Statens forurensningstilsyn
Norwegian Pollution Control Authority

Veileder for prøvetaking og analyse av miljøgifter

MILJØGIFTER I INNLØPS- OG UTLØPSVANN FRA AVLØPSRENSEANLEGG

2378
2008

Forord

En av de største miljøtruslene vi står ovenfor er utslipp av helse- og miljøfarlige kjemikalier. De farligste av disse kjemikaliene, kalt miljøgifter, er stoffer som i tillegg til å være giftige i meget lave konsentrasjoner, kan være lite nedbrytbare, kan lagres i levende organismer og oppkonsentreres oppover i næringskjedene og medfører skader på mennesker og dyr.

Norsk avløpspolitikk har som mål å fjerne miljøgiftene ved kilden før de slippes på avløpsnettet. Dette har redusert, men ikke fjernet tilførsler av miljøgifter til avløpsanlegg. I dag påvises fortsatt miljøgifter i avløpsvann, men usikkerheten i tallene er store.

Denne veilederen beskriver prøvetaking og analyse av miljøgifter i innløp og utløp fra avløpsrenseanlegg og er knyttet til avløpsbestemmelsene i forurensningsforskriften. Veilederens målgruppe er kommunen (anleggseieren). Veilederen skal bidra til at prøvetaking og analysering av miljøgifter har nødvendig kvalitet.

Det er først og fremst kommuner med avløpsanlegg større enn 20 000 pe som vil ha nytte av veilederen. Men veilederen vil også kunne være nyttig for andre som skal ta prøver og analyser av miljøgifter i andre sammenheng enn som følge av forskriftskrav til avløpsanlegg.

Veilederen gir også anbefalinger om hvordan rapporteringen fra laboratoriene bør være. Det er hensiktsmessig at dette gjøres på en enhetlig måte slik at rapporteringen til Kostra blir enklest mulig.

Veilederen er skrevet av Aquateam i samarbeid med NIVA på oppdrag fra SFT.

SFT, Oslo, januar 2008

Marit Kjeldby

avdelingsdirektør

Innhold

1. Innledning ... 6

2. Valg av analyselaboratorium ... 9
2.1 Generelt ... 9
2.2 Krav til akkreditering ... 10
2.3 Krav til analyseparametere og deteksjonsgrenser ... 10
2.3.1 Parameterutvalg ... 10
2.3.2 Analysemetoder og deteksjonsgrenser ... 12
2.3.3 Bruk av online instrumenter for kontinuerlig måling av tungmetallkonsentrasjonen 14
2.4 Krav til måleusikkerhet ... 15
2.4.1 Generelt ... 15
2.4.2 Usikkerhetsbidraget fra prøvetakingen ... 15
2.4.3 Usikkerhetsbidraget fra den kjemiske analysen ... 15
2.5 Krav til dokumentasjon av analysekvalitet ... 17
2.6 Krav til laboratoriets rapportering av analysedata ... 17
2.7 Andre krav som anleggseier bør stille til laboratoriet som skal gjennomføre analysene ... 19

3. Prøvetakingspunkt og prøvetakingsutstyr ... 20
3.1 Krav til prøvetakingspunktet ... 20
3.2 Krav til prøvetakingsutstyr ... 20
3.2.1 Materialvalg i slanger ... 20
3.2.2 Prøvekammer i prøvetaker ... 20
3.2.3 Oppsamlingsbeholder for prøve ... 21
3.3 Krav til vannføringsmåler ... 21

4. Gjennomføring av prøvetakingen ... 24
4.1 Krav til akkreditert prøvetaking ... 24
4.2 Når skal prøvene tas? ... 24
4.3 Oversikt over prøvetype ... 25
4.3.1 Kvalifiserte stikkprøver ... 25
4.3.2 Døgnblandprøver ... 25
4.3.3 Antall delprøver i en ukeblandprøve ... 26
4.4 Uttak av kvalifiserte stikkprøver ... 26
4.5 Uttak av vannmengdeproporsjonale døgnblandprøver ... 27
4.6 Rengjøring av utstyr ... 28
4.7 Uttak av representativ døgnprøve fra oppsamlingsbeholder for døgnblandprøver ... 29
4.8 Utfylling av prøvetakingsjournal ... 31
4.9 Kontakt med laboratoriet før prøvetaking ... 32

5. Kvalitetssikring av prøvetakingen ... 33
5.1 Kritisk punkter ved prøvetakingen ... 33
5.2 Kontroll av prøvetakingspunkt ... 33
5.3 Prøvetaker ... 34
5.4 Vannføringsmåler ... 34
5.5 Uttak av døgnblandprøve fra oppsamlingsbeholder ... 34
5.6 Uforutsette hendelser i prøvetakingsdøgnet ... 35

6. Klargjøring av prøver for oversendelse til laboratorium ... 36
6.1 Merking av prøver ... 36
6.2 Sammensetning av døgnblandprøver til ukeblandprøve ... 36

7. Rapportering av data til KOSTRA ... 38
7.1 Generelt ... 38
7.2 Beregningsregler ... 38
7.2.1 Middelkonsentrasjon i innløpsvann og utløpsvann ... 38
7.2.2 Beregning av utslippsmengde på årsbasis ... 40

8. Referanser ... 43

Vedlegg 1. Eksempel på prøvetakingsjournal ... 45

Vedlegg 2. Eksempel på sjekklister til bruk ved prøvetaking ... 47

Vedlegg 3. Eksempel på standardkontrakt for innkjøp av laboratorietjenester ... 51

Vedlegg 4 Forslag til standardskjema for rapportering av analyseverdier ... 53

Vedlegg 5. Beskrivelse av analysemetoder for metaller ... 54

Vedlegg 6. Oversikt over norsk standard og andre standardiserte metoder ... 58

1. Innledning

En av de største miljøtruslene vi står overfor er utslipp av helse- og miljøfarlige kjemikalier. De farligste av disse kjemikaliene, kalt miljøgifter, er stoffer som i tillegg til å være giftige i meget lave konsentrasjoner, kan være lite nedbrytbare, kan lagres i levende organismer og oppkonsentreres oppover i næringskjedene. Dette betyr at selv om miljøgiftene forekommer i lave konsentrasjoner i utslipp, vil utslippene over tid kunne føre til høye konsentrasjoner i dyr og mennesker. Enkelte av stoffene kan være hormonforstyrrende, skade fosteret og spedbarn som får morsmelk. Utslipp kan også skade miljøet i resipientene ved at de er giftige for vann- og jordlevende organismer, og er en trussel mot det biologiske mangfoldet. Noen av stoffene er vannløselige, mens andre bindes til partikler i jord og sedimenter.

Norske myndigheter har slått fast at utslipp og bruk av kjemikalier som utgjør en alvorlig trussel mot helse og miljø, skal stanses eller reduseres vesentlig. Det er utarbeidet liste over de prioriterte miljøgiftene der utslipp skal stanses eller reduseres vesentlig innen konkrete frister, se Stortingsmelding 14 (2006 - 2007), Sammen for et giftfritt miljø – forutsetninger for en tryggere framtid. Listen blir kontinuerlig justert etter hvert som det foreligger ny kunnskap om miljøgiftene, og ligger på SFTs hjemmeside (http://www.miljostatus.no/templates/pagewide____2828.aspx).

En rekke miljøgifter som står på myndighetenes utfasingslister, er funnet i produkter som benyttes i husholdninger, i matvarer etc., og det er vist at disse miljøgiftene kan spres med avløpsvann. Det er også knyttet usikkerhet til i hvor stor grad de normale renseprosessene som benyttes på avløpsrenseanlegg, fjerner ulike typer miljøgifter. Vanlige kommunale avløpsrenseanlegg er ikke bygget for å fjerne miljøgifter, men enkelte miljøgifter fjernes fra avløpsvannet fordi de bindes til partikler og dermed går over i slamfasen. Ved avløpsrenseanlegg med biologisk rensetrinn vil noen organiske miljøgifter som bindes til biologisk slam, kunne brytes ned helt eller delvis. For alle typer renseanlegg vil flere organiske miljøgifter kunne brytes ned eller omdannes i slambehandlingen og derved reduseres innholdet før den endelig disponeringen av slammet. Vi ønsker ikke at disse miljøgiftene skal nå resipienten og skade miljøet her eller forekomme i avløpsslam som benyttes som gjødsel og jordforbedringsmiddel i landbruket og på grøntarealer. Det er derfor meget viktig å kontrollere innholdet av disse stoffene i inn- og utløpsvann fra avløpsrenseanlegg.

Del 4 i forskrift 1. juni 2004 nr. 931 om begrensning av forurensning (forurensnings-forskriften) setter krav om at det skal analyseres for utvalgte tungmetaller i innløpsvann og utløpsvann fra avløpsanlegg over en gitt størrelse. Fylkesmannen kan fastsette krav om flere analyser enn de som fremgår av forskriften, herunder kreve at flere mindre anlegg gjennomfører analysene. De aktuelle stoffgrupper/stoffer er:

- Tungmetaller
- Bromerte flammehemmere (BFH)
- Polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH)
- Polyklorerte bifenyler (PCB)
- Ftalaten DEHP
- Alkylfenolen nonylfenol.

Detaljerte krav for analyseparametere er beskrevet i kap. 2 i denne veilederen.

Forurensningsforskriften kan endres, og anleggseier må forvisse seg om at alle analyseparametere som til enhver tid kreves iht. forurensningsforskriften, blir inkludert i parameterutvalget.

Analysedataene skal rapporteres til det offentlige innrapporteringssystemet KOSTRA (KOmmune-STat-RApportering). Dataene skal bl.a. benyttes til å beregne andelen miljøgifter som tilføres miljøet fra avløpsanlegg sammenliknet med totalutslippet fra samtlige kjente kilder, og dermed medvirke til at de riktige miljøtiltakene prioriteres. Analyseresultatene blir således et viktig utgangspunkt for tiltaksvurderinger både ved kilden og på avløpsanleggene.

God kvalitet på dataene er avhengig av at prøvetaking og analysering gjøres riktig. Erfaring viser at det gjøres store feil når det gjelder prøvetaking. Ettersom enkelte av stoffene forventes å forekomme i meget lave konsentrasjoner i avløpsvannet, er det meget viktig å ta prøvene slik at man får representative resultater og unngå forurensning av prøvene fra andre kilder under prøvetakingen. I tillegg er det viktig at de kjemiske analysene gir riktig resultater med en akseptabel usikkerhet, samt at behandlingen av analyseresultatene er gjort på samme måte for alle anleggene. Feil under prøvetaking og analyse fører ofte til høyere verdier for miljøgifter enn hva som er reelt.

De største problemområdene i tilknytning til prøvetakingen er:

- Etablering av prøvetakingspunkt som gir mulighet for å ta ut representative prøver (dette gjelder all prøvetaking på avløpsrenseanlegg)
- Usikkerhet omkring effekten av ulike materialer som er i kontakt med prøven
- Prosedyrer for uttak av representative prøver fra oppsamlingsbeholderen til prøvetakeren og hvordan døgnblandprøvene skal oppbevares i prøveperioden før innsending til laboratoriet
- Ulik praksis på laboratoriene når det gjelder rapportering av analysedata, anbefaling om prøveflasker og konservering av prøvene

Prøvetakingsopplegg og rutiner på et kommunalt avløpsrenseanlegg har hittil vanligvis vært utformet med tanke på at det skal tas prøver av tradisjonelle forurensningsparametere som organisk stoff, fosfor, nitrogen og suspendert stoff. Det eksisterende prøvetakingsopplegget må modifiseres slik at de grunnleggende kravene til korrekt prøvetaking av tungmetaller og miljøgifter etterleves. Det må også tas hensyn til at prøvetakingen skal gjennomføres på eksisterende renseanlegg. Prøvetakingsopplegget må derfor være praktisk gjennomførbart.

Denne veilederen skal hjelpe til med å løse de viktigste problemstillingene som eiere av avløpsanlegg og analyselaboratorier møter når miljøgifter skal analyseres. Veilederen skal medvirke til at forståelsen og gjennomføringen av kravene i forurensningsforskriften blir mest mulig enhetlig. Veilederen er basert på kontakt med analyselaboratorier, opplysninger fra litteraturen, kontakt med diverse avløpsrenseanlegg og kontakt med det norske fagmiljøet forøvrig.

Målgruppen for veilederen er:

- Personell som utfører prøvetaking på avløpsanlegg
- Analyselaboratorier som gir råd om prøvetaking og utfører analyser
- Anleggseiere som bearbeider analysedata og rapporterer til KOSTRA

Veilederen følger prosessen fra valg av analyselaboratorium til innrapportering av data til KOSTRA etter følgende mønster:

1. Forurensningsforskriftens krav til analyseparametre og utvelgelse av laboratorium som skal utføre analysene.
2. Krav til prøvetakingspunkter og utstyr som benyttes ved prøvetakingen.
3. Gjennomføring av prøvetakingen.
4. Klargjøring av prøver før oversendelse til laboratorium og transport til laboratoriet.
5. Rapportering av data til KOSTRA.

I tillegg inneholder veilederen en kort omtale av online–systemer for analyse av tungmetaller som alternativ til konvensjonell prøvetaking.

Det henvises for øvrig til NS-EN ISO 5667-1 og NS-ISO 5667-2 for ytterligere informasjon om utforming av prøvetakingsprogrammer og om prøvetakingsteknikker.

2. Valg av analyselaboratorium

2.1 Generelt

Det vil variere hvordan en anleggseier bestiller analysetjenester. Det kan være som en del av en større analysepakke som skal dekke anleggseiers behov for analysetjenester innenfor flere områder (drikkevann, avløpsvann, slam etc.). Normalt blir det da gjennomført en tilbudskonkurranse blant flere aktuelle laboratorier. Hvis analysebehovet er av mindre omfang, kan det være en henvendelse direkte til et spesifikt laboratorium. Forskrift om offentlige anskaffelser (Fornyings- og administrasjonsdepartementet, 2001) gir anvisninger for hvordan anskaffelsesprosessen skal gjennomføres, og det vil ikke bli gitt noen nærmere beskrivelse av dette i denne veilederen.

I konkurransegrunnlaget i en tilbudskonkurranse, eller ved en direkte henvendelse til et laboratorium, er det imidlertid av stor betydning at anleggseier utarbeider en kravspesifikasjon som minimum bør omfatte følgende:

- Omfanget av leveransen (hva leveransen skal omfatte, hvilke parametere, hvor mange prøver)
- Grensesnittet mellom anleggseiers ansvar og laboratoriets ansvar (skal laboratoriet ta prøvene, hente prøvene, eller er anleggseier ansvarlig for prøvetaking og transporten til laboratoriet ?)
- Kvalitetskrav og andre krav som anleggseier stiller til laboratoriet og leveransen

Det er viktig at anleggseier utarbeider en tydelig og detaljert kravspesifikasjon. Ved utarbeidelse av kravspesifikasjonen kan det tas utgangspunkt i/henvises til formuleringene som er gjort i denne veilederen. For eksempel når det gjelder krav til:

- Deteksjonsgrenser
- Måleusikkerhet
- Dokumentasjon av analysekvalitet
- Rapportering av analysedata
- Standardkontrakt

Det er også viktig at laboratoriet har fagfolk som kan kommunisere analyseresultatene, i tillegg til at laboratoriet må følge med på utvikling av nye analysemetoder som kan gi lavere usikkerheter og lavere deteksjonsgrense.

Anleggseier må forsikre seg om at laboratoriet kan tilfredsstille disse kravene før analyseoppdraget bestilles og prøvetakingen gjennomføres. Laboratoriet bør derfor komme med et skriftlig tilbud i henhold til kravspesifikasjonen. Dette vil kunne danne grunnlaget for en kontrakt om leveransen. Et eksempel på standardkontrakt som er knyttet opp mot anleggseiers kravspesifikasjon og laboratoriets tilbud, er vist i vedlegg 3. En kontrakt vil kunne ha mange utforminger avhengig av bl.a. omfanget av leveransen og rutinene hos den enkelte anleggseier.

Det kan også være aktuelt å engasjere laboratoriet til å utføre både prøvetaking og analyse. I så fall er kravene til prøvetakingen beskrevet i kapittel 4 og 5.

2.2 Krav til akkreditering

Analysene skal gjennomføres av laboratorier som er akkreditert for de aktuelle analyseparametrene iht. NS-EN ISO/IEC 17025 eller tilsvarende. Akkreditering gjort av internasjonale akkrediteringsinstitusjoner aksepteres på lik linje med akkrediteringer utført av Norsk Akkreditering. Det er svært viktig at akkrediteringen gjelder analysemetodene som må benyttes for å analysere ned til deteksjonsgrensene som er gitt i tabell 1. Benyttes et større analysekonsern med flere laboratorier er det nødvendig at analysene utføres ved det laboratoriet som har fått akkrediteringen og med den akkrediterte analysemetoden. I og med at laboratoriet er akkreditert, skal det også delta i ringtester for de aktuelle analysene. Se for øvrig kapittel 2.5.

Analyser uten norsk standard og akkrediteringsmuligheter bør gjennomføres av laboratorier som er godkjent i henhold til OECDs prosedyrer for ”good laboratory practice” (GLP) eller tilsvarende.

2.3 Krav til analyseparametere og deteksjonsgrenser

2.3.1 Parameterutvalg

Anleggene som er omfattet av bestemmelsene om prøvetaking av tungmetaller og miljøgifter i vedlegg 2, kap. 11 i del 4 i forurensningsforskriften, skal som et minimum analysere iht. parameterutvalget som er gitt i forskriften. Analyseomfanget er avhengig av anleggsstørrelsen som følger:

- Avløpsanlegg ≥ 20 000 pe, 6 innløps- og utløpsprøver (ukeblandprøver) skal analyseres for tungmetaller (se tabell 1)
- Avløpsanlegg ≥ 50 000 pe, 6 innløps- og utløpsprøver (ukeblandprøver) skal analyseres for tungmetaller, 3 innløps- og utløpsprøver (ukeblandprøver) skal analyseres for organiske miljøgifter (se tabell 1)

Tabell 1 Kravet til analyseparametere og deteksjonsgrenser iht. vedlegg 2, kap. 11 i del 4 i forurensningsforskriften (pr. juni 2007)

Hovedgrupper	**Analyseparametere**	**Deteksjons-grenser for hvert av enkeltstoffene**
Tungmetaller	Arsen, krom, kobber, nikkel, sink og bly	≤ 1 µg/l
	Kadmium	≤ 0,1 µg/l
	Kvikksølv	≤ 100 ng/l
Bromerte flamme-hemmere (BFH)	Tetrabromdifenyleter (BDE-47), pentabromdifenyletere (BDE-99 og BDE-100), oktabromdifenyleter (hepta-BDE, BDE-183, benyttes som indikator for tilstedeværelse av oktabromdifenyleter), dekabromdifenyleter (BDE-209), tetrabrombisfenol A (TBBPA) og heksabromsyklododekan (HBCD).	≤ 10 ng/l

Hovedgrupper	**Analyseparametere**	**Deteksjons-grenser for hvert av enkeltstoffene**
Polysykliske aromatiske hydro-karboner (PAH) i henhold til NS 9815	Fenantren, antracen, pyren, fluoranten, benzo(a)fluoren, benzo(b)fluoren, krysen/trifenylen, benzo(a)antracen, benzo(b)fluoranten, benzo(k)fluoranten, benzo(e)pyren, benzo(a)pyren, dibenzo(a,h)antracen, indeno(1,2,3-c,d)pyren, benzo(g,h,i)perylen, dibenzo(a,e)pyren, dibenzo(a,h)pyren og dibenzo(a,i)pyren.	≤ 0,2 µg/l
Polyklorerte bifenyler (PCB_7)	PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153 og 18.	≤ 10 ng/l
Ftalater	Dietylheksylftalat (DEHP)	≤ 0,1 µg/l
Nonylfenol (NP)	4-nonylfenol	≤ 0,1 µg/l

Det er meget viktig at det blir analysert på parameterutvalget som er spesifisert i tabell 1. For både PCB og PAH er det summen av enkeltkomponentene som skal videererapporteres til KOSTRA og ikke enkeltkomponentene.

Analysemetoder med høyere deteksjonsgrense enn det som er angitt i tabell 1 kan benyttes, hvis det normalt opptrer konsentrasjoner av den spesifikke parameter som er høyere enn metodens deteksjonsgrense.

For PAH skal det analyseres på de 18 enkeltforbindelsene som er spesifisert i NS 9815 (pkt. 6 i standarden) og ikke iht. EPA-16. Hvis et anlegg ikke følger parameterutvalget i tabellen, kan for eksempel sum PAH ikke sammenlignes og summeres med resultatene fra anleggene som følger kravene i forskriften. Det er derfor meget viktig at alle anlegg analyserer avløpsvannet for de samme enkeltforbindelsene i stoffgruppene som er angitt i tabell 1. Hvis det ikke analyseres på de samme enkeltkomponentene, blir det også vanskelig å få utarbeidet nasjonale utslippstall.

På grunn av lokale forhold kan det være at enkelte anlegg får pålegg/velger å analysere på andre enkeltforbindelser enn det forskriften sier, men da må disse komme i tillegg og rapporteres for seg. Hvis dette gjelder enkeltforbindelser av PCB eller PAH, skal disse ikke inkluderes i sum PCB og sum PAH ved videererapportering til KOSTRA.

Det finnes mange varianter av nonylfenol. Forbindelsen som det skal analyseres på, og som skal videererapporteres til KOSTRA, er 4-nonylfenol.

Alle analyser av tungmetaller og organiske miljøgifter skal utføres på ufiltrerte prøver. Prøver som skal analyseres på tungmetaller, skal oppsluttes med salpetersyre (HNO_3) før analyse.

<u>Støtteparametere</u>
I og med at det skal analyseres på ufiltrerte prøver, skilles det ikke mellom partikkelbundne og løste miljøgifter. De fleste av de aktuelle miljøgiftene er imidlertid bundet til partikler, slik at det ofte er samsvar mellom høye verdier av miljøgifter og høy konsentrasjon av partikler. I enkelte tilfeller der man ønsker å vite mer om årsakene til høye verdier, kan det være nyttig å analysere for støtteparametere (som det ikke foreligger analysekrav til) slik som suspendert stoff (SS). Ved sammenlikning av data for miljøgifter og for støtteparametere er det viktig at

prøvene er tatt på samme måte. Hvis suspendert stoff benyttes som støtteparameter, må denne parameteren analyseres på døgnblandprøven.

2.3.2 Analysemetoder og deteksjonsgrenser

Hovedregelen er at det skal benyttes standardiserte metoder ved analysene (NS, EN, ISO). Vedlegg 6 gir en oversikt over relevante standardiserte metoder. Hvis det benyttes egenutviklede metoder, kreves det en grundig dokumentasjon av valideringen av metodene. Dette er for øvrig et krav ved akkreditering av analysene.

Som vist i tabell 1, angir forurensningsforskriften et minimumskrav til deteksjonsgrenser for metodene som skal benyttes ved analyse av de ulike forbindelsene. I en kravspesifikasjon i en tilbudskonkurranse, eller ved direkte henvendelse til et laboratorium, må derfor anleggseier oppgi kravene til deteksjonsgrenser for metodene som skal benyttes ved analysene. Deteksjons- og kvantifiseringsgrensen kan beregnes etter forskjellige framgangsmåter. Den mest vanlige måten er vist i det etterfølgende.

Deteksjonsgrense: Den laveste konsentrasjonen som et stoff , med en gitt sannsynlighet, kan detekteres med en spesifikk metode. I praksis blir deteksjonsgrensen angitt som 3 · STD (standardavvik) av analyse av en rekke løsninger med konsentrasjon nær null.

Kvantifiseringsgrense (også kalt rapporteringsgrense) angis som 10 · STD av analyse av en rekke løsninger med konsentrasjon nær null.

Det er ulik praksis blant laboratoriene mht. rapportering. Noen oppgir tallverdier ned til deteksjonsgrensen, mens andre angir tallverdier ned til kvantifiseringsgrensen.

Når det skal gjøres beregninger av tilførsler og utslipp med verdier som er rapportert lavere enn en av de nevnte grenseverdiene (se kap. 7), vil man få en for høy beregnet verdi hvis en ½ · kvantifiseringsgrensen legges til grunn i stedet for en ½ · deteksjonsgrensen.

Det er viktig å merke seg at forurensningsforskriften angir krav til deteksjonsgrense. I denne veilederen benyttes derfor i det etterfølgende begrepet ”deteksjonsgrense”. Anleggseier må derfor stille som krav at det skal rapporteres i forhold til deteksjonsgrensen.

Kravet til deteksjonsgrense vil også i stor grad være bestemmende for hvilke analysemetoder som kan benyttes av laboratoriet ved analyse av de ulike komponentene. I tabell 2 er det gitt en oversikt over analysemetoder som vil kunne benyttes for å tilfredsstille kravet til deteksjonsgrense. Oversikten er et uttrykk for dagens situasjon, og utvikling av nye analysemetoder vil kunne gjøre at også andre metoder vil bli aktuelle i fremtiden. En nærmere omtale av de ulike analysemetodene er gitt i vedlegg 5.

Forurensningsforskriften åpner for at det kan benyttes analysemetoder med høyere deteksjonsgrenser enn det som er angitt i tabell 1, men forutsetningen for dette er at analyseresultatene ligger innenfor metodens deteksjonsgrense. Dette vil neppe være aktuelt før man har gjennomført en del analyseomganger slik at man med rimelig grad av sikkerhet kan fastslå at den faktiske parameterverdien kan forventes å ligge over metodens deteksjonsgrense. Hovedregelen er at man skal velge analysemetode i samsvar med forskriftens krav til deteksjonsgrense og som er omtalt i tabell 2 og 3.

Tabell 2 Oversikt over aktuelle analysemetoder for tungmetaller

Forkortelse	Fullt navn	Kan benyttes ved analyse av kvikksølv	Kan benyttes ved analyse av øvrige tungmetaller
FAAS	Flamme atomabsorpsjonsspektrometri, NS 4770	Nei 1)	Nei 2)
GFAAS	Grafittovn atomabsorpsjonsspektrometri, ISO 15586	Nei 1)	Ja
CVAAS	Kalddamp atomabsorpsjonsspektrometri, NS-EN 1483	Ja	Ja
AFS	Atomfluorescens spektrometri, EN 13506 / ISO 17378	Ja	Ja
ICP-AES	Induktivt koblet plasma – atomemisjons spektrometri, ISO 11885	Nei 1)	Ja
ICP-MS	Induktivt koblet plasma – massespektrometri, ISO 17294	Nei 1)	Ja
ICP-SFMS	Induktivt koblet plasma – høytoppløselig massespektrometri	Ja	Ja

1) For høy deteksjonsgrense.
2) Metoden er ikke tilstrekkelig følsom i det laveste måleområdet ned mot deteksjonsgrensen. Hvis prøvene inneholder tilstrekkelig høye konsentrasjoner av det aktuelle tungmetallet, kan også denne metoden benyttes.

De angitte metodene for analyse av kvikksølv har deteksjonsgrenser i området 5 – 10 ng/l. Dette er betydelig lavere enn kravet til deteksjonsgrense som følger av forurensnings-forskriften. Det anbefales imidlertid at disse metodene benyttes.

Ved analyse av de organiske forbindelsene vil de laboratoriespesifikke prosedyrene ha betydning for hvilken deteksjonsgrense som kan oppnås. Eksempel på forhold som vil kunne påvirke deteksjonsgrensen, er prøvevolumet som benyttes og hvordan ekstraksjonen gjennomføres. Anleggseier må derfor stille som et generelt krav at det må benyttes prosedyrer som gjør det mulig å tilfredsstille kravene til deteksjonsgrense i tabell 1. I tabell 3 er det gitt en kortfattet generell beskrivelse av metodene som kan benyttes ved analyse av de organiske forbindelsene.

Tabell 3 Kortfattet beskrivelse av aktuelle analysemetoder for bromerte flammehemmere, PAH, PCB, DEHP og NP

Forbindelse	Kortfattet beskrivelse av analysemetode
Bromerte flammehemmere (BDE-47, BDE-99, BDE-100), BDE-183, BDE 209, TBBPA og HBCD)	Væske ekstraksjon med et egnet ekstraksjonsmiddel etter tilsats av intern standarder1) og bestemmelse med GC/MS eller LC/MS.

Forbindelse	Kortfattet beskrivelse av analysemetode
PAH	Prøvene tilsettes intern standard[1)] og ekstraheres. Ekstraktene gjennomgår ulike rensetrinn for å fjerne interfererende stoffer. Til slutt analyseres ekstraktet ved bruk av gasskromatograf utstyrt med masseselektiv detektor (GC/MS). Hver enkelt PAH-forbindelse identifiseres ut fra retensjonstider og forbindelsenes molekylion. Forurensningsforskriften setter krav om at PAH skal rapporteres som summen av 18 enkeltforbindelser. Kvantifisering utføres ved hjelp av ekstern og intern standard.
PCB	Prøvene tilsettes interne standarder og ekstraheres. Ekstraktene gjennomgår ulike rensetrinn for å fjerne interfererende stoffer. Til slutt analyseres ekstraktet ved bruk gasskromatografi (GC/ECD eller GC/MS). De klor-organiske forbindelsene identifiseres ut fra de respektives retensjonstider. Kvantifisering utføres ved bruk av intern og ekstern standard.
DEHP (Diethylheksylftalat)	Væske-væske ekstraksjon og bestemmelse med GC/MS.
Nonylfenol (4-nonylfenol)	Nonylfenoler ekstraheres og bestemmes med GC/MS. Alternativt kan ekstraktet analyseres med HPLC og fluorescens detektor.

1) En intern standard er en forbindelse som tilsettes prøven i en kjent mengde, og som følger prøven gjennom opparbeiding og analyse. Forbindelsen bør ha fysiske og kjemiske egenskaper som er mest mulig lik de forbindelsene som skal analyseres. Ved å bruke intern standard ved kvantifiseringen får man korrigert direkte for tap av analyttene ved opparbeiding av prøven og for ev. matriks-effekter i den instrumentelle analysen.

2.3.3 Bruk av online instrumenter for kontinuerlig måling av tungmetallkonsentrasjonen

Forurensningsforskriften setter krav om at tungmetallinnholdet skal analyseres på ufiltrerte prøver slik at både partikulær og oppløst fraksjon av tungmetallet inngår i analyseresultatet. Online målesystemene som er tilgjengelig i dag, klarer ikke å måle den totale tungmetallkonsentrasjonen (partikulær og oppløst fraksjon). Målesystemer som er basert på voltametri, måler den oppløste tungmetallkonsentrasjonen i avløpsvannet ned til en ønsket deteksjonsgrense, men det vil være behov for å supplere med konvensjonelle laboratorieanalyser for å kunne gi den ønskede informasjonen om det totale tungmetallinnholdet. Ved overvåkning av biologiske systemer i resipienten eller biologiske renseprosesser/ slambehandlingsprosesser på et avløpsrenseanlegg vil dette systemet kunne finne sin anvendelse i og med at det er den biologisk tilgjengelige metallfraksjonen som bestemmes.

Hovedkonklusjonen blir dermed at det pr. i dag ikke er tilgjengelig online systemer for måling av den totale tungmetallkonsentrasjonen i kommunalt avløpsvann som erstatning for konvensjonelle laboratorieanalyser. Det pågår forskning innenfor dette området flere steder i verden slik at denne situasjonen kan endre seg. En forutsetning for at et online målesystem skal være aktuelt, er imidlertid at driftsstabiliteten, tilsynsbehovet og kostnadene er akseptable.

2.4 Krav til måleusikkerhet

2.4.1 Generelt

Det er alltid en viss usikkerhet knyttet til et analysesvar. Usikkerheten kan deles opp i to hovedkomponenter:

- Usikkerhet knyttet til prøvetakingen
- Usikkerhet knyttet til den kjemiske analysen

Usikkerhetsbidraget fra prøvetakingen er ofte betydelig høyere enn usikkerhetsbidraget fra den kjemiske analysen.

2.4.2 Usikkerhetsbidraget fra prøvetakingen

Normalt blir ikke prøvetakingen utført av analyselaboratoriet, men av personell fra avløpsrenseanlegget. For å få en enhetlig framstilling av usikkerheten som er knyttet til et analysesvar omtales derfor usikkerhetsbidraget fra prøvetakingen her.

Usikkerheten som følge av prøvetakingen har sin bakgrunn i en rekke faktorer, bl.a.:

<u>Den primære prøvetakingen</u> (uttaket av døgnprøve fra avløpsstrømmen):

- Variasjon i avløpsvannets sammensetning (fordelingen av partikler med ulik tetthet, form og størrelse)
- Strømningsforholdene i prøvetakingspunktet (graden av sjiktning i avløpsstrømmen)
- Prøvetakingsutstyrets funksjon (vil partikler med en gitt tetthet, form og størrelse bli utelatt fra prøven?)

<u>Den sekundære prøvetakingen</u>

- For dårlig omrøring /risting av prøven før uttak av mindre prøvevolum

<u>Påvirkning av prøven under transport og lagring</u>

- Forurensning av prøven fra materialet i prøveemballasjen
- Påvirkning av omgivelsesfaktorer (temperatur og lys)

Rådene som blir gitt vedr. praktisk gjennomføring av prøvetakingen (kapittel 4, 5 og 6), har til hensikt å redusere usikkerhetsbidraget fra prøvetakingen. For en mer utførlig beskrivelse av dette temaet henvises til ”Uncertainty from sampling” (Grøn et al., 2007).

2.4.3 Usikkerhetsbidraget fra den kjemiske analysen

Alle akkrediterte laboratorier skal estimere måleusikkerheten for sine analyser. For å karakterisere usikkerheten benyttes begrepet ”måleusikkerhet”. Når man skal estimere en metodes måleusikkerhet, er det i mange veiledninger angitt at man skal lokalisere de enkelte bidragene til usikkerheten. Disse omtales gjerne som usikkerhetskomponenter. Når disse usikkerhetskomponentene uttrykkes ved standardavviket, kalles de gjerne standard usikkerhet. For et analyseresultat ønsker man et uttrykk for den totale usikkerheten. Denne kalles gjerne kombinert standard usikkerhet.

Når det gjelder angivelse av måleusikkerhet for kjemiske analyser, skal det benyttes en ekspandert usikkerhet (total usikkerhet). Den ekspanderte usikkerhet angir et måleområde, og den sanne verdi er antatt å ligge innenfor dette med en gitt sannsynlighet (konfidens). Denne størrelsen får man ved å multiplisere den kombinerte standard usikkerhet med en

dekningsfaktor, for eksempel k = 2 som tilsvarer et konfidensnivå på 95 %. Følgende formel viser hvordan usikkerhetsintervallet vil variere avhengig av konfidensnivå som benyttes:

$$U = k \cdot s$$

U = måleusikkerhet
k = dekningsfaktor
s = standardavvik

Bruk av dekningsfaktor k = 1 gir et konfidensnivå lik 67 %
k = 2 gir et konfidensnivå lik 95 %
k = 3 gir et konfidensnivå lik 99,7 %

Når det benyttes et konfidensnivå på 95 % (k = 2) betyr det at det er 95 % sannsynlighet for at sann verdi ligger innenfor usikkerhetsintervallet. For å kunne sammenligne analysesvar fra flere laboratorier skal anleggseier sette som et krav at usikkerheten angis med et konfidensnivå lik 95 %.

En vanlig, internasjonalt akseptert, tommelfingerregel er at den totale usikkerhet ved kjemiske analyser ikke skal være større enn ± 20 %, forutsatt at analyseresultatet ligger tilstrekkelig langt fra deteksjonsgrensen. Ved lave konsentrasjoner (i nærheten av deteksjonsgrensen) er usikkerheten høyere enn dette. I området like over deteksjonsgrensen er det derfor vanlig å kreve at den totale usikkerheten skal være mindre enn ± deteksjonsgrenseverdien. For tungmetaller betyr dette i praksis at vi benytter ± deteksjonsgrenseverdien som målefeil i konsentrasjonsområdet fra deteksjonsgrensen og opp til en verdi tilsvarende fem ganger deteksjonsgrensen. Ved høyere konsentrasjoner skal den totale feil normalt ikke være større enn ± 20 %.

For PCB, PAH og BFH vil det kunne aksepteres en høyere total usikkerhet enn ± 20 % når prøvene inneholder mange andre forurensninger, og når nivåene er lave. Normalt vil usikkerheten for disse parametrene ligge i området ± 30 – 40 %. Dette betyr at noen av forbindelsene har en usikkerhet på ± 30 %, mens andre ligger på ± 40 %.

Ut fra dette bør det være naturlig at anleggseier stiller følgende krav til analyseusikkerhet for de aktuelle parametere.

Tabell 4 Normale krav til analyseusikkerhet

Parameter	**Konsentrasjonsintervall**	
	Detek.grense - 5 x detek.grense	**> 5 x detek.grense**
Tungmetaller	± deteksjonsgrenseverdien	± 20 %
Parameter	**Detek.grense - 2,5 x detek.grense**	**> 2,5 x detek.grense**
Bromerte flammehemmere	± deteksjonsgrenseverdien	± 40 %
PAH	± deteksjonsgrenseverdien	± 40 %
PCB	± deteksjonsgrenseverdien	± 40 %
DEHP (Diethylheksylftalat)	± deteksjonsgrenseverdien	± 40 %
Nonylfenol (4-nonylfenol)	± deteksjonsgrenseverdien	± 40 %

Det kan være forhold som gjør det vanskelig å oppnå måleusikkerheten som er vist i tabell 4. Laboratoriet bør da anmerke spesielt på analysesvaret hvorfor det ikke har vært mulig å oppnå den ønskede måleusikkerhet.

2.5 Krav til dokumentasjon av analysekvalitet

Laboratoriene må delta jevnlig i relevante ringtester (sammenlignende laboratorieprøving, SLP). I en ringtest analyserer flere laboratorier delprøver av samme homogene prøve. Arrangøren av ringtesten gjør en statistisk vurdering av resultatene, det beregnes middel- eller medianverdier av resultatene, og det utarbeides et diagram som viser hvor langt de enkelte laboratoriene ligger fra middel- eller medianverdiene. Disse resultatene er kodet slik at de enkelte laboratoriene ikke omtales ved navn, men det enkelte laboratorium kan selv finne ut hvordan man ligger an i forhold til middel- eller medianverdien. Laboratoriet må ved forespørsel kunne vise kundene resultater fra ringtester de har deltatt i. Anleggseier bør etterspørre resultatene fra ringtester som laboratoriet har deltatt i, som dokumentasjon på den reelle måleusikkerheten som oppnås for de aktuelle parametere.

Laboratoriet skal kunne fremlegge følgende dokumentasjon:

- Gyldig akkrediteringsbevis for de ulike parameterne (analysemetodikk og nedre deteksjonsgrense)
- Resultater fra deltakelse i ringtester

2.6 Krav til laboratoriets rapportering av analysedata

Akkrediteringsbestemmelsene gir retningslinjer for hvordan analysesvarene skal rapporteres tilbake til kunden. Dette forhindrer imidlertid ikke at analyserapportene fra laboratoriene kan være svært forskjellig i formen. I tillegg benyttes ofte utenlandske underleverandører som utarbeider rapportene i engelsk språkdrakt. Bruk av benevninger som er uhensiktsmessige (mg/l i stedet for µg/l), samt forskjellig rekkefølge på parametrene fra gang til gang bidrar også til å øke sjansen for feil ved videre bearbeiding av data. Erfaringen viser at det i en del tilfeller er vanskelig for anleggseier å trekke ut dataene som skal rapporteres videre i KOSTRA. Det anbefales derfor at anleggseier setter krav til hvordan analysedata skal rapporteres.

Tabell 5 Anbefalte benevninger ved rapportering avanalysesvar fra laboratoriet til anleggseier

Parameter	**Anbefalt benevning**
Tungmetaller, unntatt kvikksølv	µg/l
Kvikksølv	ng/l
Bromerte flammehemmere	ng/l
PAH	µg/l
PCB	ng/l
DEHP (Diethylheksylftalat)	µg/l
Nonylfenol (4-nonylfenol)	µg/l

PCB, bromerte flammehemmere og PAH omfatter en rekke enkeltkomponenter og laboratoriet skal oppgi analysesvarene for hver enkelt komponent. I tillegg skal summen av enkeltkomponentene oppgis. Ulike prinsipper kan benyttes for summeringen, men det er viktig at det benyttes et enhetlig opplegg for alle laboratorier.

Eksempel

Analysesvar for PAH fra laboratoriet viser:

Komponent	***Benevning***	***Konsentrasjon***
fenantren	*(µg/l)*	*0,110*
antracen	*(µg/l)*	*<0,01*
pyren	*(µg/l)*	*0,043*
fluoranten	*(µg/l)*	*0,039*
benzo(a)fluoren	*(µg/l)*	*0,012*
benzo(b)fluoren	*(µg/l)*	*<0,010*
krysen/trifenylen	*(µg/l)*	*0,011*
benzo(a)antracen	*(µg/l)*	*<0,010*
benzo(b)fluoranten	*(µg/l)*	*<0,010*
benzo(k)fluoranten	*(µg/l)*	*<0,010*
benzo(e)pyren	*(µg/l)*	*0,016*
benzo(a)pyren	*(µg/l)*	*<0,010*
dibenzo(a,h)antracen	*(µg/l)*	*<0,010*
ideno(1,2,3-c,d)pyren	*(µg/l)*	*<0,010*
benzo(g,h,i)perylen	*(µg/l)*	*0,010*
dibenzo(a,e)pyren	*(µg/l)*	*<0,010*
dibenzo(a,h)pyren	*(µg/l)*	*<0,010*
dibenzo(a,i)pyren	*(µg/l)*	*<0,010*
Σ PAH	***(µg/l)***	***0,241***

Ved summeringen skal bare verdiene med mørk skravur tas med.

Standardkravet bør være at kun påviste forbindelser, dvs. forbindelser som ligger over, eller er lik deteksjonsgrensen skal tas med ved summering av enkeltkomponentene ved PAH eller PCB-analysen. Enkeltkomponenter som ligger lavere enn deteksjonsgrensen, skal regnes som null. Hvis samtlige enkeltkomponenter er lavere enn deteksjonsgrensen, rapporteres Σ PAH som < deteksjonsgrensen.

Dersom deteksjonsgrensene fra laboratoriet ligger høyere enn kravene i forurensnings-forskriften (se tabell 1), skal dette anmerkes spesielt. Årsaker til forhøyet deteksjonsgrense kan f.eks. være matriksproblemer (andre forbindelser i prøven som innvirker på analyseresultatet).

For å gjøre laboratorienes rapportering mer entydig, samt legge til rette for en enklere bearbeiding av data, anbefales at anleggseier i sin avtale med laboratoriet setter som krav at alle data som skal inn i KOSTRA, blir rapportert på et standardskjema som vist i vedlegg 4. Skjemaet er utformet slik at det skal være enkelt å bearbeide data videre før rapportering til KOSTRA. Bruken av dette skjemaet vil komme som et tillegg til laboratoriets standard rapporteringsopplegg. Anleggseier må derfor være forberedt på at bruken av skjemaet vil

representere en merkostnad, men det vil være tidsbesparende og redusere muligheten for feil når data skal bearbeides videre.

Noen laboratorier rapporterer ”gjenvinningsprosent” (recovery) i tilknytning til analysesvaret for organiske forbindelser. Laboratoriet skal ha tatt hensyn til dette tallet ved angivelse av analysesvaret, og anleggseier skal ikke ha behov for å utføre tilleggsberegninger for å komme fram til tallene som skal rapporteres til KOSTRA.

2.7 Andre krav som anleggseier bør stille til laboratoriet som skal gjennomføre analysene

Ved valg av laboratorium bør det i anleggseiers kravspesifikasjon legges vekt på følgende momenter:

- Laboratoriet må ha et godt logistikksystem, slik at prøveforsendelsen tar kortest mulig tid, og at prøven når analyselaboratoriet i god stand
- Leveringstiden for analyseresultater må kunne overholdes
- Laboratoriet bør ha en kontaktperson som anleggseier kan henvende seg til, eller som tar kontakt tilbake til anleggseier når det foreligger uklarheter, eller når uforutsette hendelser inntreffer

3. Prøvetakingspunkt og prøvetakingsutstyr

3.1 Krav til prøvetakingspunktet

Valg av prøvetakingspunkt inngår i den akkrediterte prøvetakingen (se pkt. 4.1). En grunnleggende forutsetning for å få tatt ut en representativ prøve er at det er god turbulens i prøvetakingspunktene (innløp og utløp). God turbulens er viktig fordi alle partikler i avløpsstrømmen skal ha like stor sannsynlighet for å bli med i prøven. Variasjonen i partikkelstørrelse, form og tetthet er størst for ubehandlet avløpsvann. God turbulens i prøvepunktet på innløpet er derfor svært viktig for å kunne ta ut representative innløpsprøver.

Prøvetakingspunktene må plasseres slik at andre rensetrinn eller høy vannstand i resipienten ikke påvirker de hydrauliske forholdene i prøvetakingspunktet. For eksempel vil oppstuvning foran en rist kunne påvirke prøvetakningspunktet.

Prøvetakingspunktet for innløpsvann må plasseres slik at det blir mulig å ta ut en representativ prøve av forurensningsmengden som tilføres anlegget, dvs. prøvepunktet må ligge foran første behandlingstrinn i anlegget. I tillegg må prøvetakingspunktet plasseres foran ev. returstrømmer i anlegget (for eksempel rejektvann fra sentrifuger) og doseringspunkter for kjemikalier.

Prøvetakingspunktet for utløpsvann må plasseres slik at det blir mulig å ta ut en representativ prøve av den samlede avløpsmengden som slippes ut fra anlegget. Dette innebærer at på anlegg med flere parallelle behandlingslinjer, må prøvepunktet plasseres slik at den samlede vannmengden fra samtlige behandlingslinjer fanges opp.

3.2 Krav til prøvetakingsutstyr

Automatiske prøvetakere må tilfredsstille de generelle kravene til denne typen utstyr. Det henvises til NS-EN 5667-10 og NORVAR-rapport 82/1997 ”Veileder for prøvetaking av avløpsvann” (Farestveit og Hoel, 1997). Vedr. selve prøvetakingen, se kap. 4.4.

3.2.1 Materialvalg i slanger

Fordi prøvene skal analyseres på organiske miljøgifter bør det som utgangspunkt benyttes teflonslanger til suge- og utløpsslange på prøvetakeren. Hvis mulig bør det benyttes nye sugeslanger ved oppstart av en ny prøvetakingsperiode for ukeblandprøver. Nye sugeslanger skal skylles gjennom med det aktuelle avløpsvannet før prøvetakingen starter. Dette kan for eksempel skje i forbindelse med kontroll av delprøvevolumet. Hvis dette viser seg vanskelig i tilfeller der det er benyttet et fast opplegg i stedet for løse slanger, kan et annet materiale benyttes, for eksempel rustfritt stål. Hvis man benytter et opplegg i rustfritt stål, bør det gjennomføres en prøvetakingsomgang med destillert vann for å kontrollere ev. utlekking av tungmetaller. Tungmetallinnholdet i vannet analyseres før og etter prøvetakeren. Denne undersøkelsen utføres bare 1 gang. Slanger og rør av PVC skal ikke benyttes.

3.2.2 Prøvekammer i prøvetaker

Det er liten kontakttid mellom prøven og prøvekammeret i prøvetakeren. Det burde derfor være liten risiko for at materialet i kammeret vil påvirke prøven i nevneverdig grad. Det stilles dermed ikke krav til materialet i prøvekammeret, og det kan være av plast eller glass. Skal anlegget kjøpe nytt utstyr, anbefales imidlertid at man anskaffer glass for sikkerhets skyld.

3.2.3 Oppsamlingsbeholder for prøve

Det er mest gunstig om oppsamlingsbeholderen for døgnblandprøve er av glass. Bruk av glass medfører imidlertid også en rekke praktiske ulemper. Volumet av egnet glassutstyr er begrenset til ca. 18 l, og flasker/beholdere av denne størrelsen er vanskelige å håndtere. Oppsamlingsbeholdere av polypropylen eller polyetylen kan derfor benyttes. Oppsamlingsbeholderne bør være nye, men hvis det benyttes gamle beholdere, bør disse være syrevasket før første prøverunde.

3.3 Krav til vannføringsmåler

Forurensningsforskriften setter krav om at vannføringen skal kunne måles med en usikkerhet på maksimalt 10 % og vannmengdene skal registreres. På avløpsanlegg av denne størrelsen (> 20 000 pe) måles vannføringen normalt i en renne med standardisert utforming, for eksempel Parshall-renne eller Khafaghi-venturi renne. Skarpkantede overløp (rektangulære overløp, V-overløp, eller Cipoletti-overløp) benyttes på noen renseanlegg, men i mindre grad enn målerennene. I tillegg til målerenner blir elektromagnetiske gjennomstrømningsmålere benyttet på enkelte anlegg.

Vannføringsmåleren kan plasseres både på innløpet og utløpet fra renseanlegget. Hvis tilførsel av sand/grus fra ledningsnettet er et problem, bør vannføringsmåleren plasseres på utløpet. Det kan være et alternativ å benytte flere parallelle vannføringsmålere (målere som dekker parallelle prosesslinjer) på utløpet.

Måleprinsippet i en målerenne eller et overløp, går ut på at det er et gitt forhold mellom oppstuvningen i måleprofilet og vannføringen som passerer. Oppstuvningen blir registrert kontinuerlig ved hjelp av en automatisk vannstandsmåler (ofte et ekkolodd eller en trykkføler). En regneenhet beregner så momentan vannføring og summerer vannføringen i et gitt tidsintervall. Den fysiske utformingen av målerenner og overløp er definert i internasjonale standarder eller i aksepterte tekniske håndbøker.

En vannføringsmåler som baseres på bruk av målerenne eller skarpkantet overløp, består av følgende hovedenheter:

- Måleprofil (målerenne eller skarpkantet overløp)
- Vannstandsmåler
- Lineariseringsenhet som beregner vannføringen ut fra registrert vannstand og formelen som gjelder for det aktuelle måleprofilet
- Integrator som summerer vannmengden pr. tidsenhet (for eksempel m^3/døgn)
- Visningsinstrumenter som angir øyeblikksverdier og volum

Den totale usikkerheten i vannføringsmålingen vil være avhengig av en rekke feilbidrag fra alle disse enhetene.

Blant de viktigste er:

- Avvik i måleprofilets fysiske utforming, samt strømningsforholdene i tilknytning til måleprofilet, i forhold til spesifikasjonene som er gitt i standarder eller aksepterte håndbøker. Dette avviket kan medføre et avvik i måleprofilets vannføringskurve (Q-h kurve) i forhold til standardkurven som lineariseringsenheten legger til grunn ved beregning av vannføringen
- For stor målerenne i forhold til aktuell vannføring. Dette vil kunne inntreffe når målerennen er dimensjonert for en framtidig tilknytning som er betydelig høyere enn dagens. Resultatet av dette er at vannføringen vil kunne være lavere enn nedre målegrense for vannføringsmåleren
- Avvik mellom sann oppstuvningshøyde i målerennen og vannstanden som registreres med ekkoloddet
- Feil i overføringen av signaler fra vannstandsmåler til lineariseringsenhet
- Feil i lineariseringsenhet
- Feil i integrator
- Usikkerhet knyttet til konstantleddet i vannføringsformelen. Det anbefales å benytte måleprofiler som er beskrevet i internasjonale eller europeiske standarder for å redusere dette feilbidraget mest mulig

For å få oversikt over måleusikkerheten må det gjøres en systematisk gjennomgang av de ulike feilbidragene. Feilanalysen kan deles inn i følgende hovedtrinn:

Del 1: Kontroll av måleprofilets fysiske utforming og strømningsforholdene i tilknytning til måleprofilet

Måleprofilets fysiske utforming må kontrolleres i forhold til spesifikasjonene som er angitt i standarden ev. i aksepterte tekniske normer der standarder mangler. Hvis det er samsvar mellom standardens krav og den faktiske utformingen av måleprofilet, kan det konkluderes med at den standardiserte vannføringskurven for profilet kan benyttes. Hvis måleprofilets fysiske utforming har vesentlige avvik fra standardkravene, må den spesifikke vannføringskurven for måleprofilet bestemmes. Dette er ofte en komplisert prosess fordi vannmengdene er store og pumping av kjente vannmengder gjennom målerennen er vanskelig gjennomførbart.

Med kjennskap til målte (avvikende) geometriske data for et måleprofil, er det i noen tilfeller mulig å beregne en spesifikk vannføringskurve for denne ut fra den gjeldende standard vannføringskurven.

I tilfeller der det er store avvik i måleprofilets fysiske utforming i forhold til standardkravene, og det ikke er mulig gjennom programmering av måleutrustningen å komme ned på et akseptabelt usikkerhetsnivå, bør det foretas en ombygging av måleprofilet.

Del 2: Beregning av maksimal målefeil ved måling av fysiske størrelser og vannstand

Alle målinger av fysiske størrelser (for eksempel terskelbredde, bredde på måleprofil etc.) er beheftet med en gitt målefeil. Det samme gjelder vannstandsmålingen. Feilbidraget fra disse faktorene må beregnes.

Del 3: Kontroll av feilbidrag fra lineariseringsenhet og integrator

a. Kontroll av 0-punkt, dvs. vannstanden når vannføringen gjennom måleprofilet er null. Ved behov foretas en innjustering av 0-punktet på vannstandsmåleren.
b. Det gjøres en simulering av vannstand ved hjelp av en horisontal plate (10, 20, 30, 50, 80 og 100 % av maksimal vannstand). Avlest vannføring på visningsinstrument sammenlignes med manuelt beregnet vannføring. Hvis det er et vesentlig avvik mellom avlest og beregnet vannføring må lineariseringsenheten omprogrammeres.
c. Simuler en fast vannføring og kontroller summert vannføring i løpet av en tidsenhet. Kontroller avlest verdi mot teoretisk beregnet.

Til slutt må det gjøres en vurdering av de ulike feilbidragene opp mot forskriftens krav om en usikkerhet på maksimalt 10 %.

Kontroll av vannføringsmålingene bør inngå som en del av anleggets internkontroll, og vurdering av de ulike feilbidragene som er beskrevet i det foranstående (Del 1, 2 og 3) bør derfor utføres med faste intervaller.

Del 1 bør utføres 1 gang pr. år, mens del 2 og 3 bør utføres flere ganger pr. år. Måleutrustningens stabilitet er avgjørende for hvor hyppig del 2 og 3 bør utføres.

Beskrivelser av hvordan vannføringsmålere skal utformes og kontrolleres kan man finne i ulike litteraturreferanser, blant annet:

- ”Kvalitetssikring ved måling av vannføring og forurensningstransport” (Mosevoll, 1986)
- “Hva gjør Skien kommune for å etterkomme krav til måleusikkerhet for vannføringsmåling (Larsen og Mosevoll, 2007)
- NS 9460: Måling av vannføring i avløpsrenseanlegg med frispeilstrømming. Bruk av tynnplateoverløp og målerenner

4. Gjennomføring av prøvetakingen

4.1 Krav til akkreditert prøvetaking

Forurensningsforskriften setter krav om at organisasjoner som utfører prøvetaking, skal være akkreditert iht. NS-EN ISO/IEC 17025 fra 31.12.2008. Dette innebærer at den/de som utfører prøvetakingen, må være tilknyttet en akkreditert organisasjon. Akkrediteringskravet kan tilfredsstilles på ulike måter, for eksempel:

- Eier av avløpsanlegget kan la seg akkreditere
- Prøvetakingen kan utføres av eksterne firmaer som er akkreditert for prøvetaking
- Laboratoriet som utfører analysene, kan la seg akkreditere for prøvetaking, og utføre både prøvetaking og analyse på oppdrag fra anleggseier. Laboratoriet kan velge å benytte eget personell for gjennomføring av prøvetakingen, eventuelt benytte engasjert personell utenfor sin egen organisasjon (for eksempel ansatte på avløpsanlegget)

De generelle kravene til en akkreditert organisasjon er fastlagt i NS-EN ISO/IEC 17025. Norsk Akkreditering, sektorkomite i prøvetaking og feltarbeid, har utarbeidet en rapport vedrørende tolking av standardkravene anvendt på akkreditert prøvetaking, se http://www.akkreditert.no/no/for_Akkrediterte/Akkreditert/Miljonaringsmiddellaboatorier/rapporter/.

Vedlegg 2 inneholder en sjekkliste til bruk ved prøvetakingen.

4.2 Når skal prøvene tas?

I følge forurensningsforskriften skal prøvene fordeles over kontrollperioden (året), og tidspunktene for prøvetaking skal være i henhold til en tidsplan oppsatt på forhånd i virksomhetens internkontrollsystem. I begynnelsen av året bør anleggseier derfor sette opp en plan for når prøvene skal tas. For å bestemme hvilken uke prøvene skal tas, kan man ta utgangspunkt i formelen i NS-EN 5667-10 for fordeling av prøver i kontrollperioden.

Fordeling av prøvetakingsuker i løpet av året:

Prøvetakingsuke 1: $B + 52/n$
Prøvetakingsuke 2: $B + (52 \cdot 2)/n$
.
.
Prøvetakingsuke n: $B + (52 \cdot n)/n$

n: Antall prøver i kontrollperioden
B: Tilfeldig tall i området a til 0
$a = -52/n$

For å finne B kan man for eksempel benytte funksjonen TILFELDIGMELLOM(a;b) i Excel.

Eksempel:
Det skal tas 6 prøver i kontrollperioden.
a= -52/6 ≈ -9
I Excel brukes funksjonen TILFELDIGMELLOM(-9;0), Hvis tallet som genereres (B) er -6, skal det tas prøver i følgende uker: 3, 11, 20, 29, 37, 46.

Det må gjøres praktiske tilpasninger i forhold til ferier og fridager, kapasitet på laboratoriet etc., og disse tilpasningene gjøres ved utarbeidelsen av prøvetakingsplanen.

Ettersom prøveperiodene fastsettes på begynnelsen av året, kan det dukke opp tilfeller hvor perioden ikke vil være representativ for en normalsituasjon på anlegget. Dette kan være unormalt mye nedbør, arbeider på anlegget, spesielle utslipp fra bedrifter eller lignende. Ettersom det kun skal tas 3 ev. 6 prøver på organiske miljøgifter/tungmetaller, og disse analysene er kostbare, anbefales det at prøven ikke leveres til analyse dersom anlegget mener at prøveperioden ikke er representativ. Prøvetakingen gjentas da senere. I anleggets internkontrollsystem må det foreligge dokumentasjon som forklarer hvorfor prøvetakingstidspunktet er endret. Dette må ikke forveksles med ”uvanlige forhold” som gjelder ved verifisering av rensegrad for organisk stoff. Da skal prøvene tas uansett hvor uvanlige omstendighetene er på renseanlegget i prøvetakingsperioden.

4.3 Oversikt over prøvetype

4.3.1 Kvalifiserte stikkprøver

En kvalifisert stikkprøve er en blandprøve som settes sammen av minimum 5 like store stikkprøver som blir tatt ut i løpet av et tidsrom på 2 timer, og der tiden mellom hvert uttak av hver stikkprøve som skal inngå i blandprøven, ikke er mindre enn 2 minutter.

Det er spesifisert i forurensningsforskriften at ”prøvene skal være representative for avløpsvannet og tas ved hjelp av et automatisk, mengdeproporsjonalt prøvetakingssystem”. Det er pr. i dag begrenset erfaring med bruk av standard prøvetakingsutstyr for uttak av prøver som skal analyseres på organiske miljøgifter. Dietylheksylftalat (DEHP) er et overflateaktivt stoff, og standard prøvetakingsutstyr som benyttes på avløpsrenseanlegg, er ikke egnet til å ta ut prøver som skal analyseres på denne forbindelsen. Det anbefales derfor at prøver som skal analyseres på DEHP, tas som kvalifiserte stikkprøver.

Det anbefales også at kvikksølv analyseres på kvalifiserte stikkprøver fordi det er observert at kvikksølv adsorberes til veggene i prøvetakingsbeholderen.

Ut fra den nåværende kunnskapen vurderes det slik at de øvrige parametrene kan analyseres på den vannmengdeproporsjonale blandprøven tatt med det automatiske prøvetakingsutstyret på anlegget.

For DEHP og kvikksølv settes ukeblandprøven sammen av de kvalifiserte stikkprøvene fra hvert døgn i prøvetakingsperioden i forhold til vannføringen i prøvetakingsdøgnet.

4.3.2 Døgnblandprøver

Døgnblandprøver gir et mer riktig bilde av gjennomsnittskonsentrasjonen av stoffer i avløpsvannet over tid enn kvalifiserte stikkprøver, som kun gir en gjennomsnittskonsentrasjon over et kortere tidsrom. Døgnblandprøver skal tas som vannmengdeproporsjonale prøver.

For prøver som skal analyseres på tungmetaller, polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH), polyklorerte bifenyler (ΣPCB_7), nonylfenol (NP) og bromerte flammehemmere (BFH), benyttes vannmengdeproporsjonale ukeblandprøver som er satt sammen av vannmengdeproporsjonale døgnblandprøver i forhold til vannføringen i hvert døgn i prøvetakingsperioden.

Tabell 6 gir en sammenstilling av hvilken prøvetype som skal benyttes for de ulike forbindelsene.

Tabell 6 Oversikt over prøvetyper som skal benyttes ved prøvetaking i henhold til tabell 2.1.1 og 2.1.2 i forurensningsforskriften

Parameter (tabell 2.1.1 og 2.1.2)	**Vannmengdeproporsjonale ukeblandprøver som settes sammen av:**	
	Kvalifiserte stikkprøver	**Vannmengdeproporsjonale døgnblandprøver**
Tungmetaller unntatt kvikksølv		X
Kvikksølv	X	
PAH		X
Σ PCB_7		X
NP		X
DEHP	X	
BFH		X

4.3.3 Antall delprøver i en ukeblandprøve

En ukeblandprøve skal ideelt sett bestå av 7 prøvedøgn. Her er det nødvendig å gjøre praktiske tilpasninger i forhold til bemanningen på anlegget, svikt i prøvetakingsutstyr etc. Som et generelt krav settes at ukeblandprøven skal bestå av minimum 5 delprøver tatt over en periode på maks 7 døgn.

1. Ukeblandprøver med utgangspunkt i kvalifiserte stikkprøver: Prøven skal settes sammen av minimum 5 prøver tatt hver arbeidsdag fra mandag til fredag.

2. Ukeblandprøver med utgangspunkt i vannmengdeproporsjonale døgnblandprøver: Prøven skal settes sammen av minimum 5 prøver. Perioden fredag morgen til mandag morgen kan ev. telle som 1 av de 5 prøvene. Hvis prøvetakingen svikter i ett eller flere av prøvedøgnene, må prøvetakingsperioden utvides slik at man kommer opp i minimum 5 prøvetakingsdøgn.

4.4 Uttak av kvalifiserte stikkprøver

Prøven tas direkte i vannstrømmen i prøvetakingspunktet. For å ta ut prøven kan man benytte et glassbeger som er festet på en stang. Før uttak av prøven skylles begeret i avløpsstrømmen. Hver stikkprøve føres direkte over på oppsamlingsflasken for stikkprøvene som til sammen skal utgjøre den kvalifiserte stikkprøven for det spesifikke prøvetakingsdøgnet.

Oppsamlingsflasken (1 l) for kvalifiserte stikkprøver skal være tilsatt følgende:

- 10 ml suprapur salpetersyre
- 10 g NaCl for å sikre tilstrekkelig høy ionestyrke

ev.

- 10 ml av en løsning som inneholder 5 g kaliumdikromat (K_2CrO_7) i 1 l suprapur salpetersyre (NS 1483)

Hver stikkprøve skal ha et like stort volum. Totalt bør den kvalifiserte stikkprøven som skal representere 1 døgn, ha et volum på ca. 0,8 l. Dersom det tas 5 delprøver i løpet av 2 timer, skal volumet for hver av de 5 delprøvene være ca. 150 ml. Stikkprøver skal tas i vanlig arbeidstid. Ideelt sett burde stikkprøvene tas i perioder hvor avløpsvannet er mest konsentrert. Tidspunkt for maksimal konsentrasjon av miljøgifter i avløpsvannet varierer imidlertid fra anlegg til anlegg alt etter type utslipp, slik at det ikke vil gis anbefalinger om detaljerte tidspunkt for prøvetaking.

4.5 Uttak av vannmengdeproporsjonale døgnblandprøver

Av generelle krav som stilles til uttak av delprøver med automatisk prøvetaker, kan nevnes:

Det bør ikke være mer enn 20 minutter mellom hvert uttak av delprøver, hvis mulig bør det være 10 – 12 minutter mellom hvert prøveuttak.

Beregning av vannmengden som skal passere prøvetakingspunktet mellom uttak av hver delprøve, kan gjøres ved bruk av følgende formel:

$Q_{delprøve} = Q_{døgn} /(24 \cdot D_t)$

D_t : Antall delprøver pr. time (≥ 3)
$Q_{delprøve}$: Vannmengde mellom to delprøver (m^3/delprøve)

Delprøven skal være minst 50 ml. Størrelsen på delprøven må imidlertid tilpasses slik at det blir tilstrekkelig prøvemengde i forhold til parametrene som skal analyseres. Samtidig må det tas hensyn til størrelsen på oppsamlingsbeholderen for døgnblandprøve slik at denne ikke går full under prøvetakingen.

Volumet av hver delprøve kan beregnes med følgende formel:

$Vol_{delprøve} = Vol_{døgnprøve} / (D_t \cdot 24)$

$Vol_{delprøve}$: Volumet av hver delprøve (ml)

$Vol_{døgnprøve}$: Volumet av døgnblandprøven (ml).

Ved bruk av en oppsamlingsbeholder på 25 l vil et totalt prøvevolum på 15 til 20 l (15 000 til 20 000 ml) være tilstrekkelig. Her må det gjøres en del praktiske vurderinger for å sikre at man har tilstrekkelig volum i prøvetakingsbeholderen til å kunne samle opp prøve for

døgnvannmengdene som kan forventes, samt at man klarer å oppnå en tilfredsstillende homogenisering (for eksempel ved omrøring) før det tas ut prøver fra oppsamlingsbeholderen.

Eksempel: *Beregninger i forbindelse med innstilling av prøvetaker*

$Q_{døgn}$ = *18 000 m³/d (normal døgnvannføring)*
D_t = *5 prøver pr. time (denne verdien velges)*
$Q_{delprøve}$ = *(18 000/(5·24))*
= *150 m³ pr. delprøve*

Dette betyr at prøvetakeren skal ta ut 1delprøve pr. 150 m³som passerer anlegget

Sjekk: *Hvor mange prøver vil bli tatt i perioden med lavest timetilrenning ($Q_{min.time}$)?*
$Q_{min.time}$ = *600 m³/time*
Antall delprøver i min time = *(600/150)*
= *4 delprøver i min time*
Konklusjon: *Antall delprøver pr. time skal være ≥ 3, 150 m³ pr. delprøve er passende.*

Prøven samles opp på en 25 l oppsamlingsbeholder, og man ønsker at volumet av døgnprøven ($Vol_{døgnprøve}$) skal være 15l (15 000ml).

$Vol_{delprøve}$ = 15 000 / (5 · 24)
= *125 ml*
Dette betyr at prøvetakeren skal stilles inn slik at hver delprøve har et volum på 125 ml.

Sjekk: *Vil oppsamlingsbeholderen renne over hvis det kommer nedbør ($Q_{døgn}$ = 25 000 m³/døgn) i prøvetakingsdøgnet?*

$Vol_{døgnprøve}$ =*(25 000/150)·125*
=*21l*
Konklusjon: *Med de beregnede innstillingene vil man også kunne samle opp prøven ved en økning i døgnvannføringen.*

Delprøvevolumet som prøvetakeren tar ut, kontrolleres ved å samle opp delprøver i en målesylinder. Det bør tas ut 5 delprøver, og oppsamlet volum dividert på 5 bør ikke avvike mer enn ± 5 % i forhold til volumet som man har innstilt på prøvetakeren.

4.6 Rengjøring av utstyr

Det forutsettes at oppsamlingsbeholder for døgnprøver er ny eller syrevasket når prøvetakingsperioden starter. Oppsamlingsbeholderen bør vaskes mellom hvert prøvedøgn med rent vann (vann fra nettet). Det anbefales derfor at anlegget har to slike oppsamlingsbeholdere, slik at man etter hvert prøveuttak av døgnprøve kan bytte ut beholderen med en nyvasket.

Resten av prøvetakingsutstyret bør rengjøres minimum mellom hver prøverunde, og oftere ved behov. Ved rengjøring kan man benytte følgende fremgangsmåte:

1. Legg slanger, prøvekammer etc. i såpevann over natten (for eksempel maskinvaskemiddel).
2. Rengjør ved hjelp av børste der dette er nødvendig/mulig.
3. Skyll slanger og utstyr grundig med varmt vann.
4. La utstyret tørke.

Før prøvetakingen igjen starter bør prøvetakeren kjøre noen omganger med avløpsvann.

4.7 Uttak av representativ døgnprøve fra oppsamlingsbeholder for døgnblandprøver

Ved uttak av døgnblandprøve fra oppsamlingsbeholderen til prøvetakeren, er det viktig at man får ut en representativ og homogen prøve. Dette kan gjøres ved intensiv risting av, eller omrøring i oppsamlingsbeholderen. På grunn av variasjoner i design av oppsamlingsbeholdere, er det vanskelig å gi noe konkret anbefaling for beste metode. Avløpsanlegget må imidlertid forsikre seg om at metoden som benyttes, fører til at alt suspendert materiale er godt fordelt i oppsamlingsbeholderen før volumet til døgnblandprøven tas ut. Eksempel på to metoder som kan benyttes er:

Intensiv risting av beholderen. Hele beholderen ristes kraftig i minimum 20 sekunder til alt suspendert materiale er fordelt. Dette kan imidlertid ofte være vanskelig med store, tunge glassbeholdere uten hank eller håndtak, samt for plastkanner med 25 l prøve.

Omrøring i beholderen med røreredskap. Det bør benyttes røreutstyr med glatt overflate slik at det ikke fester seg partikler på overflaten. Utstyr av plast anbefales ikke pga. mulig utlekking av organiske miljøgifter som kan påvirke prøven. Det anbefales omrøring i 8-tall med ca. 10 omrøringer. Det er viktig å røre godt opp fra bunnen av beholderen.

Uavhengig av metode for risting/omrøring, er det viktig at uttaket av døgnprøven blir gjort umiddelbart etterpå. Prøven kan helles direkte over på døgnprøveflasken uten bruk av målebeger, eller man kan bruke et begerglass som er festet på en stang som man stikker ned i oppsamlingsbeholderen umiddelbart etter risting/omrøring (forutsatt at oppsamlings-beholderen har en tilstrekkelig stor åpning). Enhver oppmåling av prøvevolumet med målesylinder vil være en potensiell feilkilde for prøveresultatet.

Flasken for døgnblandprøven må ikke fylles helt opp. Det anbefales å fylle flasken maksimalt opp ca. 80 %. Dette fordi det må være mulig å foreta en effektiv risting av flasken før uttak til ukeblandprøve.

Hvis flasken for døgnblandprøve blir for full og det renner over, må den uttatte prøven kasseres og et nytt prøveuttak må gjennomføres. Hvis prøveflasken på forhånd inneholder syre for konservering, må det benyttes en ny flaske som inneholder syre ved prøveuttaket. Hvis prøveflasken går full, men ikke har rent over, er det mulig å helle innholdet over på en større flaske, og det sjekkes at pH < 2.

Det er viktig at prøveflasken for døgnblandprøven er godt merket. Merkingen må være vannfast og kunne tåle både frysing og opptining. Flasken skal som et minimum merkes med prøvested og dato for uttak.

Ved utarbeidelse av denne veilederen er det innhentet opplysninger fra de fleste laboratoriene som tilbyr analyser av de aktuelle parametrene, og det er noe ulik praksis mht. konservering av prøven etter prøveuttak. Prosedyrene for ev. konservering av prøver må derfor avtales med de aktuelle laboratorier før prøvetakingen starter. Det henvises for øvrig til NS-EN ISO 5667-3.

Tabell 7 gir en oversikt over materialvalg, rengjøring og oppbevaringsbetingelser for ulike typer prøver basert på kontakt med aktuelle laboratorier.

Tabell 7 Oversikt over materialvalg i emballasje, rengjøring og oppbevaringsbetingelser

	Parametere	
	Tungmetaller, PAH, Σ PCB_7, NP, BFH	**DEHP og kvikksølv**
Prøvetype som danner grunnlag for ukeblandprøven	**Vannmengdeproporsjonal døgnblandprøve**	**Kvalifisert stikkprøve**
Vannmengdeproporsjonale døgnblandprøver:		
Oppsamlingsbeholder for døgnblandprøve	Glass Polypropylen Polyetylen	
Rengjøring av oppsamlingsbeholder	Før prøvetakingen starter: Ny beholder, ev. syrevasket beholder Mellom hvert prøvedøgn: Vask med rent vann	
Oppbevaring av oppsamlingsbeholder ved uttak av døgnblandprøve	1-4 °C, i kjøleskap	
Nødvendig prøvevolum i oppsamlingsbeholder for døgnblandprøve	Må beregnes (normalt 15 – 20 l)	
Døgnblandprøver/kvalifiserte stikkprøver før disse settes sammen til ukeblandprøver:		
Ansvarlig for å framskaffe flasker	Analyselaboratoriet	Analyselaboratoriet
Rengjøring av prøveflasker	Glass gløding ved 450 °C	Glass gløding ved 450 °C
Oppbevaring i prøvetakingsperioden	I kjøleskap, 1-4 °C Syrekonservert pH <2	Kvikksølv syrekonserveres til pH <2 (10 ml suprapur HNO_3/l) og tilsettes 10 g NaCl /l, ev. tilsettes 10 ml av en løsning som inneholder 5 g kaliumdikromat (K_2CrO_7) i 1 l suprapur HNO_3 DEHP analyseres på samme prøve Prøven oppbevares i kjøleskap, 1-4 °C

	Parametere	
	Tungmetaller, PAH, Σ PCB_7, NP, BFH	**DEHP og kvikksølv**
Prøvetype som danner grunnlag for ukeblandprøven	**Vannmengdeproporsjonal døgnblandprøve**	**Kvalifisert stikkprøve**
Døgnblandprøver/ kvalifiserte stikkprøver før disse settes sammen til ukeblandprøver:		
Prøvevolum tatt ut av oppsamlingsbeholderen for døgnblandprøve (pr. prøvedøgn), ev. tatt ut som kvalifiserte stikkprøver	ca. 1000 ml	ca. 1000 ml
Ukeblandprøver som oversendes til laboratoriet:		
Ansvarlig for å framskaffe flasker	Analyselaboratoriet	Analyselaboratoriet
Rengjøring av prøveflasker	Glass gløding ved 450 °C	Glass gløding ved 450 °C
Prøvevolum	Avklares med laboratoriet	Avklares med laboratoriet
Oppbevaring under transport	Mørkt og kjølig	Mørkt og kjølig

4.8 Utfylling av prøvetakingsjournal

Det bør føres en journal med viktig informasjon fra prøvetakingsperioden. Prøvetakings-journalen er imidlertid ikke ment å være en fullstendig dokumentasjon av alle kvalitetssikringsaktiviteter i tilknytning til prøvetakingen. Prøvetakingsjournalen bør føres for hvert døgn i perioden og minimum inneholde informasjon om:

- Anleggets navn, tlf. nr., e-post adr. til den ansvarlige for prøvetakingen
- Prøvetakingsperiodens varighet (startdato – sluttdato)
- Avløpsmengde (vannføring) gjennom anlegget pr. prøvedøgn
- Avløpsmengde som har gått i overløp (umiddelbart foran anlegget) pr. prøvedøgn
- Bekreftelse på at prøvetakingspunkt, prøvetaker og vannføringsmåler er kontrollert før prøvetakingen starter
- Prøvevolumet som er tatt ut fra hver døgnprøve for å komponere ukeblandprøven (hvis tillaging av ukeblandprøve utføres på anlegget)
- Avviket i uttatt volum døgnprøve, ev. antall delprøver, i forhold til teoretisk beregnet døgnprøvevolum/antall delprøver på grunnlag av registrert vannmengde
- Eventuelle avvik i tilknytning til utstyr og emballasje i prøvetakingsperioden
- Spesielle forhold i prøveperioden som kan tenkes å påvirke prøven (høy nedbør, ekstraordinære utslipp til avløpsanlegget, problemer/reparasjoner på anlegget etc.), ev. forhold som har gjort det nødvendig å gjenta ett eller flere prøvetakingsdøgn

Alle avvik i prøvetakingen er spesielt viktig å få registrert. En kopi av prøvetakingsjournalen bør følge prøven(e) til laboratoriet. Et eksempel på prøvetakingsjournal er vist i vedlegg 1. Det forutsettes at denne tilpasses behovet på hvert enkelt renseanlegg.

4.9 Kontakt med laboratoriet før prøvetaking

Kravet om akkreditert prøvetaking som blir gjort gjeldende fra 31.12.2008, gjør at det vil variere i hvilken grad analyselaboratoriet også er involvert i prøvetakingen. Dersom en annen organisasjon enn analyselaboratoriet utfører prøvetakingen, er det viktig at følgende forhold blir avklart før prøvetakingen starter:

Merking av prøver
Den ansvarlige for prøvetakingen må innhente informasjon fra laboratoriet om hvordan prøvene skal merkes slik at man er sikker på at det er de korrekte enkeltforbindelsene det analyseres på. Det er også viktig at det gjennomføres en enhetlig datomerking av prøvene, for eksempel ved å angi dato for første og siste dag i prøvetakingsperioden.

Avklaring av arbeidsfordeling
I henhold til forskriften skal det analyseres på ukeblandprøver som skal settes sammen av flere døgnblandprøver. Dette kan gjøres etter to alternativ:

Alternativ 1: Anlegget sender 5 - 7 stk. døgnblandprøver som laboratoriet setter sammen til en ukeblandprøve. Laboratoriet må da ha informasjon om vannføringen i hvert prøvedøgn.

Alternativ 2: Anlegget setter sammen ukeblandprøven selv og oversender denne til laboratoriet.

Det må avklares på forhånd hvilket alternativ som skal velges, hvis ikke dette er gjort ved innhenting av tilbud på analysene.

Nødvendig prøvevolum
Det er viktig at laboratoriet spesifiserer hvor stort prøvevolum de trenger for analysene når prøvene sendes inn iht. alternativ 1 eller 2, og at prøvetakerne tar ut det oppgitte volumet fra oppsamlingsbeholderne for prøvetakerne.

Emballasje og prøveflasker
De fleste laboratorier sender ut egen emballasje til kunder, og det anbefales at avløpsrenseanlegget ber om å få tilsendt slik emballasje før prøvetakingen starter. Hvis det skal benyttes syrekonservering ved prøvetakingen, kan det gjøres avtale om at laboratoriet tilsetter nødvendig syremengde til flaskene før utsendelse, eller at laboratoriet gir instrukser om hvordan dette skal gjøres.

Transport av prøveflasker
Grensesnittet mellom anleggets ansvar og analyselaboratoriets ansvar bør være fastlagt i kontrakten mellom de to partene. Alle detaljer i tilknytning til transporten bør avtales for hver prøvetakingsomgang slik at forsvarlig transport (for eksempel bruk av kjølebag) av prøvene blir sikret.

5. Kvalitetssikring av prøvetakingen

5.1 Kritisk punkter ved prøvetakingen

Det må påses at omkringliggende forhold ikke påvirker prøven som tas ut. Tillaging av ukeblandprøvene gjøres normalt på anlegget og ikke på et laboratorium hvor man er vant til å arbeide mht. å unngå kontaminering. En avløpsprøve kan lett forurenses, særlig ettersom det er flere operasjoner forbundet med å få laget sluttprøven, en blandprøve som sendes til laboratoriet. Eksempel på forurensninger er at enkelte plasttyper kan lekke ut ftalater. Det beste tiltaket for å hindre forurensning under prøvetakingen er god opplæring av personene som skal gjennomføre prøvetakingen, og etablering av gode rutiner/prøvetakingsprosedyrer i anleggets internkontrollopplegg. Noen stikkord er:

- Det skal være rent og ryddig i området der prøvene tas
- Forurenset luft/røyking skal ikke forekomme i lokalet der prøvene tas
- Prøveflasker skal være lukket under oppbevaring, både før og etter prøvetakingen
- Hendene vaskes godt før prøvetaking. Det benyttes engangshansker som ikke lekker ut forurensninger (for eksempel nitrilhansker)
- Ikke pust nedi flaskene
- Flasker og korker berøres ikke på innsiden
- Etter prøvetakingen fylles flasken ca. 80 % full, og korken skrus umiddelbart godt til

Ved prøvetakingen er det viktig å ha kontroll med alle kritiske punkter for å sikre representativ prøvetaking. De kritiske punktene ved prøvetakingen er:

- Prøvetakingspunktet
- Prøvetaker
- Prøvemengde og delprøveintervall
- Vannføringsmåling
- Uttak av døgnblandprøve fra oppsamlingsbeholder (sekundær prøvetaking)
- Uforutsette hendelser i prøvetakingsdøgnet

Ved kvalitetssikring av prøvetakingen bør det dokumenteres at man har kontroll med de kritiske punktene. I tilknytning til hver prøvetakingsuke bør man derfor gjennomføre en del standard kontrollrutiner. Det henvises for øvrig til NS-ISO 5667-14.

5.2 Kontroll av prøvetakingspunkt

Før prøvetakingen starter og i løpet av prøvetakingsperioden må følgende kontrolleres:

- Det skal være god turbulens i prøvetakingspunktet
- Det skal ikke være slamavsetninger på bunnen av kanalen eller på kanalveggene. Kanalen bør rengjøres før prøvetakingen starter. Det skal ikke være flytestoffer på vannoverflaten
- Det skal ikke være oppstuvninger som påvirker vannstanden i prøvetakingspunktet (for eksempel på grunn av gjentetting av innløpssil eller unormal høy vannstand i resipienten)

- Det er et generelt krav at returstrømmer (for eksempel) rejektvann skal tilføres etter prøvetakingspunktet. Det må kontrolleres at det i forbindelse med reparasjonsarbeider og lignende ikke blir tilført returstrømmer foran prøvetakingspunktet

5.3 Prøvetaker

Det forutsettes at renseanleggets ordinære prøvetakingsopplegg benyttes til prøvetakingen og at det er etablert en fast vedlikeholdsrutine for denne.

- Kontroller at prøvekammeret på prøvetakeren er rengjort
- Kontroller at suge- og utløpsslange på prøvetaker er nye, ev. rengjort
- Nye sugeslanger skal skylles gjennom med det aktuelle avløpsvannet før prøvetakingen starter
- Påse at innløpet på sugeslangen er ca. 1/3 h (h = vanndyp ved tørrværsvannføring) under vannoverflaten og ikke nærmere enn 10-15 cm fra kanalveggen. Sugeslangen skal være godt festet og skal ikke kunne bevege seg i vannstrømmen
- Kontroller delprøvevolumet (se pkt 4.5). Middelverdien av volumet av 5 delprøver bør ikke avvike mer enn ± 5 % fra innstilt volum
- Kontroller at prøvetaker reagerer riktig i forhold til pulsene som kommer fra vannføringsmåleren
- Kontroller at temperaturen i kjøleskapet der oppsamlingsbeholderen er plassert ligger i området 1 – 4 ºC

5.4 Vannføringsmåler

Det forutsettes at anleggseier har gjort en grundig kontroll av vannføringsmåleren der vannføringskurven for måleren er verifisert (se pkt. 3.3). Hvis denne kontrollen viste at det var avvik i forhold til den teoretiske kurven som gjelder for måleprofilet, forutsettes det at det er gjort de nødvendige korreksjoner i vannmålerens regneenhet slik at korrekt vannførings-kurve blir benyttet ved beregning av vannføringen.

- Den rutinemessige kontrollen av vannføringsmåleren kan med fordel gjennomføres i tilknytning til prøvetakingen. Det anbefales derfor at del 3 (pkt 3.3) utføres i tilknytning til prøvetakingen
- Ved oppstuvningshøyden som tilsvarer normalvannføring gjøres en registrering av vannføringen mellom hvert uttak av delprøver med prøvetakeren. Vannføringen skal være i samsvar med beregnet og innstilt vannføring. Dette kan også kombineres med kontroll av delprøvevolumet (se pkt 4.5). Ved avvik foretas korreksjoner og ny test.

5.5 Uttak av døgnblandprøve fra oppsamlingsbeholder

Det er i første rekke god omrøring i oppsamlingsbeholderen før uttak av døgnblandprøven som må sikres ved den sekundære prøvetakingen.

- Det må kunne gjennomføres en omrøring som beskrevet i pkt. 4.7 eller tilsvarende
- Hvis prøveflasken for døgnblandprøve blir mer enn 80 % full, bør uttaket av prøve utføres på nytt. Prøven som er tatt ut i første omgang, skal ikke føres tilbake på oppsamlingsbeholderen

5.6 Uforutsette hendelser i prøvetakingsdøgnet

I løpet av prøvetakingsdøgnet kan det inntreffe forhold som gjør at prøvetakingen ikke kan betraktes som representativ, og dermed må utføres på nytt. Av slike forhold kan nevnes:

- Hvis oppsamlingsbeholderen for døgnblandprøve fylles opp i løpet av prøvetakingsdøgnet og prøven går i overløp
- Hvis uttak av døgnprøve ikke avsluttes innenfor et tidsrom på 24 timer ± 2 timer
- Hvis vannføringsmåleren har vært ute av drift i mer enn 2 timer i løpet av prøvetakingsperioden
- Hvis det er et avvik på mer enn 5 % mellom volumet som er samlet opp i oppsamlingsbeholderen for døgnblandprøve og prøvevolumet som kan beregnes ut fra innstilt delprøvevolum og vannmengde

6. Klargjøring av prøver for oversendelse til laboratorium

6.1 Merking av prøver

Døgnprøvene som tas ut i løpet av prøvetakingsperioden, må merkes tydelig med:

- Prøvetakingspunkt (innløp/utløp)
- Type prøve (vannmengdeproporsjonal døgnblandprøve/ kvalifisert stikkprøve)
- Dato
- Initialene til vedkommende som har tatt ut prøvene

Ukeblandprøvene som sendes til laboratoriet, skal merkes i henhold til instruksene som laboratoriet gir (se pkt 4.9).

6.2 Sammensetning av døgnblandprøver til ukeblandprøve

Etter at man er ferdig med prøvetakingsperioden, skal man som minimum ha følgende antall delprøver som skal settes sammen til en ukeblandprøve:

Innløp:	Vannmengdeproporsjonale døgnblandprøver	5
	Kvalifiserte stikkprøver	5
Utløp:	Vannmengdeproporsjonale døgnblandprøver	5
	Kvalifiserte stikkprøver	5
	Totalt antall delprøver	**20**

Tillaging av ukeblandprøven kan enten gjøres på anlegget, eller på laboratoriet. Hvis noen av delprøvene er dypfryst, er det mest praktisk at disse fraktes til laboratoriet i dypfryst stand, tines opp og settes sammen til en ukeblandprøve. Analysen må da starte umiddelbart etter at ukeblandprøven er laget.

Uavhengig av om ukeblandprøvene skal settes sammen på anlegget eller på laboratoriet, er det samme prosedyre som skal brukes ved uttak av delprøver fra hvert prøvedøgn. Mengden som skal tas ut fra prøveflaskene fra hvert prøvedøgn, kan beregnes etter følgende formel:

$$v_{delprøve} = (q_d/Q_{periode}) \cdot V_{ukeprøve}$$

$v_{delprøve}$: Delprøvevolumet som skal tas ut fra hver døgnprøve (ml)
q_d: Vannføringen i det enkelte prøvetakingsdøgn (m^3/døgn)
$Q_{periode}$: Vannføringen i prøvetakingsperioden (m^3)
$V_{ukeprøve}$: Volumet av ukeblandprøven som laboratoriet må ha for å utføre analysen. Dette må avklares før prøvetakingen starter

Eksempel: *Beregning av delprøvevolum som skal tas ut for hvert døgn i prøvetakingsperioden*

Tabellen nedenfor viser volumet som må tas ut for hvert prøvedøgn. På forhånd er det avklart med laboratoriet at det må sendes inn en ukeblandprøve på 3 l for analyse av PAH, Σ PCB_7 NP, BFH og tungmetaller og 2 l for analyse av DEHP og kvikksølv.

I løpet av prøveperioden har anlegget tatt ut følgende prøver:

Innløp og utløp a.) 2 x 5 vannmengdeproporsjonale, døgnblandprøver (ma.-ti., ti..-on., on.-to., to.-fr., fr.-ma.) som skal analyseres på PAH, Σ PCB_7, BFH, NP og tungmetaller. Fra fredag til mandag morgen er det tatt 1 prøve.

b.) 2 x 5 kvalifiserte stikkprøver (ma., ti., on., to., fr.) som skal analyseres for DEHP og kvikksølv

Prøvetype	***Vanmengdeproporsjonale døgnblandprøver***		***Kvalifiserte stikkprøver***	
Dag i prøvetakingsperioden	***Vannføring i prøvedøgnet*** q_d	***Volum av delprøve*** $v_{delprøve}$	***Vannføring i prøvedøgnet*** q_d	***Volum av delprøve*** $v_{delprøve}$
	m^3/d	***(ml)***	***m^3/d***	***(ml)***
Mandag	*8950*	*454*	*8950*	404
Tirsdag	*10 200*	*517*	*10 200*	461
Onsdag	*8490*	*430*	*8490*	383
Torsdag	*7950*	*403*	*7950*	359
Fredag	*23 600*	*1196*	*8700*	393
Lørdag			-	-
Søndag			-	-
Vannføring i perioden $Q_{periode}$	*59 190*	-	*44 290*	-
Volum av ukeblandprøve $V_{ukeprøve}$	-	*3000*	-	*2000*

Beregning av delprøvevolumet som skal tas ut fra døgnblandprøven for mandag

$Q_{periode} = 59\ 190\ m^3$
$q_d = 8950\ m^3/døgn$
$V_{ukeprøve} = 3000\ ml$

$V_{delprøve} = (8950/59\ 190) \cdot 3000$
$= 454\ ml$

Døgnprøvene ristes grundig før det beregnede delprøvevolumet måles opp i en målesylinder av glass. 4 forskjellige målesylindere brukes til de 4 ukeblandprøvene som skal lages. Der prøvene er syrekonservert, må det tas de nødvendige forholdsregler ved at det benyttes gummihansker og beskyttelsesbriller.

7. Rapportering av data til KOSTRA

7.1 Generelt

Data fra prøvetaking og analyse av tungmetaller og organiske miljøgifter skal rapporteres på KOSTRA-skjema 26B(2). Rapporteringen gjelder for avløpsanlegg som er omfattet av kap. 14 i forurensningsforskriften og er større enn hhv. 20 000 pe og 50 000 pe. For hver parameter skal følgende rapporteres:

- Middel-, maksimum og minimumskonsentrasjon innløp og utløp
- Antall verdier som er rapportert lavere enn deteksjonsgrensen for innløps- og utløpsprøver
- Totale utslippsmengder
- Antall prøver som ligger til grunn for rapporterte verdier

Det anbefales at anleggseier arkiverer alle analysebevis fra prøvetakingen fordi disse vil kunne komme til nytte ved sporing av kilder for ev. utslipp.

7.2 Beregningsregler

7.2.1 Middelkonsentrasjon i innløpsvann og utløpsvann

Aritmetisk middel beregnes for analyseverdiene fra hver prøvetakingsperiode for hver parameter. I tilfeller der analyseverdien er rapportert som ≤ deteksjonsgrensen benyttes ½ · deteksjonsgrensen. Denne regnemåten introduserer en stor usikkerhet i beregningen, og det er en forutsetning for å kunne benytte denne regneregelen at deteksjonsgrensen er i samsvar med kravene i forurensningsforskriften eller lavere. Hvis det er benyttet høyere deteksjonsgrenser, kan ikke middelkonsentrasjonen i innløp og utløp, samt total utslippsmengde på årsbasis beregnes og rapporteres. Det skraverte området på tabellen viser verdiene der det er benyttet halve deteksjonsgrensen ved beregning av middelverdien på årsbasis.

Eksempel: Beregning av midlere innløps- og utløpskonsentrasjon for krom

Prøvetakings-periode nr.	***Krom Innløp***		***Krom Utløp***	
	Rapportert verdi	***Beregning av middelverdi***	***Rapportert verdi***	***Beregning av middelverdi***
	µg/l	*µg/l*	*µg/l*	*µg/l*
1	*2,7*	*2,7*	*<1*	*0,5*
2	*1,6*	*1,6*	*<1*	*0,5*
3	*4,1*	*3,4*	*<1*	*0,5*
4	*3,7*	*3,7*	*<1*	*0,5*
5	*2,7*	*2,7*	*<1*	*0,5*
6	*<1*	*0,5*	*<1*	*0,5*
Middelverdi	**-**	***2,4***		***0,5***

Innsamlede data fra prøvetakingen i 2005 viser at konsentrasjonen av bromerte flammehemmere, PCB og til dels PAH blir rapportert lavere enn deteksjonsgrensen i mange prøver. Det er derfor viktig at anleggseier forsikrer seg om at laboratoriet som benyttes, kan analysere ned til deteksjonsgrensene som forurensningsforskriften krever.

Eksempel: Beregning av midlere innløps- og utløpskonsentrasjoner for bromerte flammehemmere

Rapporterte verdier fra analyselaboratorium									
Prøvepunkt		***Innløp***				***Utløp***			
Prøveomgang nr.		***1***	***2***	***3***	***Middelverdi***	***1***	***2***	***3***	***Middelverdi***
Tetra BDE	*ng/l*	*3*	*4,8*	*4,4*	**-**	*0,7*	*<0,3*	*0,7*	-
Penta BDE	*ng/l*	*0,6*	*1,2*	*0,8*	**-**	*<0,2*	*<0,3*	*<0,2*	-
Okta BDE	*ng/l*	*11*	*29*	*13*	**-**	*<5*	*<10*	*<10*	-
Deka BDE	*ng/l*	*51*	*<50*	*43*	**-**	*<20*	*<50*	*<20*	-
TBBPA	*ng/l*	*<10*	*<20*	*<10*	**-**	*<10*	*<20*	*<10*	-
HBCD	*ng/l*	*<20*	*<50*	*<10*	**-**	*<20*	*<50*	*<10*	-
Bearbeidede data før innrapportering til KOSTRA									
Prøvepunkt		***Innløp***				***Utløp***			
Prøveomgang nr.		***1***	***2***	***3***	***Middelverdi*** *1)*	***1***	***2***	***3***	***Middelverdi*** *1)*
Tetra BDE	*ng/l*	*3*	*4,8*	*4,4*	***4,1***	*0,7*	*0,15*	*0,7*	***0,5***
Penta BDE	*ng/l*	*0,6*	*1,2*	*0,8*	***0,9***	*0,1*	*0,15*	*0,1*	***0,1***
Okta BDE	*ng/l*	*11*	*29*	*13*	***17,7***	*2,5*	*5*	*5*	***4,2***
Deka BDE	*ng/l*	*51*		*43*	***47,0***				*2)*
TBBPA	*ng/l*	*5*		*5*	***5,0***	*5*		*5*	***5***
HBCD	*ng/l*			*5*	***5,0***			*5*	***5***

	Analysesvar som fra analyselaboratoriet er rapportert ≤ kravet til deteksjonsgrense som følger av forskriften, eller en deteksjonsgrense som ligger lavere enn denne. I beregningen er ½ · deteksjonsgrensen benyttet
	Analysesvar som fra analyselaboratoriet er rapportert ≤ en deteksjonsgrense som er høyere enn kravet til deteksjonsgrense som følger av forskriften. Disse verdiene kan ikke benyttes ved beregning av middelkonsentrasjon eller utslippsmengde
	1) Middelverdier som skal innrapporteres til KOSTRA **2) Det kan ikke rapporteres inn middelverdi for utløpskonsentrasjon fordi alle analysesvarene er rapportert ≤ en deteksjonsgrense som er høyere enn kravene i forskriften**

7.2.2 Beregning av utslippsmengde på årsbasis

For hver parameter beregnes midlere utslippsmengde pr. døgn i prøvetakingsperioden etter følgende prosedyre:

1. Beregn midlere utslippsmengde pr. døgn i hver prøvetakingsperiode

Prøvetakingsperiode 1: $m1 = q_1 \cdot Kons_1$
Prøvetakingsperiode 2: $m2 = q_2 \cdot Kons_2$
.
Prøvetakingsperiode n: $m_n = q_n \cdot Kons_n$

q_n = midlere døgnvannføring i prøvetakingsperioden (m^3/døgn)
$Kons_n$ = konsentrasjonen av den spesifikke parameter i blandprøven (eks. µg Cd/l)
m_n = midlere utslipp i hver prøvetakingsperiode (eks. g Cd/døgn)

Utslippsmengdene som går i overløp umiddelbart foran anlegget skal inkluderes i det totale døgnutslippet.

2. Beregn midlere utslippsmengde pr. døgn på årsbasis

Middelverdien for døgnutslippet på årsbasis er lik middelverdien av midlere døgnutslipp i hver prøvetakingsperiode.

$m_{år} = (m_1 + m_2 + \ldots\ldots m_n)/n$

$m_{år}$ = midlere tilførsel/utslipp på årsbasis (eks. g Cd/døgn)
n = antall prøvetakingsperioder

3. Beregn totalt utslipp på årsbasis

Midlere utslipp på årsbasis fås ved å multiplisere $m_{år}$ med 365 dager.

$M_{år} = m_{år} \cdot 365 / 1000$

$M_{år}$ = totalt tilførsel/utslipp pr. år fra hvert avløpsanlegg (eks. kg Cd/år)

***Eksempel**: Beregning av utslippet av DEHP på årsbasis fra et anlegg*

Prøvetakings-periode nr.	***Midlere vannmengde gjennom anlegget (m^3/d)***	***Midlere vannmengde i overløp ved renseanlegget (m^3/d)***	***Innløps-kons. (µg/l)***	***Utløps-kons. (µg/l)***	***Midlere utslipps-mengde (g/d)***	***Midlere utslipps-mengde (overløp) (g/d)***	***Total utslipps-mengde (g/d)***
1	*37 196*	*0*	*28,0*	*3,8*	*141*	*0*	*141*
2	*48 347*	*0*	*10,0*	*6,1*	*295*	*0*	*295*
3	*58 119*	*956*	*3,6*	*1,6*	*93*	*3*	*96*
	Middelkonsentrasjon på årsbasis		***13,9***	***3,8***	*Midlere utslipp pr. døgn på årsbasis*		***177***
Totalt utslipp av DEHP pr. år = 177 · 365 /1000 kg DEHP/år = ***65 kg DEHP/år***							

Eksempel: *Beregning av utslippet av Tetra BDE*

Prøvetakings-periode nr.	***Midlere vannmengde gjennom anlegget (m^3/d)***	***Midlere vannmengde i overløp ved renseanlegget (m^3/d)***	***Innløps-kons. (ng/l)***	***Utløps-kons. (ng/l)***	***Midlere utslipps-mengde (g/d)***	***Midlere utslipps-mengde (overløp) (g/d)***	***Total utslipps-mengde (g/d)***
1	*37 196*	*0*	*3,0*	*0,7*	*0,027*	*0,000*	*0,027*
2	*48 347*	*0*	*4,8*	*0,15*	*0,007*	*0,000*	*0,007*
3	*58 119*	*956*	*4,4*	*0,7*	*0,041*	*0,004*	*0,045*
	Middelkonsentrasjon på årsbasis		***4,1***	***0,5***	*Midlere utslipp pr. døgn på årsbasis*		***0,027***
Totalt utslipp av Tetra BDE pr. år = 0,027 · 365 /1000 kg Tetra BDE/år = ***0,010 kgTetra BDE /år***							

Eksempel: *Beregning av utslippet av Penta BDE*

Prøvetakings-periode nr.	***Midlere vannmengde gjennom anlegget (m^3/d)***	***Midlere vannmengde i overløp ved renseanlegget (m^3/d)***	***Innløps-kons. (ng/l)***	***Utløps-kons. (ng/l)***	***Midlere utslipps-mengde (g/d)***	***Midlere utslipps-mengde (overløp) (g/d)***	***Total utslipps-mengde (g/d)***
1	*37 196*	*0*	*0,6*	*0,1*	*0,004*	*0,000*	*0,004*
2	*48 347*	*0*	*1,2*	*0,15*	*0,007*	*0,000*	*0,007*
3	*58 119*	*956*	*0,8*	*0,1*	*0,006*	*0,001*	*0,007*
	Middelkonsentrasjon på årsbasis		***0,9***	***0,1***	*Midlere utslipp pr. døgn på årsbasis*		***0,006***
3) Utslippet fra overløpet er neglisjerbart *Totalt utslipp av Penta BDE pr. år = 0,006 · 365 /1000 kg Penta BDE/år* = ***0,002 kgPenta BDE /år***							

Eksempel: *Beregning av utslippet av Deka BDE*

Prøvetakings-periode nr.	***Midlere vannmengde gjennom anlegget (m^3/d)***	***Midlere vannmengde i overløp ved renseanlegget (m^3/d)***	***Innløps-kons. (ng/l)***	***Utløps-kons. (ng/l)***	***Midlere utslipps-mengde (g/d)***	***Midlere utslipps-mengde (overløp) (g/d)***	***Total utslipps-mengde (g/d)***
1	*37 196*	*0*	*51*	[redacted]	*1)*	*1)*	*1)*
2	*48 347*	*0*	[redacted]	[redacted]	*1)*	*1)*	*1)*
3	*58 119*	*956*	*43*	[redacted]	*1)*	*1)*	*1)*
	Middelkonsentrasjon på årsbasis		***47***	*1)*	*Midlere utslipp pr. døgn på årsbasis*		*1)*
1): Kan ikke beregnes fordi datagrunnlaget ikke er godt nok							

På grunnlag av beregningene som er gjort for de to eksemplene, skal følgende data innrapporteres til KOSTRA for de to eksemplene.

Eksempel: *Data som skal innrapporteres til KOSTRA*

Stoffkode	***Kons. Inn Middel (µg/l)***	***Kons. Ut Middel (µg/l)***	***Maks. Kons. Inn (µg/l)***	***Maks. Kons. Ut (µg/l)***	***Min. Kons. Inn (µg/l)***	***Min. Kons. Ut (µg/l)***	***Antall prøver ≤ forskr. krav til deteksjons-grensen 1)***		***Antall prøver ≤ deteksjons-grensen 2)***		***Antall prøver 3)***	***Utslipps-mengde (kg/år)***
							Inn	***Ut***	***Inn***	***Ut***		
DEHP	*13,9*	*3,8*	*28*	*6,1*	*3,6*	*1,6*	*0*	*0*	*0*	*0*	*3*	*65*
Stoffkode	***Kons. Inn Middel (ng/l)***	***Kons. Ut Middel (ng/l)***	***Maks. Kons. Inn (ng/l)***	***Maks. Kons. Ut (ng/l)***	***Min. Kons. Inn (ng/l)***	***Min. Kons. Ut (ng/l)***	***Antall prøver ≤ forskr. krav til deteksjons-grensen 1)***		***Antall prøver ≤ detesjons-. grensen 2)***		***Antall prøver 3)***	***Utslipps-mengde (kg/år)***
							Inn	***Ut***	***Inn***	***Ut***		
Tetra BDE	***4,1***	***0,5***	***4,8***	***0,7***	***3,0***	***<0,3***	***0***	***1***	***0***	***1***	*3*	*0,010*
Penta BDE	***0,9***	***0,1***	***1,2***	***<0,3***	***0,6***	***<0,2***	***0***	***3***	***0***	***3***	*3*	*0,006*
Deka BDE	***47***	***4)***	***51***	***<50***	***43***	***<20***	***0***	***0***	***1***	***3***	*3*	*4)*

a. *Antall prøver som er rapportert ≤ kravet til deteksjonsgrense som følger av forskriften. For DEHP er kravet til deteksjonsgrense ≤ 0,1µg/l. For bromerte flammehemmere er kravet til deteksjonsgrense ≤ 10 ng/l.*
b. *Antall prøver som er rapportert ≤ deteksjonsgrensen (uavhengig om denne er høyere enn kravene som følger av forskriften)*
c. *Antall prøvepar inn/ut*
d. *Kan ikke rapporteres på grunn av for dårlig datagrunnlag*

8. Referanser

Farestveit,T. og Hoel, T. (1997) Veileder for prøvetaking av avløpsvann, NORVAR-rapport 82-1997.

Fornyings- og administrasjonsdepartementet, (2001): Forskrift om offentlige anskaffelser, 2001-06-15 nr 616.

Grøn, C., Magnusson, B., Nordbotten, A., Krysell, M., Andersen, K.J. og Lund, U. (2007): Uncertainty from sampling. A Nordtest Handbook for Sampling Planners on Sampling Quality Assurance and Uncertainty Estimation. Nordic Innovation Centre, NT tec 604/TR 604, March 2007.

Hovind, H. (2006): Beskrivelse av analysemetoder. 25.08.06.

Hovind, H.,Magnusson, B., Krysell, M., Lund, U. and Mäkinen, I. (2006): Internal quality control. Handbook for chemical laboratories. Nordtest report TR 569, 2nd ed., Nordic Innovation Centre.

Larsen, E.H. og Mosevoll, G. (2007): ”Hva gjør Skien kommune for å etterkomme krav til måleusikkerhet for vannføringsmåling”, Innlegg på fagtreff i NORVARs avløpsrensegruppe, ”Hvordan oppfylle krav i forurensningsforskriften i praksis” Gardermoen 28. mars 2007. www.norvar.no.

Miljøstyrelsen (2004): Tekniske anvisninger for punktkilder, Version 3, Oktober 2004.

Miljøverndepartementet: Stortingsmelding nr. 58 (1996-97) Miljøvernpolitikk for en bærekraftig utvikling.

Miljøverndepartementet: Stortingsmelding nr. 21 (2004-2005) Regjeringens miljøvernpolitikk og rikets tilstand.

Miljøverndepartementet (2005): Forskrift om endring av forskrift 1. juni 2004 nr. 931 om begrensning av forurensning (forurensningsforskriften). Fastsatt av Miljøverndepartementet 15. desember 2005.

Miljøverndepartementet: Stortingsmelding nr. 14 (2006-2007) Sammen for et giftfritt miljø – forutsetninger for en tryggere fremtid.

Mose Pedersen, B. (2005): Personlig kommunikasjon (DHI).

Mosevoll, G. (1986): Kvalitetssikring ved måling av vannføring og forurensningstransport, Prosjektrapport 52/86, NTNFs Utvalg for VAR-teknikk.

NS-EN ISO 5667-1 Vannundersøkelse - Prøvetaking - Del 1: Veiledning i utforming av prøvetakingsprogrammer og prøvetakingsteknikker.

NS-ISO 5667-2 Vannundersøkelse - Prøvetaking - Del 2: Veiledning i prøvetakingsteknikker.

NS-EN ISO 5667-3 Vannundersøkelse - Prøvetaking - Del 3: Veiledning i konservering og behandling av prøver.

NS-EN-ISO 5667-10. Vannundersøkelse – Prøvetaking - Del 10: Veiledning i prøvetaking
NS-ISO 5667-14 Vannundersøkelse - Prøvetaking - Del 14: Veiledning i kvalitetssikring av miljøprøvetaking og behandling av vannprøver.

NS-EN ISO/IEC 17025 (2005): Generelle krav til prøvings- og kalibreringslaboratoriers kompetanse.

NS-9460 (2005) Måling av vannføring i avløpsrenseanlegg med frispeilstrømming - Bruk av tynnplateoverløp og målerenner.

NS 9815 (1995) Vann- og luftundersøkelse - Gasskromatografisk analyse for bestemmelse av polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH).

Weideborg, M., Storhaug, R., Lyngstad, E. og Henninge, L.B. (2006): Prøvetaking, konservering og analyse av miljøgifter i innløp og utløp fra avløpsrenseanlegg. Aquateam-rapport 05-076.

Vedlegg 1. Eksempel på prøvetakingsjournal

Prøvetakingsjournal
Analyse av tungmetaller og organiske miljøgifter

Renseanlegg						
Prøvetakingsperiode nr:		**Start dato**		**Slutt dato**		
Ansvarlig for prøvetakingen						
E-post adresse				**Tlf:**		

Kontroller ved prøvetakingsperiodens start (kryss av)

	Innløp	**Utløp**	**Kommentarer**
Prøvetakingspunktet rengjort			
Prøvetaker rengjort			
Slanger på prøvetaker rengjort/nye			
Vannføringsmåler kontrollert			
Innløp/utløpsmåler			
Overløpsmåler			
Prøvetakingsintervall innstilt			**m^3 mellom hver delprøve**
Delprøvevolum innstilt			**ml pr. delprøve**

Vannføring i prøvetakingsperioden

Døgn nr.	**Vannføring gjennom anlegget q_d (m^3/d) 1)**	**Overløp foran anlegget (m^3/d)**	**Avvik i delprøveantall/ prøvevolum (%)**	**Temperatur i kjøleskap (C°)**	**Volum tatt ut til ukeblandprøve $v_{delprøve}$ (ml)**
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
Sum	**$Q_{periode}$**		**$V_{delprøve}$**	Dato: _____	
	Vannføring gjennom anlegget m^3/d 2)	**Overløp foran anlegget m^3/d 2)**		Prøvetaker (sign.)	
Middel-verdi i perioden					

1) Benyttes til beregning av volum som skal tas ut til ukeblandprøve
2) Benyttes til beregning av utslippstall ved rapportering til KOSTRA

Vedlegg 2. Eksempel på sjekklister til bruk ved prøvetaking

Tabell II.1 Sjekkliste før prøvetakingen starter

Område	Forhold som må kontrolleres	I orden	Kommentarer
Kontakt mot analyse-laboratoriet	Foreligger kontrakt basert på kravspesifikasjon?		
	Er parameterutvalget og deteksjonsgrenser i samsvar med kravene i tabell 2.1.1 og 2.1.2 i forurensningsforskriften?		
	Er det innhentet informasjon om hvordan prøvene skal merkes?		
	Er det gjort avtale om hvem som skal sette sammen ukeblandprøvene?		
	Er det gjort avtale om nødvendig prøvevolum for å få utført analysene?		
	Er det gjort nødvendige avtaler om hvordan prøvene skal konserveres?		
	Er det gjort avtale om levering av nødvendig antall prøveflasker for døgnblandprøver og ukeblandprøver?		
	Er det gjort avtale om hvordan prøvene skal transporteres til laboratoriet?		
Prøvetakings-punkt	Er prøvetakingspunktet på innløpet plassert foran ev. returstrømmer?		
	Er turbulensen i prøvepunktet tilfredsstillende?		
	Er det gjort rent i prøvetakingspunktet slik at slam og biohud ikke trekkes med i prøvene?		
	Er prøvetakingspunktet på utløpet plassert slik at avløpsvannet fra alle behandlingstrinn er godt blandet?		
	Er turbulensen i prøvepunktet tilfredsstillende?		
	Er det gjort rent i prøvetakingspunktet slik at slam og biohud ikke trekkes med i prøvene?		
Vannførings-måler	Er vannføringsmåleren kontrollert slik at vannføringen måles med en usikkerhet på maksimalt 10 %? Se pkt. 3.3 del 1, 2 og 3.		
Prøvetakere	Er prøvetakerne rengjort og kontrollert før prøvetakingen starter?		
	Benyttes teflonslanger som sugeslange og utløpsslange på prøvetakerne? Hvis ikke hvilket materiale benyttes?		
	Er slangene uten svanker slik at avløpsvann blir stående i slangene mellom hver prøvetakingssyklus? Er sugeslangen festet slik at den ikke beveger seg i vannstrømmen?		

Tabell II.1(forts) Sjekkliste før prøvetakingen starter

Område	**Forhold som må kontrolleres**	**I orden**	**Kommentarer**
Prøvetakere (forts.)	Er delprøvevolumet testet? Maksimalt avvik ± 5 % fra innstilt volum på 5 delprøveuttak.		
	Er det kontrollert at vannføringsmåleren gir impuls til prøvetakeren i samsvar med innstilt vannmengde mellom to uttak av delprøver?		
	Er temperaturen i kjøleskapet kontrollert? Temperaturen skal være 1-4 °C.		
	Er oppsamlingsbeholderen for døgnblandprøver syrevasket ev. ny når prøvetakingen starter? Materialet kan være polypropylen, polyetylen eller glass.		
	Er det utarbeidet en fast prosedyre for hvordan det skal tas ut døgnblandprøve fra oppsamlingsbeholderen?		

Tabell I1.2 Sjekkliste til bruk i løpet av prøvetakingen

Område	**Forhold som må kontrolleres**	**I orden**	**Kommentarer**
Uttak og oppbevaring av døgnblandprøver	Er volumet i oppsamlingsbeholderen i samsvar med vannføringen i perioden og innstilt delprøvevolum og prøvetakingsfrekvens? Akseptabelt avvik ± 5 %. Ev. Avviker antall delprøver som er tatt ut, mer enn 5 % fra det som kan beregnes ut fra vannføringen i perioden?		
	Har oppsamlingsbeholderen gått full og avløpsvann har rent ut i prøveperioden? Hvis ja, må døgnprøven forkastes.		
	Blir prosedyren for uttak av døgnblandprøver fra oppsamlingsbeholderen fulgt?		
	Blir de kvalifiserte stikkprøvene tatt ut i samsvar med fastlagt prosedyre?		
	Er alle prøver merket med de nødvendige opplysninger om prøvetakingspunkt, dato, prøvetype?		
	Blir døgnblandprøvene konservert i samsvar med avtalene som er gjort med laboratoriet?		
	Blir døgnblandprøvene oppbevart ved temperatur 1-4 °C, ev. < -18 °C for prøvene som skal være dypfryst?		
	Er de nødvendige opplysninger ført inn i prøvetakingsjournalen?		
Sammensetning av ukeblandprøver	Har man et nødvendig antall døgnblandprøver for å kunne sette sammen en ukeblandprøve? Min. antall døgnblandprøver i en ukeblandprøve er 5.		
	Er nødvendig delvolum som skal tas ut fra hver døgnblandprøve til ukeblandprøven, beregnet slik at totalt prøvevolum blir i samsvar med avtalene som er gjort med laboratoriet?		
	Benyttes en ren målesylinder i glass for å ta ut delvolumet etter at flasken med døgnblandprøve er godt ristet? Det skal benyttes separate målesylindere til de 4 ukeblandprøvene.		
	Er ukeblandprøvene merket med alle nødvendige data iflg. avtalen med laboratoriet?		

Tabell I1.2 (forts.) Sjekkliste til bruk i løpet av prøvetakingen

Område	**Forhold som må kontrolleres**	**I orden**	**Kommentarer**
Forsendelse av prøver til laboratoriet	Er det sikret at prøvene vil bli transportert mørkt og kjølig til laboratoriet, samt levert på laboratoriet senest påfølgende dag?		
Oppbevaring av resultater	Er det opprettet system for oppbevaring av prøvetakingsrapporter og analyserapporter?		

Vedlegg 3. Eksempel på standardkontrakt for innkjøp av laboratorietjenester

Kontrakt ved innkjøp av laboratorietjenester		
Bestiller:	Navn på organisasjon (renseanlegg/kommune) og kontaktperson	
Leverandør:	Selskap/avdeling/seksjon: *Laboratoriets navn, ev. avdeling*	
	Kontaktperson:	Foretaksnummer:
Arbeids-beskrivelse/ fremdrifts-plan	Oppdraget er beskrevet i *"Henvisning til kravspesifikasjonen"* Vedlegg 1 til denne kontrakten. Oppdraget består av følgende hoveddeler *(kortfattet beskrivelse)*: *1.* Henting av prøver som beskrevet i kravspesifikasjonens pkt. …. *(Hvis dette er aktuelt).* 2. Analyse av prøver iht. prøvetakingsplan beskrevet i kravspesifikasjonens pkt …. 3. Analyse av parametrene som er beskrevet i kravspesifikasjonens pkt. ….. med deteksjonsgrenser og krav til usikkerhet som er gitt i samme punkt 4. Utlån av nødvendige flasker for å gjennomføre prøvetakingen 5. Rapportering av analyser iht. kravspesifikasjonens pkt. … 6. For rapportering av analyseresultater gjelder følgende leveringstider: – Tungmetaller i innløps- og utløpsvann: …….. arbeidsdager – Organiske miljøgifter i innløps- og utløpsvann: …… arbeidsdager	
Godtgjørelse	Hente- og analyseprisene er angitt i *(laboratoriets navn)* tilbud datert ……. (Vedlegg 2 til denne kontrakten) *Eventuelt andre forhold i tilknytning til godtgjørelse*	
Fakturering	*Bestemmelser for fakturering*	
Betalings-betingelser	*Månedlig/halvårlig etc*. fakturering pr. …. Dager	
Kontraktens varighet		
Konsekvenser ved mislighold		
Oppsigelse		

For *Kommune/anlegg*	**For** *Leverandøren (laboratoriet)*
Sted: Dato:	Sted: Dato:
Navn:	Navn:
Signatur:	Signatur:
Tittel:	Tittel:

Vedlegg til kontrakten:

Vedlegg 1: Kravspesifikasjon
Vedlegg 2: Tilbud fra *laboratoriets navn*, datert ……
Ev. andre vedlegg

Vedlegg 4. Forslag til standardskjema for rapportering av analyseverdier

Resultater fra analyse av tungmetaller og organiske miljøgifter

Vedlegg til analyserapport ……..

Avløpsanlegg							
Prøvetakingsperiode nr.				**Start-dato**		**Slutt-dato**	
Nr.	**Parameter**			**Innløp**	**Utløp**	**Detek. grense**	**Merknad**
Tungmetaller							
1	As		µg/l				
2	Cd		µg/l				
3	Cr		µg/l				
4	Cu		µg/l				
5	Hg		ng/l				
6	Ni		µg/l				
7	Pb		µg/l				
8	Zn		µg/l				
Polysykliske aromatiske hydrokarboner							
9	∑ PAH		µg/l				NS 9815
Polyklorerte bifenyler							
10	∑ PCB_7		µg/l				nr. 28,52,101,118,138,153,180
Diethylheksylftalat							
11	DEHP		µg/l				
Nonylfenol (NP)							
12	4-nonylfenol		µg/l				
Bromerte flammehemmere (BFH)							
13	Tetra BDE	BDE-47	ng/l				
14	Penta BDE	BDE-99	ng/l				
15		BDE-100	ng/l				
16	Okta BDE	BDE-183	ng/l				
17	Deka BDE	BDE-209	ng/l				
18	TBBPA		ng/l				Tetrabrombisfenol A
19	HBCD		ng/l				Heksabromsyklododekan

Laboratorium

Underskrift

Vedlegg 5. Beskrivelse av analysemetoder for metaller

Prinsippene for analysemetodene

Metode	Fullt navn
FAAS	Flamme atomabsorpsjonsspektrometri, NS 4770
GFAAS	Grafittovn atomabsorpsjonsspektrometri, ISO 15586
CVAAS	Kalddamp atomabsorpsjonsspektrometri, NS-EN 1483
AFS	Atomfluorescens spektrometri, EN 13506 / ISO 17378
ICP-AES	Induktivt koblet plasma – atomemisjons spektrometri, ISO 11885
ICP-MS	Induktivt koblet plasma – massespektrometri, ISO 17294
ICP-SFMS	Induktivt koblet plasma – høytoppløselig massespektrometri

FAAS: Prøver konservert med salpetersyre, eventuelt tilsatt cesiumklorid eller lantanklorid, suges inn i en luft/acetylen eller lystgass/acetylen flamme hvor elementene atomiseres. Som lyskilde benyttes en hulkatodelampe, der katoden inneholder det metallet som skal bestemmes, eller en elektrodeløs lampe (EDL). Lampene avgir et linjespektrum som er spesifikt for lampen og det metallet som skal bestemmes. Når lyset passerer gjennom den atomiserte prøven, absorberes det selektivt av dette elementets atomer. Metallkonsentrasjonen bestemmes ved å jevnføre prøvens absorbans med kjente kalibreringsløsningers absorbans.

GFAAS: En passende mengde prøve (20 - 50 µl), konservert med salpetersyre, overføres til et grafittrør som oppvarmes elektrotermisk. Ved trinnvis øking av temperaturen etter et program tilpasset hvert enkelt metall, gjennomføres tørking, foraskning og atomisering. Som lyskilde benyttes en hulkatodelampe, der katoden inneholder det metallet som skal bestemmes, eller en elektrodeløs lampe (EDL). Lampene avgir et linjespektrum som er spesifikt for lampen og det metallet som skal bestemmes. Lyset absorberes selektivt av dette elementets atomer når det passerer gjennom den atomiserte prøven. Metallkonsentrasjonen bestemmes ved å jevnføre prøvens absorbans med kjente kalibreringsløsningers absorbans.

CVAAS: Kvikksølv må foreligge på ionisk form i prøveløsningen for at kalddampteknikk skal kunne benyttes, f.eks. etter oppslutning av prøven med salpetersyre i autoklav eller mikrobølgeovn. Når reduksjonsmiddelet ($SnCl_2$) blandes med prøven, blir det ioniske kvikksølvet omformet til metallisk kvikksølv (Hg). En inert bæregass (argon) transporterer kvikksølvet til spektrofotometeret. En fordel med denne teknikken er den gode separasjonen av analytten fra matrisen, slik at ikke-spesifikk bakgrunnsabsorpsjon og matriseinterferenser er minimale.

AFS: En delprøve oppsluttes med kjemisk generert brom. Dette er kjent å bryte ned alle vanlig kjente kvikksølvorganiske forbindelser til kvikksølv(II). Umiddelbart før analyse fjernes overskudd av brom med askorbinsyre.

Elementært kvikksølv i dampform dannes fra den oppsluttede prøven ved reduksjon med tinn(II)klorid, og drives fra løsningen med argon som bæregass. Fuktighet fjernes kontinuerlig fra gasstrømmen, og kvikksølvdampen detekteres med atomfluorescens spektrometri (AFS). Metoden er vanligvis automatisert med en autosampler og datastyrt spektrometer.

ICP-AES: Prøvene introduseres til instrumentet ved hjelp av en peristaltisk pumpe og forstøves vha argongass i en forstøver. Større dråper skilles ut i et spraykammer mens de fineste dråpene (ca 1-3 %) transporteres videre til et argonplasma. Prøven blir her på grunn av den høye temperaturen brutt ned til atomer og ioner. Disse sender ut stråling (UV og synlig) med spesifikke bølgelengder. Emisjonen fra plasmaet separeres i spektrometeret og linjene blir detektert ved hjelp av CCD- detektorer. Det benyttes ofte en kombinasjon av radiell og aksiell avlesning av plasmaet avhengig av linjenes følsomhet og forventet konsentrasjonsområde for de aktuelle elementene. Yttrium benyttes som intern standard. Dette skjer online ved at en yttriumløsning pumpes inn i prøvestrømmen og blandes i en "reaction coil" rett før forstøveren.

ICP-MS: Med ICPMS analyseres vandige løsninger konservert fortrinnsvis med HNO_3. Løsningen introduseres til instrumentet med en peristaltisk pumpe koblet til en nebulizer der prøveløsningen forstøves. Vanndråpene separeres etter størrelse i et spraykammer og den fine andelen av aerosolen transporteres til et argonplasma, der aerosolen atomiseres og ioniseres.

Ionene ekstraheres fra plasmaet gjennom to koner (sampler og skimmer), samtidig som plasmagassene fjernes ved kraftige vakuumpumper koblet til området mellom sampler- og skimmerkon. Ionestrømmen fokuseres med en elektrisk ionelinse før den introduseres til det kvadrupole massespektrometeret for separasjon basert på masse/ladningsforholdet (m/z). Ionene måles med en pulstellingsdetektor basert på en diskret dynode multiplikator. Detektoren har et lineært område på ca 6 dekader i pulstellingsmodus. Måleområdet kan utvides til 8-9 dekader ved å måle det analoge signalet etter en kalibrering mellom puls-/analogsignalforholdet. Dette medfører at arbeidsområdet for ICPMS for monoisotopiske elementer går fra en deteksjonsgrense på rundt 1 ng/L til ca 100 mg/L.

ICP-SFMS: Bakgrunnsforbindelser som dannes av ionekilden i ICP fører til isobare eller interelement spektrale overlapp, som i første rekke skyldes molekylære forbindelser som dannes ved kombinasjon av prøve, plasmagass og matrise eller løsemidler. Disse interferensene gir signaler med samme nominelle masse som det elementet vi ønsker å bestemme, og bidrar til å øke dette signalet. Ved å kombinere ionekilden med høyt oppløselig ”sector field” masse analysator løses problemet med de fleste spektrale interferensene. Denne teknikken gir også gjennomgående høyere følsomhet og dermed lavere deteksjonsgrenser.

Karakterisering av metodene

Metall	Metode	Praktisk måleområde
Kvikksølv	CVAAS	0,01– 10
	AFS	0,001– 10
	ICP-SFMS	0,05 –
Arsen	FAAS	200 – 10 000
	GFAAS	1 – 100
	CVAAS	0,1 – 20
	AFS	0,005 – 100
	ICP-AES	20 – 100 000
	ICP-MS	0,2 – 10 000
	ICP-SFMS	0,01–
Bly	FAAS	50 – 20 000
	GFAAS	1 – 100
	ICP-AES	20 – 200 000
	ICP-MS	0,02 – 1 000
	ICP-SFMS	0,01–
Kadmium	FAAS	10 – 5 000
	GFAAS	0,1 - 4
	ICP-AES	2 – 30 000
	ICP-MS	0,02 – 1 000
	ICP-SFMS	0,005–
Krom	FAAS	10 – 10 000
	GFAAS	0,5 – 20
	ICP-AES	3 – 50 000
	ICP-MS	0,3 – 100 000
	ICP-SFMS	0,01–
Kopper	FAAS	10 – 10 000
	GFAAS	0,5 - 50
	ICP-AES	3 – 1 200
	ICP-MS	0,03 – 10 000
	ICP-SFMS	0,01–
Nikkel	FAAS	20 – 10 000
	GFAAS	1 - 50
	ICP-AES	5 – 50 000
	ICP-MS	0,2 – 10 000
	ICP-SFMS	0,1–
Sink	FAAS	2 – 5 000
	GFAAS	0,1 - 5
	ICP-AES	2 – 20 000
	ICP-MS	0,2 – 10 000
	ICP-SFMS	0,01–

Måleområdet angir det området hvor den aktuelle analysevariabel kan bestemmes direkte. For de aller fleste analysevariable kan en vannprøve – eller en oppslutning av en prøve – fortynnes slik at også høyere konsentrasjoner kan bestemmes.

Vedlegg 6. Oversikt over norsk standard og andre standardiserte metoder

NS 4770	2/1994	Vannundersøkelse – Bestemmelse av metaller ved atomabsorpsjonsspektrometri i flamme. Generelle prinsipper og retningslinjer
NS 4773	2/1994	Vannundersøkelse – Atomabsorpsjonsspektrometri i flamme. Spesielle retningslinjer for aluminium, bly, jern, kadmium, kobber, kobolt, krom, mangan, nikkel og sink
NS-EN ISO 15586	1/2003	Vannundersøkelse - Bestemmelse av sporelementer med atomabsorpsjonsspektrometri i grafittovn
NS 4780	1/1988	Vannundersøkelse – Metaller i vann, slam og sedimenter. Bestemmelse ved flammeløs atomabsorpsjonsspektrometri. Elektrotermisk atomisering i grafittovn. Generelle prinsipper og retningslinjer
NS 4781	1/1988	Vannundersøkelse – Metaller i vann, slam og sedimenter. Bestemmelse ved flammeløs atomabsorpsjonsspektrometri. Elektrotermisk atomisering i grafittovn. Spesielle retningslinjer for aluminium, bly, jern, kadmium, kobber, kobolt, krom, mangan og nikkel
NS-EN 1483	1/1987	Vannundersøkelse – Bestemmelse av kvikksølv
NS-EN 12338	1/1999	Vannundersøkelse – Bestemmelse av kvikksølv. Metode etter anrikning med amalgamering
EN 13506	1/2003	Water quality – Determination of mercury by atomic fluorescence spectrometry
NS-EN ISO 11885	1/1998	Vannundersøkelse – Bestemmelse av 33 grunnstoffer ved induktivt koblet plasma atomemisjonsspektrometri
EN-ISO 15586	1/2003	Water quality – Determination of trace elements by atomic absorption spectrometry with graphite furnace
EN-ISO 15587-1	1/2002	Water quality – Digestion for the determination of elements in water – Part 1: Aqua regia digestion
EN-ISO 15587-2	1/2002	Water quality – Digestion for the determination of elements in water – Part 2: Nitric acid digestion
EN-ISO 17294-1	1/2005	Water quality – Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) – Part 1: general guideline
EN-ISO 17294-2	1/2005	Water quality – Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) – Part 2: Determination of 61 elements
NS 9810	1/1995	Vannundersøkelse - Opparbeiding av prøvemateriale for bestemmelse av polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH)
NS 9815	1/1995	Vann- og luftundersøkelse - Gasskromatografisk analyse for bestemmelse av polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH)

NS 9805	1/1995	Prøvetaking av vann for bestemmelse av polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH)
NS-EN ISO 6468	1/1997	Vannundersøkelse – Bestemmelse av klorerte organiske insekticider, polyklorerte bifenyler og klorbenzener. Gasskromatografisk analyse etter væske-væske ekstraksjon
NS-EN ISO 18856	1/2005	Vannundersøkelse - Bestemmelse av utvalgte ftalater med gasskromatografi/massespektrometri
NS-ISO 5667		Vannundersøkelse – Prøvetaking, delene 1, 2, 3, 10 og 14.

Statens forurensningstilsyn (SFT)
Postboks 8100 Dep, 0032 Oslo
Besøksadresse: Strømsveien 96

Telefon: 22 57 34 00
Telefaks: 22 67 67 06
E-post: postmottak@sft.no
Internett: www.sft.no

Utførende institusjon	Kontaktperson SFT	ISBN-nummer
Aquateam – Norsk vannteknologisk senter AS	Harald Gaarde	978-82-7655-534-9

	Avdeling i SFT	TA-nummer
	Avdeling for tilsyn og vann	2378/2008

Oppdragstakers prosjektansvarlig	År	Sidetall	SFTs kontraktnummer
Ragnar Storhaug	2007	62	5007045

Utgiver	Prosjektet er finansiert av
SFT	SFT

Forfattere
Ragnar Storhaug og Mona Weideborg (Aquateam), Håvard Hovind (NIVA)

Tittel - norsk og engelsk
Veileder for prøvetaking og analyse av miljøgifter i innløp og utløp fra avløpsrenseanlegg.
Guidelines on sampling and analysis of heavy metals and organic micropollutants in influent and effluent at municipal sewage treatment plants.

Sammendrag – summary
Veilederen utdyper myndighetenes krav til prøvetaking og analyse av tungmetaller og organiske miljøgifter i avløpsrenseanlegg. Krav til prøvetakingspunkter, prøvetakingsutstyr, uttak av representative prøver, oversendelse til laboratorium, rapportering til myndighetene, samt hva renseanlegget bør ta hensyn til ved valg av laboratorium, er omtalt. Veiledningen beskriver også krav til laboratoriene som utfører analysene bl.a. med hensyn til akkreditering, kvalitetskontroll, analysekvalitet og rapportering av data.
The Guidelines go thoroughly into the Norwegian authorities' requirements re. sampling and chemical analyses of metals and organic micropollutants in municipal sewage treatment plants. Sampling points, sampling devices, representative sampling, submission to the laboratory, reporting of data to the authorities, as well as background for choice of laboratory, are described. The Guidelines also include requirements for the analytical laboratories regarding accreditation, quality control, analytical quality and reporting of data.

4 emneord	4 subject words
avløpsanlegg, miljøgifter, prøvetaking, analyse	sewage treatment plants, organic micropollutants, sampling, analysis

Statens forurensningstilsyn
Postboks 8100 Dep,
0032 Oslo
Besøksadresse: Strømsveien 96

Telefon: 22 57 34 00
Telefaks: 22 67 67 06
E-post: postmottak@sft.no
www.sft.no

Statens forurensningstilsyn (SFT) ble opprettet i 1974 som et direktorat under miljøverndepartementet.
SFT skal bidra til å skape en bærekraftig utvikling. Vi arbeider for at forurensning, skadelige produkter og avfall ikke skal føre til helseskade, gå ut over trivselen eller skade naturens evne til produksjon og selvfornyelse.

TA-2378/2008
ISBN 978- 82-7655-534-9