

Titel: Prøvetagning renseanlæg			
Dokumenttype: Teknisk anvisning	TA. nr.: P04	Version: 1	Oprettet 22. nov. 2012
Forfatter: FDC Punktkilder	Gyldig fra: 01.01.2013		
	Sider:		
	Sidst ændret: 14.11.2012		
TA henvisninger			

0 Indhold

1 Indledning	2
2 Metode.....	2
2.1 Tid, sted og periode.....	2
2.2 Udstyr og emballage.....	2
2.2.1 Prøvetagningsudstyr.....	2
2.2.2 Emballage.....	3
2.3 Procedure	5
2.3.1 Prøvetagningssted og opstilling	5
2.3.2 Flowmåling	7
2.3.4 Ugeblandprøver	11
2.3.5 Prøvetagning - Stikprøver	12
2.3.6 Mærkning af prøver (stregkodeidentifikation)	13
2.3.7 Kassering af prøver	13
2.3.8 Kontrol og Kalibrering	14
2.4 Særlige forholdsregler.....	15
3 Databehandling	15
3.1 Data og koder.....	15
4 Kvalitetssikring.....	15
5 Referencer.....	16
6 Bilag	17
Bilag 6.1 Ugeoplysninger	17
Bilag 6.2 Døgnoplysninger	19
Bilag 6.3 Neddelte ugeblandprøver.....	25
Bilag 6.4 Stikprøve	26
Bilag 6.5 Flowmålinger	27
7 Oversigt over versionsændringer	28

1
Titel: Prøvetagning renseanlæg

Versionsnummer: 1.0

1 Indledning

Denne tekniske anvisning indeholder en beskrivelse af, hvorledes prøveudtagning og flowmåling på renseanlæg skal udføres.

Det anbefales jf. bekendtgørelse om kvalitetskrav /1/, at denne tekniske anvisning også benyttes ved egenkontrol på renseanlæg. Anvisningen dækker udstyr, prøvetagningsprocedure, databehandling og kvalitetssikring.

Prøvetagning af spildevand skal i henhold til bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger /1/ foretages efter DS/ISO 5667-10 Vejledning om prøvetagning af spildevand /2/, og denne tekniske anvisning er derfor skrevet med udgangspunkt i denne vejledning. Den tekniske anvisning er desuden i overensstemmelse med kravene i ISO 17025 /3/.

Det overordnede formål er at sikre kvalitet og sammenlignelighed af data, der indsamles for punktkilder.

2 Metode

2.1 Tid, sted og periode

Prøveudtagning på renseanlæg samt flowmåling, kan foretages hele året. Om vinteren kan sne og frost vanskeliggøre repræsentative målinger.

2.2 Udstyr og emballage

2.2.1 Prøvetagningsudstyr

Automatisk prøvetager, der kan klare den aktuelle løftehøjde

Nye sugeslanger- indvendig større end diameter 9 mm

Dunke (døgnprøver)

Glasflasker (stikprøver)

Flowmåler

Regnmåler

Stopur

Målebæger el. vægt

Prøvetagningsudstyr, der allerede er etableret på prøvetagningsstedet skal benyttes under forudsætning af, at det i øvrigt opfylder kravene og anbefalingerne i relation til placering af udstyret. Bortset fra meget små

renseanlæg har de fleste anlæg fastinstalleret prøvetagningsudstyr. I de fleste tilfælde vil opgaven derfor bestå i at sikre sig, at det fastinstallerede udstyr lever op til de krav, der er beskrevet i denne anvisning.

Følgende forhold har betydning for udtagning af repræsentative prøver:

- Slangediameteren skal have en indvendig diameter på over 9 mm.
- Anvendes fastmonteret prøvetagningsudstyr, skal den person, der skal stå for prøvetagningen, sikre, at der anvendes rene eller nye slanger (jf. afsnittet rengøringstilstand under 2.3.3).
- Den automatiske prøvetager, der anvendes til prøvetagningen, skal kunne klare den aktuelle løftehøjde på prøvetagningsstedet.
- Udstyret, der er i kontakt med spildevandet, skal være af et materiale, som ikke afgiver miljøfremmede stoffer eller tungmetaller.
- Der skal som udgangspunkt benyttes teflonslanger. Såfremt teflonslanger i særlige situationer viser sig uanvendelige, f.eks. i visse tilfælde med fastmonteret prøvetagningsudstyr, skal der anvendes slanger af polyethylen eller polypropylen. PVC-slanger må ikke benyttes.

Notér i bilag 6.1, hvilke materialer, spildevandet er i kontakt med herunder hvis, der fraviges fra brug af teflonslanger. Sugelangen er f.eks. lavet af teflon, rør i prøvetageren kan være af stål, måleglasset i prøvetageren kan være af glas osv.

2.2.2 Emballage

I de fleste tilfælde stiller laboratoriet en fuldstændig emballageliste til rådighed. Emballagelisten angiver beholdermateriale, volumen, prøvehåndtering, fyldningsanvisning og evt. tilsætningsstoffer. Er der ingen emballageliste tilgængelig kan anvisningerne i tabel 2.1 benyttes.

Parameter	Beholdermateriale	Rengøring af beholdere	Opbevaring og behandling	Prøvemængde
Døgnprøver under opsamling - næringssalte - tungmetaller og miljøfremmede stoffer	PE/PP/glas	syrevask (ikke HNO ₃)	0- 4° C	mængden beregnes
	PE/PP/glas	nye beholdere	0- 4° C	mængden beregnes
Døgnprøver inden sammenblanding til ugeblandprøver - tungmetaller	PE/PP/glas	syrevask (HNO ₃ el. HCl)	nedfrysning < 18°C	Blandingsforhold beregnes
Døgnprøver efter neddeling - næringssalte - tungmetaller - organiske miljøfremmede stoffer	PE/PP	syrevask (ikke HNO ₃)	nedfrysning < ÷18°C	ca. 1.500 ml
	PE/PP/glas	syrevask (HCl el. HNO ₃)	pH < 2	ca. 500 ml
	glas	glødning v. 450° C	nedfrysning < ÷18°C	ca. 16.000 ml
Stikprøver - næringssalte - flygtige organiske stoffer	PE/PP	syrevask (ikke HNO ₃)	nedfrysning < ÷18° C	ca. 1.500 ml
	glas	glødning v. 450° C	0- 4° C	ca. 1.500 ml

Tablet 2.1 Vejledende oversigt over prøvehåndtering, herunder beholdere til opbevaring af prøver, prøvemængder og opbevaringsforhold.

PE: polyethylen, PP: polypropylen

2.3 Procedure

På renseanlæg udføres prøvetagning fortrinsvis som egenkontrol og overvågning.

Egenkontrollen foretages i henhold til spildevandsbekendtgørelsens § 18, og det årlige minimumskrav til antal af egenkontrolprøver er angivet i bilag 1 til spildevandsbekendtgørelsen /4/. Prøverne skal i henhold til bilag 1 i spildevandsbekendtgørelsen udtages som stikprøver, som tidsproportionale døgnprøver eller som vandføringsvægtet døgnprøver.

Der er en række forhold, som skal kontrolleres og noteres i bilagene 6.1-6.5, inden prøvetagningen igangsættes. Dette kan for det medbragte prøvetagningsudstyr og flowmåler bedst gennemføres på selve prøvetagningsstedet. Sker der ændringer i nogle af de nedennævnte forhold under selve prøvetagningen, skal dette noteres.

2.3.1 Prøvetagningssted og opstilling

For at sikre, at udstyret tager en repræsentativ delmængde af spildevandsstrømmen, er det vigtigt at være opmærksom på følgende forhold omkring prøvetagningsstedet:

Sugeslage

- Sugelangen skal være fastgjort.
- Sugelangen må ikke være længere end nødvendigt, og oprullede slanger skal undgås.
- Vandhastigheden i forbindelse med udtagning af døgnprøver skal ligge på min 0,5 m/s og bestemmes ved udmåling af sugelangen, mens tiden, som prøven er om at gennemløbe slangen, måles med et stopur med 1/10 sekunds nøjagtighed.
- Prøvetagningen skal foregå et sted, som ikke påvirkes af løsrevne kloakbelægnings. Kan dette ikke undgås skal der rengøres omkring prøvestedet før prøvetagningen.

Sugespids

Sugespiden skal placeres, hvor der er god opblanding i vandstrømmen (god turbulens), og skal placeres midt mellem laveste vandstand og bunden.

Placering i indløb

- Prøven skal udtages efter tilslutning af alle tilløbsstrømme og efter ristebygværket.
- Prøven skal udtages opstrøms alle returførte strømme på renseanlægget dvs. overløb fra slamkoncentreringstanke, overløb fra rådnetanke og rejktvand fra slamafvanding samt opstrøms eventuel tilsætning af kemikalier.
- Hvis det ikke er muligt at placere prøvetagningsudstyret på et punkt, hvor alle tilløbsstrømme er samlede og godt opblandede, kan det være nødvendigt at udtage prøver af flere forskellige tilløbsstrømme og sammenblende prøverne i forhold til de målte vandføringer i de enkelte tilløbsstrømme.

Oplysninger, der skal registreres om indløbet på renseanlæg, er anført i bilag 6.1.

Placering i udløb

- Udløbsprøvetageren skal placeres i forbindelse med anlæggets iltningstrappe.
- I tilfælde, hvor udløbsprøven udtages andet steds, skal det sikres, at der er tale om et sted, hvor alt spildevandet passerer prøvetagningsstedet, og at der ikke sker yderligere behandling af vandet nedstrøms prøvetagningsstedet, f.eks. efterpolering ved hjælp af sandfilter eller lagune.

Oplysninger, der skal registreres om udløbet på renseanlæg, er anført i bilag 6.1.

Rengøringstilstand

- Der skal benyttes nye sugeslanger ved starten af en ny prøvetagningsperiode for ugeblandprøver.
- Nyt udstyr og nye sugeslanger skal skylles igennem med det aktuelle spildevand, inden prøvetagningen påbegyndes, hvilket normalt vil ske i forbindelse med kontrol af delprøvevoluminet.
- Både prøveapparatets og sugeslangernes rengøringstilstand vurderes, hvis der findes begroinger i sugeslangen, enten ved prøvetagningens start eller de opstår under prøvetagningen, skal sugeslangen udskiftes.
- Til rengøring af prøvetagningsudstyr skal der kun benyttes rent vand.

6

Titel: Prøvetagning renseanlæg

Versionsnummer: 1.0

- Husk også at rengøre sugespidsen

2.3.2 Flowmåling

Da flowmålinger benyttes som signal til udtagning af flowproportionale døgnprøver, skal der altid foretages flowmålinger i forbindelse med udtagning af døgnprøver på renseanlæg. Dog kan flowmålinger udelades på renseanlæg mindre end 1000 PE, hvis nødvendige faciliteter ikke er til stede, og i så fald udtages døgnprøven tidsproportionalt.

På anlæg, hvor der findes eksisterende flowmålerudstyr, skal dette benyttes, hvis udstyret på baggrund af nedenstående punkter vurderes at egne sig til formålet:

- Flowmåleren skal måle flowet i selve prøvetagningsstedet for ind- og udløb.
- Indløbs-flowmåleren skal være placeret opstrøms eventuelt returførte strømme.
- Udløbsflowmåleren skal være placeret nedstrøms eventuelt interne vandudtag.
- Det aktuelle flow skal ligge inden for flowmålerens måleområde.
- Niveauforskellen skal være således, at der ikke opstår opstuvning i målerender.
- Overfald skal være udført korrekt, således der ikke er skarpe kanter. Overfald af planker kan for eksempel give en utilstrækkelig nøjagtighed.
- Der skal ske rengøring af overfald samt niveaumålere og magnetisk induktive ringmålere.
- Udstyret skal være kalibreret.
- Måleskoddet skal være helt tæt, således at alt vandet løber over udkæringen og ikke ved siden af.

På anlæg, hvor der findes flowmålingsudstyr i såvel indløb som udløb, skal signalet fra indløbsmålingen bruges til udtagning af indløbsprøven og signalet fra udløbsmålingen til udtagning af udløbsprøven. På anlæg,

hvor der kun findes flowmålerudstyr enten i indløb eller udløb, skal flowmålesignalet bruges til udtagning af både indløb og udløbsprøver.

De dominerende måleprincipper på renseanlæg er:

- Måleoverfald (trekant eller rektangulære overfald) kombineret med niveaumåling ved ultralyd
- Målerender (Parshall eller Venturi) kombineret med niveaumåling ved ultralyd
- Magnetisk induktiv måling på fuldtløbende rør

I de tilfælde, hvor der ikke findes flowmålerudstyr på anlægget eller udstyret vurderes ikke at kunne anvendes (jf. ovenstående), vil flowmålermetoden afhænge af det konkrete prøvetagningssted, og der henvises i disse tilfælde til TemaNord rapporten: Prøvetagning og flowmåling af spildevand /5/.

Oplysninger om flowmåling på renseanlæg herunder hvor det benyttede flowmålerudstyr er placeret, skal noteres bilag 6.5.

2.3.3 Prøvetagning –Døgnprøver

Døgnprøver udtages enten flowproportionalt eller tidsproportionalt, jf. tabel nedenfor. Prøven udtages i henhold til /2/.

Godkendt kapacitet (PE)	Prøvetagningsmetode
30 - 199	Vandmængdeproportional* døgnprøve. Dog kan tidsproportionale prøver eller stikprøver accepteres.
200- 999	Vandmængdeproportional* døgnprøve. Dog kan tidsproportionale prøver eller stikprøver accepteres, hvis nødvendige faciliteter til udtagning af vandmængdeproportional* prøve ikke er til stede
≥ 1000	Vandmængdeproportional* døgnprøve

* Vandmængdeproportional= flowproportionalt

Prøvemængder

Når det gælder prøver, der skal analyseres for næringsalte, miljøfremmede stoffer og tungmetaller, skal man rette henvendelse til

analyselaboratorierne for at få oplyst de nødvendige prøvemængder. Prøvemængderne anført i tabel 2.1 skal betragtes som vejledende.

Delprøvestørrelsen kan beregnes således:

D_{vol} = delprøvestørrelse (ml)

P_{vol} = samlet prøvevolumen (ml pr. døgn)

Dt = antal delprøver pr. time

$$D_{vol} = \frac{P_{vol}}{(Dt * 24)}$$

Delprøvestørrelsen skal være mindst 50 ml, som det står anført i standarden DS/ISO 5667-10 Vejledning om prøvetagning af spildevand /2/. Delprøvestørrelsen skal tilpasses, således at der er tilstrækkelig prøvemængde i forhold til de parametre, der skal analyseres for. Samtidig skal det også sikres, at opsamlingsbeholderen er tilstrækkelig stor, så der ikke sker overløb under opsamlingen.

Delprøvestørrelsen kontrolleres ved at opsamle delprøver i et måleglas eller vejes på en vægt. Dette gøres i alt 5 gange på stedet, hvor prøvetagningen skal udføres, og delprøvestørrelsen anføres i bilaget.

Ved afslutning af hver døgnprøve kontrolleres om det samlede prøvevolumen svarer til antallet af udtagne delprøver ganget med delprøvestørrelserne. Hvis volumenkontrollerne viser en afvigelse mellem det beregnede volumen og det målte volumen på mere end 5 %, kasseres prøven. Inden igangsætningen af næste prøve kontrolleres delprøvestørrelsen igen jf. tidligere.

For at lette kontrollen af acceptkriteriet på 5 % anbefales det at anvende opsamlingsbeholdere med markeret volumeninddeling. Alternativt kan man før udtagning af prøven ved hjælp af afmålt rent vand med en pen markere en volumeninddeling på beholderen. Prøven kan også vejes. Vægten skal have en nøjagtighed på 100 g. Det forudsættes at 1 liter vand vejer 1000 g.

Der udtages delprøver med maksimalt 20 minutters mellemrum. Så vidt det er muligt, bør der være 10-12 minutter mellem udtagning af delprøver. Jo større variationerne er i flow og stofkoncentration i den vandstrøm, der skal udtages prøver fra, jo hyppigere skal udtagningen af delprøver være, ellers forøges usikkerheden på den målte stofkoncentration i forhold til den sande værdi /5/. Det vil kræve detaljeret viden om variationer i stofkoncentrationer og flow og omfattende databehandling, hvis prøvetageren skal indstilles optimalt i hvert enkelt tilfælde. Vær dog opmærksom på periodevis udledning af spildevand og tilrettelæg prøvetagningen derefter. Beregning af

størrelsen af flow mellem udtagning af delprøver ved flowproportional prøvetagning sker således:

$Q_{\text{total}} = \text{døgnvandmængde (m}^3/\text{døgn)}$

$D_t = \text{antal delprøver pr. time } (\geq 3)$

$Q_{\text{delprøve}} = \text{vandmængde mellem to delprøver (m}^3/\text{delprøve)}$

$Q_{\text{delprøve}} = Q_{\text{total}} / (24 * D_t)$

Tiden mellem udtagningen af to delprøver kontrolleres. Efter udtagning af en døgnprøve kontrolleres ved tidsproportional prøvetagning, at antallet af delprøver gange delprøvevoluminet (ml/delprøve) er lig med det samlede prøvevolumen (ml). Ved flowproportional prøvetagning kontrolleres, at voluminet (ml) i opsamlingsdunken er lig med det samlede flow (m³) i prøvetagningsperioden gange delprøvevoluminet (ml/impuls) divideret med voluminet (m³/impuls) mellem delprøverne.

I de tilfælde, hvor der til flowmåleren er knyttet en impulstæller, kontrolleres det tillige, at antallet af impulser fra flowmåleren gange voluminet (m³) mellem udtagning af delprøver er lig den samlede vandmængde (m³), der har passeret prøvetagningsstedet.

Kontrollér, at prøvetageren reagerer på signalet fra flowmåleren, og notér det flow, der er valgt mellem udtagningen af delprøver.

Opbevaring af døgnprøver

Vandtemperaturen i indløb og udløb, samt i dunkene og prøveopbevaringsstedet måles dagligt og noteres i bilag 6.2.

Under udtagningen af døgnprøver skal den opsamlede prøvemængde opbevares mørkt og ved 0-4° C. Ved transport til laboratoriet opbevares prøven ved 0- 4° C.

Nedfryses døgnprøven ikke, skal prøven afhentes af laboratoriet samme dag, som prøven udtages.

Nedfryses prøven, kan man vælge at nedfryse en delmængde af døgnprøven, så længe det sikres, at der vil være nok prøvemængde til analysen. Undgå at beholderen sprænges under frost, evt. ved at fylde beholderen halvt.

Inden analyse må spildevandsprøverne højst opbevares i 4 måneder i nedfrosset tilstand (< ÷ 18°C).

Døgnprøver, der skal analyseres for miljøfremmede stoffer og tungmetaller, nedfryses i portioner på 0,5 l i 1 liters beholdere. Af praktiske årsager kan det være nødvendigt at nedfryse større portioner

ad gangen. Af hensyn til hurtig nedkøling skal portionerne være mindre end 2 l.

Optøning af nedfrosne spildevandsprøver skal foregå langsomt på køl. Derved minimeres risikoen for sprængning af flasker. Optøning ved stuetemperatur kan ikke anbefales. Husk at ryste flaskerne under optøningen.

2.3.4 Ugeblandprøver

Udtagning af døgnprøver til ugeblandprøver

Prøvetagning af døgnprøver, der skal sammenblandes til ugeblandprøver foretages kontinuerlig, således, at der udtages døgnprøver på alle ugens 7 dage. Døgnprøverne blandes efter endt prøvetagning sammen til en ugeblandprøve, som analyseres på laboratoriet. Hvis udtagningen af en døgnprøve på en af ugedagene slår fejl, gennemføres en ny prøvetagning på den samme ugedag i den følgende uge, og denne prøve indgår i ugeblandprøven. Generelt kan det accepteres, at de enkelte døgnprøver udtages over 2 uger, hvor hver ugedag er repræsenteret én gang i ugeblandprøven.

I forbindelse med udtagning af døgnprøver til ugeblandprøver skal vandhastigheden kontrolleres med en uges mellemrum.

Sammenblanding af døgnprøver til ugeblandprøver

Hvis døgnprøverne udtages tidsproportionalt fremstilles ugeblandprøven ved at sammenblende lige store mængder af de optøede døgnprøver. Hvis døgnprøverne er udtaget tidsproportionalt, og døgnvandmængden, der passerer prøvetagningsstedet, er kendt, fremstilles ugeblandprøven ved at sammenblende døgnprøverne i forhold til de målte døgnvandmængder.

Hvis døgnprøverne er udtaget tidsproportionalt, og døgnvandmængden er ukendt, fremstilles ugeblandprøven ved at sammenblende lige store mængder af de optøede døgnprøver.

Hvis døgnprøverne er udtaget flowproportionalt, fremstilles ugeblandprøver ved at optø døgnprøver og sammenblende disse i forhold til døgnvandmængderne, der har passeret prøvetagningsstedet.

Opbevaring af ugeblandprøver

Ugeblandprøver neddeles i portioner svarende til den mængde, de enkelte analyselaboratorier skal anvende til analyse. Portionerne opbevares i glasemballage eller andet ikke afsmittende materiale. For yderligere om opbevaringsbeholdere og rengøring henvises til tabel 2.1.

Prøverne opbevares ved 0- 4° C eller nedfryses indtil analyse. Prøven der skal bruges til analyse for tungmetaller syrekonserves (pH<2).

Prøverne må højst opbevares i 4 måneder i nedfrosset tilstand (< ÷18° C) inden analyse. Dette gælder også for spildevandsprøver, der skal analyseres for N, P og O.

Spildevandsprøver, der skal analyseres for opløst metal, må ikke fryses, da forholdet mellem opløst og partikulært bundet metal ændrer sig radikalt. Disse prøver skal derfor syrekonserves.

For syrekonserverede spildevandsprøver, som skal analyseres for tungmetaller, findes der i praksis ingen tidsmæssige begrænsninger på holdbarheden.

2.3.5 Prøvetagning - Stikprøver

Prøver, der skal analyseres for de mest flygtige organiske stoffer, skal udtages som stikprøver.

Prøvemængden afhænger af den benyttede analysemetode, og fastlægges af analyselaboratoriet.

Der benyttes som udgangspunkt den såkaldte kvalificerede stikprøvetagning taget fra en tysk DIN-standard. Metoden benyttes for at øge prøvens repræsentativitet i forhold til en enkelt stikprøve. Stikprøven består af 5 lige store delprøver udtaget med mindst 2 minutters intervaller inden for en samlet periode på maksimalt 2 timer.

De 5 delprøver udtages direkte i spildevandsstrømmen. Beholderen fyldes helt og lukkes tæt. Hvis det er muligt holdes både flaske og skruelåg under vand, når flasken lukkes for at undgå luftbobler i flasken. Sammenblandingen af de 5 delprøver foretages af laboratoriet umiddelbart inden analysen igangsættes.

På små renseanlæg med meget lille flow i indløbet eller til tider intet flow kan det være svært at leve op til standardens beskrivelse.

Prøverne opbevares ved 0- 4° C under transporten til laboratoriet. Stikprøver til analyse for flygtige organiske forbindelser skal analyseres inden for 48 timer efter udtagningen. Prøverne må ikke fryses.

Vandtemperaturen i indløb og udløb måles umiddelbart efter udtagning af stikprøver.

Oplysninger, der skal registreres om stikprøver, er anført i bilag 6.4. Fraviges DIN-standarden skal den benyttede metode beskrives i bilag 6.4.

2.3.6 Mærkning af prøver (stregkodeidentifikation)

Det er vigtigt, at de indsamlede prøver bliver mærket, så oplysninger knyttet til prøven om prøvetagningsudstyr og -sted, flow, nedbør m.m. kan identificeres. Bilagene 6.1-6.5 med oplysninger om prøvetagningen påføres identifikationsnummer/stregkode, som også påføres prøven og alle de prøver, der efterfølgende fremkommer ved sammenblanding og neddeling. Hver af de 5 delstikprøver skal ligeledes påføres identifikationsnummer/stregkode. Dette skal ses som led i den interne kvalitetssikring af prøvetagningen.

2.3.7 Kassering af prøver

I forbindelse med specielt udtagning af døgnprøver kan der opstå situationer, hvor de udtagne prøver ikke er tilstrækkelig repræsentative og derfor må kasseres.

Akkrediterede laboratorier skal i forskrifter/procedurer, som indgår i dokumentationen omkring prøvetagning, præcisere de krav, der skal være opfyldte, for at den udtagne prøve kan betragtes som acceptabel.

En række situationer medfører, at en prøve må betragtes om uacceptabel. En prøve skal f.eks. kasseres, hvis følge situationer opstår:

- Der ved afslutningen af en døgnprøvetagning har været overløb fra opsamlingsbeholderen.
- En døgnprøvetagning ikke er afsluttet inden for 24 timer \pm 2 timer.
- Der ved kontrol af prøvevolumen konstateres en afvigelse mellem det beregnede volumen og det målte volumen på mere end 5 %.
- En udløbsprøve fra renseanlægget er påvirket af aflastning eller tilledninger mellem indløb og udløb. Den tilhørende indløbsprøve skal da også kasseres.
- Prøven ikke er tilstrækkeligt entydigt mærket med hensyn til identifikation.
- Hvis prøven ikke er korrekt opbevaret før analyse.

2.3.8 Kontrol og Kalibrering

Der skal i overensstemmelse med kravene i ISO 17025 til hvert stykke apparatur, der bruges til feltmålinger, forefindes en logbog. I denne skal det anføres, hvornår der er udført kalibrering af udstyret, dato for serviceeftersyn eller reparationer, hvis der opdages uregelmæssigheder ved apparaturet eller andet, der kan have indflydelse på kvaliteten af dets målinger.

Flowmålinger

På alle anlæg, hvor flowproportional prøvetagning foretages, bør der forefindes en logbog for flowmålerne på anlægget.

Logbogen bør indeholde oplysninger om fabrikat og modelbetegnelse samt brugsvejledning. Dokumentation for seneste kalibrering, mål og dimensioner på målebygværket samt bemærkninger vedr. evt. måleforskel/usikkerhed ved ind-/udløbsmålinger.

Det er især ultralydsflowmålere i forbindelse med render eller måleskod, der ofte har behov for kalibrering, og at der samtidig sker en nedslidning under brug, hvilket viser at de har en begrænset holdbarhed på under 10 år

Denne type flowmålere skal have en dokumenteret kalibrering en gang årligt af autoriseret firma.

Ved magnetflowmålere bør der jævnligt foretages en rengøring af målerøret og en kontrol af det elektriske udstyr og er der tvivl om flowmålerudstyrets pålidelighed, kan det være nødvendigt med en kontrol/kalibrering af udstyret og det anbefales generelt at få gennemført en dokumenteret kalibrering af magnetflowmålere mindst hvert 6. år af et autoriseret firma.

Ved kontrol af niveaumålere er det forholdsvis simpelt at måle vandstands-niveauet med et centimetermål og sammenholde dette med et kapacitetsdiagram, en tabel for det aktuelle udstyr eller en direkte visning.

På mindre anlæg kan spildevandet opsamles i en beholder og sammenholdes med en tidtagning på stopur.

I tilfælde, hvor flowmåleren er placeret i indløbet, kan en mulighed for kontrol/kalibrering være at sænke niveauet i f.eks. en forklaringstank og beregne den fjernede vandmængde. Herefter følges genopfyldningen, indtil det oprindelige niveau er nået, og det

genopfyldte rumfang sammenlignes med flowmålerens registrering under opfyldningen.

2.4 Særlige forholdsregler

Af sikkerhedshåndbog for NST og MST's udegående funktioner fremgår, at ansatte, hvis beskæftigelse primært eller for størstedelens vedkommende består i arbejde med håndtering, behandling eller analyse af spildevand (kloakvand), kloakslam og lignende, skal være vaccineret i overensstemmelse med arbejdstilsynets krav herom – Vaccination af personer, der er beskæftiget med kloakslam og spildevand – AT-vejledning D.2.14

3 Databehandling

3.1 Data og koder

Analyseresultater indlæses i den fællesoffentlige punktkildedatabase (WinSPV/PULS) som overvågningsdata.

4 Kvalitetssikring

Naturstyrelsen skal som led i den interne kontrol af prøvetagningen sikre sig, at de nødvendige oplysninger i tilknytning til prøvetagningen registreres og arkiveres. Dvs. at Naturstyrelsen skal sikre sig, at rapporten om prøvetagning indeholder oplysninger svarende til dem, der er anført i anvisningens bilag 6.1-6.5.

Hvis Naturstyrelsen udbyder prøvetagningen til ekstern part, skal Naturstyrelsen sikre sig, at den pågældende eksterne part pålægges at gennemføre en intern kvalitetssikring af prøvetagningen i overensstemmelse med retningslinjerne i denne anvisning, og at dokumentationen for den interne kvalitetssikring fremsendes til Naturstyrelsen efter anmodning.

Når prøvetagning udføres som led i egenkontrollen er den ansvarlige prøvetager ikke umiddelbart forpligtet af retningslinjerne for intern kvalitetssikring af prøvetagningen i denne tekniske anvisning, med mindre dette er stillet som krav i en tilladelse eller et påbud efter miljøbeskyttelsesloven. Naturstyrelsen skal dog af hensyn til den ønskede kvalitetssikring opfordre til ovenstående retningslinjer følges i forbindelse med egenkontrollen.

Analyselaboratoriet er ansvarlig for at levere kvalitetssikrede resultater i overensstemmelse med analyseforskrifter og intern kvalitetskontrol. Men derudover skal rekvirenten kontrollere, at de modtagne resultater er i overensstemmelse med de truffne aftaler om omfang og detektionsgrænser, samt om resultaterne er sandsynlige ud fra kendskabet til lokale forhold og andre tilsvarende undersøgelser.

5 Referencer

Litteratur, der er anvendt til selve metodebeskrivelsen og den bagvedliggende og forklarende faglitteratur.

- /1/ Miljøministeriets Bekendtgørelse nr. 900 af 17. august 2011 om kvalitetskrav til miljømålinger
- /2/ Vandundersøgelse - Prøvetagning - Del 10: Vejledning om prøvetagning af spildevand DS/ISO 5667-10:2004
- /3/ DS/EN ISO/IEC 17025: 2005 (2. udgave): Generelle krav til prøvnings- og kalibreringslaboratoriernes kompetence.
- /4 / Miljøministeriet Bekendtgørelse nr. 1448 af 11. december 2007 om spildevandstilladelser m.v. efter miljøbeskyttelseslovens kapitel 3 og 4
- /5/ Nordisk Ministerråd Prøvetagning og flowmåling af spildevand. TemaNord 1995:515 Rapport udarbejdet af Hans Peter Dybdahl, Henrik Grüttner og Bodil Mose Pedersen, VKI samt Ragnar Storhaug, Aquateam, Norge.

6 Bilag

Bilag 6.1 Ugeoplysninger

Generelle oplysninger

Prøvetagningssted:	
Myndighed:	
Prøvetager:	Dato:

Opsætning og kontrol af udstyr

Udstyr. type, evt. nr.(herunder om det er fast eller midlertidigt installeret):
Planlagt prøvetagningsperiode:
Eventuelle ændringer i prøvetagningsperiode:
Hvilke materialer har spildevandet været i kontakt med:
Prøvetagerens placering (indløb):
Prøvetagerens placering (udløb):
Den anvendte flowmålers placering (indløb):
Den anvendte flowmålers placering (udløb):

Slange

Sugeslangens længde: (m)
Løftehøjde: (m)
Sugeslangens diameter: (m)
Sugehastighed: (m)
Sugetid: (m)

Tjek af delprøve

Tid mellem delprøver: (min)
Volumen af delprøve: (ml)
Total udtaget volumen pr. døgn: (ml)

Beskrivelse af prøvetagningssted

Indløb

--

Udløb

--

Returførte strømme

Slamkoncentreringstanke:
Overløb rådnetanke:
Rejektvand fra slamafvanding:
Kemikaliedosering:
Belastningens størrelse (skønnet) i forhold til tilløbet:

Bilag 6.2 Døgnoplysninger

Prøveudtagningssted		Afløb (sæt X)	Tilløb (sæt X)
Myndighed (initialer og firma)		Prøvenr af 7	
Startdato og tidspunkt		Slutdato og tidspunkt	
Afleveringsdato og tidspunkt		Nummerlabel/stregkode	
Døgflow (m ³ /dg)			
Vandtemperatur i spildevandsstrøm (□C)		Start:	Slut:
Nedbør (mm)			
Antal m ³ /impuls			
Måling af delprøvemængde	N	(ml)	
	r.		
	1		
	2		
	3		
4			
5			
Målt Delprøvemængde (ml): (gennemsnit af de 5 målinger)			
Antal udtaget delprøver samt Minus - prøver			
Beregnet volumen (l) (delprøver x delprøvemængde)			

Total udtaget volumen (l) Målt eller vejnet (1 l vejer 1 kg)	
Afvigelse mellem målt og beregnet volumen: (> 5 % skal kasseres prøven)	
Opbevaringstemperatur for prøveopsamlingsbeholdere (□C),	
Temperatur i Prøve ved nedtagning	
Bemærkninger	

Prøvetagningssted:
Myndighed:

Dato (fra – til):	Prøvenr. af 7
Vandindtag (l/s):	
Vandtemperatur (C°): i dunk	i ind/udløb
Prøvetager:	
Identifikationsnummer/stregkode (Indløb):	Identifikationsnummer/stregkode (Udløb):

Dato (fra – til):	Prøvenr. af 7
Vandindtag (l/s):	

Vandtemperatur (C°): dunk	i	ind/udløb	i
Prøvetager:			
Identifikationsnummer/stregkode (Indløb):		Identifikationsnummer/stregkode (Udløb):	

Prøvetagningssted:
Myndighed:

Dato (fra – til):	Prøvenr.	af 7
Vandindtag (l/s):		
Vandtemperatur (C°):	i	i
dunk	ind/udløb	
Prøvetager:		
Identifikationsnummer/stregkode (Indløb):	Identifikationsnummer/stregkode (Udløb):	

Dato (fra – til):	Prøvenr.	af 7
Vandindtag (l/s):		
Vandtemperatur (C°):	i	i
dunk	ind/udløb	
Prøvetager:		
Identifikationsnummer/stregkode (Indløb):	Identifikationsnummer/stregkode (Udløb):	

Prøvetagningssted:
Myndighed:

Dato (fra – til):	Prøvenr.	af 7
Vandindtag (l/s):		
Vandtemperatur (C°):	i	i
dunk	ind/udløb	
Prøvetager:		
Identifikationsnummer/stregkode (Indløb):	Identifikationsnummer/stregkode (Udløb):	

Dato (fra – til):	Prøvenr.	af 7
Vandindtag (l/s):		
Vandtemperatur (C°):	i	i
dunk	ind/udløb	
Prøvetager:		
Identifikationsnummer/stregkode (Indløb):	Identifikationsnummer/stregkode (Udløb):	

Prøvetagningssted:
Myndighed:

Dato (fra – til):	Prøvenr. af 7
Vandindtag (l/s):	
Vandtemperatur (C°): dunk i	ind/udløb i
Prøvetager:	
Identifikationsnummer/stregkode (Indløb):	Identifikationsnummer/stregkode (Udløb):

Bilag 6.3 Neddelt ugeblandprøver

Prøvetagningssted:	
Myndighed:	
Periode, som prøven repræsenterer:	
Dato for sammenblanding og neddeling:	
Ansvarlig for sammenblanding/neddeling:	
Opbevaringsforhold:	
Seneste dato for analysering:	
Analyseparametre (NPO, miljøfremmede stoffer/tungmetaller)	
Identifikationsnummer/stregkode:	

Bilag 6.4 Stikprøve

Prøvetagningssted:
Myndighed:

Dato:	
Vandindtag (l/s):	
Vandtemperatur (C°): dunk	ind/udløb
Prøvetager:	
Opbevaringsforhold:	
Seneste dato for analysering:	
Bemærkninger: (Fraviges DIN-standardens skal den benyttede metode beskrives)	
Identifikationsnummer/stregkode:	Identifikationsnummer/stregkode:
Identifikationsnummer/stregkode:	Identifikationsnummer/stregkode:
Identifikationsnummer/stregkode:	

Bilag 6.5 Flowmålinger

Flowmålerudstyr (sæt kryds): Fast installeret <input type="checkbox"/> Midlertidigt installeret <input type="checkbox"/> Andet:
Måleprincip (sæt kryds): Niveaumåling (ultralyd, tryk osv.) <input type="checkbox"/> Overfald (konstruktion, vinkel på udskæring) <input type="checkbox"/> Rende (Parshall etc.) <input type="checkbox"/> Magnetisk induktiv ringmåler (type, ringdimension) <input type="checkbox"/> Andet:
Vurdering af udstyrets egnethed/tilstand: * Måleområde i forhold til aktuelt flow * Lige strækning før og efter målerender * Opstuvning i målerender pga. utilstrækkelig niveauforskel * Upålidelig forældede niveaumålere * Udførelse af måleoverfald * Rengørings tilstand * Seneste kalibrering <input type="checkbox"/> Andet
Kontrol/kalibrering: Hvis det har været nødvendigt at gennemføre en kontrol/kalibrering af flowmålerudstyret registreres den anvendte metode samt resultatet af kontrollen/kalibreringen

7 Oversigt over versionsændringer

Version	Dato	Emne:	Ændring: