidsrum.

Forventes de udtagne vandprøver nedfrosset inden analysering, skal flaskerne kun fyldes halvt, og flaskestørrelsen (dvs. det nødvendige prøvevolumen) afpasses herefter.

2.3.2 Behandling af vandprøver inden analysering

Mærkning:

Prøver fra den enkelte vandløbsstation mærkes med vandløbsnavn, lokalitet, stationsnummer, dato, prøveudtager. Der udfyldes desuden følgeseddel (se bilag 6.1). Sørg for at anvende pen/etikette, som kan modstå fugt. Mærk både selve flasken og det tilhørende låg. Det er fordelagtigt at foretage afmærkning inden prøvetagningen.

Transport:

Prøveflasker opbevares i kølekasse (< 5 °C) under hjemtransporten.

Filtrering:

Tungmetaller måles på opløst form. Vandprøverne til dette formål skal derfor filtreres senest ved hjemkomsten til Naturstyrelsesenheden. Filtrering foregår gennem 0,45 µm polycarbonat membranfilter.

Filtre og filtreringsprocedure skal være valideret for både kontaminering og tab. I valideringen skal som minimum indgå blindprøver og prøver med måleligt indhold.

Konservering/frysning:

Prøverne holdes nedkølet (< 5 °C) inden forsendelse til analyselaboratoriet. Kan de ikke analyseres inden for 24 timer efter udtagning, skal de straks konserveres. Metoden hertil aftales med analyselaboratoriet.

Er der på forhånd tilsat konserveringsmiddel til de af analyselaboratoriet udleverede flasker, skal der naturligvis tages højde herfor ved udtagning af vandprøverne i felten, ligesom filtrering af prøver til metalanalyser skal foregå i felten via "mellembeholder" direkte til prøveflasken.

For tungmetaller konserveres med salpetersyre til pH 1-2. Der anvendes syre med tilstrækkelig renhed, således at kontaminering undgås. Mulig kontaminering kontrolleres ved konservering af blindprøve (se neden for). Syrekonserverede prøver kan opbevares ved stuetemperatur i 3 måneder.

Foretages der frysning af prøverne (for andre stoffer end tungmetaller), må flaskerne kun fyldes halvt op. Det betyder, at der skal anvendes det dobbelte volumen af, hvad der er nødvendigt for gennemførelsen af analyserne (fuldt opfyldt flaske). Ved indfrysning anbringes flasker vandret (liggende) og vendes hyppigt for at undgå sprængning af specielt glasflaskerne. Der nedfryses til -18 °C.

Er prøverne blevet nedfrosset, skal de fremsendes til analyse inden for højst 1 måned.

Blindprøver:

Blindprøve, som har fulgt prøveserien gennem hele proceduren, herunder været opbevaret i samme tidsrum som prøveserien, skal indgå i hver analyse-serie. Blindprøver skal repræsentere anvendte beholdere, anvendt filter og anvendt syre ved konservering.

Transport til analyselaboratoriet:

Under transport til analyselaboratoriet skal flaskerne være passende nedkølede.

Ved fremsendelse skal der sikres den kortest mulige transporttid. Den anvendte transportbeholder skal være isoleret, således at ikke-frosne prøver er nedkølede (< 5 °C), ligesom frosne prøver ikke når at tø op. Sørg for at pakke flasker omhyggeligt for at sikre at de ikke kan gå i stykker, uanset hvilken fysisk behandling de udsættes (pak glasflasker ind hver for sig i "bobleplastik", og sørg for at de ikke kan "flytte sig" rundt i kassen).

Det anbefales at koordinere forsendelse af prøverne, således at analyselaboratoriet får et optimalt antal prøver at arbejde med.

2.4 Tjekliste

- Adviser analyselaboratoriet i god tid inden prøvetagning, hvis prøver sendes ufrosne straks efter indsamling
- Anskaf forbehandlede glasflasker/polyethylenflasker fra analyselaboratoriet
- Pak bil med det nødvendige udstyr (prøveflasker, kølekasser med fryseelementer)
- Indsaml de nødvendige prøver
- Sørg for omhyggelig mærkning af prøverne – herunder hvilke flasker der skal analyseres for hvad
- Hjemtransport af prøverne skal ske i nedkølet tilstand
- Husk filtrering af prøver til metalanalyser
- Nedfrys evt. prøverne straks efter hjemkomst – hvis de ikke kan nå frem til analyselaboratoriet inden for 24 timer
- Kontroller nøje de modtagne resultater fra analyselaboratoriet
- Indberet data til FDC.

2.5 Vedligeholdelse af instrumenter

Ingen særligt

2.6 Særlige forholdsregler - faldgruber

Vær især opmærksom på at indsamle tilstrækkelig mængde vand til de forskellige analyser. Sørg for mærke flaskerne omhyggeligt (hvilke skal analyseres for hvad) og husk at filtrere prøver der skal analyseres for tungmetaller. Sørg for meget omhyggelig emballering af prøverne, når de skal sendes (skal holde sig frosne, og må ikke kunne gå i stykker).

3 Databehandling

3.1 Beregninger

Ingen særlige – ud over analyselaboratoriets beregning af koncentrationer.

3.2 Data og koder

Data for samtlige undersøgte stationer det pågældende år indlæses i STOQ, hvorfra data vil kunne trækkes til ODA.

Brug de relevante standardkoder.

4 Kvalitetssikring

4.1 Kvalitetssikring af metode

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

4.2 Kvalitetssikring af data og dataaflevering

Analyselaboratoriet er ansvarlig for at levere kvalitetssikrede resultater i overensstemmelse med analyseforskrifter og intern kvalitetskontrol. Men 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

Kirsten Jebjerg Andersen / Ulla Lund (2011) Opløst metalindhold i ferskvand. M049 fra REFLAB. (Version V01b, 23.02.2011)

Kronvang, B., Søndergaard, M., Mogensen, B.B., Nyeland, B., Andersen, K.J., Schwærter, R. & Nielsen, P.V. (2003) Overvågning af miljøfremmede stoffer i ferskvand. NOVA 2003. Teknisk anvisning fra DMU nr. 17, Miljø- og Energiministeriet, Danmarks Miljøundersøgelser, 27 pp.

6 Bilag

Bilag 6.1: Følgeskema til analyse af MFS & TM i vandløbsvand*

Vandløb:	
Lokalitet:	
DMU nr.:	
Dato:	
Prøvetype:	Stikprøve:
Prøveudtagningsmetode:	Neddypet flaske:
Konservering/opbevaring:	
Prøveudtager:	
Naturstyrelsesenhed:	
Analyseparametre/-pakke:	
Bemærkningsfelt:	

* Kan anvendes hvis der ikke udleveres rekvisition fra analyselaboratoriet

7 Oversigt over versionsændringer

Version	Dato	Emne:	Ændring:
1.0	2011.05.12	Intet	Ingen