

TEKNISK ANVISNING

Prøvetagning af grundvand

oktober 2012

Titel: Prøvetagning af grundvand				
Dokumenttype: Teknisk anvisning ISBN: 978-87-7871-344-5	TA. nr.: G02	Version: 1.0	Oprettet: 10-10-2012	
Forfattere: Lærke Thorling, GEUS	Gyldig fra 1. 1. 2012			
	Sider: 36			
	Sidst ændret: 10-10-2012			
TA henvisninger	G01, G03, dTA-grundvand			

Indhold

1 Indledning	2
2 Metode	2
2.1 Tid, sted og periode	3
2.2 Udstyr	3
2.3 Procedure	9
2.3.1: Tilsyn med boringer	9
Ved ankomst til alle boringer gennemføres et tilsyn. Resultaternes noteres på pumpekemaet.	9
2.3.2: Prøvetagning GRUMO	9
2.3.3: Prøvetagning LOOP	15
2.3.4 Filtrering	16
Trykfiltrering og filtrering med håndsprøjte	19
2.3.5 Feltanalyser: pH, ledningsevne, ilt, temperatur og redoxpotentiale	22
2.3.6: Aflevering og opbevaring af prøver	26
2.3.7: Prøvetagning til datering	26
2.3.8: Kassation af prøver	26
2.4 Tjekliste	26
2.5 Vedligehold af instrumenter	27
2.6 Særlige forholdsregler - faldgruber	27
3 Databehandling	27
4 Kvalitetssikring	27
4.1 Kvalitetssikring af metode	28
4.2 Kvalitetssikring af data og dataaflevering	28
5 Referencer	30
6 Bilag	32
Liste over tilknyttede Tekniske anvisninger:	32
Bilag 6.1 Eksempel på pumpekema.	33
Bilag 6.2 Udstyr til prøvetagningsbil.	36
Bilag 6.3. Oversigt over regler for prøvehåndtering mv. af hovedbestanddele og sporstoffer.	37

1 Indledning

Formål

Denne tekniske anvisning (TA) har til formål at angive entydige instrukser for prøvetagning og feltanalyser samt indlevering af prøver. Prøverne skal kunne danne grundlag for viden om grundvandets kemiske tilstand. Samtidig tjener anvisningen som dokumentation for de vilkår, hvorunder grundvandsovervågningen foregår.

EU-direktivet om analysekvalitet i forbindelse med overvågning, tilknyttet vandrammedirektivet mv. /EU, 2009/ stiller krav til, at feltanalyser skal udføres med en kendt kvalitet, og at der anvendes et kvalitetsstyringssystem svarende til retningslinjerne i ISO 17025. Retningslinjerne i denne TA sikrer, for at feltanalyserne tilfredsstiller direktivkravene.

Princip

Vandprøverne skal være repræsentative for de grundvandsførende lag, som boringen er filtersat i. Dette stiller krav til at prøvetagningen følger god prøvetagningspraksis, og til boringernes tekniske udformning (se G01-stationsnet). God prøvetagningspraksis skal dels baseres på denne TA, dels på den erfaring, som prøveindsamleren opbygger omkring forholdene i de enkelte overvågningsområder. Optimering af prøvetagningsteknikken vil for det enkelte indtag afhænge af en kombination af tekniske valg og boringens tekniske indretning, herunder mængden af suspenderet stof og afsænkningen under pumpning.

2 Metode

Proceduren for prøvetagning omfatter fire trin
 Planlægningen
 Pakningen af feltbilen, med nødvendigt udstyr.
 Selve prøvetagningen
 Aflevering af prøver.

Før boringen prøvetages første gang med de metoder, der er beskrevet i denne tekniske anvisninger, skal boringen have gennemgået en grundig og langvarig renpumpning ($\neq$ forpumpning) som afslutning på selve boringsetableringen, se G01. Formålet med renpumpningen er at minimere forstyrrelsen af den geokemiske tilstand, som følge af boringsetableringen. Ved etablering af hvert overvågningsindtag skal der indsamles en række oplysninger om indtagets tekniske forhold, der opbevares i JUPITER, og i NST's årlige oversigter over stationstilsyn, se G01. Disse oplysninger indgår som et praktisk styringsredskab ved tilrettelæggelse af prøvetagningen.

2.1 Tid, sted og periode

Prøvetagningen kan finde sted på alle tider af året. Der er i nogle indtag (ikke mindst terrænnære indtag) konstateret betydelige årstidsvariationer i vandkemien. Af hensyn til sammenligneligheden af resultaterne fra år til år skal årlige prøver som udgangspunkt udtages inden for samme kvartal for det enkelte indtag.

Prøver kan udtages under de fleste vejrforhold. I frostvejr skal man være opmærksom på, at vandet ikke fryser til is i pumper, slanger og målegris, samt at elektroder og andet elektronisk udstyr opbevares frostfrit, og kan kalibreres til at måle korrekt ved lave temperaturer.

Hvis terrænet er meget mudret og blødt fx efter længere tids regn, skal man være opmærksom på, at der ikke laves stor erstatningsgivende markskade ved kørsel uden for fast vej, samt risikoen for at køre fast og være afhængig af hjælp til at blive trukket fri. Det kan ofte være en fordel at udsætte prøvetagningen til en periode med længerevarende frost, eller tørvej, hvilket forbedrer bæreevnen af jorden for tunge køretøjer.

Ved prøvetagning i stærk blæst med risiko for jordfygning skal håndtering af prøveflasker, filtre mv. foregå i læ, f. eks. inde i feltbilen, for at undgå forurening af prøverne. På samme måde skal man i tilfælde af skybrud være opmærksom på ikke at få regnvand i prøverne.

2.2 Udstyr

Prøvetagning af grundvand er udstyrstungt, idet grundvandet kun kan prøvetages gennem etablering af borer, hvorfra vandet pumpes op med pumper, der anvender elektricitet eller et andet drivmiddel (fx luft) for at løfte vandet. Etablering af selve borerne er behandlet i TA: G01-Stationsnet.

Prøvetagning af grundvand forudsætter anvendelse af forskellige typer af udstyr, som uddybet nedenfor:

Feltkøretøj (værkstedsbil, se bilag 6.2)

Generatorer til produktion af strøm

Trykluftbeholdere eller mulighed for at lave trykluft

Pumper

Slanger og slangevogne

Manuelle pejlere

Feltanalyseudstyr

Filtreringsudstyr

Gummihandsker

Propper

Låse

Fittings og koblinger

Værktøjskasse med fittings mv. til boringsvedligehold

...

Alle disse typer af udstyr skal være klargjort til hver prøvetagning og skal vedligeholdes løbende.

Feltkøretøj (Værkstedsbiler)

Da grundvandsovervågningen er meget udstyrstung, er forudsætningen for en effektiv tilrettelæggelse af arbejdet, at der anvendes specialindrettede feltkøretøjer, til transport af drivmidler, slanger, filtreringsudstyr, kasser m gummihandsker, udstyr til feltanalyser. De indsamlede prøver skal opbevares koldt, og feltbilen skal rumme enten køleskab eller mulighed for sikker transport af kølekasser. Ved indretning af feltbilen skal det sikres, at risikoen for kontaminering af prøvetagningsudstyr og de indsamlede prøver minimeres. Således skal benzin til generatorer mv. holdes godt adskilt fra slanger og flasker. Der skal ligeledes være mulighed for en løbende renholdelse af slanger, filtreringsudstyr og måleudstyr.

Et simpelt campingbord kan med fordel indgå i feltbilens udrustning, således at prøveflaskerne kan placeres på et bord under prøvetagningen, og ikke mudres til i dårligt føre, med risiko for forurening af prøven ved håndteringen i såvel felten som efterfølgende på laboratoriet. Dette er særligt relevant, hvis der skal udtages mange (>4) delprøver.

Indretningen af feltbiler ligger uden for denne tekniske anvisnings genstandsområde.

Generatorer og Drivmidler

Behovet for at kunne producere strøm (evt. kraft) i felten afhænger af den valgte pumpe, der igen afhænger af boringens tekniske indretning, herunder løftehøjden og forerørets diameter. Der kan anvendes såvel mobile generatorer som en generator indbygget i bilen. Valget af generator afhænger af behovet for energi, idet store løftehøjder eller et behov for store ydelser stiller krav om store energimængder.

Ved valg af generator skal arbejdsmiljøet i felten indtænkes, idet der kan blive tale om mange tunge løft, der kan reduceres, hvis man vælger en lettere model eller en generator indbygget i prøvetagningsbilen.

Under alle omstændigheder skal bil eller generator anbringes, så vinden bærer væk fra boringen under prøvetagningen, da udstødningsgasser kan kontaminere prøverne bl.a. med organiske mikroforureninger.

Genopladelige batterier som energikilde anvendes bl.a. i peristaltiske pumper. Her skal man sikre sig, at såvel batterier som reservebatteri er fuldt opladet, før man tager i felten.

Behovet for drivmidler i form af trykluft fra en kompressor eller en trykflasker med kvælstof, er ligeledes knyttet til valget af pumper. Det er meget vigtigt at al drivgas, der kan komme i direkte kontakt med vandprøverne

under prøvetagningen har en høj grad af renhed, dvs. mindst er kvælstof 4.6. Dette indebærer, at der er højst 5 ppm ilt. Ringere kvaliteter af kvælstof indeholder ganske store mængder ilt, der kan ændre prøvens kemiske sammensætning under prøvetagningen. Der kan også være en risiko for klogning med udfældede jernoxider i prøvetagningskammeret mellem prøvetagningerne, hvis der står iltholdig luft sammen med reduceret vand.

Pumper

Pumpevalget vil blive beskrevet i Teknisk anvisning for etablering af overvågningsstationer, G01, når den foreligger.

Valget af pumpe sker som udgangspunkt i forbindelse med boringens etablering, men tekniske forhold og den teknologiske udvikling kan give anledning til, at der skal skiftes pumpe efter etableringen, hvis det i det konkrete indtag kan medføre en mere effektiv prøvetagning. Der skal således ske en afvejning af de økonomiske omkostninger ved at skifte pumpe og den sparede arbejdstid, samt en vurdering af om prøvens kvalitet ændres. Fx kan en pumpe med en mindre ydelse reducere indholdet af suspenderet stof og mindske en problematisk sænkning. Dette kan i meget urene borer give en bedre prøve kvalitet samtidig med, at den øgede forpumpningstid i nogle tilfælde tjenes ind ved reducerede filtreringsomkostninger (tid og materialer).

Der anvendes som udgangspunkt fast installerede pumper i alle indtag. Dette sikrer en effektiv prøvetagningsprocedure, og samtidig forhindres problemer med krydskontaminering af prøverne, idet forurenede vand ikke overføres fra en boring til en anden.

Ikke alle pumper er lige egnede til alle parametertyper. Således kan en sugepumpe anvendes til "ikke flygtige stoffer", lige som den er uegnet til et stort antal parametre, idet prøvens indhold af opløste gasser ændres, og dermed ændres pH og iltindhold. Derudover er der en risiko for tab af flygtige stoffer. Sugepumpen kan evt. anvendes til forpumpning, hvorefter selve prøven udtages med en anden pumpe.

Der skal som udgangspunkt anvendes flg. pumper til prøvetagning:

Dykpumper, med centrifugal princip og frekvensjustering

Montejuspumper

AP1-pumpe ("blærepumpe")

Whalepumper

Peristaltiske pumper

Rengøring af pumpe

Hvis der undtagelsesvis anvendes en mobil pumpe, skal denne rengøres omhyggeligt inden den flyttes til et andet indtag. Pumpen skal gennemskylles med grundvand, hvor der ikke er fundet indhold af organiske stoffer med koncentrationer over grænseværdien for drikkevand. Pumpen må ikke tidligere være anvendt i en boring, der anvendes til overvågning eller kort-

lægning af forurennet jord eller depoter. I meget lavtydende boringer (med ydelser under ca. 1 l/min) skal mobile pumper som udgangspunkt undgås. I forbindelse med undersøgelser, eller kortere varende overvågningsforløb kan det dog være mest praktisk med mobile pumper.

En mobil pumpe gennemskylles før prøvetagning på en af nedenstående måder. Valget af rengøringsmetode afhænger af pumpen og boringens ydelse.

Pumpen kører mindst ½ time, ydelser > 2 l/min,

Der pumpes mindst 100 l igennem slangerne,

I meget lavtydende boringer (med ydelser under 2 l/min), gennemskylles slangerne med mindst 10 gange det samlede slangevolumen.

Eksempel på beregning:

L=50 m slange af d=4 cm indvendig diameter:

$V = L \cdot \pi (d/2)^2 \approx 63$ liter.

100 m slange med indvendig diameter 2 cm

$V = L \cdot \pi (d/2)^2 \approx 31$ liter.

10 m slange indvendig diameter 1 cm

$V = L \cdot \pi (d/2)^2 \approx 0,7$ liter.

NB: Denne gennemskylning sikrer mod krydskontamineringer fra letopløselige stoffer i koncentrationer under drikkevandskriterierne, men beskytter ikke mod risiko for krydskontaminering, hvis pumpen og slangerne har været anvendt i en stærkt forurennet boring.

Slanger og slangevogne

Ved valget af slanger er det vigtigt at sikre materialer, der ikke smitter af på prøverne eller optager stof. Der er en omfattende erfaringsbaseret litteratur på området (Sørensen, 2009 og AVJ, 2003). Risikoen for afsmitning afhænger dels af materialevalg og dels af vandets flowhastighed gennem slangen. Ved lavtydende boringer er der således behov for mere diffusions-tætte slanger for at undgå, at der optages ilt eller tabes CO₂ fra omgivelserne, hvorved prøvens kemiske sammensætning ændres før prøven udtages.

Der skal anvendes pumpeslanger af sort eller ufarvet PEH og PEL, samt til selve prøveudtagningen korte slangestudse af teflon, der sættes i forlængelse af afgangsslangen fra pumpen og har den direkte kontakt med flaskerne.

Slangevogne anvendes i forbindelse med mobile pumper, og anvendes for at undgå, at slangerne berører jorden under prøvetagningen, samt at sikre en praktisk og effektiv gennemførelse af arbejdet.

Generelt skal slangerne holdes rene, og enhver form for krydskontaminering mellem borerne skal undgås, ved at udvise omhu og renlighed i forbindelse med prøvetagningen. Hvis der alligevel kommer jord udvendigt på slangerne, skal de skylles i vand af drikkevandskvalitet.

Slangestudse af teflon vaskes i demineraliseret vand og syreskylles mellem hver prøvetagning. Ved syreskylling anvendes en ca. 1M HCl, jf. dansk Standard 2214. Syren skal være af laboratorie-grade renhed. Slangerne må ikke opbevares sammen med flygtige stoffer som benzin mv., da det er erfaret, at slangerne kan optage benzindampe mv., og senere afgive disse til vandprøverne. Dette gælder fx når en benzindunk opbevares sammen med slanger i en feltbil.

Manuelle pejlere

Der anvendes manuelle pejler til enkeltpejlingerne. Pejlingen skal kunne registreres med lys eller lyd. Der måles med en præcision på 1 cm, se i øvrigt G03. Pejlet og pejlebånd skal holdes rent for at undgå krydskontaminering, ved brug i forskellige borer. Jord og almindeligt snavs fjernes med skylling i vand med drikkevandskvalitet. Pejlebånd, der tidligere er anvendt i stærkt forurenede borer, må ikke anvendes til grundvandsovervågning, se G03.

Filtreringsudstyr.

Som hovedregel sker filtreringen online, og pumpetrykket sørger for filtrering. Hertil anvendes en særlig filterholder, der kan sluttes direkte på afgangsslangen fra pumpen, evt. via en overgang.

Der kan være indtag, hvor der fx pr. lav ydelse eller lavt pumpetryk er behov for at filtreringen sker på en delprøve, der underkastes trykfiltrering. Dette kræver brug af drivgas (N₂ kvalitet 4.6 eller renere).

Endelig kan håndbetjente sprøjter med specialdesignede engangsfiltre også anvendes, se figur 4.

Filtreringsproceduren er diskuteret i afsnit 2.3.4.

Feltanalyseudstyr

Feltanalyserne gennemføres i gennemstrømningsbeholdere, der samles i en praktisk håndterbar såkaldt "Gris". Analyserne udføres med elektroder, og der indsamles data for pH, ledningsevne, ilt, temperatur og redoxpotential. En række potentiometre anvendes til at måle de relevante parametre. Elektroderne er som oftest frostfølsomme, og særlig opmærksomhed kræves ved arbejde i meget koldt vejr.

Feltanalyserne er diskuteret i afsnit 2.3.5.

Sikkerhed

Feltarbejdet finder sted under anvendelse af tungt grej (> 20 - 30 kg), elektricitet i et fugtigt miljø, trykflasker, pumpesystemer der påføres høje tryk, mv. Nogle borer er placeret i brønde, som en prøvetageren vil være nødt til at kravle ned i. Det er derfor nødvendigt at forholde sig til sikkerheden i arbejdet for at undgå ulykker, se anvisninger fra Arbejdstilsynet og Naturstyrelsens sikkerhedsregler. En sikker indretning af arbejdspladsen skal gå hånd i hånd med en effektiv arbejdstilrettelæggelse, og skal indtænkes i den samlede planlægning og tilrettelæggelse af feltarbejdet. En gennemgang af sikkerhedsregler mv. ligger uden for denne tekniske anvisnings genstandsområde, se fx AVJ, 2003.

2.3 Procedure

2.3.1: Tilsyn med boringer

Ved ankomst til alle boringer gennemføres et tilsyn. Resultaternes noteres på pumpeskemaet.

Ved tilsyn med en boring, der ikke prøvetages, anvendes et almindeligt pumpeskema eller et særligt tilsynsskema.

- Der slås græs og fjernes krat omkring boringen, i det omfang det er nødvendigt for fremtidig prøvetagning. Omfang af planterydningssarbejdet noteres på pumpeskemaet.
- Det noteres, hvis der er tegn på, at der er sprøjtet umiddelbart nær/på boringen.
- Dernæst undersøges det, om boringen ser ud til at stå uforstyrret og ikke er beskadiget ved påkørsel eller på anden måde er ødelagt. Iagttagelserne noteres på pumpeskemaet. (Påkørsel, fjernelse af plantevækst, låg/prop på alle rør, rustne skruer etc.)
- Boringen låses op, og det kontrolleres om hængelåsen trænger til at smørres eller skal udskiftes. Brug systemnøgler, så alle installationer kan åbnes med samme nøgle.
- Boringens og indtagenes ID kontrolleres på skiltene. Skilte, der mangler eller er itu, skiftes. Skabelon til boringsskilte findes på GEUS Borearkivs hjemmeside.
- Boringen pejles og pejlingen noteres i pumpeskemaet
- Der føres tilsyn med det indvendige i boringsafslutningen, herunder om forerøret er beskadiget, om der kan høres susen i forerøret fra utætheder, og om der er skadedyr i boringsafslutningen (mus, snegle mv.). Tegn på stående vand og opstuvning af vand omkring forerøret noteres.
- Hvis der er fundet behov for reparationer, noteres dette i pumpeskemaet. Oplysningerne overføres til relevante databaser efter hjemkomst.

2.3.2: Prøvetagning GRUMO

Grundvandsprøver udtages i boringer, hvor grundvandet strømmer ind i forerøret fra et filter, eller sjældnere et åbentstående hul i fast kalk eller klippe. I alle tilfælde er udfordringen at få en prøve, der har en kemisk sammensætning, der er repræsentativ for grundvandet i lagene umiddelbart uden for det filtersatte interval. Prøven må ikke være påvirket af selve prøvetagningen eller indeholde vand, der har stået gennem længere tid i forerøret (annulusvand).

Prøvetagningen forberedes hjemmefra, med flaskebestilling og afleveringsaftaler med laboratoriet samt klargøring af grej. Klargøring af feltmåleudstyr (kalibrering mv.) er beskrevet i afsnit 2.3.5.

Under hele prøvetagningen anvendes et pumpeskema, hvor alle relevante iagttagelser og data noteres, se bilag 6.1

Efter ankomst til boringen og boringstilsyn (2.3.1) forløber prøvetagningen over en række faste trin:

- Alle indtag i boringen pejles, og pejlingerne noteres i pumpeskemaet. Hvis flere indtag skal prøvetages, startes med det øverste indtag.
- Den relevante pumpe i det relevante indtag startes efter den fastlagte procedure og ydelse. Tidspunkt, ydelse og pumpetype noteres på pumpeskemaet.
- Boringen forpumpes og sænkningen noteres på pumpeskemaet (se nedenfor)
- Pumpen neddrøses, hvis det er muligt, og den nye ydelse noteres.
- Feltanalyserne udføres og noteres på pumpeskemaet (se nedenfor).
- De planlagte prøver udtages. På pumpeskemaet noteres hvilke delprøver, der er udtaget (se procedure nedenfor).
- Kontroller, at pumpeskemaet er korrekt udfyldt, og at alle relevante oplysninger til laboratoriet er noteret og udfyld derefter rekvisitionen til laboratoriet, se 2.3.6.
- Pumpen standses, sæt propper på alle rør og aflås boringen.

Enkeltpejlinger

Metoden til at pejle grundvandsspejlet og de efterfølgende beregninger er detaljeret behandlet i G03: Pejlinger.

Ved enkeltpejlinger i forbindelse med prøvetagning til GRUMO og LOOP skal man være opmærksom på at pejle alle indtag i den besøgte boring, -hvor det er teknisk muligt- *før* pumpen startes.

Forpumpning

Formålet med forpumpningen er at sikre, at stillestående vand i forerøret (annulusvand) ikke indgår i den indsamlede prøve, således der udtages prøver, der er repræsentative for grundvandet i magasinet.

Samme procedure skal følges hver gang, og der skal derfor udarbejdes en beskrivelse for hvert indtag af den valgte faste procedure, herunder hvor stort et vandvolumen, der skal fjernes før prøvetagning. Beskrivelsen skal medbringes i felten, sammen med tidligere feltskemaer (evt. elektronisk), så man kan finde oplysningerne fra tidligere prøvetagninger.

Alle relevante data fra forpumpningen noteres i pumpeskemaet: pumpetype, ydelse, sænkning, udseende af det oppumpede vand og evt. feltanalyser. Ændringer i disse data i forhold til tidligere besøg ved boringen kan være en indikation på, at boringen er blevet utæt eller, at andre fysiske forhold har ændret sig. I sådanne tilfælde skal årsagen til ændringen klarlægges inden fornyet prøvetagning. Forholdet anføres på bemærkningsfeltet og overføres af laboratoriet til databasen.

Under forpumpningen skal ydelsen måles, så den oppumpede mængde vand kan beregnes. Dette gøres ved at fylde en 10 l spand og med et ur måle antal sekunder. Der er ikke behov for bedre nøjagtighed. I lavtydende borerer måles ydelsen i et 1 l målebæger.

Forpumpning skal ske med en større ydelse end under prøvetagningen, idet ydelsen nedsættes lige før prøverne udtages, med mindre det ikke er teknisk muligt (som ved montejustpumper). Forskellen på ydelserne vil afhænge af sænkningen i boringen. Ved at sænke ydelsen opnår man, at vandspejlet stiger i forerøret og dermed evt. resterende annullusvand stiger op over pumpens indtag.

Under forpumpningen følges afsænkningen løbende med pejlinger, og det sikres, at vandspejlet i boringen ikke kommer under top af filter. Hvis dette er uundgåeligt, skal der laves et notat på pumpeskemaet herom, der skal overføres til bemærkningsfeltet for analysen, så laboratoriet kan overføre bemærkningen til databasen. De løbende pejlinger noteres i feltskemaet.

Hvis temperaturen stiger meget, kan det være tegn på, at pumpen er ved at køre tør (for stor sænkning), eller har en teknisk defekt. I så fald skal prøvetageren mindske ydelsen (så vandspejlet i boringen atter stiger). Det kan være nødvendigt at skifte til en anden pumpetype eller trække pumpen op, og vurdere om der er behov for vedligehold.

Forpumpningsproceduren vil uundgåeligt variere fra boring til boring, idet der er stor forskel på mængden og arten af suspenderet stof, ydelse og sænkning. Specielt skal man være særlig opmærksom på risikoen for tab af gasformige komponenter og risikoen for iltning af vandprøver fra magasiner med reducerende forhold.

Bemærk, at for nogle meget lavtydende indtag kan være behov for en forpumpning på flere timer. Et mere højtydende indtag kan prøvetages imens. Der må ikke være tæt hydraulisk kontakt mellem to indtag, der bepumpes samtidig.

Feltanalyser under forpumpning

Under forpumpningen laves, i det omfang det er teknisk muligt, løbende feltanalyser for pH, ilt, ledningsevne, temperatur og redoxpotentiale. Alle data noteres i pumpeskemaet, og sammenlignes med tidligere prøvetagninger. Prøven må normalt ikke udtages, før der er opnået stabile værdier for pH, ilt og ledn., se tabel 1. Bemærk, at tidsrummet mellem aflæsningerne skal stå i forhold til den mængde vand, der er pumpet op. Som udgangspunkt skal der ikke noteres hyppigere, end at mindst $\frac{1}{2}$ borevolumen er fjernet mellem aflæsningerne. Af praktiske grunde kan målingerne starte når hovedparten af den beregnede volumen til forpumpning er fjernet. Se Teknisk anvisning for stationsnet, GO1.

Der er enkelte borerer, hvor det ikke er muligt at lave feltmålinger online, hvilket skal fremgå af beskrivelsen af standardproceduren for prøvetagning.

Målingerne foretages i så fald ved at lede vandet til en beholder, hvor parametrene efterfølgende kan måles enkeltvis med elektroderne. Det noteres på pumpeskemaet, hvis målingerne ikke er udført online.

Et mål på stabiliteten fremgår af tabel 1. For nogle meget lavtydende boringer skal der gå en halv time eller mere mellem aflæsning af feltmålinger, idet annullusvandet kun fjernes meget langsomt, hvorfor den kemiske sammensætning ligeledes kun ændres meget langsomt, set i forhold til kravene i tabel 1. Dette kan specielt være et problem, hvis en lavtydende boring tillige har en stor diameter eller et stort volumen af annullusvand.

Parameter	Kriterium for stabil vandkvalitet
pH	$\pm 0,1$
Ledningsevne	$\pm 3 \%$
Opløst O_2	$\pm 0,3 \text{ mg/l}$
Redoxpotentiale	$\pm 10 \text{ mV}$

Tabel 1. Kriterier for stabil vandkvalitet, for almindeligt benyttede kvalitetsparametre /US-EPA, 2002/

Hvis målingerne ikke bliver stabile, efter den beregnede forpumpningstid, forlænges forpumpningstiden med op til 50 %. Hvis ikke boringen bliver stabil, gøres der et notat om dette på pumpeskemaet. Bemærkningen overføres til rekvisitionen, således at det fremgår af bemærkningsfeltet på analyseblanketten. Bemærkningen overføres også til Naturstyrelsens oversigt over boringstilsyn.

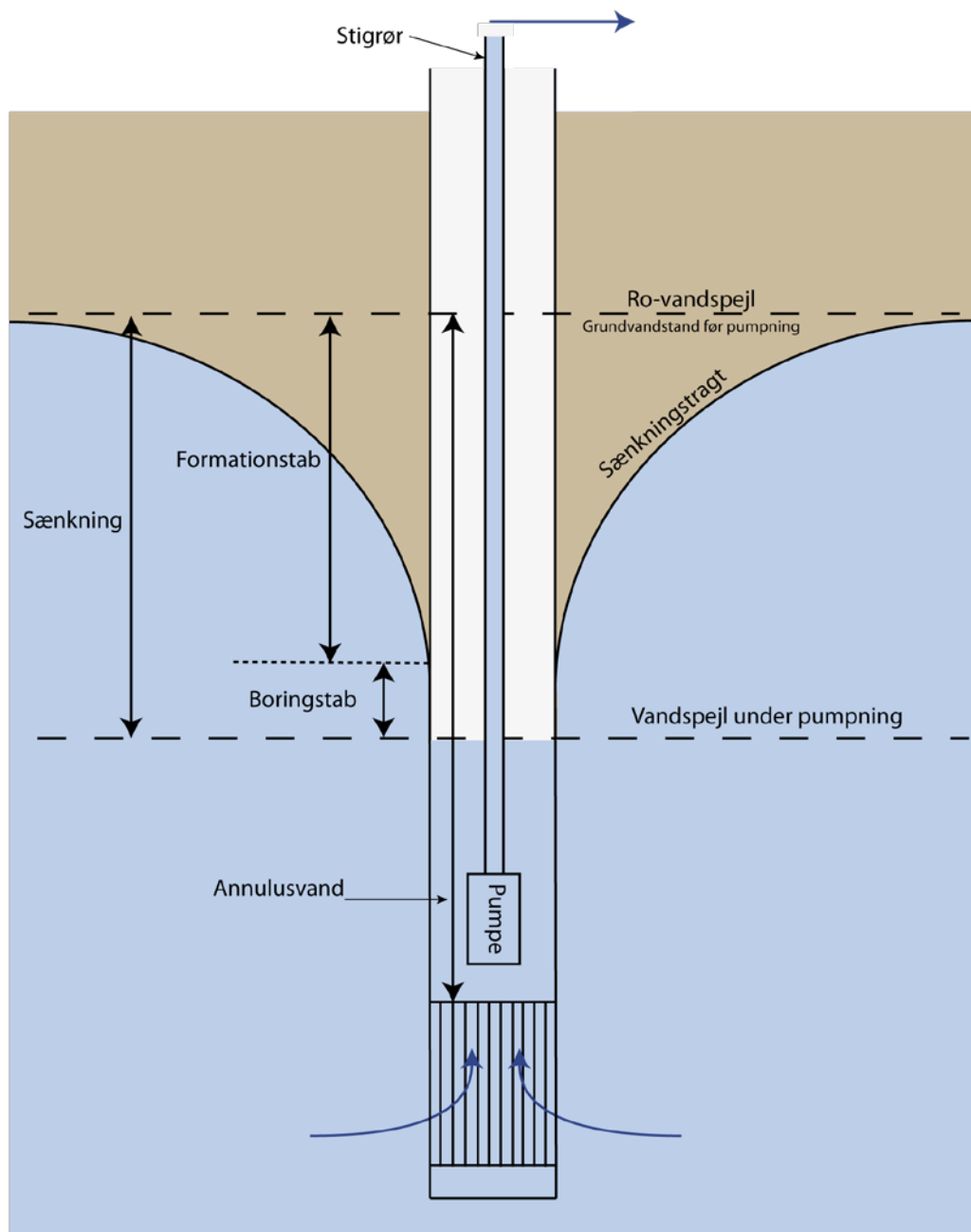
Forpumpningsteknik

Forpumpningen skal tage højde for at fjerne evt. suspenderet stof i boringen, herunder jernudfældninger. Hvis vandet er meget uklart, skal forpumpningen ske på en sådan måde, at uklarhederne fra det stående vand i boringen fjernes, og samtidigt så forsigtigt at tilførsel af nyt suspenderet stof fra formationen minimeres. Den fjernede vandmængde skal være tilstrækkelig stor til, at der ikke er annullusvand i prøven. Hvis det er muligt at hæve vandspejlet efter forpumpning inden prøven udtages kan der fjernes mindre vand, end hvis der er konstant ydelse under hele prøvetagningen.

Hvis der er en slamboks under filteret, skal man være opmærksom på, om der hvirvles stof op fra denne under prøvetagningen. Dette vil forlænge behovet for forpumpning. Slamboksen skal fra tid til anden renses for udfældede stoffer og sedimentgennemfald. Hyppigheden varierer betydeligt, og hvis en boring kræver hyppig oprensning (årligt) skal det anføres i standardproceduren. Efter oprensning af slamboksen, skal der gøres et notat herom på pumpeskemaet, med oplysninger om oprensningsproceduren.

I overvågningsboringer med korte indtag, der giver klart vand, er det tilstrækkeligt med en forpumpning på 5-10 gange et volumen:
 $V \leq 10 * (\text{forerørets indre tværsnitsareal} \times \text{filterlængden} + \text{den afsænkede vandmængde})$.

Lange filtre kan nødvendiggøre længere forpumpning. Pumpeindtagets placering og pumpearrangementet har ligeledes indflydelse på forpumpningens omfang.



Figur 1. Principskitse af boringshydrologien, vandspejl, annulusvand mv. i en overvågningsboring. (BFN, GEUS)

Meget lavtydende borerer tømmes 1 - 2 gange, og vandprøven udtages, når der igen er tilstrækkeligt vand.

Under forpumpningen skal man undgå trykchok, hvor hurtige trykændringer medfører, at ler og silt rives løs fra de omgivende sedimenter og følger med grundvandsstrømmen ind i boringen. Ved at anvende dykpumper med frekvensregulering (fx MP-1 pumper), kan man reducere denne effekt, idet man langsomt kan øge ydelsen til det ønskede niveau.

Når der anvendes Montejuspumper, kan der ved pludselig trykaflastning mellem pumpe-lagene løsrives formationsmateriale eller belægninger af fx okker eller organisk materiale. Dette skal afhjælpes, ved at lade trykaflastningen ske langsomt gennem en drøvleventil.

Med hensyn til forpumpningen i øvrigt henvises til litteraturlisten.

De særlige problemer, der knytter sig til lavtydende indtag, er desuden beskrevet i "Århus Amt, 1991: Grundvandsboringer".

Fyldning af flasker

Laboratoriets fyldningsvejledning skal følges. Det er vigtigt at være opmærksom på, hvor meget flaskerne skal fyldes, og hvilke minimumsvolumener, der skal indsamles før analysen kan udføres med tilstrækkelig sikkerhed.

Ufiltrerede prøver:

Prøvebeholderen skal som udgangspunkt fyldes fra bunden. En helt ren (se afsnit om slanger) teflon slange sættes på afgangsslangen fra pumpen og føres ned i bunden af flasken. I prøvebeholdere uden tilsat konserveringsmiddel eller andre stoffer skal man lade tre gange prøvevolumen løbe over. Når flasken lukkes skal den være fyldt helt eller til halsen, jf. laboratoriets anvisninger. Nogle flasker må ikke fyldes fra bunden eller have overløb, idet de indeholder syre eller andre stoffer.

Filtrerede delprøver:

Prøverne filtreres jf. procedure 3, se nedenfor. En del filtrerede prøver fyldes i flasker, hvor der i forvejen er syre eller andre stoffer. Her må der ikke være overløb. Ellers skylles flasken i en smule af filtratet, før flasken fyldes helt eller delvist jf. anvisningerne fra laboratoriet.

Følg i øvrigt DS/EN ISO 5667-3, samt metodedatablade fra Referencelaboratoriet.

Prøven stilles koldt og mørkt i køletaske eller køleskab straks efter prøvetagningen, indtil prøven kan afleveres til laboratoriet. Der skal være speciel opmærksomhed på at delprøver i små flasker, eller delprøver fra lavtydende borerer ikke henstår i solen, før de flyttes til køl.

Mærkning af grundvandsprøver

Alle prøvebeholdere mærkes med en entydig identitet, der fx kan være en stregkode, udleveret fra laboratoriet. Mærkningen skal kunne genfindes på såvel pumpekema som rekvisitionen til laboratoriet.

Alle prøvebeholdere med delprøver fra samme prøvetagning skal have samme ID, og derudover skal det tydeligt markeres, hvilke delprøver, der er filtrerede. Prøvernes entydige ID skal ud over dato og klokkeslæt, rumme boringens DGU nr. og indtagsnummer. I øvrigt henvises til Datateknisk anvisning for grundvandsdata.

2.3.3: Prøvetagning LOOP

I LOOP gennemføres prøvetagningen som for GRUMO. Der skal dog tages højde for at grundvandstilstrømningen til indtagene kan være endog meget langsom, især i leroplandene. Derfor vil der ikke være mulighed for at lave en optimal forpumpning i alle indtag.

Ofte er almindelig forpumpning ikke mulig, og i stedet udføres en fortømning af det enkelte Montejus-filter baseret på erfaringen varierede fra 3 gange umiddelbart før prøvetagningen til 1 gang et par dage før selve prøvetagningen. Erfaringsmæssigt kan det være nødvendigt med ekstra forpumpning/fortømning, hvis det er længe siden ($\frac{1}{2}$ -1 år eller mere) indtaget har været prøvetaget. Dette er især tilfældet, hvis der er problemer med suspenderet stof.

Som for GRUMO skal der for hvert indtag være en beskrivelse af prøvetagningsforholdene og de erfaringsmæssigt optimale procedurer, der medbringes i felten hver gang.

Såfremt der ikke kan anvendes online feltanalyser (gris) eller online filtrering, gennemføres prøvetagning i LOOP hvor feltanalyserne prioriteres således: Den vigtigste er ilt, dernæst pH, redoxpotential og ledningsevne. Da flere af elektroderne måler temperaturen, opnås der i praksis altid en måling heraf.

Det er muligt at anvende en vandprøve, hvor der er analyseret for ilt og ledningsevne og pH til efterfølgende analyse for den ufiltrerede delprøve til hovedbestanddele. På den måde fås mest mulig information om vandets kemiske bestanddele.

Bemærk: De særlige boringskonstruktioner for LOOP medfører at iltanalyser i mange indtag med fordel kan udtages med en peristaltisk pumpe frem for med den indbyggede montejuspumpe. Den peristaltiske pumpe sikrer en jævn vandstrøm forbi elektroden. Hvis montejuspumpen anvendes, skal man undgå blowout af drivgas gennem målegrisen, da elektroderne kan beskadiges herved, og det kan påvirke ilt og pH.

Filtrering skal ske med trykfiltrering, se figur 3, eller med en håndsprøjte, se figur 4. Følg i øvrigt retningslinjerne fra afsnit 2.3.4: filtrering.

2.3.4 Filtrering.

Det fremgår af bilag 6.3, hvilke parametre, der kræver filtrering før analyse.

Filtrering sker som udgangspunkt som en online filtrering, hvor pumpen skaber det nødvendige tryk, for at vandet kan passere igennem filteret. Hvis dette ikke er teknisk muligt, skal filtrering finde sted umiddelbart efter prøvetagningen, hvilket dog øger risikoen for kontaminering med ilt/afgasning af CO₂. Her skal anvendes trykfiltrering med N₂ kvalitetsklasse mindst 4.6, eller håndsprøjte.

Online filtreringen i LOOP skal gennemføres med den største forsigtighed, da de indbyggede pumper (Montejus) ikke kan holde til høje tryk. Dette er også et arbejdsmiljømæssigt hensyn, idet høje tryk på nogle montejustumper giver risiko for ulykker.

Udstyr

Ved online filtrering anvendes en filterholder, der skal fastgøres til afgangslangen fra pumpen.

Filterholderen skal være indrettet således, at filteret ikke ødelægges af trykket fra pumpen. Dette kan fx være ved en udluftningsmekanisme, så luft over filteret kan lukkes ud og trykket over filteret langsomt øges. Efter prøvetagning kontrolleres det, om filteret er intakt. Hvis der er tegn på at filteret er beskadiget eller forskubbet, tages delprøven om.

Ved filtrering anvendes plasthandsker, som kasseres efter hver prøvetagning. Hvis delprøven skal anvendes til sporstoffer, skal filteret placeres i filterholderen med en rengjort plastpincet og må ikke berøres med fingrene.

Filtertype

Det er vigtigt, at filteret ikke på nogen måde påvirker prøvens kemiske sammensætning m.h.t. de stoffer, der skal analyseres for i delprøven. Det skal ved indkøb af filtre sikres, at der ikke kan ske en kontaminering. Hvis laboratoriet leverer filtrene til prøvetagning, skal laboratoriet dokumentere, at filtrene ikke ændrer prøvernes sammensætning for de relevante analyseparametre. Alle filtre skal have en porevidde på 0,40 - 0,45 µm. Hvis prøven indeholder meget suspenderet stof, anvendes tillige et forfilter med større porevidde. Forfilteret skal også være af en kvalitet, der ikke påvirker delprøvens indhold af relevante stoffer.

Til hovedbestanddele kan såvel polykarbonat som celluloseacetat filtre benyttes. Der skal dog sikres, at filtrene ikke afsmitter med nogen af de komponenter, der skal analyseres for.

Til sporstofanalyser skal der anvendes membranfiltre af polykarbonat. Bemærk: ikke alle typer af polykarbonat filtre vil være egnede.

Online filtrering

Filteret anbringes i filterholderen med en pincet eller rene handsker. Ved lukning af filterholderen skal man sikre, at filteret ikke beskadiges. Alternativt anvendes filtre anbragt i filterholdere udleveret af analyselaboratoriet

Er vandet meget urent placeres et forfilter over filteret.

Filterholderne sættes på afgangsslangen fra pumpen, evt. på en delstrøm. Pumpeydelsen skal så vidt muligt være den samme, under filtreringen af en delprøve som under udtagning af øvrige delprøver.

Der må ikke være for stort tryk på den delstrøm, der ledes igennem filterholderen. Dette kan fx reguleres ved en trevejshane på hovedstrømmen, hvilket også muliggør en langsom øgning af trykket over filteret.

Hvis det er teknisk muligt, udluftes filteret, så der ikke står luft over filteret. Herved øges holdbarheden af filteret, og hele filterfladen bliver tilgængelig for vandet.

Lad en smule vand løbe gennem filteret før prøven udtages, mindst 25 -50 ml. Hvis vandet er meget urent, kan dette være umuligt. Dette noteres på pumpekemaet. Bemærkningen overføres til rekvisitionen og skal fremgå af analysens bemærkningsfelt.

Herefter kan prøven udtages. Skift filter, når det klogger til, og gentag skylning af filter før prøvetagningen fortsættes.

Efter prøvetagning skylles filterholderen straks i demineraliseret vand for at fjerne suspenderet stof.



Figur 2. Online filtrering ved hjælp af pumpetryk.

Filterholderen rengøres med destilleret/demineraliseret vand og syreskylles mindst en gang om ugen, og efter brug, hvis den lægges til side i længere tid.

Syreskylningen udføres ved at lade emnerne ligge 2 dage (fx weekenden over) i ca. 1 M saltsyre (DS 2214). Efter syreskylningen skylles grundigt med vand af drikkevandskvalitet og afslutningsvis med demineraliseret vand. Efter vask opbevares de i rene plastposer. Denne rengøring kan evt. overlades til laboratoriet.

Særlige forhold ved filtrering

Grundvandsprøver vil ved udtagningen indeholde suspenderet stof, som består af formationsmateriale (fx ler, silt, jern- og aluminiumhydroxider eller kalk) og udfældninger, der er dannet i annulusvandet (typisk jern og manganoxider). Mængden af suspenderet stof er ofte særlig højt i grundvandsprøver fra lavtydende borer, der alene anvendes til overvågningsformål.

I grundvandsovervågningen er det alene interessant at vide, hvor meget opløst stof, der findes i grundvandet. Dette skyldes, at mængden af suspenderet stof i vid udstrækning afhænger af prøvetagningsproceduren. Derfor udgør suspenderet stof en fejlkilde, hvis det indgår i analyseresultatet. I forbindelse med analyseproceduren kan en del af det suspenderede stof opløses i fx syre og give fejlagtige analyseresultater, specielt ved bestemmelse af metaller.

Det er ikke muligt med fuldstændig sikkerhed at bedømme visuelt, om en grundvandsprøve er helt fri for suspenderet stof. Selv ganske små mængder suspenderet stof kan i visse tilfælde medføre meget store fejl på metalanalyser. Dette gælder fx for aluminium, som normalt kun forekommer opløst i meget lave koncentrationer, men som kan findes i betydelige mængder i det suspenderede stof (typisk 1000 gange højere), hvilket har stor betydning ved moderne analyser som ICP-MS, hvor bidraget fra partiklerne vil indgå i analyseresultatet.

I grundvandsprøver er der også en risiko for, at nogle opløste stoffer udfældes ved henstand, idet grundvandsprøver generelt er i uligevægt med atmosfæren, hvilket kan medføre tab af CO_2 og kontaminering med O_2 . Når prøven taber CO_2 stiger pH, hvorved prøven kan blive kalkfældende, således at Ca, Mg og HCO_3 indholdet mindskes. Undersøgelser viser, at pH kan ændres så meget som fra 6 til 8 i løbet af ca. 4 timer i en prøve, der henstår under omrøring. /Elberling mfl., 1997/

Hvis prøven kontamineres med ilt vil opløst Fe(II) og Mn(II) oxideres og udfælde. I denne proces kan andre sporstoffer rives med ud af opløsningen, dette gælder fx arsen. Iltningen af Fe(II) kan ske inden for minutter, når pH er over ca. 7.

Hvis der efter feltfiltreringen (under transport til laboratoriet) sker udfældning/flokkulering i grundvandsprøven, således at den igen bliver uklar, skal der ikke filtreres igen på laboratoriet. I stedet skal der på laboratoriet ske en genopløsning af bundfaldet, hvis der skal analyseres for metaller, arsen, fosfat eller andre stoffer der kan udfældes. Ved analyse for stoffer, der ikke udfældes, fx nitrit, klorid, pesticider mv. kan prøven dekanteres eller centrifugeres.

Selvom filtrering af prøver til bestemmelse af visse stoffer ikke er strengt nødvendigt, kan det af praktiske grunde være hensigtsmæssigt at analysere på en filtreret delprøve. Stoffer der må, men ikke skal filtreres, fremgår af bilag 6.3.

For nogle parametre må vandprøverne ikke filtreres før analyse, se bilag 6.3. Til denne gruppe hører stoffer, hvor filtreringen vil medføre fejl på analyseresultatet, enten fordi en del af stoffet kan tabes ved filtreringsprocessen, eller der er risiko for kontaminering. Dette gælder nitrit, opløste gasser og alle organiske mikroforureninger, herunder pesticider.

Hvis vandprøven efter prøvetagning indeholder meget suspenderet stof, skal prøven dekanteres på laboratoriet før analyse. Dette skal noteres på såvel pumpekema som på rekvisitionen, således at bemærkningen kan overføres til JUPITER sammen med analyseresultatet. Bemærk: En række stoffer er ikke relevante at analysere i dekanterede prøver, da de kræver filtrering, og må derfor udgå, se bilag 6.3.

Trykfiltrering og filtrering med håndsprøjte.

Hvis der filtreres med håndsprøjter eller trykfiltrering, er der en forøget risiko for, at der sker en iltning af prøven inden filtrering, og at der tabes udfældet stof på filteret. Der skal derfor iagttages den allerstørste forsigtighed, hvis denne metode benyttes, og den må alene anvendes, når det ikke er muligt med online filtrering.

Ved filtrering med håndsprøjte skal en delmængde af prøven overføres til håndsprøjten, hvorefter de færdige filtre ("månebase alpha") sættes på spidsen, og prøven trykkes gennem filteret med håndkraft.

Ved trykfiltrering overføres en delmængde af prøven til trykkammeret, hvorefter prøven presses igennem med kvælstof af mindst kvalitet 4.6



Figur 3. Trykfiltreringsudstyr fra LOOP og borer med utilstrækkeligt pumpetryk, her filterhus og filterholder, samt opstilling i feltbilen, med gas til trykfiltrering monteret.

Filtreringsproceduren er flg.:

- Filterhus og filterholder rengøres med hhv. almindeligt og demineraliseret vand før brug, se figur 3 til venstre.
- Filterhus skylles med lidt af den prøven. Skyllevandet kasseres
- En passende mængde prøve hældes i filterhuset der skrues fast på filtreringsapparatet ved hjælp af ring med gevind (figur 3 til højre)
- På filterhuset er filterholderens øverste del fastgjort
- Evt. anvendes forfilter, hvis prøven er meget slammet.
- Forfilter og filter 0,45 µm anbringes centralt i filterholderens nederste del, O-ring sættes på plads
- Filterholderens nederste og øverste del skrues forsigtigt sammen. Sørg for at filtrene bliver liggende centralt i holderen.
- Hanen til udluftning for oven til højre på filtreringsapparatet lukkes
- Hanen til gastryk for oven til venstre på filtreringsapparatet åbnes
- Gastrykket indstilles til ca. 3 bar
- Hane for neden ved filterholder til gennemløb af prøve åbnes
- Prøven filtreres roligt. Sørg for at undgå bobler
- Når filtreringen er afsluttet lukkes hanen til gas, hanen til udluftning åbnes og trykket i systemet tages af



Figur 4. Filtrering med håndsprøjte (Billede lånt fra S01, Teknisk anvisning for feltmålinger og vandkemi i søer)

2.3.5 Feltanalyser: pH, ledningsevne, ilt, temperatur og redoxpotentiale

Der skal udføres online feltmålinger af pH, ledningsevne, iltindhold, temperatur og redoxpotentiale ved alle prøvetagninger, hvor det er teknisk muligt, se 2.3.3 for LOOP boringer. Formålet er at sikre retvisende analyser af pH og ilt, og at kontrollere at forpumpningen er tilfredsstillende, dvs. at det oppumpede vand har en stabil sammensætning, som man kan forvente svarer til forholdene i magasinet.

Feltmålingerne udføres typisk samlet, i et antal serieforbundne flow-celler, hver med sin elektrode. En delstrøm af det oppumpede vand ledes igennem flowcellerne, se figur 5. Flowet skal være tilstrækkeligt stort til, at der hele tiden er frisk vand ved elektroden. Flowcellerne skal være tilstrækkelige små, således det er muligt at udføre feltanalyser, fx når der kun er tale om vandmængder på 500 ml fra en puls fra en montejustpumpe, eller ved tømning af kammeret i en LOOP-boring med en peristaltisk pumpe.



Figur 5. Eksempel på opstilling af udstyr til feltmålinger ved en montejustpumpe. Bemærk automatikboks på jorden til at styre prøvetagningen.

Når vandet har passeret flow-cellerne kasseres det, undtagen hvis der er meget små vandmængder til rådighed, som det ofte er tilfældet i LOOP. Hvis der skal analyseres på vand, der har passeret flowcellerne, skal det noteres i såvel pumpekema som på rekvisitionen, så bemærkningsfeltet på analysen er udfyldt med en dækkende beskrivelse.

Vedligehold og dokumentation

Alt udstyr til feltanalyserne skal løbende vedligeholdes og kalibreres. For at opfylde den krævede gode laboratoriepraksis jf. ISO 17025, skal der føres en logbog, hvor alle resultaterne fra alle kalibreringer af de enkelte elektroder løbende noteres. Når det bemærkes, at kalibreringerne ikke længere lever op til de krævede normer, der fremgår af de enkelte elektrodens specifikationer og bemærkningerne nedenfor, vil der være behov for en grundige vedligeholdelse eller udskiftning af dele. (Typisk skrider hældningen for kalibreringen eller nulpunktet).

Bemærk, at kalibreringsstandarder til feltanalyseinstrumenter har en begrænset holdbarhed. Standarderne må ikke anvendes efter udløbsdatoen.

Alt udstyr skal være mærket med identifikation. Detaljerne heri fremgår af NST's kvalitetsstyringssystem. Dette gælder de enkelte elektroder og pH-metre. Det skal fremgå af logbogen hvilket udstyr, der er benyttet på de enkelte prøvetagningsdage.

Endelig skal måleusikkerheden være kendt. Denne fastlægges i forbindelse med interkalibreringer ved 6 gentagne målinger inden for ½ time.

Nøjagtighed og præcision

Nøjagtigheden af analyserne optimeres gennem kalibrering af instrumenterne over for kendte standarder. Acceptkriterierne for kalibrering af udstyret fremgår typisk af de enkelte elektrodens specifikationer, som udleveret af forhandleren.

I det daglige skal måleusikkerheden, dvs. præcisionen holde sig inden for værdierne i tabel 2. Bemærk: Måleusikkerheden er alene den usikkerhed, der knytter sig til selve analysen, og indeholder ikke den variation, der stammer fra grundvandets naturlige variationer, fx i løbet af en prøvetagning. Bemærk. Disse usikkerheder knytter sig for ilt og ledningsevne til målinger tæt ved detektionsgrænsen.

Parameter	Måleusikkerhed S_{Tmax}	Usikkerhed U_{abs} *
pH	0,05 *	0,2 *
Temperatur		0,2 °C #
Ledningsevne	1,5 mS/m *	5 mS/m *
Ilt	0,03 mg/l *	0,3 *
redox		10 mV #

Tabel 2. Kvalitetskrav til feltanalyser, jf. #AVJ, 2003 og * MiM, 2011, hvor definitionen og beregningsrutiner for S_{Tmax} og U_{abs} kan findes.

Ilt

Online iltmålinger er langt mere pålidelige og reproducerbare end laboratorieanalyser, dog kræves en betydelig omhu ved lavtydende montejustumper. Der anvendes elektroder med en detektionsgrænse på $\leq 0,1$ mg/l.

Ilt rapporteres med to betydende decimaler i enheden mg/l.

Iltmålingerne fungerer under selve forpumpning som en kvalitetskontrol af, at der ikke slipper luft ind, idet der sammenlignes med tidligere målte iltindhold.

Traditionelle iltelektroder

Det er vigtigt, at der etableres omrøring/bevægelse af vandet under målingen, da elektroden er iltforbrugende. Elektroden skal kalibreres mindst en gang daglig mod vandmættet atmosfærisk luft (100 % iltmættede forhold). Hvis der anvendes elektroder med en detektionsgrænse på 0,01 mg/l, skal der tages hensyn til, at metoden er meget følsom over for svovlbrinte, der via nulstrømsfejl kan give fiktive iltindhold på op til 0,5 mg/l.

Optisk iltmåler

En optisk iltelektrode er ikke iltforbrugende og kan derfor måle ilt også når der ikke er omrøring/bevægelse af vandet omkring elektroden. Elektroden er kalibreret fra fabrikken af, og kræver derfor ikke daglig kalibrering. Elektroden kontrolleres en gang om ugen over for mættet ilt og en iltfri kvælstofatmosfære således som beskrevet i brugsanvisningen. Resultatet for 100 % og 0 % ilt noteres i logbogen. Hvis resultaterne viser afvigelser eller er ustabile, skal elektroden kalibreres over for mættet ilt.

pH

Online pH målinger i felten giver et langt mere retvisende billede af forholdene i grundvandet end laboratoriemålinger, da man i høj grad undgår de uheldige effekter, der opstår ved afgasning af kuldioxid fra prøven ved måling i laboratoriet. Dette er et uundgåeligt problem idet grundvandet har et CO₂ indhold, der svarer til et partialtryk, der er ca. 10 gange større end atmosfærens.

pH aflæses altid med to betydende decimaler.

pH-elektroden skal kalibreres mindst én gang om ugen. Elektroden kalibreres over for to standarder med pH værdier, der ligger tæt på den forventede pH i prøven. Vær opmærksom på, at elektrodens indsvingningstid ved kalibreringen kan vare et par minutter. Hvis indsvingningstiden øges trænger elektroden formentlig til at skiftes. Kalibreringskurvens konstanter noteres i logbogen. Det noteres ligeledes, hvis indsvingningstiden virker for lang.

Det er vigtigt at skifte elektroden, når den ikke overholder de specifikationer, som leverandøren angiver, den skal overholde for at opnå et tilstrækkeligt sikkert resultat. pH-elektroden skal være tryk-robust pga. trykket i flow-cellen. (Hansen mfl. 2008)

Ledningsevne

Ledningsevnen måles i mS/m og angives med én decimal. De fleste ledningsevнемålere på markedet kan ikke kalibreres. Derimod kan de indstilles til at normere resultatet til en given temperatur. I grundvand anvendes konventionen "ledningsevne ved 25 °C". Hvis ledningsevнемåleren er indstillet forkert, typisk til en referencetemperatur på 20 °C vil resultatet blive forkert. Dertil kommer, at resultatet i displayet ofte angives som $\mu\text{S/cm}$, hvilket skal regnes om før aflæsningen noteres i pumpekemaet.

$1 \text{ mS/m} = 10 \mu\text{S/cm}$

Redoxpotential

Redoxpotential måles især for at kvalitetssikre iltmålingerne og prøvetagningen. Som en konvention for grundvandsovervågningen angives resultatet IKKE som et eH over for brintelektroden, men med den aflæsning som elektroden viser. Der skal derfor anvendes platinelektroder med en indbygget referenceelektrolyt af KCl. Det er vigtigt, at holde platinelektroden pudset, gerne med en grov papirserviet, så overfladen kan reagere med redoxfølsomme parametre i prøven. Indsvingningstiden for platinelektroden kan være overordentlig lang, flere timer, men da elektroden ofte ret hurtigt finder det korrekte niveau ift. den nøjagtighed, der ønskes, vil målingerne kunne opfylde deres formål.

Redoxpotential angives med fortegn og i enheden mV.

Strengt krav til nøjagtigheden for redoxpotential (dvs. afvigelse fra sand værdi) er meningsløst, idet de fleste grundvandsprøver internt er i kemisk uligevægt mht. redoxpotential. Dette gælder fx mellem redoxparene N_2/NH_4 , $\text{NO}_3^-/\text{NO}_2^-$, $\text{NO}_3^-/\text{NH}_4^+$, $\text{Fe(II)}/\text{Fe(III)}$, $\text{SO}_4/\text{H}_2\text{S}$.

Temperatur

Temperaturen i det oppumpede vand vil være påvirket af den opvarmning, som forårsages af pumpen sammen med den vekselvirkning med lufttemperaturen, som foregår omkring slangerne, der i koldt vejr kan give risiko for tilfrysning, og i varmt vejr vandtemperaturer på op til 20° C. Der kalibreres ikke for temperaturmåling. Resultatet angives med en decimal i enheden °C. Temperaturen måles hovedsageligt for at kontrollere pumpens tekniske tilstand.

Den korrekte grundvandstemperatur kan kun fås ved at måle direkte i boringen, se G3-pejldata.

2.3.6: Aflevering og opbevaring af prøver

Alle prøver skal straks efter udtagning opbevares mørkt og koldt. Dette kan ske i køletasker udleveret af laboratoriet sammen med prøveflaskerne eller i et køleskab i feltbilen.

Afleveringsfristerne for de forskellige prøvetyper fremgår af metodedatabladene fra referencelaboratoriet. /Referencelaboratoriets metodedatablade/. Der er ikke pt. nogen laboratorieanalyser for grundvand, der har en holdbarhed på mindre end 24 timer, hvis der i øvrigt gennemføres korrekt prøvetagning, opbevaring og konservering, som foreskrevet af laboratorierne. Det er derfor muligt at udtage prøver og aflevere disse sidst på arbejdsdagen, hvorefter prøverne kan bringes i analyse den følgende dag.

Alle prøver leveres til laboratoriet sammen med en rekvisition, der beskriver prøvens ID, (mindst DGU nr., filter nr., dato og klokkeslæt, prøvetager ID) samt resultaterne af feltanalyser, således disse kan overføres elektronisk til JUPTIER sammen med analyseresultaterne. Se den datatekniske vejledning for grundvandsdata. HUSK at udfylde bemærkningsfeltet, hvis der er noget hertil.

2.3.7: Prøvetagning til datering

Prøver til datering udtages af specialuddannet personale. Proceduren afhænger af hvilken dateringsmetode, der anvendes, og en redegørelse herfor ligger uden for rammen af denne tekniske anvisning. Prøverne til datering af grundvandet skal så vidt muligt udtages i forbindelse med prøvetagning til grundvandets hovedbestanddele. Der skal foretages en omhyggelig og tilstrækkelig forpumpning, inden der udtages prøver til datering. /Hinsby mfl. 1997/

2.3.8: Kassation af prøver

Hvis prøverne på grund af et stort indhold af suspenderet stof ikke kan filtreres, kan der kun afleveres delprøver til analyse for de parametre, der ikke skal filtreres.

2.4 Tjekliste

Før feltarbejdet udføres skal prøvetagningsudstyr mv. være klargjort.

Flasker skal bestilles med en aftale om afleveringssted og tidspunkt. Alt udstyr rengøres hjemmefra, herunder slangevogne og filtreringsudstyr. Alle feltinstrumenter skal være fuldt opladet med strøm. Kalibreringsvæsker skal medbringes, og kontrolleres for udløbsdato. Kontroller at trykbeholdere indeholder tilstrækkeligt med gas, eller bestil nye forsyninger.

Husk alle relevante oplysninger om tidligere prøvetagninger og beskrivelsen af standardproceduren, på papir eller elektronisk.

2.5 Vedligehold af instrumenter

En forudsætning for at have en effektiv dag i felten er, at alle instrumenter og alt udstyr er vedligeholdt.

Generatorer og andet elektrisk udstyr kræver en løbende vedligeholdelse, og mindst én gang årligt skal alt feltudstyr gennemgås.

En del vedligeholdelsesarbejder kan udføres, mens forpumpning af boringerne finder sted. Andet vedligeholdelsesarbejde kræver værkstedskapacitet og evt. specielle kompetencer m.h.t. fx stærkstrøm el.lign.

Ikke alle pumper er lige holdbare, og pumperne kan have brug for udskiftning og vedligehold, hvis der fx er for stort sandgennemfald, idet suspenderet sand slider på pumpernes bevægelige dele.

2.6 Særlige forholdsregler - faldgruber

Prøvetagning af grundvand forener to typer faglighed. For det første den tekniske faglighed i at kunne anvende og vedligeholde det omfattende udstyr, der er nødvendigt, herunder kunne foretage en optimering af arbejdsprocessen ved at vælge de bedste pumpestrategier mv. For det andet kræves der et vist kendskab til grundvandets kemi, og her i særdeleshed det faktum, at grundvand generelt ikke er i kemisk ligevægt med atmosfærisk luft. Indholdet af CO₂ er omkring en faktor 10 højere i grundvand end i atmosfæren, og indholdet af ilt er meget ofte betydeligt lavere end i atmosfæren. Hvis grundvandet derfor påvirkes med luft vil det ændre såvel pH som redoxforholdene.

Ved prøvetagning på tidspunkter, hvor der sprøjtes, køres gylle eller hvor luftbåren forurening fra udsugning eller udstødning medfører risiko for at prøven forurenes med organiske mikroforureninger, vurderes det, om prøvetagningen bør fortsætte. Fortsættes den skal der skrives en bemærkning på rekvisitionen så den kan overføres til Jupiter sammen med prøveresultatet. Bemærkningen medtages ligeledes oversigten over stationstilsyn.

3 Databehandling

Der henvises til den datatekniske anvisning for grundvandsdata. Feltmålingsresultater omregnes til korrekt enhed jf. bilag 6.2.

4 Kvalitetssikring

4.1 Kvalitetssikring af metode

Kvalitetssikring af feltarbejdet tager sit udgangspunkt i omhyggelig brug af pumpeskemaer og brug af logbøger til feltanalyserne, idet kvalitetssystemet skal leve op til ISO 17025.

Alle relevante iagttagelser noteres som oven for beskrevet i pumpeskemaerne og logbøger herunder iagttagelser, der kræver opfølgning i form af vedligeholdelsesopgaver eller bemærkninger til analyseblanketten.

Logbogen tilknyttet feltmålingerne kan vise, hvornår elektroderne ikke fungerer optimalt og giver mulighed for løbende at se, om det er muligt at udføre analyserne med den krævede kvalitet.

Specielt skal feltanalyserne for eH anvendes til at kvalitetssikre iltmålingerne, idet et højt eH følger høje iltindhold, og negative eH normalt kun optræder i iltfrie miljøer. Hvis der under prøvetagningen optræder en modstrid mellem det målte eH og iltmålingen, er det et tegn til prøvetageren om at gennemgå sine kalibreringer og pumper igen, for at finde fejl eller utætheder i systemet.

Da den løbende vedligeholdelse af drivmidler og pumper har stor betydning for kvaliteten af prøvetagningen, skal der føres logbøger over det tekniske udstyr (gerne elektronisk). Dette er især relevant, hvis der er flere brugere af det samme udstyr.

Logbøger, der ikke foreligger elektronisk, opbevares mindst 5 år, efter de er anvendt sidst.

4.2 Kvalitetssikring af data og dataaflevering

Der henvises til den datatekniske vejledning for grundvandsdata.

Man skal være opmærksom på, at alle kemiske data fra prøvetagningen overføres via laboratoriet, mens alle pejldata, eller iagttagelser om ændrede boringstekniske forhold skal tastes direkte ind i JUPITER eller indberettes til borearkivet efter prøvetagningen.

Typiske fejltyper.

Carbonatsystemet: Ca, Mg og HCO_3 . Hvis der under prøvetagningen og opbevaring på laboratoriet tabes CO_2 til luften, stiger pH, dermed vil der kunne udfældes kalk. Dette kan ske i alle trin, fra prøvetagning til analysen er færdigudført. Store afvigelser fra prøvetagning til prøvetagning eller problemer med ionlignevægt kan ofte forklares ved problemer med carbonatsystemet.

Forkerte enheder på feltnålingsresultater, især ledningsevne. Kontroller, at der er aflæst korrekt skala, en del måleinstrumenter anvender $\mu\text{S}/\text{cm}$ i stedet for mS/m .

Forkert angivelse af enhed for ilt. Skal angives som mg/l ikke som % iltmætning, som nogle apparater kan risikere at vise.

Forkert angivelse af indtag eller feltnålinger på rekvisitionen. Vær omhyggelig med tjek af, at det er de korrekte værdier, der overføres til laboratoriet.

5 Referencer

Lovgivning og anvisninger

Miljøministeriet 2011: Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer m.v. BEK nr. 900 af 19/08/2011. Analyse kvalitetsbekendtgørelsen.

Dansk Standard DS/EN ISO 5667-3, Vandundersøgelse Prøvetagning Del 3: Retningslinjer for konservering og transport af prøver.

Dansk Standard DS 2214, Vandundersøgelse Prøvetagning af vand til analyse for spormetaller.

Europæisk standard EN ISO/IEC-17025 om generelle krav til prøvnings- og kalibreringslaboratoriernes kompetence rummer egnede internationale standarder for validering af de benyttede analysemetoder

EU, 2009: Analyse kvalitetsdirektivet, 2009/90/EF af 31. juli 2009 om tekniske specifikationer for kemisk analyse og kontrol af vandets tilstand som omhandlet i Europa-Parlamentets og Rådets direktiv 2000/60/EF.

Lossepladsprojektet (1989): Grundvandsprøvetagning og feltmåling. Lossepladsprojektet. Udredningsrapport U3. April 1989.

Inga Sørensen ed., 2009, Environmental Sampling- Groundwater. Leonardo da Vinci. EU rapport. Udgivet af VIA University College, Horsens.

U.S. Environmental Protection Agency, 2002: Ground-water Sampling Guidelines for Superfund and PCRA Project Managers

Referencelaboratoriets metodedatablade, se nedenfor under links.

Faglig litteratur

Århus Amt, Miljøkontoret, oktober 1991: Grundvandsboringer, Teknisk rapport.

GEUS, 2002: Grundvandsboringers egnethed til analyse. Arbejdsrapport under grundvandsovervågningsprogrammet.

Bo Elberling, Lærke Thorling og Per Misser. 1997: Det kan være surt at måle pH. Vand og jord, vol 4, nr. 4, aug. 1997, pp150-152.

Hinsby, K, Laier, T & Dahlgaard, J. 1997: Datering af grundvand – ved hjælp af CFC. Geologisk Nyt nr. 2, 1997. Erhvervsgruppen på Geologisk Institut, Århus Universitet.

Birgitte Hansen og Lærke Thorling, 2008: Interkalibrering af grundvandsprøvetagningen 2007, NOVANA. GEUS rapport. [link til interkalibreringsrapport](#)

AVJ, Amternes Videnscenter for Jordforurening, 2003: Håndbog i prøvetagning af jord og grundvand. [link til AVJ-rapport](#)

Relevante links

Generelt om overvågning af natur og miljø findes på dette link på naturstyrelsens hjemmeside: [Link til NOVANA](#)

Metodedatablade fra referencelaboratoriet findes på dette link: [link til Metodedatablade](#)

JUPITER og borearkivets hjemmeside findes på dette link [link til borearkiv og JUPITER](#)

<http://www.grundvandsovervaagning.dk>

<http://www.jordforurening.info/>

6 Bilag

Liste over tilknyttede Tekniske anvisninger:

G1- Stationsnet, Teknisk anvisning for stationsnet Grundvand

G3- Pejledata, Teknisk anvisning for det nationale pejlenet og pejlinger

dG1- Datateknisk anvisning grundvand.

Alle tekniske anvisninger ligger på GEUS hjemmeside, i takt med at de færdiggøres

Bilag 6.1 Eksempel på pumpeskema.

Pdf af disse pumpeskemaer kan downloades separat fra GEUS Hjemmeside, hvor de ligger sammen med denne Tekniske Anvisning.

Der er først et pumpeskema til en dykpumpe og dernæst et pumpeskema til en montejuspumpe.

Bilag 6.2 Udstyr til prøvetagningsbil.

I en prøvetagningsbil skal flg. Værktøj og udstyr være tilgængeligt:

Håndværktøj: Skruetrækkere, fastnøgler bidetang mv.

Fitting og overgange til forskellige afgangshaner på vandværker

Filteringsudstyr

Køleenhed til prøver

Slanger til såvel pumper, afgangsslanger overgange mv

Slangevogn

Servietter

Demineraliseret vand

Gummihandsker forskellige størrelser

Manuelle pejlere

Ekstra batterier til udstyr

Generatorer

Trykflasker til prøvetagning af montejuster

Evt tryklufsaapparat

...

Bilag 6.3. Oversigt over regler for prøvehåndtering mv. af hovedbestanddele og sporstoffer.

Analysemetoder, prøvetagning osv., skal følge referencelaboratoriets metodedatablade. Valg af analysemetode og prøveflasker samt konserveringsteknik og prøveopbevaring er laboratoriets ansvar, hvor laboratoriet skal tage udgangspunkt i anvisningerne i referencelaboratoriets metodedatablade.

Ingen organiske stoffer filtreres, og de er derfor ikke medtaget i disse tabeller.

Tabellen i dette bilag angiver derfor alene forhold, der er relevant for prøvetagning og kvalitetssikring af data.

Hovedbestanddele.

Stof	Specielle problemer vedr. pumpetype og prøvetagningsudstyr	Filtrering	Metodedatablad, Forbehandling, konservering	Resultat angives som
Aggressiv kuldioxid	Sugepumper må ikke anvendes	Nej	Se metodedatablad, M031. Calciumcarbonat er tilsat prøveflasken på laboratoriet før feltarbejdet.	mg/l (agg.) CO ₂
Ammonium	Sugepumper og pumper, der medfører en iltning af vandet, må ikke anvendes	JA	Se metodedatablad.	mg/l NH ₄ ⁺
Hydrogenkarbonat*		JA		mg/l HCO ₃ ⁻
Calcium*		JA		mg/l Ca ⁺
Klorid		Kan filtreres		mg/l Cl ⁻
Fluorid		Kan filtreres		mg/l F ⁻
Ilt	Pumper, der anvender sugesprincip må ikke anvendes	Nej	Se metodedatablad. Skal udføres som Feltanalyse	mg/l O ₂
Inddampningsrest		JA		mg/l
Jern, total, opløst	Pumper, der medfører en iltning af det oppumpede	JA.	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.	mg/l Fe

Stof	Specielle problemer vedr. pumpetype og prøvetagningsudstyr	Filtrering	Metodedatablad, Forbehandling, konservering	Resultat angives som
	vand må ikke anvendes			
Kalium		Kan filtreres		mg/l K^+
Konduktivitet Ledningsevne		Nej	Skal udføres som feltanalyse	milliS/m
Magnesium*		JA		mg/l Mg^{++}
Mangan	Pumper, der medfører en iltning af det oppumpede vand må ikke anvendes	JA.	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.	mg/l Mn^{++}
Metan	Pumper, der anvender sugepprincip må ikke anvendes	Nej		mg/l CH_4
Natrium		Kan filtreres		mg/l Na^+
Nitrat		JA	Se metodedatablad.	mg/l NO_3^-
Nitrit		Nej	Se metodedatablad.	mg/l NO_2^-
NVOC Ikke flygtigt organisk kulstof	Oliesmurte pumper må ikke anvendes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.	mg/l C
Ortho-fosfat, opløst		JA	Se metodedatablad.	mg/l $PO_4\text{-P}$
pH	Pumper, der anvender sugepprincip må ikke anvendes	Nej	Se metodedatablad, M050. Feltanalyse	pH enheder
Total fosfor, opløst		JA	Se metodedatablad. Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.	mg/l P
Siliciumdioxid.		JA	Se metodedatablad. Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøve-	mg/l SiO_2

Stof	Specielle problemer vedr. pumpetype og prøvetagningsudstyr	Filtrering	Metodedatablad, Forbehandling, konservering	Resultat angives som
			tagning.	
Sulfat		Kan filtreres		mg/l SO_4^{2-}
Svovlbrinte	Pumper, der anvender sugepprincip må ikke anvendes	Nej	Kan udføres som feltanalyse eller Laboratorieanalyser	mg/l H_2S

* Calcium, magnesium og hydrogenkarbonat analyseres i prøveflaske.

Uorganiske sporstoffer. Alle angives med enheden µg/l.

Stof	Specielle problemer vedr. pumpetype og prøvetagningsudstyr	Filtrering	Metodedatablad Forbehandling og konservering
Aluminium	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Antimon		JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Arsen	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Barium	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Beryllium			Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Bly	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Bor	Udstyr af plast skal anvendes	Kan filtreres.	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Bromid		Kan filtreres	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Cadmium	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Krom, total	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Kobolt	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Cyanid (total)		Nej	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Iod (total)		Ja	Se metodedatablad, M050. Ingen konservering.
Iodid		Nej	Ingen konservering.

Stof	Specielle problemer vedr. pumpetype og prøvetagningsudstyr	Filtrering	Metodedatablad Forbehandling og konservering
Kobber	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Kviksølv		JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Litium		Kan filtreres	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Molybdæn	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Nikkel	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Selen		JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Strontium	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Sølv		JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Tallium		JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Tin		JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Vanadium	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.
Zink	Pumper som medfører iltning af det oppumpede vand, må ikke benyttes	JA	Laboratoriet tilsætter syre til prøveflasken før prøvetagning.

ISBN: 978-87-7871-344-5

