

# Interkalibrering

## Sedimentprøvetagning i søer 2017

---

Notat fra DCE - Nationalt Center for Miljø og Energi

Dato: 1. februar 2019

Liselotte Sander Johansson  
Martin Søndergaard

Institut for Bioscience

Rekvirent:  
Miljøstyrelsen  
Antal sider: 13

Faglig kommentering:  
FKG Sø

Kvalitetssikring, centret:  
Susanne Boutrup



AARHUS  
UNIVERSITET

DCE - NATIONALT CENTER FOR MILJØ OG ENERGI

Tel.: +45 8715 0000  
E-mail: [dce@au.dk](mailto:dce@au.dk)  
<http://dce.au.dk>

# Indhold

<b>1</b>	<b>Indledning</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Metode</b>	<b>4</b>
	2.1 Prøvetagningssted	4
	2.2 Procedure	4
<b>3</b>	<b>Resultater</b>	<b>6</b>
<b>4</b>	<b>Diskussion og konklusion</b>	<b>11</b>
<b>5</b>	<b>Referencer</b>	<b>13</b>

# 1 Indledning

I det nationale overvågningsprogram af vandmiljøet og naturen (NOVANA) indgår undersøgelser af sedimentets indhold af næringsstoffer og miljøfarlige forurenende stoffer i søer. Prøveindsamlingen foregår i søer, der indgår i kontrolovervågningen og i den operationelle overvågning og foretages af Miljøstyrelsens lokale enheder eller af konsulentfirmaer.

Med henblik på at sikre kvaliteten og sammenligneligheden af den del af NOVANA overvågningen, som foregår i felten, foretages der interkalibrering af dette arbejde. Dette har betydning for kvaliteten af de resultater, som feltarbejdet danner grundlag for. Derudover skal det sikres, at der er fælles forståelse af indholdet i de tekniske anvisninger, således at feltarbejdet bliver udført på samme måde og resultaterne sammenlignelige. Endvidere er der ved interkalibreringsmødet mulighed for at afdække eventuelle uhensigtsmæssigheder i de tekniske anvisninger.

Dette notat bygger på resultater opnået ved interkalibrering af sedimentprøvetagning afholdt af DCE ved Aarhus Universitet, d. 27/9 2017. Prøvetagningen blev foretaget på to lokaliteter i Hald Sø, beliggende syd for Viborg. Repræsentanter fra alle syv lokale enheder i Miljøstyrelsen samt et konsulentfirma deltog i interkalibreringsmødet.

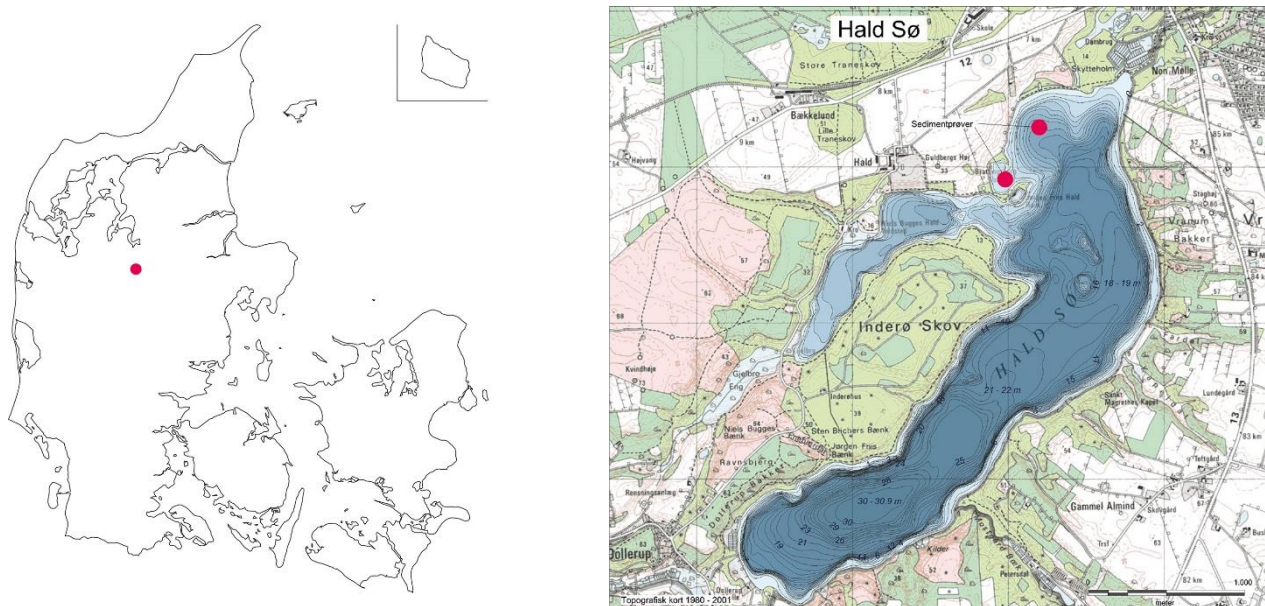
## 2 Metode

### 2.1 Prøvetagningssted

Sedimentprøverne blev udtaget i Hald Sø (figur 1). Søens areal udgør ca. 338 ha, middeldybden er ca. 13 m og den kan betegnes som ret næringsfattig efter danske forhold (ca. 0,03 mg totalfosfor/l i sommerperioden 2017).

Afhængigt af vanddybden anvendes der forskelligt prøvetagningsudstyr. Derfor blev der udpeget to stationer; en station på lavt vand (ca. 2 m - til Kajak-rør på stang) og en på dybt vand (ca. 9 m - til Kajak-bundhenter i snor), se figur 1.

For at mindske risikoen for påvirkning fra den ene prøvetagning til den næste, blev prøverne fra de enkelte deltagergrupper ikke udtaget på præcis de samme steder. I praksis betød det, at de faktiske prøvetagningssteder for de enkelte deltagergrupper lå med en vis indbyrdes afstand, op til ca. 100 m. Alle prøver på den samme station blev dog udtaget på nogenlunde samme vanddybde (+/- ca. 0,5 m).



Figur 1. Hald Sø. Venstre: beliggenhed Højre: omtrentlig angivelse af prøvetagningsstationerne.

### 2.2 Procedure

Prøvetagning og opskæring af sediment fulgte principperne i Teknisk Anvisning nr. S06 version 3 - Udtagning af sedimentprøve til analyse for næringsstoffer og totaljern i søer

<http://bios.au.dk/videnudveksling/fagdatacentre/fdcfersk/>.

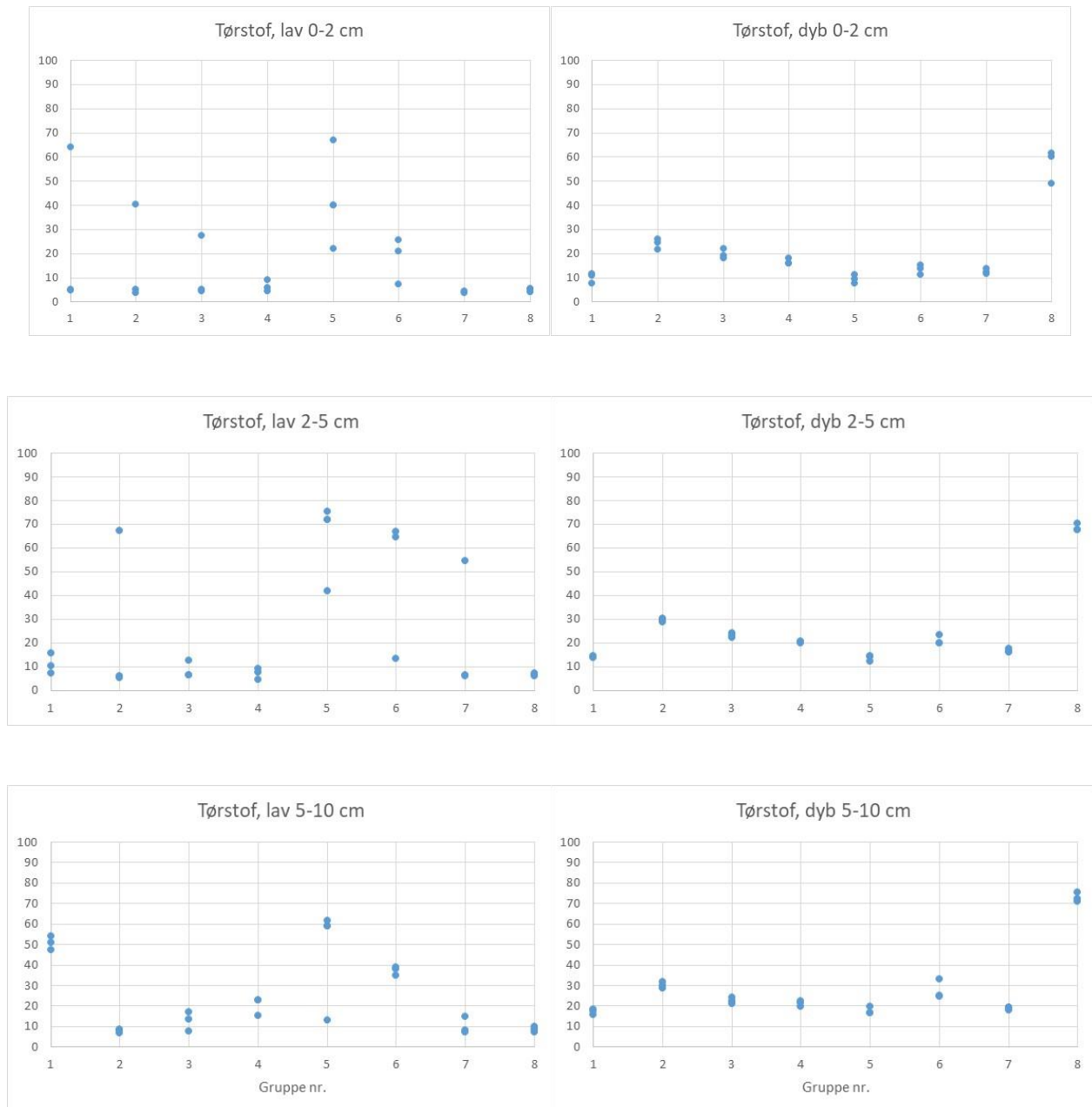
Hver af de otte deltagergrupper, bestående af personer fra én enhed fra Miljøstyrelsen eller fra det deltagende konsulentfirma, udtog tre Kajak-søjler (indre diameter: 5,2 cm) på hver af de to stationer. Hver søjle blev opskåret i tre dybdeintervaller: 0-2 cm, 2-5 cm og 5-10 cm. I modsætning til TA S06 blev de

tre delprøver fra hver dybde ikke puljet, men analyseret hver for sig. Dette blev gjort for at kunne vurdere variationen imellem søjler udtaget på samme station af det samme prøvetagningshold.

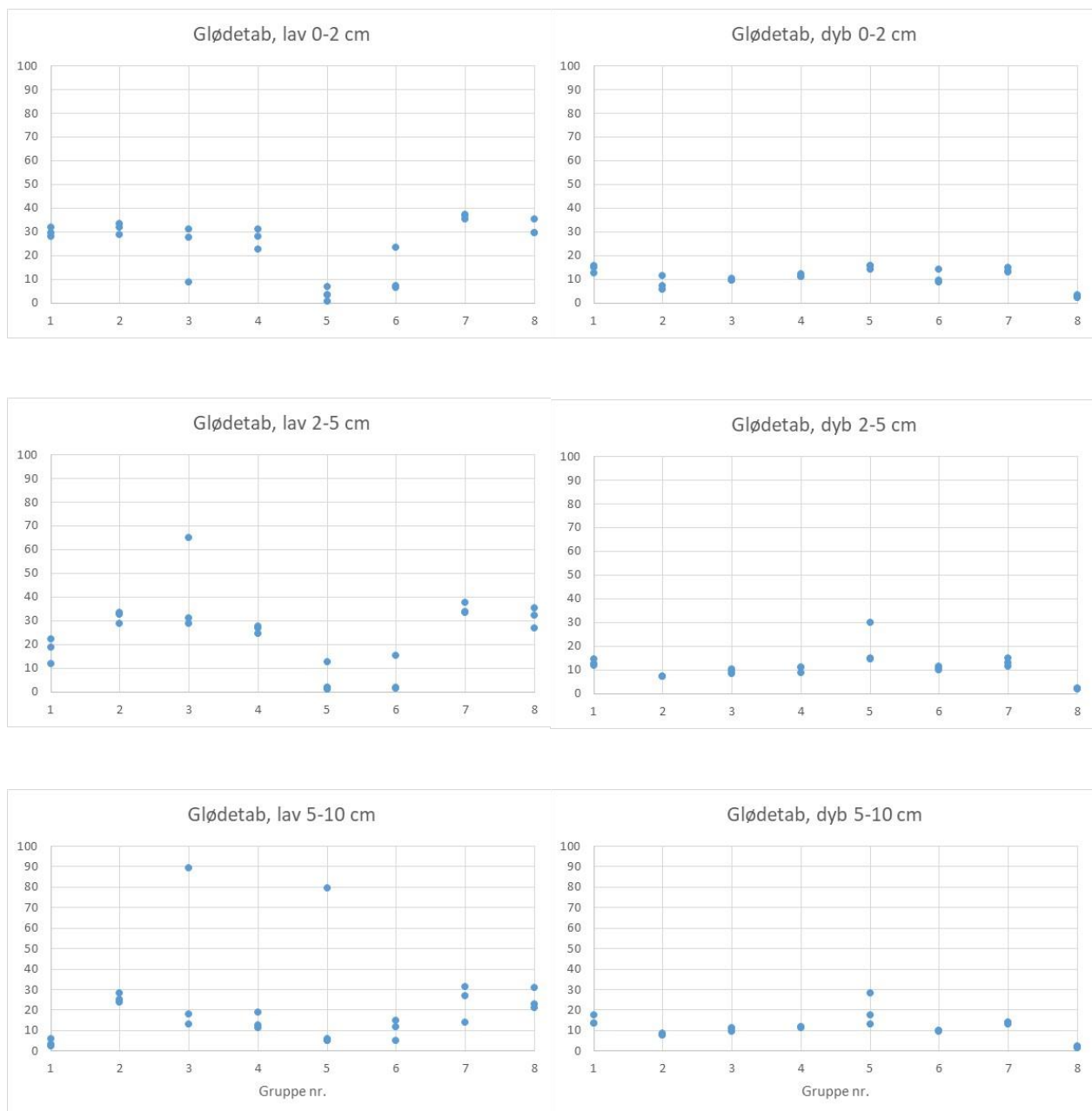
Til sammenligningsgrundlag og for at illustrere en eventuel variation mellem prøverne, valgtes tørstof og glødetab, da det er robuste og billige analyseparametre. Hver sedimentprøve blev bragt til samme analyselaboratorium, hvor værdierne af de to parametre blev målt. Analyseusikkerheden på bestemmelse af tørstofindhold (% af vådvægt) og glødetab (% af tørvægt) blev af analyselaboratoriet angivet til at være henholdsvis 10% og 20%.

### 3 Resultater

Resultaterne af analyserne af tørstofindhold og glødetab på de to prøvetagningsstationer, tre sedimentdybder og fra hver af de otte deltagergrupper er vist på figur 2 og figur 3.



**Figur 2.** Sedimentets tørstofindhold, angivet i procent af vådvægt for dybdeintervallerne 0-2 cm, 2-5 cm og 5-10 cm målt på sediment udtaget af de otte deltagergrupper. Hvert punkt repræsenterer en prøve fra hver af de tre Kajak-søjler. Venstre: lavvandet station, højre: station på dybt vand.



**Figur 3.** Sedimentets glødetab, angivet i procent af tørvægt for dybdeintervallerne 0-2 cm, 2-5 cm og 5-10 cm målt på sediment udtaget af de 8 deltagergrupper. Hvert punkt repræsenterer en prøve fra hver af de tre Kajak-søjler. Venstre: lavvandet station, højre: station på dybt vand.

Tørstofprocenten på den lavvandede station varierede mellem 3,7 og 67% i intervallet 0-2 cm, mellem 4,5 og 75% i intervallet 2-5 cm og mellem 7 og 62% i intervallet 5-10 cm. På stationen på dybt vand udgjorde tørvægten henholdsvis 7,5-62%, 12-71% og 16-76% i de tre dybdeintervaller.

Glødetabet opgjort i procent af tørstoffet varierede på stationen på lavt vand mellem 0,6 og 37% i intervallet mellem 0 og 2 cm, mellem 1,1 og 65% i inter-

vallet 2-5 cm og mellem 2,5 og 90% i intervallet mellem 5 og 10 cm. På stationen på dybt vand udgjorde glødetabet henholdsvis 2,2-16%, 1,6-30% og 1,5-28% i de tre dybdeintervaller.

Datamaterialet i denne øvelse er sparsomt og grundlaget for at teste resultaterne statistisk er spinkelt. For alligevel at få en idé om deltagergruppernes indbyrdes forskelligheder mht. resultaterne, er middelværdien af hver enkelt deltagergruppes resultater og middelværdien af de øvrige gruppers resultater sammenlignet. Resultatet ses i tabel 1 (t-test,  $p=0,05$ ). Set under ét er der på den lavvandede station 22 tilfælde, hvor en gruppes resultat afviger fra de øvrige grupper. På det dybe vand gælder det for 20 tilfælde.

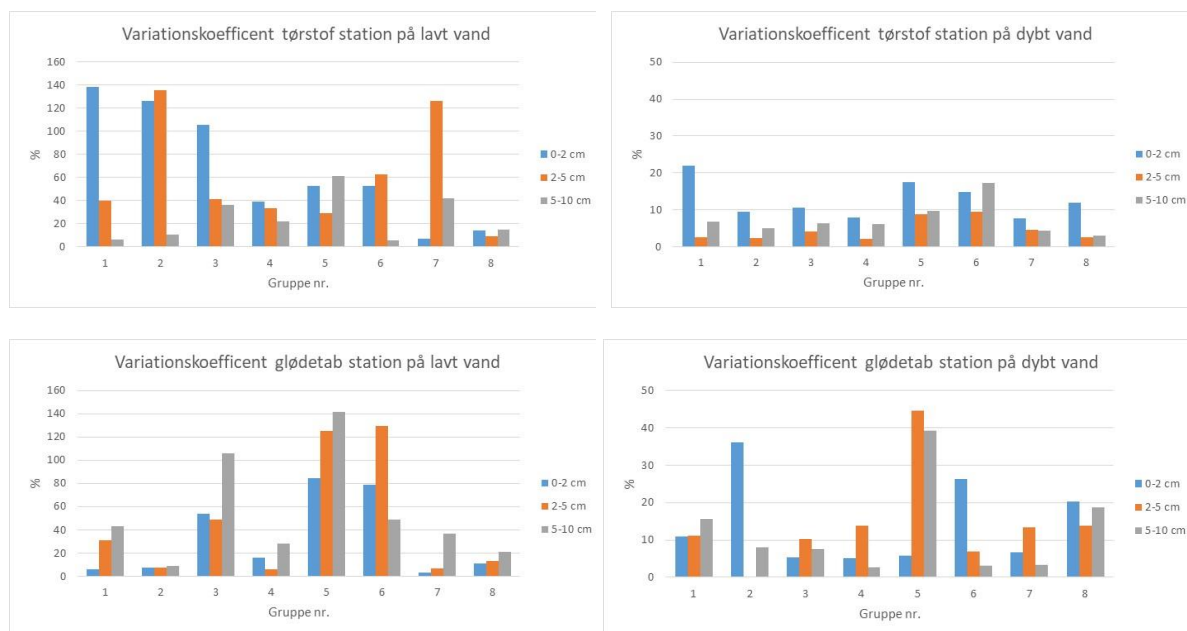
Der er altså ikke nogen umiddelbar tendens til, at antallet af grupper, der skiller sig ud, afhænger af vanddybden. Resultaterne fra gruppe 5 og gruppe 8 adskiller sig konsekvent fra middelværdierne af de andres gruppers tørstofresultater på både den lavvandede og den dybe station og gruppe 8 ligeledes mht. glødetab på den dybe station. Gruppe 1 og gruppe 7 adskiller sig fra de øvrige mht. tørstof på det dybe vand. Ellers ses der ikke noget mønster i, om nogle af gruppernes resultater afviger fra de øvrige. Resultaterne fra gruppe 1, 5, 7 og 8 afviger generelt mere end de øvrige, men det kan ikke konkluderes, at dette skyldes uregelmæssigheder eller fejl i prøvetagningen. Det kan lige så vel forklares med den naturlige variation mellem prøvetagningsstationerne. Se afsnit 4.

**Tabel 1.** Test for forskel mellem middelværdierne af den enkelte gruppes resultater og middelværdien af alle de øvrige resultater (t-test,  $p=0,05$ ). x angiver forskel.

Station	Dybde	Gruppe nr.							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Tørstof, lavt vand	0-2 cm	0	0	0	x	x	0	x	x
	2-5 cm	0	0	x	x	x	0	0	x
	5-10 cm	x	x	0	0	x	x	0	x
Tørstof, dybt vand	0-2 cm	x	0	0	0	x	x	x	x
	2-5 cm	x	0	0	0	x	0	x	x
	5-10 cm	x	0	0	0	x	0	x	x
Glødetab, lavt vand	0-2 cm	x	0	0	0	x	0	x	0
	2-5 cm	0	x	x	0	x	x	x	0
	5-10 cm	x	0	0	0	0	0	0	0
Glødetab, dybt vand	0-2 cm	0	0	0	0	x	0	0	x
	2-5 cm	0	x	0	0	0	0	0	x
	5-10 cm	0	x	0	0	0	0	x	x



Variationen på de enkelte deltagergruppers resultater (tre prøver) ved hver prøvestation og ved hvert dybdeinterval vist i figur 4.

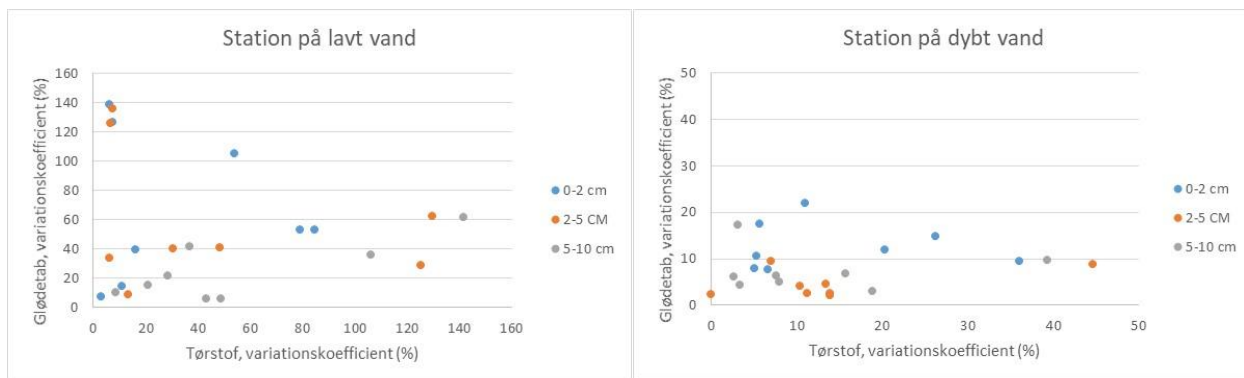


**Figur 4.** Spredning (variationskoefficient, %) for resultater af henholdsvis tørstof (øverst) og glødetab (nederst) på den lavvandede station (venstre) og stationen på dybt vand (højre) fra hver deltagergruppe

I en del tilfælde var der en bemærkelsesværdig høj spredning mellem de tre resultater inden for de enkelte grupper. Således var den procentuelle variationskoefficient over 100 i ni tilfælde, alle på lavt vand, hvis man ser på glødetab og tørstofindhold under ét. Gruppe 1, 2 og 3 havde de højeste spredninger i resultaterne for tørstof på lavt vand i overfladeprøverne (105-138%) og resultaterne var i samme størrelsesorden (ca. 130%) for prøverne i 2-5 centimeters dybde taget af gruppe 2 og 7. Med hensyn til glødetab i prøverne taget på lavt vand var der i mange tilfælde store spredninger i prøver taget i dybderne 2-5 cm og 5-10 cm, hvor grupperne 5 og 6 havde de største variationer i dybden 2-5 cm (125-130%) og grupperne 3 og 5 i dybden 5-10 cm (106-142%). I de fleste tilfælde ses de nævnte variationer på resultaterne fra de enkelte gruppers delprøver også tydelige i figur 2 og 3. Ud over de nævnte variationer var der stor forskel mellem grupperne på den lavvandede station, og der ses ikke noget mønster på tværs af grupperne og dybdeintervallerne. Dog markerer gruppe 8 sig ved generelt at have lave spredningsværdier for både tørstof og glødetab og gruppe 2 for glødetab, men ikke for tørstof.

Blandt prøverne på stationen på det dybe vand var variationen generelt lavere. Kun i få tilfælde lå den over 20%; de højeste værdier findes for resultaterne af glødetab fra gruppe 2 og 6 (0-2 cm) og gruppe 5 (både 2-5 cm og 5-10 cm), hvor den lå omkring 40%. For tørstof var den mere ensartet på tværs af dybdeintervallerne inden for de enkelte grupper og spredningen var generelt højest i overfladeprøverne.

I figur 5 er det vist, hvordan variationerne på tørstofbestemmelsen og glødetabsbestemmelse hænger sammen. Umiddelbart er der ikke nogen klar sammenhæng mellem variationen på glødetabet og variationen på tørstofindholdet. Det ville ellers være forventeligt at en variation i den ene parameter også ville ses i den anden, da analyserne bliver foretaget fra samme prøve. Dette var tilfældet ved den forrige interkalibrering i 2012 (Johansson og Søndergaard, 2012).



**Figur 5.** Variationskoefficient på resultaterne af glødetab som funktion af variationskoefficient på resultaterne af tørstof i dybdeintervallerne 0-2 cm, 2-5 cm og 5-10 cm på den lavvandede og den dybvandede station.

## 4 Diskussion og konklusion

Resultaterne fra prøverne taget på stationen på lavt vand varierer en del mellem grupperne, ligesom der ofte er en stor variation mellem prøverne taget af de enkelte grupper. Denne variation ses i alle tre dybdeintervaller. Dog er resultaterne for glødetab i overfladeprøven nogenlunde ensartet, både inden for de enkelte grupper og grupperne imellem. Resultaterne fra stationen på dybt vand er generelt mere ensartede, både grupperne imellem og for de enkelte gruppers resultater. Dette gælder både for overfladeprøverne og for de dybere lag i sedimentet. Gruppe 5 og gruppe 8 og til en vis grad gruppe 1 og gruppe 7 er dem, der generelt skiller sig mest ud fra de øvrige grupper. Derudover er der i mange tilfælde en høj spredning mellem resultaterne fra gruppe 5's delprøver, hvilket ikke er helt så udpræget for gruppe 1, 7 og 8. Variationen i delprøverne fra gruppe 8 er tværtimod generelt lav, bortset fra resultaterne for glødetab på stationen på dybt vand.

Hvis resultaterne fra en gruppe ligger langt fra de øvrige eller hvis der konsekvent er stor spredning mellem en gruppes delprøver kan det være tegn på fejl eller uregelmæssigheder i prøvetagningen. Men i et naturligt system vil der altid være en variation i fysiske, kemiske og biologiske forhold selv inden for samme prøvetagningssted. Det betyder, at forskellene mellem de enkelte resultater ikke nødvendigvis er et udtryk for fejl i prøvetagningen, håndteringen eller analysen af prøverne, men det kan lige så vel være udtryk for en naturlig variation. Eftersom prøverne blev taget med en vis afstand (se afsnit 2.1) må lokale variationer forventes.

Det er altså ikke muligt at afgøre, om den variation, både indenfor grupperne og mellem grupperne, der ses i prøvetagningsresultaterne skyldes en naturlig variation i prøvetagningsområdet, eller om det skyldes prøvetagningsmæssige eller analytiske variationer. Den generelt større variation mellem prøverne taget på det lave vand i forhold til prøverne fra stationen på det dybe vand skyldes formentlig, en større heterogenitet på de mere brednære områder

Variationer i sedimentets indhold af forskellige stoffer er også behandlet i NOVANA rapporten "Søer 2015" (Johansson m.fl., 2016). Heri konkluderes det også, at der ofte ses store forskelle i resultater, selv når prøverne stammer fra samme prøvetagningssted. Det skal i denne forbindelse nævnes, at man i henhold til den tekniske anvisning skal måle parametre på tre puljede prøver fra hvert dybdeinterval. Dette vil i nogen grad nedsætte variationen i forhold til de ikke-puljede prøver, der blev analyseret i interkalibreringsøvelsen.

Spredningerne på resultaterne for henholdsvis glødetab og tørstofindhold er øjensynligt ikke relateret til hinanden. Dette er overraskende, da analyserne af de to parametre er taget i samme prøve og det ville derfor være forventeligt at variationen i hver prøve for de to parametre ville følges ad.

I forbindelse med NOVANA er der tidligere foretaget målinger af tørstof og glødetab i sedimentet i Hald Sø og værdierne lå her på 3-7% tørstof og 20-30% glødetab i dybdeintervallerne mellem 0 og 10 cm. Værdierne for glødetab fra

stationen på dybt vand fra interkalibreringsøvelsen er altså sammenlignelige med NOVANA-prøverne, mens resultaterne for tørstof ligger væsentligt højere i interkalibreringsøvelsen. Prøverne er i NOVANA-prøvetagningen taget på dybder svarende til intervallet mellem 70- og 90%-grænserne på hypsografen, altså på relativt dybe (19-25 m i Hald Sø) steder i søen, ofte dybere end de ca. 9 m, som i interkalibreringsøvelsen var det dybeste sted for prøvetagning. Pga. forskellene i vanddybderne, kan NOVANA-resultaterne ikke sammenlignes med dem fra interkalibreringsøvelsen.

På interkalibreringsmødet blev forskellige problemstillinger diskuteret, bl.a. risikoen for opblanding af de øverste få centimeter af sedimentet og sammenpresning af den nederste del af sedimentet. I forbindelse med interkalibreringen i 2012 blev beskrivelsen af prøvetagningsproceduren gjort mere detaljeret, og det ansås ikke for nødvendigt/muligt at uddybe dette yderligere.

Med baggrund i præsentationen af de afrapporterede data fra "Søer 2015", hvor der generelt ses store variationer mellem resultater af målte parametre selv indenfor korte afstande i søen, og den efterfølgende diskussion på interkalibreringsmødet, blev det besluttet at ændre prøvetagningsprogrammet, således at programmet for måling af næringsstoffer i sediment fremover kun udføres i søerne, hvor der foretages kontrolovervågning af udvikling (KU-søerne) og i søerne i det operationelle program (OP-søer). Endvidere skelnes der mellem to niveauer: Niveau 1 (KU-søer), hvor der udtages prøver på de samme tre stationer som hidtil i følgende dybdeintervaller: 0-2 cm; 2-5 cm; 5-10 cm; 10-20 cm; 20-30 cm og 30-50 cm og Niveau2 (OP-søer), hvor der udover de tre sædvanlige tre stationer også tages prøver på søens dybeste sted. På de tre sædvanlige stationer tages der prøver i intervallerne 0-5 cm, 5-10 cm og 10-20 cm. Fra stationen på det dybeste sted tages der desuden prøver fra intervallerne 20-30 cm og 30-50 cm.

Ændringer er indføjet i TA S06 version 4 som er tilgængelig på: <http://bios.au.dk/fileadmin/bioscience/Fagdatacentre/Ferskvand>

## 5 Referencer

Johansson, L., Søndergaard, M. 2012. Interkalibrering. Sedimentprøvetagning i søer. Aarhus Universitet, DCE - Nationalt center for Miljø og Energi, 10 s. Notat fra DCE - Nationalt Center for Miljø og Energi. [http://dce.au.dk/file-admin/dce.au.dk/Udgivelser/Sediment\\_Interkal\\_notat\\_endeligt2.pdf](http://dce.au.dk/file-admin/dce.au.dk/Udgivelser/Sediment_Interkal_notat_endeligt2.pdf)

Johansson, L.S., Søndergaard, M., Jeppesen, E., Landkildehus, F., Kjeldgaard, A., Sortkjær, L., Windolf, J. & Bøgestrand, J. 2016. Søer 2015. NOVANA. Aarhus Universitet, DCE - Nationalt Center for Miljø og Energi, 90 s. - Videnskabelig rapport fra DCE - Nationalt Center for Miljø og Energi nr. 207. <http://dce2.au.dk/pub/SR207.pdf>