



Miljø- og Energiministeriet
Danmarks Miljøundersøgelser

NOVA 2003

Overvågning af miljøfremmede stoffer i ferskvand

Teknisk anvisning fra DMU, nr. 17



Miljø- og Energiministeriet
Danmarks Miljøundersøgelser

NOVA 2003

Overvågning af miljøfremmede stoffer i ferskvand

*Teknisk anvisning fra DMU, nr. 17
1999*

*Brian Kronvang*¹

*Martin Søndergaard*²

*Betty Mogensen*³

*Bente Nyeland*³

¹ Afdeling for Vandløbsøkologi

² Afdeling for Sø- og Fjordøkologi

³ Afdeling for Miljøkemi

Danmarks Miljøundersøgelser

Kirsten J. Andersen

Vandkvalitetsinstituttet

Rikke Clausen Schwærter

Fyns Amt

Poul Vang Nielsen

Københavns Amt

Datablad

- Titel:** Overvågning af miljøfremmede stoffer i ferskvand
- Undertitel:** NOVA 2003
- Forfattere:** Kronvang B.¹, M. Søndergaard², Mogensen, B.B.³, B. Nyeland³, K.J. Andersen⁴, Schwærter, R.C.⁵, Nielsen, P.V.⁶
- Afdelinger:**
¹Afdeling for Vandløbsøkologi, DMU
²Afdeling for Sø- og Fjordøkologi, DMU
³Afdeling for Miljøkemi, DMU
⁴Vandkvalitetsinstituttet
⁵Fyns amt
⁶Københavns amt
- Serietitel og nummer:** Teknisk anvisning fra DMU nr. 17
- Udgiver:** Miljø- og Energiministeriet
Danmarks Miljøundersøgelser ©
- Udgivelsesår:** December 1999
- Tegninger:** Kathe Møgelvang & Juana Jacobsen
ETB: Kate Andersen & Hanne Kjellerup Hansen
- Bedes citeret:** Kronvang B., Søndergaard, M., Mogensen, B.B., Nyeland, Andersen, K.J., Schwærter, R.C. & Nielsen, P.V. (1999): Overvågning af miljøfremmede stoffer i ferskvand. NOVA 2003. Danmarks Miljøundersøgelser. 27 s. - Teknisk anvisning fra DMU nr. 17
<http://tekniske-anvisninger.dmu.dk>
- Gengivelse tilladt med tydelig kildeangivelse.
- ISBN:** 87-7772-524-7
ISSN (elektronisk): 1399-9176
- Sideantal:** 27
- Internet:** Rapporten findes kun som PDF-fil på Danmarks Miljøundersøgelses hjemmeside.

Indhold

- 1 Forord 5**
- 2 Indledning 6**
- 3 Måleprogram for miljøfremmede stoffer i fersk-
vand 7**
- 4 Strategier for prøvetagning 9**
 - 4.1 Prøvetagningsstrategier i vandløb, dræn og søer 9
 - 4.2 Fastlæggelse af prøvetagningsstrategi i overvågningspro-
grammet 11
- 5 Procedurer for udtagning af prøver i vandløb,
dræn og søer 17**
 - 5.1 Prøvetagningsvolumen 17
 - 5.2 Udtag af vandprøver ved stikprøvetagning 18
- 6 Rengøring, konservering, opbevaring, mærk-
ning og fremsendelse af vandprøver til
analyse 21**
 - 6.1 Rengøring af prøvetagningsudstyr 21
 - 6.2 Konservering af prøver 22
 - 6.3 Opbevaring af prøver 22
- 7 Kvalitetssikring 23**
 - 7.1 Dokumentation af feltprøvetagning af vandprøver 23
 - 7.2 Kvalitetskrav, kvalitetskontrol og kvalitetssikring af analyse-
metoder og -resultater 24
- 8 Referencer 26**
- Danmarks Miljøundersøgelser 28**

1 Forord

Denne tekniske anvisning omfatter overvågning af miljøfremmede stoffer i ferskvand i det nationale program for Vandmiljøovervågning (NOVA 2000). Den tekniske anvisning omhandler målinger af miljøfremmede stoffer i Landovervågningsprogrammet, vandløb- og kildeprogrammet, samt søprogrammet.

Anvisningen indeholder ikke en detaljeret liste over de stoffer, der skal analyseres for i de enkelte målenet. Denne udmeldes af Miljøstyrelsen. Anvisningen omfatter således prøvetagningstrategi og -frekvens, procedurer for prøvetagning, rengøring, konservering og opbevaring af vandprøver. Anvisningen omfatter ikke forskrifter for overvågningen af miljøfremmede stoffer i gylle i Landovervågningsprogrammet. Disse vil blive udarbejdet og publiceret særskilt.

Der gøres opmærksom på, at der i de enkelte overvågningsår kan forekomme justeringer i såvel stoflisten, som i de anførte detektionsgrænser.

2 Indledning

Denne tekniske anvisning er udarbejdet for at sikre en standardiseret overvågning af miljøfremmede stoffer i ferskvand under NOVA 1998-2003. Den tekniske anvisning beskriver de gældende krav til prøvetagningsstrategi, prøvetagning, konservering, opbevaring, analyse, samt generel beskrivelse og krav til dokumentation og kvalitetssikring af prøvetagning og analyser i forbindelse med udveksling af data.

Anvisningen indeholder en detaljeret beskrivelse af prøvetagningsstrategi og prøvetagningsfrekvens for udtag af vandprøver i vandløb og dræn i Overvågningsprogrammet for vandløb og landovervågning. Hertil kommer beskrivelser af prøvetagningsstrategi og prøvetagningsfrekvens for vandprøver i Overvågningsprogrammet for søer.

Anvisningen indeholder også beskrivelser af, hvordan selve prøvetagningen skal foregå, samt beskrivelser af hvor meget vand, der er behov for at udtage, og andre forhold som konservering, opbevaring og dokumentation af data.

For oversigt over de specifikke stoffer, der skal måles for, henvises til særskilte udmeldinger fra Miljøstyrelsen.

Denne tekniske anvisning forventes også løbende at blive revideret, og som minimum vil der ske en større revision efter erfaringerne indsamlet efter de to første år af overvågningsprogrammet. Det gælder specielt for programmet i søer, men formentligt også for programmet i vandløb og dræn.

3 Måleprogrammet for miljøfremmede stoffer i ferskvand

Hvor skal der måles?

I det kommende overvågningsprogram indgår der analyser af miljøfremmede stoffer i både vandløb, søer og dræn. Programmet omfatter målinger i vandløb og særligt udpegede dræn indenfor de 5 Landovervågningsoplande, i 20 vandløb i landbrugsdominerede oplande, i 5 store vandløb og i 8 søer. I søer skal målingerne udelukkende omfatte analyser af miljøfremmede stoffer i vandfasen.

Hvad skal der måles?

Måleprogrammet omfatter et forskelligt antal analysevariable for de enkelte stationsnet. Måleprogrammet i ferskvand omfatter stofgrupperne:

- Tungmetaller
- Pesticider
- Alkylphenolforbindelser
- Halogenerede alifatiske kulbrinter
- Chlorphenyl (PCB)
- Chlorphenoler
- Polyaromatiske kulbrinter (PAH)
- Blødgørere
- Anioniske detergenter
- Ætere
- Organotinforbindelser
- Dioxiner og furaner

Der skal analyseres for det totale indhold af de pågældende miljøfremmede stoffer i vandløbsvand, drænvand og søvand. Ved hver prøvetagningsrunde skal der desuden analyseres for vandets indhold af suspenderet stof og glødetab.

For oversigt over hvilke specifikke stoffer, der skal måles for, samt tidspunkt for hvornår overvågning kan iværksættes, henvises til særskilte udmeldinger fra Miljøstyrelsen.

Hvor ofte skal der måles?

Antallet af årlige prøvetagninger varierer imellem de enkelte stationsnet. I tabel 1 er vist, hvor mange prøver der skal udtages i det enkelte net.

Tabel 1 Antallet af vandprøver der skal udtages hvert år i vandløb og dræn i overvågningsprogrammet 1998-2003. Vandprøver fra de 8 søer medtages kun i 1999, 2001 og 2003

Prøvetype	LOOP vandløb	LOOP dræn	20 mindre vandløb	5 store vandløb	8 søer
Vandprøver	16	8	6	12	6

4 Strategier for prøvetagning

Valg af prøvetagningsstrategi og tilrettelæggelse af prøvetagning tager udgangspunkt i den eksisterende viden om især pesticiders forekomst i vandløb, dræn og søer. Det gælder specielt viden om pesticiders forekomst igennem året og forskelle imellem perioder med eller uden forudgående nedbør. Vores viden om forekomsten af tungmetaller, pesticider og andre miljøfremmede stoffer i danske vandløb, dræn og søer er dog endnu meget begrænset.

I danske vandløb er der f.eks. kun i enkelte vandløb og søer gennemført målinger af pesticider (*Spliid og Mogenssen, 1995; Fyns Amt, 1996; Ringkøbing Amt, 1997*; se endvidere referenceliste for yderligere litteratur). Disse pesticidundersøgelser, samt lignende undersøgelser i Sverige (*Kreuger, 1996; Hessel et al., 1997*) og Norge (*Lode og Ludvigsen, 1997*) indikerer alle, at følgende forhold gør sig gældende:

- Fund af pesticider både hvad angår antallet af fund og antal fundne enkeltstoffer er størst i, eller umiddelbart efter, sprøjtesæsonen.
- Maximale koncentrationsniveauer af enkeltstoffer og sumkoncentration er næsten altid rapporteret i forbindelse med vandprøver udtaget i eller umiddelbart efter sprøjtesæsonen i forbindelse med større nedbørs- og afstrømningshændelser.
- Fund af mere persistente pesticider, som f.eks. bentazon, propikonazol, fenpropimorf og simazin, kan finde sted i vinter- og forårs månederne f.eks. i perioder med overfladeafstrømning på grund af meget nedbør og/eller snesmeltning.

Miljøfarligheden af de enkelte stoffer vil afhænge både af stofkoncentrationen, eksponeringstiden og toksitet af det pågældende stof overfor de forskellige akvatiske organismer som alger, dyreplankton, bunddyr og fisk. I den forbindelse er det vigtigt i et overvågningsprogram både at få kortlagt de maksimale koncentrationer af de enkelte stoffer, samt de generelle baggrundsniveauer i og uden for sprøjtesæsonen.

4.1 Prøvetagningsstrategier i vandløb, dræn og søer

Undersøgelser af forekomsten af miljøfremmede stoffer i vandløb og dræn kan tilrettelægges efter forskellige strategier afhængig af formålet med den iværksatte overvågning. Hertil kommer at viden om hvordan de enkelte stoffer opfører sig i relation til nedbrydningshastighed, sorption til jord og bioakkumulering er vigtig for planlægningen af prøvetagningsstrategi.

Prøvetagningsstrategien kan tage udgangspunkt i opfyldelse af formål som:

- At fastlægge den generelle baggrundsforekomst af miljøfremmede stoffer igennem året.
- At fastlægge forekomsten af miljøfremmede stoffer i forbindelse med brugen af stoffet(erne) i oplandet, f.eks. i sprøjtesæsonen for pesticider hvor tab til vandløb kan forekomme ved vinddrift og uhensigtsmæssig rengøring af sprøjtemateriel.
- At fastlægge forekomsten af miljøfremmede stoffer i forbindelse med naturlige hændelser i oplandet, som store nedbørsmængder og snesmeltning.
- At kvantificere transporten og dermed tabet af miljøfremmede stoffer fra hele oplandet ud fra intensive målinger.

Ovenstående gælder primært for overvågningen af miljøfremmede stoffer i dynamiske medier som vandløb og dræn. I søer vil de tilførte miljøfremmede stoffer kunne registreres over længere perioder bestemt dels af vandets opholdstid i den enkelte sø, dels af det enkelte stofs opførsel med hensyn til nedbrydning, sorption, bioakkumulering og sedimentation. I søer med et længere vandskifte vil en overvågning i sommerperioden derfor bedst kunne afdække både forekomsten af miljøfremmede stoffer og deres miljømæssige betydning.

De enkelte prøvetagningsstrategier i vandløb og dræn kan overordnet inddeles i fem hovedtyper:

Strategi I: Vandprøver udtages som stikprøver gennem hele året med henblik på registrering af basisforekomsten af miljøfremmede stoffer.

Strategi II: I veldefinerede perioder hvor de pågældende miljøfremmede stoffer anvendes til behandling af større eller mindre arealer i oplandet, udtages der vandprøver efter en nærmere fastlagt frekvens, som f.eks. i sprøjtesæsonen (pesticider) og i sommerperioden med lille vandafstrømning for miljøfremmede stoffer, der kan udledes fra punktkilder. Vandprøver kan enten udtages som stikprøver med en nærmere fastlagt frekvens eller med automatisk prøvetager som døgnintegrerede vandprøver (f.eks. effekter af spildevandsudledninger) eller som integrerede vandprøver over længere perioder (ugeprøver).

Strategi III: Vandprøver udtages i perioder med lille vandføring, typisk i sensommeren (august og september) med henblik på at bestemme indholdet af miljøfremmede stoffer i vandløb der hovedsageligt stammer fra to kilder. I vandløb uden spildevandsudledninger vil overvågningen i disse måneder afdække tilstrømningen af miljøfremmede stoffer med grundvand. I spildevandsbelastede vandløb vil overvågningen medvirke til at afdække de maximale forekomster af miljøfremmede stoffer, som kan relateres til spildevandsudledninger og tilstrømningen med grundvand. Prøvetagningen kan enten gennemføres ved udtag af stikprøver eller med automatisk prøvetager.

Strategi IV: I perioder med stor vandafstrømning på grund af nedbør eller snesmeltning udtages vandprøver med henblik på registrering af de maksimale koncentrationsniveauer af miljøfremmede stoffer, hvis tilførsel kan relateres til diffuse arealbidrag (vanderosion, dræ-

nafstrømning). Vandprøver udtages enten med automatisk prøvetagningsudstyr, som øjeblikksprøver eller tidsintegrerede prøver, eller som 'intelligente' stikprøver, hvor prøvetagningen målrettes mod perioder med stor vandafstrømning.

Strategi V: Vandprøver udtages hyppigt gennem hele eller dele af året med henblik på at kvantificere transporten af miljøfremmede stoffer i vandløb og dræn. Vandprøver skal udtages med automatisk prøvetager.

Strategi VI: Udtag af vandprøver i detailprogrammer til målrettet opsporing af kilderne til miljøfremmede stoffer i vandløb og for de diffust tilførte stoffer også deres tilførselsveje (dræn, vanderosion, vinderosion, grundvand mv.). Vandprøver skal udtages med automatisk prøvetager.

4.2 Fastlæggelse af prøvetagningsstrategi i overvågningsprogrammet

Overvågning i 20 vandløb

I disse vandløb skal der udtages 6 årlige vandprøver, som analyseres for en række pesticider. Overvågningen af pesticider i de 20 vandløb skal tilgodese to formål. Dels skal der ske en overvågning af forekomsten af pesticider i vandløb i de perioder, hvor pesticider benyttes mest i oplandet (sprøjteperioderne forår og efterår) med henblik på at registrere den maksimale forekomst af forskellige pesticider (*strategi II*). Dels ønskes en overvågning af de maksimale koncentrationsniveauer i de 20 vandløb, som oftest findes under de første større nedbørsperioder i eller umiddelbart efter sprøjtesæsonen (*strategi IV*).

Prøvetagningen i de 20 vandløb skal tilrettelægges efter følgende program:

Strategi II: Der udtages 4 vandprøver, som stikprøver, på forud fastlagte tidspunkter af året. Vandprøver udtages i sprøjtesæsonen fordelt med en vandprøve i hver af månederne maj, juni, oktober og november. Vandprøverne udtages så vidt muligt lige omkring den 15. i hver af de pågældende måneder. Dette skal sikre, at resultaterne på tværs af de 20 vandløb kan sammenlignes, idet de vil være udtaget under nogenlunde ens klimatiske forhold og på givne tidspunkter i forhold til anvendelsen af de forskellige midler. Vandprøverne udtages så vidt muligt på dage med stabile vandafstrømningforhold, dvs. dage uden forudgående store nedbørsmængder.

Strategi IV: Der udtages 2 vandprøver som 'intelligente' stikprøver, dvs. prøver udtaget ud fra en indhentet viden om nedbørs- og afstrømningsforholdene i det pågældende vandløb. Prøverne udtages i perioder med megen nedbør (> 10 mm dagsregn) og/eller hvor der kan registreres en stigning i vandstanden og vandføringen ved hydrometristationen i det pågældende vandløb. En vandprøve udtages i eller efter forårets sprøjtesæson i maj eller juni. Den anden vandprøve udtages i eller efter efterårets sprøjtesæson i oktober eller no-

vember. Det tilstræbes at udtage vandprøverne ved den første større afstrømningshændelse efter sprøjtesæsonen.

Hvis der ikke falder regn i månederne maj og juni udtages vandprøven i forbindelse med eventuelle nedbørs- og afstrømningshændelser i juli, august eller september. Hvis disse ikke forekommer overføres vandprøven til efterårets program. I dette tilfælde udtages således 2 vandprøver som 'intelligente' stikprøver under eller efter efterårets sprøjtesæson. Hvis der ikke falder regn eller registreres stigninger i vandstand og dermed i vandføringen i vandløbet i oktober udtages begge vandprøver i november, derefter i december, januar osv.

Til fastlæggelse af prøvetagningsdage med "intelligente" stikprøver kan DMI's landsdækkende 5 døgns prognoser for nedbørsmængden benyttes. I normale år, beregnet ud fra perioden 1961-90, vil 10 mm dagsnedbør i gennemsnit forekomme som vist i tabel 2. Sammen med oplysninger om de forventede nedbørsmængder vil muligheden for en løbende kontrol af udviklingen i vandstandsforholdene på hydromtristationen i det pågældende vandløb kunne optimere fastlæggelsen af prøvetagningsdagen. Det skal så vidt muligt tilstræbes, at vandprøver udtages omkring tidspunktet for maksimal vandføring i vandløbet, dvs. i denne type vandløb ofte indenfor et tidsrum af 2-4 timer.

Tabel 2 Gennemsnitligt antal dage med mere end 10 mm dagsnedbør i normalperioden 1961-90

	J	F	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D
Dage med > 10 mm nedbør	1,1	0,5	0,7	0,7	1,1	1,5	1,8	1,8	2,0	2,2	2,0	1,6

I tabel 3 er den fastlagte prøvetagningsstrategi og -frekvens vist for de 20 vandløb.

Tabel 3: Prøvetagningsstrategi og -frekvens (antal vandprøver pr. måned) for de 20 mindre vandløb med overvågning af pesticider.

	J	F	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D
Prøvetagningsstrategi II	-	-	-	-	1	1	-	-	-	1	1	-
Prøvetagningsstrategi IV	-	-	-	-	(1) ¹	(1) ¹	-	-	-	(1) ²	(1) ²	-

¹): En "intelligent" stikprøve udtages i en af de to måneder

²): En "intelligent" stikprøve udtages i en af de to måneder.

Overvågning i 5 vandløb i Landovervågningsprogrammet

I de fem LOOP vandløb (niveau 3 og 4) skal der udtages 16 årlige vandprøver, som analyseres for en række pesticider (Miljøstyrelsens Stofliste). Overvågningen af pesticider i de 5 vandløb skal tilgodese fire formål, der i praksis overlapper hinanden. Der skal ske en overvågning af basisforekomsten af pesticider i vandløbene (*strategi I*). Der skal ske en overvågning af forekomsten af pesticider i vandløb i de perioder, hvor pesticider benyttes mest i oplandet (sprøjteperioderne forår og efterår) med henblik på at registrere den maksimale forekomst af forskellige pesticider (*strategi II*). Der skal ske en overvågning af pesticider i perioder med den mindste vandføring i

vandløb (*strategi III*). Der skal ske en overvågning af de maksimale koncentrationsniveauer i de 20 vandløb, som oftest findes under de første større nedbørsperioder i eller umiddelbart efter sprøjtesæsonen (*strategi IV*).

Strategi I: Der udtages 4 vandprøver, som stikprøver, fordelt med en vandprøve i hvert kvartal, dvs. i januar, april, juli og oktober måned. Vandprøverne udtages så vidt muligt omkring den 15. i hver af de fire måneder. Vandprøverne udtages uden hensyntagen til nedbørs- og afstrømningsforholdene på de planlagte prøvetagningsdage.

Strategi II: Der udtages 6 vandprøver, som stikprøver, på forud fastlagte tidspunkter af sprøjtesæsonerne. Vandprøverne udtages i forårets sprøjtesæson, fordelt med to vandprøver i hver af månederne maj og juni. Hertil kommer udtag af to vandprøver i efterårets sprøjtesæson fordelt med en i hver af månederne oktober og november. Vandprøver udtages så vidt muligt lige omkring den 15. i hver af de måneder, hvor der skal udtages prøver. I måneder med 2 vandprøver udtages den anden prøve omkring den 30. i måneden. Ved prøveudtagningen i oktober skal stikprøven udtages omkring den 1. i måneden da der allerede udtages en prøve den 15. oktober under strategi 1. Planlægningen af prøvetagningstidspunkter skal sikre, at resultaterne på tværs af de 20 vandløb kan sammenlignes for nogenlunde samme tidspunkter, og dermed under nogenlunde ens klimatiske forhold.

Strategi III: Der udtages 2 vandprøver, som stikprøver, i perioden med den mindste vandføring i vandløb (baseflow). De to vandprøver udtages med en prøve i august og en prøve i september under stabile eller faldende afstrømningsforhold. Prøverne udtages omkring den 15. i måneden med henblik på sammenlignelighed klimatisk mellem prøver udtaget i de forskellige vandløb.

Strategi IV: Der udtages 4 vandprøver som "intelligente" stikprøver, dvs. prøver udtaget ud fra en indhentet viden om nedbørs- og afstrømningsforholdene i det pågældende vandløb. Prøverne udtages i perioder med megen nedbør (> 10 mm dagsregn), og/eller hvor der kan registreres en stigning i vandstanden og vandføringen ved hydrometristationen i det pågældende vandløb. En vandprøve udtages efter forårets sprøjtesæson i maj eller juni. Den anden vandprøve udtages efter efterårets sprøjtesæson i oktober. Den tredje vandprøve udtages i månederne november/december. Den fjerde vandprøve udtages i månederne februar/marts og hvis muligt i perioder med snesmeltning og overfladisk afstrømning fra marker. Det tilstræbes at udtage vandprøverne ved den første større afstrømningshændelse i/efter de to sprøjtesæsoner.

Hvis der ikke falder regn eller registreres større stigninger i vandføringen i vandløbet i månederne maj og juni udtages vandprøven i forbindelse med eventuelle nedbørs- og afstrømningshændelser i juli, august eller september. Hvis disse ikke forekommer overføres vandprøven til efterårets program, dvs. til oktober prøvetagningen. I dette tilfælde udtages således 2 vandprøver som 'intelligente' stikprøver i oktober. Hvis der ikke falder regn eller registreres stigninger i vand-

stand og dermed i vandføringen i vandløbet i oktober udtages de opsparede vandprøver i november, derefter i december, januar osv.

Til fastlæggelse af prøvetagningsdage med "intelligente" stikprøver kan DMI's landsdækkende 5 døgn prognoser for nedbørsmængden benyttes. I normale år, beregnet ud fra perioden 1961-90, vil 10 mm dagsnedbør i gennemsnit forekomme som vist i tabel 2. Sammen med oplysninger om de forventede nedbørsmængder vil muligheden for en løbende kontrol af udviklingen i vandstandsforholdene på hydrometristationen i det pågældende vandløb kunne optimere fastlæggelsen af prøvetagningsdagen. Det skal så vidt muligt tilstræbes, at vandprøver udtages omkring tidspunktet for maksimal vandføring i vandløbet, dvs. i denne type vandløb ofte indenfor et tidsrum af 2-4 timer.

I tabel 4 er den fastlagte prøvetagningsstrategi og -frekvens vist for de 5 LOOP vandløb (niveau 3 og 4).

Tabel 4: Prøvetagningsstrategi og -frekvens (antal vandprøver pr. måned) for de 5 LOOP vandløb (niveau 3 og 4) med overvågning af pesticider.

	J	F	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D
Prøvetagningsstrategi I	1	-	-	1	-	-	1	-	-	1	-	-
Prøvetagningsstrategi II	-	-	-	-	2	2	-	-	-	1	1	-
Prøvetagningsstrategi III	-	-	-	-	-	-	-	1	1	-	-	-
Prøvetagningsstrategi IV	-	(1) ¹	(1) ¹	-	(1) ²	(1) ²	-	-	-	(1) ³	(1) ⁴	(1) ⁴

¹): En "intelligent" stikprøve udtages i en af de to måneder

²): En "intelligent" stikprøve udtages i en af de to måneder

³): En "intelligent" stikprøve udtages i løbet af måneden

⁴): En "intelligent" stikprøve udtages i en af de to måneder.

Overvågning i dræn

I fire dræn indenfor to af LOOP-oplandene (niveau 3 og 4) skal der udtages 8 årlige vandprøver, som analyseres for en række pesticider. Vandprøverne udtages med henblik på at registrere den maksimale forekomst af forskellige pesticider i dræn og så vidt muligt de maksimalt forekommende koncentrationsniveauer af de enkelte stoffer. Da de fleste dræn i normale klimatiske år løber tørre i løbet af maj måned kan prøvetagningsstrategien i dræn ikke følge den anvendte i vandløb. Der skal i stedet fokuseres på de perioder hvor dræn igen begynder at være vandførende i starten af efteråret og nedbørshændelser.

Strategi II: Der udtages 3 vandprøver som stikprøver på forud aftalte tidspunkter af året. Vandprøver udtages når dræne igen bliver vandførende i løbet af efteråret. Vandprøver udtages med en prøve i hver af månederne oktober, november og december. Vandprøver udtages så vidt muligt lige omkring den 15. i hver af de måneder, hvor der skal udtages prøver. Vandprøverne skal så vidt muligt udtages på samme tidspunkter, som i de vandløb hvortil drænvand strømmer. Herved vil forekomsten og koncentrationsniveauet af pesticider i dræn kunne sammenlignes med samtidige prøver udtaget i vandløb. Hvis dræne ikke er vandførende i oktober måned udsky-

des prøvetagningsstrategi I til start i november og de følgende prøver udskydes tilsvarende en måned.

Strategi IV: Der udtages 5 vandprøver som "intelligente" stikprøver. Prøverne udtages i perioder med megen nedbør (> 10 mm dagsregn) og hvor der kan registreres en stigning i vandføringen i de pågældende dræn ud fra stigninger i vandstanden. Der udtages en vandprøve i månederne januar, februar/marts, oktober, november og december. I de måneder hvor der er et tidsligt sammenfald mellem drænprogram og vandløbsprogram skal vandprøver så vidt muligt udtages på samme dag. Det drejer sig om månederne februar/marts, oktober og en af vandprøverne i november eller december.

Hvis der ikke falder regn og kan registreres stigninger i vandføringen i dræne i de udvalgte måneder overføres vandprøven til den næste måned og her udtages således 2 vandprøver som "intelligente" stikprøver. Hvis der heller ikke falder den krævede mængde nedbør og registreres stigninger i vandføringen i drænet i denne periode overføres de 2 vandprøver til næste måned, hvor der så udtages 3 vandprøver osv. Hvis der ikke falder nedbør og registreres stigninger i vandføringen i drænet i februar/marts overføres prøven til første efterårsmåned, hvor dræne igen fører vand og prøven(erne) udtages i denne måned eller den følgende.

I tabel 5 er den fastlagte prøvetagningsstrategi og -frekvens vist for dræne.

Tabel 5 Prøvetagningsstrategi og -frekvens (antal vandprøver pr. måned) for de 4 dræn i LOOP-oplandene med overvågning af pesticider.

	J	F	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D
Prøvetagningsstrategi II	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	1	1
Prøvetagningsstrategi IV	1 ¹	1 ²	1 ²	-	-	-	-	-	-	1 ³	1 ⁴	1 ⁵

¹): En "intelligent" stikprøve udtages i løbet af måneden

²): En "intelligent" stikprøve udtages i løbet af de to måneder

³): En "intelligent" stikprøve udtages i løbet af måneden

⁴): En "intelligent" stikprøve udtages i løbet af måneden

⁵): En "intelligent" stikprøve udtages i løbet af måneden

Overvågning i 5 store vandløb

I de fem store vandløb skal der udtages 12 årlige vandprøver, som analyseres for en lang række miljøfremmede stoffer (se Miljøstyrelsens Stofliste). Vandprøverne udtages med henblik på at registrere basisforekomsten af de forskellige stoffer igennem året.

For tungmetaller forventes der på sigt gennemført en tidsækvidistant og puljet prøvetagning ved brug af automatisk prøvetager, med henblik på bedst muligt, at kvantificere den totale mængde af tungmetaller, som transporteres i vandløbet. Denne metode kan dog ikke iværksættes på nuværende tidspunkt, idet det kræver en nærmere aftenstning af problemer omkring konservering, opbevaring mv., som forventes gennemført i løbet af de første 1-2 år af programmet.

Strategi I: Der udtages 12 vandprøver som stikprøver med en prøve i hver måned. Vandprøver udtages så vidt muligt lige omkring den 15.

i hver måned. Dette skal sikre, at resultaterne på tværs af de 5 vandløb kan sammenlignes for nogenlunde samme tidspunkter, og dermed under nogenlunde ens klimatiske forhold. De udtagne vandprøver benyttes til analyser af alle stofgrupper (se Miljøstyrelsens Stofliste). I 1998/99 skal der også udtages stikprøver til analyse for tungmetaller og der gennemføres både en analyse for indholdet af opløste tungmetaller og partikelbundne tungmetaller. På en separat vandprøve måles tillige indholdet af suspenderet stof idet mængden af frafiltreret tørstof bestemmes. For kviksølv udtages en separat stikprøve, hvori det totale kviksølv indhold bestemmes.

I tabel 6 er den fastlagte prøvetagningsstrategi og -frekvens vist.

Tabel 6 Prøvetagningsstrategi og frekvens for de 5 store vandløb med overvågning af tungmetaller, pesticider og andre miljøfremmede stoffer.

	J	F	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D
Prøvetagningsstrategi I	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Overvågning i 8 søer

I 2001 og 2003 skal der udtages 6 vandprøver i 8 søer, som analyseres for en række miljøfremmede stoffer (se Miljøstyrelsens Stofliste). Vandprøverne udtages med henblik på at registrere basisforekomsten af de forskellige stoffer i søvandet i sommerperioden.

De 6 prøver udtages med to i juni, to i juli, en i august og en i september. Prøvetagningstidspunktet bør følge prøvetagningen, der finder sted til de øvrige vandkemiske analyser i de pågældende søer.

I tabel 7 er den fastlagte prøvetagningsstrategi og -frekvens vist for overvågningen i søer.

Tabel 7 Prøvetagningsstrategi og -frekvens for de 8 søer med overvågning af tungmetaller, pesticider og andre miljøfremmede stoffer i vand.

	J	F	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D
Vandprøver	-	-	-	-	-	2	2	1	1	-	-	-

5 Procedurer for udtagning af prøver i vandløb, dræn og søer

5.1 Prøvetagningsvolumen

Overvågningsprogrammet omfatter mange forskellige stofgrupper, som stiller forskellige krav til analysemetoder. Det er derfor nødvendigt at indsamle separate vandprøver (dvs. i separate flasker) til hver analysemetode (stofgruppe i analytisk henseende). De enkelte stoffer tilhører forskellige stofgrupper i analytisk sammenhæng. Vejledende krav til prøvetagningsvolumen af vand for de enkelte stofgrupper er i givet i tabel 8.

Tabel 8 Det anbefalede nødvendige prøvetagningsvolumen af vand til de enkelte stofgrupper (analytisk). I alle tilfælde skal det valgte analyselaboratorium spørges om de anbefalede vandmængder er tilstrækkelige eller eventuelt kan reduceres.

Stofgruppe (analytisk)	Betegnelse	Prøvetagningsvolumen
Gruppe 0	Suspenderet stof og glødetab	1 liter i polyethylen/teflon flaske
Gruppe 1	Tungmetaller minus kviksølv	2 liter i polyethylen/teflon flaske
Gruppe 2	Kviksølv	1 liter i glasflaske
Gruppe 3	Chlorerede pesticider; Halogenerede aromatiske kulbrinter (PAH) og Chlorphenyler (PCB)	5 liter i glasflaske
Gruppe 4	Delmængde af pesticider	1 liter i glasflaske
Gruppe 5	Delmængde af pesticider	1 liter i glasflaske
Gruppe 6	Delmængde af pesticider	1 liter i glasflaske
Gruppe 7	Delmængde af pesticider	1 liter i glasflaske
Gruppe 8	Delmængde af pesticider	1 liter i glasflaske
Gruppe 9	Delmængde af pesticider	1 liter i glasflaske
Gruppe 10	Delmængde af pesticider	1 liter i glasflaske
Gruppe 11	Alkylphenolforbindelser, Polyaromatiske kulbrinter og Blødgørere	2 liter i glasflaske ¹
Gruppe 12	Ætere og halogenerede alifatiske kulbrinter	2 liter i glasflaske
Gruppe 13	Chlorphenoler (pentachlorphenol), Anioniske detergenter	2 liter i glasflaske
Gruppe 14	Organotin	2 liter i glasflaske
Gruppe 15	Dioxiner og Furaner	3 liter i 5 liters glasflaske ²

1): Vand til denne analyse udtages i brune glasflasker. Alle andre glasflasker er almindelige pyrex glasflasker. Der anvendes red cap låg med teflonindlæg til alle glasflasker.

2): Der anvendes 5 liters glasflaske da prøven skal nedfryses.

I hvert enkelt tilfælde skal det valgte analyselaboratorium spørges om det faktiske behov for vandvolumen til analyse af de enkelte grupper af stoffer. Med de i tabel 8 anbefalede krav til vandvolumen skal der for at dække alle pesticider, der skal analyseres for, udtages 8 stikprøver i otte forskellige glasflasker.

De otte prøver skal ifølge tabel 8 bestå af syv 1 liters prøver og en 5 liters prøve. Ved de målestationer hvor der skal analyseres for tungmetaller skal der hertil udtages tre separate vandprøver: To 1 liters prøver i polyethylen/teflon flasker, samt en 1 liters prøve i glasflasker.

5.2 Udtag af vandprøver ved stikprøvetagning

Udstyr

Stikprøvetagning af vand fra vandløb, dræn og søer udtages ved anvendelse af pyrex glasflasker med rød cap låg med teflonindlæg. Stikprøvetagning af vand til analyse af tungmetaller minus kviksølv skal dog udtages i forkonditionerede, polyethylen flasker. Vandprøve til analyse for suspenderet stof og glødetab udtages også i polyethylenflasker. Alt prøvetagningsudstyr, der kommer i forbindelse med vandprøverne (flasker, låg, filtreringsudstyr, mv.) skal rengøres omhyggeligt for at undgå kontaminering af prøverne (se kapitel 6). Prøvetagningsflasker etc. skal leveres rensede af det laboratorium, der skal udføre analysen.

Hvordan og hvor udtages vandprøver?

Vandløbsprøver

Vandprøver i vandløb udtages manuelt i en eller som oftest i flere separate glasflasker (se afsnit ovenfor). Vandprøver udtages ved forsigtigt, dvs. uden at opmudre voldsomt fra vandløbsbunden, at vade ud i vandløbet lige nedstrøms for det valgte prøvetagningssted. Prøvetagningsstedet skal være i et frit strømmende profil så vidt muligt uden vandplanter og med tilstrækkelig vanddybde til at undgå kontaminering af vandprøven med bundsediment.

Før prøvetagning skylles flasken tre gange med vandløbsvand udtaget umiddelbart under vandoverfladen ved prøvetagningsstedet. Brug ca. 10-20% af flaskevolumen ved hver skylning. Hvis der er anvendt konservering i de medbragte flasker skal disse selvfølgelig ikke forskylles i vandløbsvand før den egentlige prøvetagning.

For at undgå kontaminering af vandprøver skal man ikke sætte hånden for flaskemundingen under skylning, men blot omryste flasken med det udtagne vandvolumen. Efter skylning af flasken hældes skyllevand ud i nedstrøms retning for prøvetagningsstedet. Selve vandprøven til analyse for miljøfremmede stoffer udtages ved at dyppe flasken med løst påsat låg ned under vandoverfladen med munden i opstrøms retning. Låget fjernes og efter fyldning af flasken tages den op og låget påskrues omhyggeligt.

Ved udtag af vandprøver i flere flasker udtages prøver samme sted og indenfor så kort et tidsrum som praktisk muligt.

Enkelte af stofgrupperne i tabel 8 kræver en særlig prøvetagning og håndtering:

Prøvetagning for gruppe 12 stofferne i tabel 8 skal ske ved at flasken fyldes langsomt for at undgå luftbobler og flasken skal fyldes til overløb (dvs. uden at der står luft mellem vand og låg). Langsom fyldning kan ske ved at fastholde låget over den nedsænkede flaske så vandløbsvand langsomt siver ind i flasken under prøvetagning.

For prøver til tungmetalbestemmelse (minus kviksølv) skal der snarest muligt efter prøvetagningen, og indenfor samme arbejdsdag, gennemføres en filtrering af prøven gennem 0,45 µm polycarbonat membranfilter. Den filtrerede vandmængde bestemmes ved vejning. Filtret med suspenderet stof placeres med plastpincet i en oplukningsflaske. Filterholderen skylles indvendigt med 10 ml Milli-Q vand, der herefter hældes over i oplukningsflasken sammen med 2 ml koncentreret salpetersyre (suprapur). Oplukningen af filteret foretages i henhold til DS 259:1982, men med reduceret syremængde, som anført. Mængden af suspenderet tørstof bestemmes separat med anvendelse af samme filterstørrelse.

Vandprøven, den filtrerede prøve, samt filterresten skal opbevares så kontaminering af låg og beholder undgås under transport og håndtering. Der anvendes mest hensigtsmæssigt dobbeltlag plastposer, hvor det yderste lag fjernes ved ankomsten til laboratoriet.

Det må tilses, at der ikke sker forurening af låg og yderside af flasker. Håndteringen af flasken skal derfor foregå med plasthandsker, så der undgås kontaminering fra håndfladen. Plastposer og engangs plasthandsker leveres sammen med flaskerne fra laboratoriet.

Hvis det valgte laboratorie skal nedfryse vandprøver skal der tages hensyn til dette ved prøvetagningen. Vandprøver skal i disse tilfælde udtages i en flaske med op mod det dobbelte volumen af det påkrævede for analysen (se afsnit 6.2).

Ved prøvetagning må der ikke anvendes gummihandsker mv. idet disse for enkelte af de miljøfremmede stoffer kan medvirke til at kontaminere vandprøverne. I tvivlstilfælde spørges det valgte laboratorie omkring muligheder for anvendelse af handsker i forbindelse med prøvetagning.

Personer der udtager prøverne må ikke have anvendt miljøfremmede stoffer i andre sammenhænge før prøvetagning, som f.eks. sprøjtning med pesticider.

Drænvandsprøver

Vandprøver i dræn udtages manuelt i en, eller normalt i flere glasflasker. Vandprøver udtages normalt direkte fra drænet i drænbrønden ved at holde flasken under den frie vandstråle. Hvis dette er umuligt på grund af stuvning mv. udtages vandprøven enten i det frie over-

løb fra overfaldet eller fra vandmagasinet i brønden. Udtag af prøver fra vandmagasinet må kun foretages i nødstilfælde når opholdstiden er meget kort, dvs. ved stor drænafstrømning (typisk stuvningssituationer hvor det frie drænudløb er under vand). Før udtag af vandprøve skal flasken skylles i drænvand udtaget samme sted, som vandprøven til analyse udtages.

Ved udtag af vand i flere glasflasker gennemføres prøvetagningen indenfor så kort et tidsrum som muligt. Ellers skal de samme forhold som angivet ovenfor for udtag af prøver fra vandløb følges hvad angår mulig kontaminering af prøver mv.

Søvandsprøver

Vandprøver i søer udtages manuelt i en, eller normalt i flere glasflasker. Vandprøver udtages ved midtstationen i den pågældende sø (normale næringsstofstation) og udtages lige under vandoverfladen.

De samme procedurer og hensyn under prøvetagningen, som angivet under prøvetagning i vandløb ovenfor følges.

6 Rengøring, konservering, opbevaring, mærkning og fremsendelse af vandprøver til analyse

Alle glasflasker og polyethelenflasker, der anvendes til udtag af vandprøver til analyse af miljøfremmede stoffer, skal rengøres meget omhyggeligt for at undgå kontaminering af prøverne. Desuden skal vandprøver til analyse for visse af stofgrupperne konserveres, hvis de ikke umiddelbart, dvs. indenfor et døgn, kan bringes til et analyselaboratorium. Ved automatisk prøvetagning skal der ske en forkonservering i glasflaskerne.

6.1 Rengøring af prøvetagningsudstyr

Laboratorierne har ansvar for levering af specialrensede prøvetagningsflasker, således at det sikres, at der ikke sker kontaminering af prøven fra prøvetagningsflasken.

Nedenstående procedurer skal derfor kun ses som eksempler på mulige rensemetoder.

Vandprøver

Rengøringsmetode 1 - analyse af organiske komponenter i vandprøver

Glasflasker lægges i blød i RBS-opløsning i mindst 12 timer. Glassene skylles derefter med 3 x hanevand og dernæst med 3 x milliporevand. Herefter tørres glassene i tørreovn ved 105 °C i 2 timer. Derefter udglødes glassene ved 450 °C i 6 timer. Glasvarer der har indeholdt høje koncentrationer af miljøfremmede stoffer ($> 1 \text{ mg l}^{-1}$), bør ikke senere anvendes til prøver med lavt indhold af miljøfremmede stoffer. Det valgte analyselaboratorium skal have rutiner herfor.

Rengøringsmetode 2 - tungmetal analyse

Der anvendes nye plastflasker, som lægges i fortyndet salpetersyre (1 del salpetersyre og 3 dele vand) i minimum 1 døgn. Herefter skylles flaskerne grundigt med Milli-Q vand eller tilsvarende og fyldes til sidst med Milli-Q vand. Flaskerne henstår fyldte med vand i minimum 1 døgn og indtil anvendelse, hvorefter de tømmeres og pakkes i plastposer. Laboratoriet skal dokumentere, at den anvendte rengøringsprocedure er tilstrækkelig for anvendelse i forbindelse med prøvetagning af ferskvand.

Glasflasker til bestemmelse af kviksølv lægges i blød i RBS-opløsning i mindst 12 timer. Glassene skylles derefter 6 x med milliporevand. Dernæst lægges glassene i blød i 6% salpetersyre i 24 timer, hvorefter glassene igen skylles med 6 x milliporevand og tørres i støvfrit rum. Alle flasker til tungmetalanalyser skal være forconditionerede for at minimere ionbytning mellem flaske og metallerne i vandprøven.

Metode 3 - dioxin analyse

Til dioxinanalyse skal der anvendes nye ovnbehandlede glasflasker.

Metode 4 - analyse af blødgørere

Til analyse af blødgørere skal der anvendes nye ovnbehandlede glasflasker.

6.2 Konservering af prøver

Vandprøver udtaget som stikprøver

Prøver der ikke kan blive analyseret indenfor 24 timer skal normalt konserveres. Muligheden for konservering af vandprøver afhænger af hvilke komponenter, der skal analyseres for. Vandprøver til analyse af tungmetaller skal konserveres hurtigst muligt efter prøvetagningen. Konservering af vandprøver skal ske efter foreskreven filtrering. Konservering aftales i øvrigt med analyselaboratoriet. Hvis vandprøver konserveres ved frysning må flaskerne kun fyldes ca. halvt op. Prøverne skal indfrysnes liggende og vendes hyppigt under indfrysning for at undgå sprængning af flasken.

6.3 Opbevaring af prøver

Vandprøver udtaget som stikprøver

Ved transport af vandprøver fra prøvetagningsted til laboratoriet skal vandprøver opbevares på køl. Brug max-min termometer til kontrol af temperaturforhold. Alle vandprøver skal afleveres så hurtigt som muligt til laboratoriet (inden et døgn), for derefter at blive konserveret. Hvis dette ikke er muligt følges retningslinier vedrørende konservering af vandprøver efter prøveudtagning, som dette er aftalt med det pågældende analyselaboratorium for den enkelte stofgruppe.

Vandprøver udtaget med automatisk prøvetager

Vandprøver skal opbevares på køl i prøvetageren og skal for de fleste stofgrupper konserveres ved tilsætning af konserveringsmiddel i prøveflaskerne forud for deres opsætning i prøvetageren. Konserveringsmetode for de enkelte stofgrupper aftales med det pågældende analyselaboratorium.

7 Kvalitetssikring

Generelt

En kvalitetssikring af undersøgelser af miljøfremmede stoffer (uorganiske samt organiske stoffer) i ferskvand og heraf relaterede matrixer skal sikre, at de indsamlede data opfylder de kvalitetskrav, der er opstillet til målingen. Således omfatter kvalitetssikringen samtlige de processer, der indgår i målingen:

- planlægning
- prøvetagning
- prøvehåndtering
- transport og opbevaring
- prøveforberedelse og analyse
- datahåndtering
- rapportering

Det er nødvendigt, at samtlige delprocesser er kvalitetssikrede. Dette skal ske blandt andet ved at en række standardoplysninger registreres i felten og på laboratoriet. De nedenstående oplysninger skal opfattes som de minimale krav til oplysninger, der skal indlægges i databaser sammen med de kvalitetssikrede analyseresultater. Oplysningerne skal ligeledes indberettes til fagdatacentre ved udveksling af data.

7.1 Dokumentation af feltprøvetagning af vandprøver

Ved dokumentation af ovenstående skal der ved hver prøvetagning (enkeltflaske) registreres et antal oplysninger, som er nødvendige og værdifulde i en senere bearbejdning og analyse af resultaterne. Dokumentationen omfatter altså den enkelte prøve, der er udtaget, og oplysningerne skal følge den enkelte stofanalyse. Ofte vil flere prøver skulle udtages i separate glasflasker til analyse af de enkelte stofgrupper. For hver af disse enkeltprøver skal der således ske en registrering.

Som minimum registreres nedenstående oplysninger. Registreringen skal ske i felten af personen der udtager prøverne.

- Vandløbsnavn
- Stationsnavn
- Stationsnummer
- Rekvirent af prøve (amt)
- Dato og tidspunkt for prøvetagning
- Eventuel slutdato og tid for prøvetagning (ved automatisk prøvetagning)
- Prøvetype (kodeliste)
- Prøvetagningsudstyr (kodeliste)
- Flasketype (kodeliste)

- Konservering i felt (kodeliste)
- Prøvetagningsinterval (ved anvendelse af automatisk prøvetager)
- Flowkonstant (ved flowproportional prøvetagning)
- Antal udtagne stikprøver som den puljede prøve består af (ved anvendelse af automatisk prøvetager)
- Vandtemperatur ved prøvetagning
- Bemærkninger om opbevaringstemperatur i transport
- Bemærkninger om feltprøvetagning

Det er vigtigt, at alle udtagne vandprøver umiddelbart efter udtag lægges på køl i køletaske eller lignende, og at der holdes en temperatur på < 5 °C under transport indtil aflevering af vandprøver på analyselaboratorie. Hvis dette ikke er tilfældet, skal oplysninger om opbevaringstemperatur indberettes i bemærkninger til feltprøvetagning.

7.2 Kvalitetskrav, kvalitetskontrol og kvalitetssikring af analysemetoder og -resultater

Generelt

Til analyse af kemiske stoffer og forbindelser i ferskvand med videre kan der anvendes forskellige analysemetoder, som vil være afhængig af det enkelte analyselaboratoriums udstyr og metodeudvikling samt af specifikke krav stillet af Miljøstyrelsen. I forbindelse med analysemetodernes kvalitet skal laboratorierne dokumenteres at leve op til de kvalitetskrav, som stilles dels af Miljøstyrelsen og dels af de relevante fagdatacentre. Til indberetning af data vil der blive oprettet STANDAT-koder for alle de stoffer, der skal analyseres med plads til angivelse af kvalitetsparametre (detektionsgrænse, præcision og nøjagtighed). Dokumentationen skal endvidere foreligge på laboratorierne og skal kunne rekvireres af "brugere".

Kvalitetskrav til beregning af detektionsgrænser:

Kravet til analysemetodernes detektionsgrænser er anført i Miljøstyrelsen (1999). Detektionsgrænserne skal beregnes, således som dette hidtil har været praksis. Der henvises for eksempel til bogen: Metodevalidering, VKI /1/.

Analysemetodens præcision:

Laboratoriet skal føre intern kvalitetskontrol med kontrolkort og med brug af et egnet referencemateriale. For de uorganiske stoffer er denne praksis beskrevet i Miljøstyrelsens bekendtgørelse nr. 637 /2/. For de organiske stoffer og forbindelser skal Miljøstyrelsens krav hertil være opfyldt. Ved afrapporteringen anføres præcisionen (angivet som S_r , den totale standardafvigelse).

Analysemetodens nøjagtighed:

Analysemetodens nøjagtighed dokumenteres ved brug af et relevant, certificeret referencemateriale (hvor dette findes). Hvor der ikke fin-

des et certificeret referencemateriale, anvendes der et andet kontrolmateriale med kendt indhold. Ved afrapporteringen anføres metodens nøjagtighed (angivet som % genfinding), hvor dette er påkrævet, samt en angivelse af, hvordan sporbarheden er tilvejebragt.

Miljøstyrelsen anviser, hvilke præstationsprøvninger analyselaboratorierne skal deltage i, og ligeledes, hvilke kvalitetskrav, der skal være opfyldt.

Data rapportering

Specielt med hensyn til rapportering af analyseresultater skal denne omfatte en dokumentation dels af feltmæssige forhold, forhold for prøvetagning, -transport og -opbevaring og dels af den relevante analysekvalitet. For hvert enkelt stof, der rapporteres, skal analyseresultatet, **sammen med de i afsnit 7.1 angivne feltoplysninger**, være ledsaget af følgende oplysninger:

- Navn på analyselaboratorium
- Opbevaringstemperatur på laboratoriet (kodeliste)
- Dato for prøvens modtagelse på analyselaboratorie
- Klokkeslæt for prøvens modtagelse på analyselaboratorium
- Dato for konservering af prøve på analyselaboratorie
- Klokkeslæt for konservering af prøve på analyselaboratorie
- Dato for analyse af prøven på laboratorie

- STANDAT-kode for stof analyseret eller anden kode
- Konserveringsmiddel/-metode i laboratoriet (kodeliste)
- Prøvevolumen til analyse
- Analysemetode (kodeliste)
- Eventuel forbehandling (kodeliste)
- Eventuel filtreringsmetode (kodeliste)
- Oplukningsmetode (kodeliste)
- Fraktion analyseret (kodeliste)
- Resultat af analysen
- Detektionsgrænse
- Præcision (standardafvigelse som S_y)
- Analysemetodens nøjagtighed(genfinding), hvor dette er påkrævet
- Genfindingsmetode (kodeliste)
- Bemærkninger laboratorieanalyse

Se eventuelt mere om kvalitetssikring i Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer mv. Miljø- og Energiministeriets Bekendtgørelse nr. 637 /2/.

Referencer:

/1/: Håndbog i Metodevalidering for Miljølaboratorier, VKI december 1994.

/2/: Miljøstyrelsens bekendtgørelse nr. 637 af 30 juni 1997.

8 Referencer

Dansk Center for Pesticidforskning (1996): Nyhedsbrev Nr. 1, februar 1996.

DMU (1990): Pesticidinterkalibrering, April 1989.

Felding, Gitte & Mogensen, Betty Bhgel (1995): Også pesticider i drænvand og vandløb. Landsbladet Mark - 10/95 - p20-23.

Fyns Amt (1992): Vandmiljøovervågning - Vandløb 1991. Fyns Amt, Natur- og Vandmiljøafdeling.

Fyns Amt (1995): Vandmiljøovervågning. Vandløb 1994, Maj 1995.

Fyns Amt (1996): Vandmiljøovervågning. Vandløb 1995, Maj 1996.

Fyns Amt (1997): Vandmiljøovervågning. Vandløb 1995, Maj 1996.

Helweg, A. (1995): Pesticides in precipitation and surface water. Nordic Council of Ministers - TemaNord 1995:558

Helweg, A. (1992): Pesticides in the aquatic environment. Appearance and effect. Seminar, Tune Landboskole. Landbrugsministeriet, Statens Planteavlsværk - Beretning nr. S2181, 1992.

Jensen, Chr.A., Holm, P. & Nordemann, P. (1992): En giftig sag i Giber Å. Vand & Miljø 5/1992 - p162-166.

Lode, O. og Ludvigsen, G.H. 1997. Jordsmonnovervågning i Norge - JOVÅ. Rapport fra overvågningen av plantevernmidler 1996. Jordforsk og Planteforsk, Norge, 39 s.

Kreuger, J. (1992): Uttransport av bekæmpningsmedel från et mindre avrinningsområde. Meddelande nr. 39. Södra Jordbruksforskningsdistriktet, Sveriges Lantbruksuniversitet.

Larsen, S.E. m.fl. (1995): Vandmiljøplanens Overvågningsprogram, Vandløb og kilder, Faglig rapport fra DMU nr. 140.

Miljøstyrelsen (1994): Bekæmpelsesmiddelstatistik. Orientering fra Miljøstyrelsen, Nr. 1, 37s.

Rasmussen, D. (1995): Surface Water Model for Pesticides - SLOOT.BOX. Danish Environmental Protection Agency - Environmental Project No. 311, 1995.

Spliid, N. H. (1993): Pesticider i vand, Parallelprøvning, september 1992, Faglig rapport fra DMU, nr. 78, 113 s.

Spliid, N.H. og Mogensen, B.B. (1995): Udvasning af pesticider fra landbrugsjord. Bekæmpelsesmiddelforskning fra Miljøstyrelsen nr. 11, 105 s..

Wiberg-Larsen, P., Adamsen, N.B., Knudsen, J. og Larsen, F.G. (1991): Sprøjtegifte truer fynske vandløb. Vand og Miljø, 8, 371-374.

Wiberg-Larsen, P., Pedersen, S.E., Madsen, H.B., Knudsen, J., Larsen, F.G. og Adamsen, N.B. (1994): Renere vandløb på Fyn. Vand og Jord, Vol.1, nr. 1, 10-13.

Danmarks Miljøundersøgelser

Danmarks Miljøundersøgelser - DMU - er en forskningsinstitution i Miljø- og Energiministeriet. DMU's opgaver omfatter forskning, overvågning og faglig rådgivning indenfor natur og miljø.

Henvendelser kan rettes til:

URL: <http://www.dmu.dk>

Danmarks Miljøundersøgelser
Frederiksborgvej 399
Postboks 358
4000 Roskilde
Tlf.: 46 30 12 00
Fax: 46 30 11 14

Direktion og Sekretariat
Forsknings- og Udviklingssektion
Afd. for Atmosfærisk Miljø
Afd. for Havmiljø
Afd. for Mikrobiel Økologi og Bioteknologi
Afd. for Miljøkemi
Afd. for Systemanalyse
Afd. for Arktisk Miljø

Danmarks Miljøundersøgelser
Vejsøvej 25
Postboks 314
8600 Silkeborg
Tlf.: 89 20 14 00
Fax: 89 20 14 14

Overvågningssektionen
Afd. for Sø- og Fjordøkologi
Afd. for Terrestrisk Økologi
Afd. for Vandløbsøkologi

Danmarks Miljøundersøgelser
Grenåvej 12-14, Kalø
8410 Rønde
Tlf.: 89 20 17 00
Fax: 89 20 15 15

Afd. for Landskabsøkologi
Afd. for Kystzoneøkologi

Publikationer:

DMU udgiver faglige rapporter, tekniske anvisninger, temarapporter, samt årsberetninger. Et katalog over DMU's aktuelle forsknings- og udviklingsprojekter er tilgængeligt via World Wide Web. I årsberetningen findes en oversigt over det pågældende års publikationer.