



NOVANA

Teknisk anvisning for marin overvågning

2.2 Vandkemiske parametre

Britta Pedersen [†]
Gunn Ertbjerg
Martin M. Larsen
Afdeling for Marin Økologi

Miljøministeriet
Danmarks Miljøundersøgelser

Indhold

2.2	Vandkemiske parametre	2.2-3
2.2.1	Formål	2.2-3
2.2.2	Princip	2.2-3
2.2.3	Prøvetagningsstrategi	2.2-4
2.2.4	Prøvetagning	2.2-4
2.2.4.1	Udtagelse af delprøver	2.2-4
2.2.4.2	Opbevaring og forbehandling af delprøver	2.2-5
2.2.5	Kemisk analyse	2.2-7
2.2.5.1	Metoder	2.2-7
2.2.5.2	Mulige fejlkilder ved nærings-saltanalyser	2.2-8
2.2.5.3	Beregninger	2.2-8
2.2.6	Kvalitetssikring	2.2-8
2.2.6.1	Generelt	2.2-8
2.2.6.2	Kvalitetskrav, kvalitetskontrol og kvalitetssikring, til/af den kemiske analyse samt efteruddannelse	2.2-9
2.2.7	Dataindberetning	2.2-11
2.2.8	Referencer	2.2-12
2.2.9	Bilag 1 - Indholdsfortegnelse og stikordsliste for Manual for vandkvalitetsmålinger	2.2-13
2.2.10	Bilag 2 - Bestemmelse af total organisk carbon (TOC) og partikulært organisk carbon (POC) i havvand	2.2-16
2.2.10.1	Introduktion	2.2-17
2.2.10.2	Del A: Bestemmelse af TOC i havvand	2.2-18
2.2.10.3	Del B: Bestemmelse af POC i havvand	2.2-22

2.2 Vandkemiske parametre

2.2.1 Formål

De vandkemiske parametre tjener flere formål i overvågningsprogrammet. De udføres, for at vi kan følge mængden af næringssalte i tid og rum. De er også vigtige for forståelsen af de biologiske processer i systemet da de fleste biologiske processer er afhængige af, og selv påvirker, koncentrationerne af kemiske stoffer i vandet. De vandkemiske parametre omfatter de uorganiske næringssalte (nitrat, nitrit, ammonium, fosfat, silikat, total nitrogen (TN) og total fosfat (TP). I specialprogrammer kan der desuden analyseres for total organisk kulstof (TOC) samt partikulært organisk kulstof (POC).

På mange stationer skal der kun analyseres for et udvalg af de vandkemiske parametre. Hvilke parametre, der skal måles på de forskellige stationer, fremgår af aftaler mellem DMU og de enkelte deltagere i overvågningsprogrammet.

2.2.2 Princip

Vandprøver udtages med en vandhenter, hvorfra delprøver udtages til næringssaltanalyser.

Den kvantitative bestemmelse af næringssalte, TN og TP er baseret på kolorimetrisk metode. Til prøven tilsættes specifikke reagenser, der sammen med det stof der skal analyseres (analyten), danner et farvet kompleks. Farveintensiteten i prøven er proportional med koncentrationen af analyten. Den bestemmes ved at måle absorbansen i prøven ved en for analyten specifik bølgelængde. Absorbansen omregnes til en stofkoncentration ud fra målinger af en standarddrætte af det pågældende stof.

Inden den kvantitative bestemmelse af TN og TP er det nødvendigt at oxidere prøven med et oxidationsmiddel (peroxidsulfat). Herved omdannes det organisk bundne nitrogen og fosfor til uorganisk nitrat og fosfat, der kan kvantificeres med den kolorimetrisk metode for henholdsvis nitrat og fosfat.

TOC analyseres ved katalytisk at oxidere det organisk bundne kulstof i prøven med ilt til CO_2 og derefter bestemme CO_2 koncentrationen ved hjælp af infrarød spektroskopi (IR). Inden den katalytiske oxidation fjernes uorganisk CO_2 i prøven ved at forsure den og derefter uddrive det dannede CO_2 ved at gennemboble prøven med kvælstof.

POC bestemmes ved brug af en Elementar Analysator. En kendt mængde havvand filtreres gennem et glødet GF/C Whatman filter. Saltsyredampe bruges til at fjerne evt. uorganisk kulstof på filteret,

hvorefter mængden af POC på filteret bestemmes kvantitativt med en Elementar Analysator.

2.2.3 Prøvetagningsstrategi

Vedrørende strategier for udvælgelse af stationer og udtagning henvises til Teknisk Anvisning, kap. 2.1: 'Prøvetagning i felten'.

2.2.4 Prøvetagning

Prøverne udtages fra skibet med en gennemløbsvandhenter, som beskrevet i afsnittet om prøvetagning i Teknisk Anvisning, kap. 2.1. Bemærk at skibet kan være årsag til kontaminering af prøve for næringssalte, fx fra dets spildevandssystem, røg eller fra rengøring ombord med ammoniakholdige rengøringsmidler. Der skal tages hensyn hertil ved udtagning og håndtering af prøven. Rygning er forbudt, mens prøvetagning og håndtering af prøven foregår pga. kontamineringsrisikoen.

2.2.4.1 Udtagelse af delprøver

Næringssalte

Vandprøven overføres fra vandhenteren til en prøvebeholder af polyethylen eller polypropylen, som beskrevet i afsnittet om prøvetagning i Teknisk Anvisning, kap. 2.1. Volumen skal være minimum 2 l og gerne større, fx 5 l. Glas kontaminerer prøven med silikat og kan derfor ikke bruges, hvis prøven skal analyseres for dette. Tidspunkt for prøvetagningen noteres. Prøvebeholderen skal være grundigt rengjort og skal altid skylles tre gange med lidt af prøvematerialet, inden den fyldes op, så den ikke kontaminerer prøven med nogle af de stoffer, der skal analyseres for. Nye prøvebeholdere skal renses og testes inden de tages i brug. Renseproceduren skal jævnligt testes vha. blankprøver. Dette er specielt vigtigt, hvis der udtages prøver med stort indhold af biologisk materiale.

Havvandsprøver må ikke opbevares i prøvebeholderen, efter at analysen er godkendt. Den skal straks tømmes og skylles med demineraliseret vand, tørres ved at vanddråberne rystes ud (eller i tørreskab) og opbevares med skruelåg på. Herved undgås det, at der dannes bakteriefilm på væggene.

Totalt organisk kulstof (TOC)

Totalt organisk kulstofprøver skal udtages direkte fra vandhenteren og opbevares i specialrensede prøvebeholdere af glas med glasprop eller skruelåg med teflonindlæg (Glasvarer renses ved pyrolyse ved 550°C i min. 2 timer. Skruelåg syreskylles i mindst 15 min i suprapur HCl og skylles derefter tre gange med demineraliseret vand). Renseproceduren skal jævnligt testes vha. blankprøver.

Totalt organisk kulstofprøvebeholdere skal skylles tre gange med prøvematerialet, inden den fyldes op. Ved udtagning af totalt organisk kulstofprøver skal kontaminering fra hænder undgås ved brug af handsker.

Totalt organisk kulstofprøvebeholderne skal leveres rensede af det laboratorium, der skal udføre analysen. Laboratoriet skal også oplyse det nødvendige prøvevolumen. Dette kan variere fra laboratorium til laboratorium afhængig af deres analysemetode.

Bemærk at der skal udtages et tilstrækkelig stort volumen (delprøver), således at der kan udføres det nødvendige antal dobbeltbestemmelser, se afsnit 2.2.6.6 (Intern kvalitetskontrol)

Partikulært organisk kulstof (POC)

Partikulære organiske kulstofprøver skal udtages direkte fra vandhenteren i specialrensede (syrerensede) prøvebeholdere af glas eller polyethylene forsynet med et skruelåg med teflonindlæg eller med en glasprop. Prøvemængden til POC kan variere mellem 0,5 l til 5 l afhængig af mængden af partikulært materiale og den brugte analysemetodes følsomhed.

Partikulære organiske kulstofprøvebeholdere skal skylles tre gange med prøvematerialet, inden den fyldes op. Ved udtagning af partikulære organiske kulstofprøver skal kontaminering fra hænder undgås ved brug af handsker.

2.2.4.2 Opbevaring og forbehandling af delprøver

Koncentrationen af næringssalte i prøven kan ændres på grund af biologiske processer, der fortsætter efter at prøven er isoleret i prøvetagningsbeholderen. Tabel 2.2.1 giver en række eksempler på dette.

Tabel 2.2.1 Biologiske processer der kan forandre næringssaltkoncentrationen i en prøve.

Proces	Tab	Forøgelse	Bemærkning
Fotosyntesen	DIN, PO ₄ , Si	POC	Lys nødvendigt
Bakterielt optag	NH ₄ , PO ₄	POC	Labilt opløst organisk kulstof nødvendigt
Mineralisering	DON, DOP	NH ₄ , PO ₄	
Ekskretion		DON, NH ₄ , PO ₄	
Celle lysis		DON, DOP	
Nitrifikation	NH ₄	NO ₂	
Nitrifikation	NO ₂	NO ₃	

DIN: Opløst uorganisk nitrogen (nitrat, nitrit og NH₄)

DON: Opløst organisk nitrogen.

DOP: Opløst organisk fosfor.

POC: Partikulært organisk kulstof

Vandprøverne skal derfor opbevares mørkt og koldt (4°C), indtil de analyseres. Herved nedsættes omsætningen i dem. Senest 8 timer

efter prøvetagningen skal der udtages delprøver til analyse af næringssalte.

Partikulært materiale i delprøver for uorganiske næringssalte (fosfat, nitrit+nitrat, ammonium og silikat) skal fjernes inden analysen for at undgå interferens ved den kvantitative bestemmelse. Dette kan gøres, fx ved at delprøven filtreres gennem et glødet GF/C filter eller et nucleoporefilter. Filteret skal umiddelbart før filtreringen skylles med demineraliseret vand af en høj kvalitet og derefter en lille mængde af prøven der kasseres. Filtrering kan foregå såvel under tryk som med vakuum (maksimum 0,3 bar). Alternativt kan prøven centrifugeres for at fjerne partiklerne.

Partikler kan interferere på målingen ved at de reagerer og indgår i analysen (specielt fosfat). Reaktionsproduktet kan også adsorberes til partiklerne. Endelig kan partikler forstyrre en spektrofotometrisk måling ved at gøre prøven turbid.

***Bemærk.** Det enkelte laboratorium skal have undersøgt deres filtrerings- eller centrifugerings-procedure, for at sikre metodens effektivitet og at den ikke kontaminerer prøven. Ex kan et GF/C eller GF/F filter kontaminere prøven med mindre mængder silikat (3-6 µg/l).*

Hvis partikkelkoncentrationen er meget lav, som i de mere åbne farvande, vil det ikke altid være nødvendigt at filtrere prøven, inden den kvantitative bestemmelse. Denne procedure skal kontrolleres, inden den kan tages i brug.

Analyse for uorganiske næringssalte skal foretages umiddelbart efter udtagningen og filtreringen af delprøver. I tilfælde af force major, kan delprøverne, der er udtaget for uorganiske analyser, nedfryses og analyseres indenfor 5 dage. En evt. frysning af prøverne skal noteres i logbog og på analyserapporten. Prøven skal såvel fryses som optøs stående, for at forhindre at koncentrationen i prøven forandres, hvis der lækker noget af prøven. Optøning af prøven skal foregå under kontrollerede forhold. Det er væsentligt, at prøven rystes godt inden analysen, pga. den lagdeling der opstår i prøven ved frysningsprocessen. Prøven skal rystes jævnlige under optøningen, for at sikre at hele prøven bibeholdes nedkølet.

Delprøver udtaget til TOC, TN og TP kan fryses. Prøverne skal analyseres så hurtigt som muligt og senest indenfor en måned. Frysning og optøning skal foregå som beskrevet for uorganiske næringssalte. Det er specielt vigtigt at prøven rystes godt inden analysen pga. den opståede lagdeling i prøven ved frysningsprocessen. Hele delprøven bør analyseres.

Samtlige prøver skal analyseres direkte efter optøningen.

***Bemærk.** Det er meget vigtigt, at det er de enkelte delprøver til analysen og ikke hele delprøven udtaget fra prøvehenteren, der nedfryses. Herved sikres, at nedfrysings- og optøningsprocessen går så hurtigt som muligt, og at prøven påvirkes mindst muligt.*

POC- filtre (se Bilag 1) kan opbevares dybfrosne (-20°C) i op til en måned.

2.2.5 Kemisk analyse

2.2.5.1 Metoder

Analyserne udføres i henhold til Dansk Standard/EN Standard for de respektive parametre, se tabel 2.2.2, eller med en metode med mindst samme analysekvalitet. Se dog bemærkning til tabel 2.2.2 vedrørende standarder, der kræver modifikation for at opfylde detektionsgrænsekravene i tabel 2.2.3. Der bør anvendes metoder der opfylder de nyeste standarder, såfremt dette ikke påvirker tidsserier (dokumenteres inden metodeskift).

Det bemærkes at antallet betydende cifre som et resultat ønskes rapporteret med i enkelte tilfælde kan afvige fra det som er angivet i DS. Næringsaltsdata skal indberettes med min. 3 betydende cifre. Fx et resultat på 104,8 µg/l kan angives som 105 µg/l (3 betydende cifre) eller rapporteres som målt (104,8 µg/l).

For silikat, TOC og POC findes der ikke nogen Dansk Standard. Silikatanalysen udføres som beskrevet i Grasshoff et al. (1983).

TOC og POC analyseres efter en metodebeskrivelse udformet af Danmarks Miljøundersøgelser, se Bilag 2, eller tilsvarende metode med mindst samme analysekvalitet.

Tabel 2.2.2 Analysemetoder.

Analyse variabel	Enhed	Analysemetode
PO ₄ -P	µg/l	DS/EN 6878:2004 (tidl. DS291*:1985)
TP-P	µg/l	DS/EN 6878:2004 (tidl. DS/EN 1189:1997 og DS292 :1985***)
NO ₂ -N	µg/l	DS/EN 26777: 2003** (tidl. DS222 og DS/EN 26777:1994***)
(NO ₃ +NO ₂)-N	µg/l	DS223:1991
NH ₄ -N	µg/l	DS224:1975
TN-N	µg/l	DS/EN ISO 11905-1:1998 (tidl. DS221:1975***)
SiO ₂ -Si	µg/l	Grasshoff et al. 1983
TOC-C	mg/l	DS/EN 1484:1997/DMU
POC-C	mg/l	DMU

* DS 291:1985 modificeret (detektionsgrænse 1 µg/l).

** DS/EN 26777:2.udg. 2003 modificeret (detektionsgrænse 0,5 µg/l).

*** standarden er ophævet, hvis overgangen til ny standard giver ændringer i metoden , skal forskellene dokumenteres.

2.2.5.2 Mulige fejlkilder ved næringssaltanalyser

Kontaminering er en alvorlig fejlkilde ved næringssaltanalyser. Dette er specielt et problem ved analyse af lave koncentrationer af NH_4 og TN, bl.a. på grund af kontaminering fra luften. **En blankprøve, der har gennemgået de samme procedurer som en rigtig prøve inklusiv filtrering, skal derfor altid indgå i en analyseserie.** Herved vil evt. problemer med kontaminering kunne afsløres. Hvis filtreringen er fortaget i felten, skal blankprøven også filtreres her. Et eller flere af de kemikalier der indgår i analysen kan indeholde et eller flere næringsalte, fx peroxidsulfat, der tilsættes i store mængder ved en TN eller TP analyse. Dette kan variere fra batch til batch og skal derfor kontrolleres hver gang, inden en ny batch tages i brug. Demineraliseret vand kan også indeholde næringsalte. Her er silikat ofte den første ion, der forekommer som forurening.

Alle materialer og glasvarer der kommer i kontakt med prøven kan kontaminere prøven, hvis de ikke er rensset forsvarligt. Propper der har et indlæg kan være svære at rense. Alle rense procedurer skal derfor kontrolleres jævnligt med relevante blankprøver.

Reduktionsevnen af Cd-søjlen/tråden skal kontrolleres, hver gang den anvendes, for at sikre nøjagtige nitratanalyser. Kontrolmetoden er beskrevet i Dansk Standard for nitrat bestemmelse. Reduktionsevnen skal mindst være ca. 80-85%.

Fremstilling af standarder er et kritisk punkt i analysen. Arbejdsstandarder, der bruges til den daglige kalibrering, skal være friskfremstillede. En nitritopløsning kan fx oxideres af luftens ilt. Ammonium og andre nitrogen forbindelser fra luften kan kontaminere standarden, og bakterier i standarden kan optage næringsalte.

2.2.5.3 Beregninger

Beregninger udføres som beskrevet i de respektive analysemetoder.

2.2.6 Kvalitetssikring

2.2.6.1 Generelt

Kvalitetssikring skal sikre at de indsamlede data opfylder de kvalitetskrav, der er opstillet til målingerne. Den omfatter derfor ikke kun den analytisk kemiske del af målingen, dvs. det der i hovedsag foregår i laboratoriet, men samtlige processer der indgår i målingen;

- planering
- profilmålinger (er beskrevet i Teknisk anvisning for elektroniske målinger)
- prøvetagning (er beskrevet i Teknisk Anvisning for pelagiale parametre og prøvetagning i felten)

- prøvehåndtering
- konservering og lagring
- transport
- prøveforberedelse
- analysen
- datahåndtering
- rapportering

Hver delproces skal derfor kvalitetssikres. Dette skal foregå ved at:

- de kritiske processer identificeres og beskrives i en manual for vandkvalitetsmålinger. Denne manual vil være en del af det enkelte amts kvalitetsstyringssystem. En mere detaljeret beskrivelse af indholdet i sådan en manual er givet i Bilag 1.
- der udarbejdes en kontrolprocedure for de kritiske processer der beskrives.
- der udpeges en ansvarlig for hver kontrolprocedure.
- at det dokumenteres at kontrollen er udført, fx ved at udfylde et skema (på papir eller i en logfil)

Til at identificere og beskrive de kritiske delprocesser kan man bruge et flow-diagram (se eksempel i Bilag 1). Nummerering 1-5 i skemaet markerer, at her skal der være en kontrolprocedure.

Manualen for vandkvalitetsmålinger skal indsendes til det marine fagdatacenter til arkivering sammen med de indsendte data.

2.2.6.2 Kvalitetskrav, kvalitetskontrol og kvalitetssikring, til/af den kemiske analyse samt efteruddannelse

2.2.6.2.1 Kvalitetskrav

Detektionsgrænser

Detektionsgrænserne i tabel 2.2.3 er beregnet som 3x standardafvigelsen indenfor dagen af målingen af minimum seks blankprøver eller, hvis en blankværdi ikke findes, seks prøver der indholder en meget lav koncentration af analyten. Det vil sige højst 5x over den forventede detektionsgrænse. Laboratoriet skal desuden løbende kunne dokumentere, at de overholder dette krav, fx fra deres resultater af analyser af blankprøver. Specielt for TP-P gælder, at den angivne detektionsgrænse meget gerne ses leveret bedre end angivet, da koncentrationsniveauerne i danske kystvande i sommerhalvåret ofte er under 10x detektionsgrænsen.

Tabel 2.2.3 Detektionsgrænser.

Analyse variabel	Enhed	Detektionsgrænse
PO ₄ -P	µg/l	1
TP-P	µg/l	3
NO ₂ -N	µg/l	0,5
(NO ₃ +NO ₂)-N	µg/l	1,5
NH ₄ -N	µg/l	3
TN-N	µg/l	14
SiO ₂ -Si	µg/l	6
TOC-C	mg/l	0,5
POC-C	mg/l	skal fastlægges

Præcision

Analysen skal udføres så at de krav til maksimal total standardafvigelse som er beskrevet i Bilag 1.16, Overvågning af salt overfladevand, i Bekendtgørelse nr. 637 af den 30. juni 1997 om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer mm., som min. er opfyldt.

Nøjagtighed

Se ekstern kvalitetskontrol (2.2.6.2.3)

2.2.6.2.2 Intern kvalitetskontrol

Laboratoriet skal for hver parameter analysere følgende kontrolprøver i samme analyseserie som prøven:

- blankprøver.
- et relevant internt kontrolmateriale. Med relevant menes, at koncentrationen i kontrolprøven svarer til den der er i de naturlige prøver, samt, hvis muligt, består af den samme matrix (havvand).
- certificerede kontrolprøver, hvis det eksisterer for den pågældende parameter. Analyser foretages jævnligt som kontrol på metodens nøjagtighed, og som minimum når en ny stamstandard tages i brug, dog mindst hvert halve år.
- Relevante certificerede kontrolprøver for næringssalte er fx QC SW3.1, QC SW3.2, QC SW4.1 og QC SW4.2(havvandsprøver) samt QC RW1 for NO_x-N og PO₄-P, QC RW2 for TN og TP alle VKI-Referencemateriale (Eurofins A/S) , Danmark, samt CSK standard opløsninger fra Japan sk. Sagamistandarder (NO₃-N, NO₂-N, SiO₄ og PO₄-P) der kan købes fra Wako Chemicals GmbH, Nissanstrasse 2 , D-41 468, Tyskland, Fax (02131) 31 11 00.

- et passende antal dobbeltbestemmelser af naturlige prøver der dækker koncentrationsintervallet, dog min. to dobbeltbestemmelser pr. analyseserie.

Laboratoriet skal føre kontrollkort over kontrolanalyserne.

2.2.6.2.3 Ekstern kvalitetskontrol (præstationsprøvninger) og krav til nøjagtighed

Laboratoriet skal 1-2 gange pr. år deltage i en relevant national eller international præstationsprøvning, dvs. prøverne skal bestå af marine prøver, med et koncentrationsniveau der svarer til dem der forekommer i naturlige prøver. P.t. udbydes der ikke nogen dansk præstationsprøvning for næringssalte i havvand. Det er derfor nødvendigt at laboratoriet deltager i en international. Det marine fagdatacenter kan give yderligere oplysninger om relevante præstationsprøvninger.

Nøjagtigheden på laboratoriets analyser af de uorganiske næringssalte (NO_3 , NO_2 , NH_4 , PO_4 og Si) skal være +/- 12% ved koncentrationer > 20x detektionsgrænsen for metoden og +/- 25% for koncentrationer, der er > 3x men < end 20x detektionsgrænsen for metoden.

Nøjagtigheden på laboratoriets analyser af de organiske næringssalte (TN, TP og TOC) skal være +/- 25% ved koncentrationer > 3x detektionsgrænsen for metoden.

Kvalitetssikring (i amtet)

Laboratoriet skal, sammen med resultatet for prøverne, fremsende resultatet for analysen af det interne kvalitetskontrolmateriale og certificerede kontrolprøver samt deres resultat i den seneste præstationsprøvning. Det enkelte amt skal løbende evaluere disse resultater fx ved at føre kontrollkort.

Efteruddannelse

Der vil løbende blive arrangeret obligatoriske temadage om måleteknik svarende til de nuværende skibstræfdage.

2.2.7 Dataindberetning

Følgende data skal rapporteres sammen med næringssaltkoncentrationer, TOC og POC:

**Bemærk at data mindre end detektionsgrænsen også skal indrapporteres. Også negative værdier, der ligger inden for usikkerheden på analysen skal rapporteres (i dette tilfælde som en negativ værdi).
Eksempel:
Detektionsgrænsen for TP er 3 µg/l. Laboratoriet har målt koncentrationen til 1 µg/l i en prøve. Det er denne koncentration (1 µg/l), som skal indrapporteres og ikke fx 0 eller <d.l eller <3 µg/l.**

Stationsoplysninger

- Prøvetagningsdato og tidspunkt i UTC
- Stationsnummer
- Position
- Dybde

Kvalitetssikringsparametre (se også afsnit 2.2.6.2)

For hver parameter:

- Analysemetode (kodesystem)
- Metodens detektionsgrænse
- Analyselaboratorium
- Beskrivelse af den prøvetype der er brugt til den interne kvalitetskontrol (certificeret referencemateriale, naturlig prøve tilsat standard, naturlig prøve, artificiel prøve tilsat standard etc.)
- Resultat af intern kvalitetskontrol min. for hvert kvartal
- Referenceværdi af internt kontrolmateriale
- Navn på og resultat af den seneste præstationsprøvning

2.2.8 Referencer

1. Quevauviller, Ph. (Ed.) 1995: Quality Assurance in Environmental Monitoring. Sampling and Sample pretreatment., VCH Publishers, INC., Weinham and New York.
2. Grasshoff (Ed.) et al. 1983: Methods of Seawater Analysis, 2. Revision, Verlag Chemie, Weinheim
3. Lovtidende A 1997: Hæfte 115, Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer m.v.. Nr. 637, af den 30. Juni 1997.

2.2.9 Bilag 1 - Indholdsfortegnelse og stikordsliste for Manual for vandkvalitetsmålinger

Prøvetagning og analyser

Amt

Formål med prøvetagning

Undersøgellesprogram

- Stationer (navn, område, position)
- Profilmålinger (evt. henvisning til speciel manual)
- Næringssalt- og kvalitetskontrolprøver
- Evt. andre parametre

Tidsplan

- Plan over hvornår der er togt/prøvetagning

Ansvarsfordeling

- Bemandningsplan inkl. ansvarlig for togt og prøvetagning. Desuden en liste (der løbende justeres) over de nødvendige funktioner, samt ansvarlige for disse.

Checkliste for prøvetagningsudstyr

- Udstyr der opbevares på skib
- Evt. reparation af defekt udstyr
- Udstyr, prøveflasker mv. der skal medbringes herunder vask og klargøring af disse
- Evt. reagenser der skal kontrolleres, fremstilles og efterfyldes inden hvert togt
- Beskrivelse af hvordan man sikrer, at procedurer for "checklisten" er fulgt; fx at den ansvarlige noterer det i et skema i en logfil/logbog

Fremgangsmåde ved prøvetagning

- Beskrivelse af stationsparametre der skal noteres i logfil/togtskema (vind og vejrforhold, etc. på prøvetagningstidspunktet)
- Profilmåling
- Udtagning af prøver:

En detaljeret beskrivelse skal gives af hvordan man gør i det enkelte amt, herunder beskrivelse af vandhenter, prøveudtagning med vandhenter, hvad der skal noteres i logbog eller logfil vedrørende prøvetagningen, tapning af prøver (ilt, næringssalte, klorofyl mm.), evt. foranstaltninger for at undgå kontaminering af prøven ved prøvetagning, fx brug af handsker, forbud for rygning og spisning af fx bolsjer der indholder salmiak, rengøring af og arbejde på skib inkl. sikkerhed.
- Beskrivelse af hvordan man sikrer/dokumenterer at procedurer for prøvetagning er fulgt

Håndtering af prøver på skib

- Mærkning
- Filtrering
- Evt. tilsætning af reagenser (ilt)
- Opbevaring
- Evt. anden behandling af prøver
- Beskrivelse af hvordan man sikrer/dokumenterer at procedurer for "håndtering af prøver på skibet" er fulgt, fx at den ansvarlige noterer det i et skema i en logfil/logbog.

Håndtering af prøver efter hjemkomst

- Hvem gør hvad, og hvor skal prøverne hen ved hjemkomsten
- Beskrivelse af hvordan man sikrer/dokumenterer at procedurer for håndtering af prøver efter hjemkomst er fulgt

Kvalitetssikring og analysemetoder

Dette afsnit skal beskrive disse områder set fra klientens = amtets (ikke laboratoriets) side, dvs. hvad man gør som klient for at sikre, at laboratoriet, eller andre der udfører en analyse, gør som de har sagt/lovet).

Kort beskrivelse af analysemetoder for de målte parametre samt den kvalitetssikring der udføres for de respektive parametre (i amtet eller på et eksternt laboratorium)

Fx for *næringssaltanalyser*:

- Beskrivelse af hvem der analyserer hvad inkl. laboratoriets (laboratoriernes) navn
- Analysemetoder: Fx beskrevet med et skema over brugte metoder

Analysevariabel	Detektionsgrænse og enhed	Laboratorium	Analysemetode
PO4-P	µg/l		DS291* :1985
TP-P	µg/l		etc.
NO2-N	µg/l		
(NO3+NO2)-N	µg/l		
NH4-N	µg/l		
TN-N	µg/l		
SiO2-Si	µg/l		Grasshoff
TOC-C	mg/l		DS/EN 1484.
POC-C	mg/l		

- Kvalitetskontrolprøver:

Kort beskrivelse af den interne kvalitetskontrol der udføres på laboratoriet, herunder type blankprøver, type kontrolprøver til den interne kvalitetskontrol, deltagelse i præstationsprøvnings (hvilken, hvilke parametre og hvor ofte).

Beskrivelse af hvordan man som klient sikrer/dokumenterer at procedurer for kvalitetssikring er fulgt i laboratoriet, fx at kvalitetssikringsdata fremsendes sammen med analysedata, at man i amtet selv evt. fører kontrolkort

Databehandling og rapportering

De målte data vil sandsynligvis indgå i forskellige typer rapporter. I alle tilfælde er det nødvendigt at man har beskrevet en procedure for, hvordan man kontrollerer og dokumenterer, at data er korrekt beregnet, overført til rapporter/databaser og behandlet. Det gælder alle registrerede data som fx dato, tid, position, vanddybder og ikke kun analyseresultatet.

2.2.10 Bilag 2 - Bestemmelse af total organisk carbon (TOC) og partikulært organisk carbon (POC) i havvand

Denne metodebeskrivelse er udarbejdet for at sikre sammenlignelighed af målinger til bestemmelse af total organisk carbon (TOC) og partikulært organisk carbon (POC) i havvand.

Den beskriver definitioner, reagenser og prøveforberedelse af vandprøver med et indhold fra 0,3 til 10 mg/l af organisk kulstof. Højere koncentrationer kan måles ved passende fortynding.

Metodebeskrivelsen er baseret på de principper, der er beskrevet i DS/EN 1484 fra Dansk standard (1997-08-04, Vandundersøgelse. Vejledning til bestemmelse af TOC og DOC) og enkelte afsnit består af en direkte henvisning til DS/EN 1484. Teksten er imidlertid ikke identisk med denne standard. Metodebeskrivelsen omfatter desuden bestemmelse af POC (partikulært organisk carbon), der ikke indgår i DS/EN 1484.

Bemærk at forkortelsen "POC" i DS/EN 1484 har en anden betydning end i denne metodebeskrivelse, hvor POC = partikulært organisk carbon. I DS/EN 1484 defineres POC som "purgeable organic carbon", dvs. karbon, der kan uddrives (= flygtigt organisk karbon "volatile organic carbon, VOC"). POC bruges også ofte i denne sidstnævnte betydning i manualer til TOC-analysatorer.

Metodebeskrivelsen dækker ikke apparatspecifikke detaljer. Her henvises til de manualer for det enkelte apparat.

Metodebeskrivelsen består af følgende afsnit:

1. En generel introduktion
2. Del A: Bestemmelse af TOC i havvand
3. Del B: Bestemmelse af POC i havvand

2.2.10.1 Introduktion

2.2.10.1.1 Princip

2.2.10.1.1.1 Bestemmelse af TOC

Organisk kulstof (org.C) i havvand oxideres katalytisk til CO₂ med ren ilt ved en temperatur over 550° C, hvorefter koncentrationen af CO₂ bestemmes kvantitativt. Dette kan i princip udføres med et antal forskellige metoder, for eksempel, infrarød spektrometri, titrering, coulometri, termisk ledningsevne, konduktivitet, CO₂-følsomme sensorer eller flamme ionisations detektion (efter reduktion af CO₂ til fx methan).

For havvandsprøver vurderes kun infrarød spektrofotometri (IR) at have den tilstrækkelige følsomhed og præcision.

Andre detektionsmetoder kan anvendes, hvis det kan dokumenteres at have den samme følsomhed, præcision og nøjagtighed som IR-metoden.

Udover organisk carbon kan vandprøven også indeholde kuldioxid og/eller forskellige karbonationer, der kan interferere på analysen. Det er derfor væsentligt at disse uorganiske kulstofforbindelser fjernes fra prøven inden TOC/DOC bestemmelsen. Dette gøres ved at prøven tilsættes en syre hvorved karbonat omdannes til CO₂. Herefter udluftes den forsurede prøven med en inert gas, der er fri for CO₂ og organiske stoffer, hvorved CO₂ "strippes" ud af prøven.

Cyanid, cyanat og partikler af elementar carbon (sod) bliver medbestemt med den organiske carbon.

I DS/EN 1484 er der metodefrihed mht. den metode der kan bruges til oxidation af det organiske carbon til CO₂, mens der i denne metodebeskrivelse kræves at oxidationen foregår ved termisk omdannelse ved temperaturer over 550°C. Dette krav sikrer at sammenlignelighed af målingerne forbedres. Fx humus kan give lave genfindinger ved nedbrydning med UV-bestråling så denne metode er ikke acceptabel for havvandsanalyser.

2.2.10.1.1.2 Bestemmelse af POC

En kendt mængde havvand filtreres gennem et glødet GF/C Whatman filter. Saltsyredampe bruges til at fjerne evt. uorganiske karbonatforbindelser på filteret inden mængden af POC bestemmes kvantitativt med hjælp af en Elementar Analysator. I visse områder kan op til halvdelen af det partikulære kulstof være uorganiske karbonatforbindelser.

2.2.10.1.2 Definitioner

2.2.10.1.2.1 Total carbon (TC)

Summen af organisk og uorganisk bundet kulstof i vandet, inklusiv elementær kulstof.

2.2.10.1.2.2 Total uorganisk carbon (TIC)

Summen af uorganisk kulstof i vandet, bestående af elementar kulstof, total kuldioxid, kulmonooxid, cyanid, cyanat og thiocyanat. TOC instrumenter registrerer normalt kun TIC som CO₂ fra kulsyre og carbonater.

2.2.10.1.2.3 Total organisk carbon (TOC)

Summen af organisk bundet kulstof i vandet, opløst eller bundet til suspenderet stof. Cyanat, elementar kulstof og thiocyanat vil normalt også måles med.

2.2.10.1.2.4 Opløst organisk carbon (DOC)

Summen af organisk bundet kulstof i vandet fra stoffer, der kan passere et membran filter af porestørrelse 0,45 µm. Cyanat og thiocyanat vil normalt også måles med.

2.2.10.1.2.5 Partikulært organisk carbon (POC)

Summen af organisk bundet kulstof i vandet fra stoffer, der ikke kan passere et membran filter af porestørrelse 0,45 µm. Bemærk at forkortelsen POC i nogle tilfælde anvendes som synonym med VOC (se også 2.2 og nedenfor).

Flygtigt organisk carbon (Volatile Organic Compounds, VOC).

Summen af organisk bundet kulstof i vandet fra stoffer, der kan uddrives ved gennembluftning af prøven med gas under nærmere angivne forhold.

2.2.10.1.2.6 Ikke flygtigt organisk carbon (Non Volatile Organic Compounds, NVOC)

Summen af organisk bundet kulstof i vandet fra stoffer, der ikke kan uddrives ved gennembluftning af prøven med gas under nærmere angivne forhold. NVOC er i denne metodebeskrivelse synonymt med TOC.

2.2.10.2 Del A: Bestemmelse af TOC i havvand

Organisk kulstof (org.C) i havvand oxideres katalytisk til CO₂ med ren ilt ved en temperatur over 550°C, hvorefter koncentrationen af CO₂ bestemmes kvantitativt.

2.2.10.2.1 Prøvetagning- og prøvehåndtering

2.2.10.2.1.1 Prøvetagningsstrategi

Vedr. prøvetagningsdybder og anden relevant information vedr. prøvetagningsstrategien, henvises til Teknisk Anvisning for Pelagiale parametre, prøvetagning i felten.

Under prøvetagningen skal det sikres at prøven er homogen og repræsentativ for området. Man skal være specielt opmærksom på dette, når der forekommer partikulært organisk materiale i prøven, som fx ved en algeopblomstring.

2.2.10.2.1.2 Udtagning og opbevaring af prøver til TOC

Se også afsnit 2.2.4.

Vandprøverne opsamles i specialrensede beholdere af glas direkte fra vandhenteren. TOC-prøvebeholdere skal leveres rensede af det laboratorium, der skal udføre analysen og kontrolleres jævnligt for evt. kontaminering. Laboratoriet skal også oplyse det nødvendige prøveløbet. Dette kan variere fra laboratorium til laboratorium afhængigt af deres analysemetode.

Prøvebeholdere fyldes helt med prøve og lukkes med tætsluttende låg, fx et skruelåg med teflonindlæg eller med en glasprop. Prøven skal opbevares koldt (køleskab (3 - 5°C)) inden den analyseres indenfor 8 timer.

Hvis det ikke er muligt at analysere prøven indenfor den angivne tid kan en delprøve til TOC bestemmelse udtages og nedfryses i en specialrenset beholder med et tætsluttende låg. Det er vigtigt at der slås lidt af væsken af inden frysning, så der bliver plads til at prøven kan udvide sig ved indfrysningen.

Det er desuden vigtigt at prøven rystes godt inden analysen pga. den opståede lagdeling i prøven ved frysningsprocessen.

Samtlige prøver skal analyseres direkte efter optøningen

De frosne prøver (-20°C) er holdbare i en måned.

2.2.10.2.2 Reagenser

De reagenser der indgår i en analyse vil være afhængig af den brugte metode/apparatur. Det er derfor ikke muligt at give en detaljeret beskrivelse af alle de reagenser, der indgår i metoden.

For yderligere råd og information om de kemikalier og gasser der sædvanligvis bruges ved en bestemmelse af TOC, henvises til afsnit 5 "Reagents" i DS/EN 1484.

Specielt bemærkes det at alle reagenser skal være med en velkendt analytisk standard (e.g. suprapure/pro analyse fra MERCK) og som minimum have en renhed svarende til de krav/anvisninger, der er stillet af producenten af TOC alt. POC-apparatur.

Vand der bruges til fortyndinger af prøven, fremstilling af standarder og kontrolprøver, skylning af glasvarer eller som på anden måde

kommer i kontakt med prøven må højst have et TOC indhold på 0,3-0,4 mg/l. Dette kan ikke opnås ved almindelig destillation. Normalt kræves en speciel behandling af vandet, fx UV-behandling for at dette kan opnås.

Der er i afsnit 5.1 i DS/EN 1484 også givet en detaljeret beskrivelse af fremstilling og holdbarhed af standardopløsning til kalibrering af udstyr (kaliumhydrogenphthalat) og svært oxiderbare kontrolopløsninger, syrer for forsuring af prøven inden uddrivning af kuldioxid samt gasser.

2.2.10.2.3 Rensning af glasvarer og udstyr til filtrering

Glasvarer glødes ved 550°C eller mere i min. 2 timer

Plastvarer vaskes i 10% saltsyre i min. 2 timer inden brug.

Filteropstilling vaskes i 10% saltsyre i min. 2 timer inden brug

Alle rene varer lukkes med tætsluttende låg eller pakkes ind i stanniol efter skylning med vand der opfylder de stillede kvalitetskrav

2.2.10.2.4 Procedure

2.2.10.2.4.1 Kalibrering

Sammenlignings metoder, som fx IR detektion, kræver kalibrering.

Kalibrering skal foretages som beskrevet i apparaturmanualen.

Etabler en kalibreringskurve ved at analysere natriumhydrogenphthalate i området 1 mg/l til 10 mg/l.

Til kalibrering anvendes mindst 5 kalibreringsopløsninger, der fremstilles ud fra en 1000 mg C/l stamopløsning af natriumhydrogenphthalate. Eksempelvis kan der til en 100 ml målekolbe afpipetteres 0 (blank), 0,1 ml; 0,2 ml; 0,3 ml; 0,5 ml og 1 ml fra stamopløsningen, tilsættes 0,5 ml syre for konservering og endelig fyldes op til mærket med C-fri vand.

Kalibreringen udføres ved at analysere de fremstillede standarder som beskrevet i manualen for det pågældende apparatur, og derefter afbilde standard koncentrationen i mg C/l mod instrument responset, som typisk er et topintegral for IR-følere. Koncentrationen i prøven kan beregnes ud fra denne kalibreringskurve. For moderne instrumenter er beregningerne ofte automatiseret. Disse beregninger skal altid kontrolleres, som minimum den første gang instrumentet kalibreres.

2.2.10.2.4.2 Måleprocedure

Bestemmelsen af TOC koncentration i prøven foregår i henhold til apparaturmanual.

Specielt gælder det, at inden den direkte bestemmelse af TOC, skal TIC først fjernes gennem tilsætning af saltsyre til <pH 2 hvorefter

CO₂ uddrives gennem at prøven gennembobles med en C-fri gas i ca. 5 minutter. Bemærk at mængden af saltsyre bør minimeres for at undgå flygtige halogener i prøven, som tærer på halogenskrubber.

TOC koncentrationen skal være indenfor kalibreringsområdet (0-10 mg/l). Hvis ikke dette kan opnås kontrolleres først, at uddrivningen af TIC har været tilfredsstillende ved at gentage den med yderligere syre tilsætning og udluftning og/eller check af pH. Hvis dette er tilfældet foretages fortynding af prøven.

2.2.10.2.4.3 Kvalitetssikring

Der henvises til afsnit 2.2.6 Kvalitetssikring, hvor såvel krav til den interne som ekstene kvalitetssikring er beskrevet.

Til intern kvalitetskontrol kan fx anvendes VKI referencematerialer som, "WW4A" eller "GRUMO 2A" fra Eurofins A/S

Som en intern kontrol prøv for TOC kan også bruges 2,5-5,0 liter naturligt havvand udtaget fra et stabilt bundlag (mht. CTD måling) og uden for meget algevækst. Havvandet skal være konserveret (forsuret) med saltsyre eller fosforsyre til pH<2 og opbevares i køleskab. Kontrolprøven gennemluftes som de almindelige prøver, dog tilsættes ikke yderligere syre ved analysen. Det er vigtigt at stabiliteten af den interne kontrolprøve kontrolleres inden den tages i brug. Kontrolkort over analyseresultat for den interne kontrolprøve kan føres på et R-kort (replik), ved at der medtages to interne kontrolprøver hver gang der analyseres for TOC. Kontrolprøverne skal analyseres først og sidst i kørslen.

2.2.10.2.4.4 Typiske fejlkilder/muligheder ved en TOC analyse

- Instrumentfejl (typisk lækager, fejl i temperatur eller gassystem, eller andre fejl i detektor/oxidationssystem som fx. opbrugt halogenskrubber)
- Uddrivning af CO₂ er ikke tilstrækkeligt effektiv (tilsæt evt. mere syre og gentag uddrivning)
- Kontaminering af måleopstilling

Apparatur skal jævnligt kontrolleres som beskrevet i apparaturmanualen, ligesom systemet skal rengøres for saltrester efter hver analyseserie. Det er specielt vigtigt at alle injektionsporte og andre bevægelige dele skylles igennem med rent (millipore) vand. Under en serie anbefales det at skylle med kulstof-frit vand for mindst hver 3. saltholdige prøve (dog færre for brakvand med saltholdighed under ca. 10 psu).

2.2.10.2.5 Beregning

Koncentrationen i prøven kan beregnes ud fra en kalibreringskurve. For moderne instrumenter er beregningerne ofte automatiseret. Disse

beregninger skal altid kontrolleres, som minimum den første gang instrumentet kalibreres.

For yderligere råd og generel information om beregningsmetoder der sædvanligvis bruges ved en bestemmelse af TOC, henvises til afsnit 9 "Evaluation of results" i DS/EN 1484.

2.2.10.2.6 Afrapportering

Der henvises også til afsnit 2.2.7 Dataindberetning, hvor minimumskrav til rapportering af TOC er beskrevet.

Specifikt for TOC gælder det at;

Resultaterne udtrykkes i mg/l kulstof, og afrapporteres med 3 signifikante cifre:

Eksempel:

TOC = 2,72 mg C/l

Rapportering

Test rapporten skal indeholde:

- a) En reference til denne metodebeskrivelse
- b) Detaljer om opbevaring af laboratorieprøven, incl. detaljer om tid mellem prøvetagning og analyse
- c) Prøveforberedelse (tid for uddrivning af CO₂, filtrering)
- d) Detaljer om afvigelser fra proceduren specificeret i dette dokument eller Europæisk Standard, og andre omstændigheder der kunne influere på resultatet.

2.2.10.3 Del B: Bestemmelse af POC i havvand

En kendt mængde havvand filtreres gennem et glødet GF/C Whatman filter. Saltsyredampe bruges til at fjerne evt. uorganiske karbonatforbindelser på filteret inden mængden af POC bestemmes kvantitativt med hjælp af en Elementar Analysator.

2.2.10.3.1 Prøvetagning- og prøvehåndtering

2.2.10.3.1.1 Prøvetagningsstrategi

Se afsnit 2.2.3.

2.2.10.3.1.2 Udtagning og opbevaring af prøver til POC

Se også afsnit 2.2.4.

POC prøver skal udtages direkte fra vandhenteren i specialrensede prøvebeholdere af glas forsynet med et skruelåg med teflonindlæg eller glasprop eller i polyethylene flasker. Husk at bruge handsker for

ikke at kontaminere prøven. Prøvemængden til POC kan variere mellem 0,5 l til 5 l afhængig af mængden af partikulært materiale og følsomheden af den brugte analysemetode til bestemmelse af kulstof (apparaturets). Hele prøven filtreres efter omrystning. Prøven skal filtreres så hurtigt som muligt og senest 8 timer efter prøvetagningen. Inden filtrering skal prøven opbevares mørkt og koldt (køleskab, 4°C).

2.2.10.3.2 Procedure

2.2.10.3.2.1.1 Apparat og kemikalier

2.2.10.3.2.1.2 Tørreovn (måleområde op til 50 +/- 2°C), samt ovn til at glødefilter ved 400°C

2.2.10.3.2.1.3 Glaspetriskåle

2.2.10.3.2.1.4 Mikrovægt med en nøjagtighed på 0,001 mg

2.2.10.3.2.1.5 Ekssikkator

2.2.10.3.2.1.6 Ekssikkator med 100 ml saltsyre (analysekvalitet)

2.2.10.3.2.1.7 Udstyr til deling af filter hvis nødvendigt, fx skalpel og en skabelon

2.2.10.3.2.1.8 Pincet af rustfritstål til håndtering af filter

2.2.10.3.2.1.9 Glasfiberfilter (GF/C filter)

2.2.10.3.2.1.10 CHN-analysator eller anden type detektor med samme yderevne

2.2.10.3.2.2 Filtrering

Hele prøven filtreres gennem et glødet GF/C filter efter omrystning. Filteret skal være glødet ved 400°C i 24 timer og umiddelbart før filtreringen skylles med vand med et lavt indhold af kulstof. Filtrering kan foregå såvel under tryk som med vakuum (maksimum 0.3 bar). Ved håndtering af filteret skal der bruges en pincet af rustfrit stål for at undgå kontaminering af prøven. Handsker skal også bruges. Filteropstilling skal vaskes i 10% saltsyre i min. 2 timer og derefter skylles 3 gange med vand med et lavt indhold af kulstof inden brug.

Filteret skal derefter tørres i ca. 16 timer ved 50°C i en ovn. Indtil analysen skal filterprøven opbevares i en ekssikkator.

2.2.10.3.2.3 Fjernelse af uorganiske karbonarforbindelser

Del evt. filteret af hensyn til den kvantitative bestemmelse. Hele filteret skal vejes med 0,1 mg nøjagtighed inden en evt. deling. Til deling bruges en skalpel samt en skabelon, for at sikre at delingen foregår kvantitativt.

Vej det delte filter (hele filteret) med 0,1 mg nøjagtighed og placer det i en glødet glaspetriskål.

Placer petriskålen med filter i en eksikkator under vakuum (ikke under 0,9 bar) og hvori der er placeret 100 ml saltsyre til at generere saltsyredampe til fjernelse af evt. partikulære karbonarforbindelser på filteret.

Lad prøven stå i 30 min i saltsyredampe og afbryd derefter vakuu-
met.

Fjern saltsyren og lad filteret stå under vakuum ((ikke under 0,9 bar) i ca. 5 minutter for at fjerne det dannede CO₂ samt overskud af saltsyre. Afbryd derefter vakuu-
met.

Placer filteret i en tørreovn og lad det tørre i 2 timer ved 50°C for at fjerne det evt. resterende overskud af saltsyre samt CO₂.

Prøven skal opbevares i en eksikkator indtil den kvantitative analyse.

2.2.10.3.2.4 Kvantitativ analyse

Forbered og indstil måleudstyr (CHN-analysator) i henhold til apparaturmanual.

Placer filterprøven i den specialrensede målebeholder/båd til CHN-analysatoren og udfør analysen i henhold til apparaturmanualen sammen med de nødvendige kalibrerings-og kontrolprøver.

2.2.10.3.2.5 Kvalitetssikring

Der henvises til afsnit 2.2.6. Kvalitetssikring, hvor såvel krav til den interne som ekstene kvalitetssikring er beskrevet.

Det er specielt vigtigt at analysere et nødvendigt antal relevante blankprøver, dvs. filterprøver der har gennemgået den samme procedure som de rigtige prøver, for at sikre at man har kontrol over evt. kontamineringsproblemer under processen.

2.2.10.3.3 Beregning

Koncentrationen i prøven kan beregnes ud fra en kalibreringskurve. For moderne instrumenter er beregningerne ofte automatiseret. Disse beregninger skal altid kontrolleres, som minimum den første gang instrumentet kalibreres.

2.2.10.3.4 Afrapportering

Der henvises også til afsnit 2.2.7 Dataindberetning, hvor minimumskrav til rapportering af TOC er beskrevet.

Specifikt for POC gælder det at;

Resultaterne udtrykkes i mg/l kulstof, og afrapporteres med 3 signifikante værdier:

Rapportering

Test rapporten skal indeholde:

- a) En reference til denne metodebeskrivelse
- b) Detaljer om opbevaring af laboratorieprøven, incl. detaljer om tid mellem prøvetagning og analyse
- d) Detaljer om prøveforberedelse (tid for uddrivning af CO₂, filtrering)
- f) Detaljer om afvigelser fra proceduren specificeret i dette dokument og andre omstændigheder der kunne influere på resultatet

2.2.10.3.5 Referencer

Standardmetodebeskrivelse nr.: A033, Directoraat-Generaal Rijkswaterstaat, Holland: Zwevende stof (filtratie)- De voorbehandeling voor de bepaling van het gehalte aan totaal koolstof en totaal stikstof en voor de bepaling van de koolstof isotoop ratio C^{12/13} en stikstof isotoop ratio N^{14/15}.