



Monitoring in Serbia: state-of-art and plans for improvement - lessons learned



**TAIEX Workshop on Capacity
Building on Monitoring Programme**

Belgrade, Serbia

23 – 24 October 2017

**MODERN LABORATORY
EQUIPMENT FOR WATER
QUALITY MONITORING –
WFD REQUEST**

**Zoran Stojanović, Ljubiša Denić, Mirjana Balać, Ivana Dersek Timotić,
Katarina Nedeljković, Daliborka Popadić, Ana Vujović**
zoran.stojanovic@sepa.gov.rs



History of implementation of water monitoring in Serbia

2000 – Water Framework Directive

2008 – EQS Directive

2010 – Serbian Water Law

2011-2012 – Several bylaws adopted

2013 – new EQS Directive (August)

2014 – Regulation on limit values of priority and priority hazardous substances polluting surface water and deadlines for their achievement (February)



List of laboratory equipment

1. Gas chromatograph - time-of-flight - mass spectrometer (GCxGC-TOF-MS) for comprehensive gas chromatography with automated sample preparation/sample introduction facility and auto sampler system fully compatible with SBSE and LVI techniques, *LECO Instruments*
2. Gas chromatograph – triple quadrupole - mass spectrometer GC7890/7000MSD (GC-MS/MS) with automated sample preparation/sample introduction, *Agilent Technologies*
3. Gas chromatograph – mass spectrometer GC6890/5975MSD (GC-MS), *Agilent Technologies*
4. Gas chromatograph – mass spectrometer GC7890/5977MSD/ECD (GC-MS-ECD), *Agilent Technologies*
5. High Performance Liquid Chromatograph 1200 with Diode Array Detector and mass spectrometer 6140 (HPLC-DAD-MS), *Agilent Technologies*
6. Ultra High Performance Liquid Chromatograph 1290 with Diode Array Detector and high resolution MS/MS spectrometer 6550 with on-line SPE sample preparation system, *Agilent Technologies*



List of laboratory equipment

7. Gel Permeation Chromatograph 1260 for preparation of sediment and biota samples, *Agilent Technologies*
8. Fully automated analyzer for the determination of mercury in liquid samples, FIMS100, *Perkin Elmer*
9. Fully automated analyzer for the determination of mercury in liquid samples, Mercury Plus BU, *Analytik Jena AG*
10. Fourier Transformer Infrared Spectrometer (FTIR) Spectrum One, *Perkin Elmer*
11. Atomic Absorption Spectrometer Flame technique, AAnalyst 200, *Perkin Elmer*
12. Atomic Absorption Spectrometer with Zeeman correction, AAnalyst 600, *Perkin Elmer*
13. Inductivity Couple Plasma – Mass Spectrometer 7500ce (ICP-MS), *Agilent Technologies*
14. UV-VIS Spectrophotometer UV-1650, *Shimadzu*
15. UV-VIS Spectrophotometer Specord 50, *Analytik Jena AG*



List of laboratory equipment

16. Lyophilizer for preparation of sediment and biota samples Lyoquest, *Telstar Technologies, S.L.U.*
17. Vibratory Sieve Shaker with set of sieves (0,063-2,000 mm) for preparation of sediment samples AS200, *Retsch GmbH*
18. Mortar grinder with PTFE scraper for preparation of sediment samples RM200, *Retsch GmbH*
19. Inverted microscope with dark and light field and phase contrast with camera and image analysis for phytoplankton analysis Axio Observer D1, *Carl Zeiss GmbH*
20. Stereomicroscope with gooseneck type cold light with camera and image analysis for analysis of benthic invertebrates SteREO Discovery V8, *Carl Zeiss GmbH*




2.1 Gas chromatograph - time-of-flight - mass spectrometer (GCxGC-TOF-MS)



Gas chromatograph - time-of-flight - mass spectrometer (GCxGC-TOF-MS) for comprehensive gas chromatography with automated sample preparation/sample introduction facility and autosampler system fully compatible with SBSE and LVI techniques

Analytical methods:

1. Pesticides
2. Industrial pollutants
3. PAHs



2.2 Gas chromatograph – triple quadrupole - mass spectrometer (GC-MS/MS) with automated sample preparation/sample introduction



Gas chromatograph – triple quadrupole - mass spectrometer (GC-MS/MS) with automated sample preparation/sample introduction facility for analysis of WFD priority substances and identification of river basin specific pollutants.

Analytical methods:

1. Pesticides and biocides
2. Polyaromatic hydrocarbons
3. Industrial pollutants
4. Volatile organic compounds
5. Pentachlorophenol
6. Brominated diphenylethers
7. Chloroalkanes C10-13
8. Dioxini, furani and PCB-DLs



2.3 Ultra High Performance Liquid Chromatograph (UHPLC) with Diode Array UV Detector (DAD UV) and high resolution MS/MS spectrometer with on-line SPE sample preparation



Ultra High Performance Liquid Chromatograph (UHPLC) with Diode Array UV Detector (DAD UV) and high resolution MS/MS spectrometer with on-line SPE sample preparation system, chromatographic control and data management station with software for analysis of WFD priority substances and identification of river basin specific pollutants.

Analytical methods:

1. Triazine and phenylureate herbicides
2. Neonicotinoid pesticides
3. Pharmaceuticals – macrolide antibiotics
4. Estrogens
5. Phthalates
6. PFOS

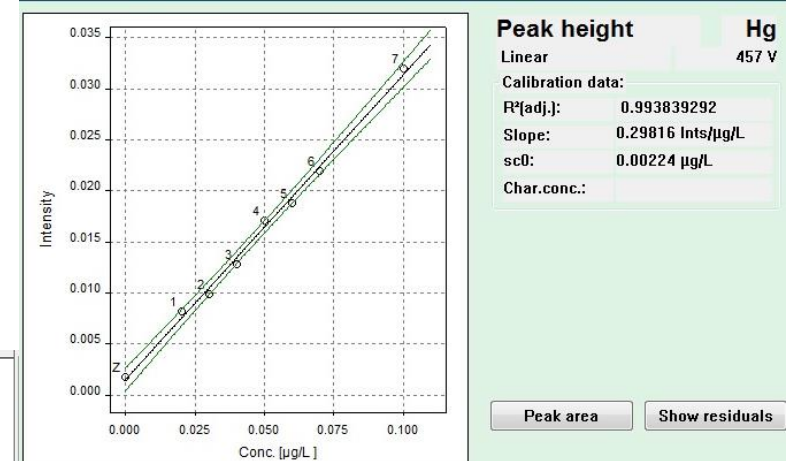
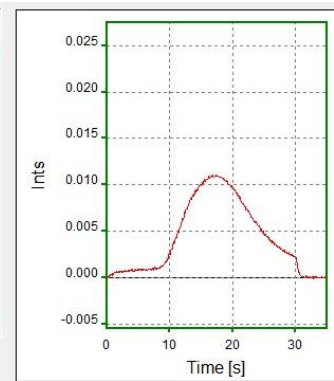


2.4 Fully automated analyser for the determination of mercury in liquid samples, Analytik Jena AG Mercur plus BU



No	*Pos	Weight mg	Ints H	Conc. µg/L	Mass ng	Notes
1	7		0.01108	0.03195		
2	7		0.01114	0.03218		
3	7		0.01102	0.03178		

Delete line



Hg as in the EQS Directive µg/l

Compound	MAC	Min conc	Max conc	Postive results
Hg	0.07	0.005	0.08	1



2013/39/EU – Environmental Quality Standards Directive - priority and priority hazardous substances

No.	CAS Number	Priority substance	Analytical method	Biota
1	15972-60-8	Alachlor	GC-MS	
2	120-12-7	Anthracene	GC-MS	
3	1912-24-9	Atrazine	GC-MS/LC-MS	
4	71-43-2	Benzene	GC-MS	
5	not applicable	Brominated diphenylethers	GC-MS	*
6	7440-43-9	Cadmium and its compounds	AAS/ICP-MS	
7	85535-84-8	Chloroalkanes, C10-13	GC-MS	
8	470-90-6	Chlorfenvinphos	GC-MS	
9	2921-88-2	Chlorpyrifos (Chlorpyrifos-ethyl)	GC-MS	
10	107-06-2	1,2-dichloroethane	GC-MS	
11	75-09-2	Dichloromethane	GC-MS	



2013/39/EU – Environmental Quality Standards Directive - priority and priority hazardous substances

No.	CAS Number	Priority substance	Analytical method	Biota
12	117-81-7	Di(2-ethylhexyl)phthalate (DEHP)	GC-MS/LC-MS	
13	330-54-1	Diuron	LC-MS	
14	115-29-7	Endosulfan	GC-MS	
15	206-44-0	Fluoranthene	GC-MS	*
16	118-74-1	Hexachlorobenzene	GC-MS	*
17	87-68-3	Hexachlorobutadiene	GC-MS	*
18	608-73-1	Hexachlorocyclohexane	GC-MS	
19	34123-59-6	Isoproturon	LC-MS	
20	7439-92-1	Lead and its compounds	AAS/ICP-MS	
21	7439-97-6	Mercury and its compounds	AAS-HG	
22	91-20-3	Naphthalene	GC-MS	



2013/39/EU – Environmental Quality Standards Directive - priority and priority hazardous substances

No.	CAS Number	Priority substance	Analytical method	Biota
23	7440-02-0	Nickel and its compounds	AAS/ICP-MS	
24	not applicable	Nonylphenols	GC-MS	
25	not applicable	Octylphenols	GC-MS	
26	608-93-5	Pentachlorobenzene	GC-MS	
27	87-86-5	Pentachlorophenol	GC-MS	
28	not applicable	Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH)	GC-MS	*
29	122-34-9	Simazine	LC-MS	
30	not applicable	Tributyltin compounds		
31	12002-48-1	Trichlorobenzenes	GC-MS	
32	67-66-3	Trichloromethane (chloroform)	GC-MS	
33	1582-09-8	Trifluralin	GC-MS	



2013/39/EU – Environmental Quality Standards Directive - priority and priority hazardous substances

No.	CAS Number	Priority substance	Analytical method	Biota
34	115-32-2	Dicofol	GC-MS	*
35	1763-23-1	Perfluorooctane sulfonic acid and its derivatives (PFOS)	LC-MS	*
36	124495-18-7	Quinoxifen	GC-MS	
37	not applicable	Dioxine & dioxine like compounds	GC-MS	*
38	74070-46-5	Aclonifen	GC-MS	
39	42576-02-3	Bifenox	GC-MS	
40	28159-98-0	Cybutryne	GC-MS	
41	52315-07-8	Cypermethrin	GC-MS	
42	62-73-7	Dichlorvos	GC-MS	
43	not applicable	Hexabromocyclododecane (HBCDD)	GC-MS	*
44	76-44-8/1024-57-3	Heptachlor & heptachlor epoxide	GC-MS	*
45	886-50-0	Terbutryn	GC-MS	

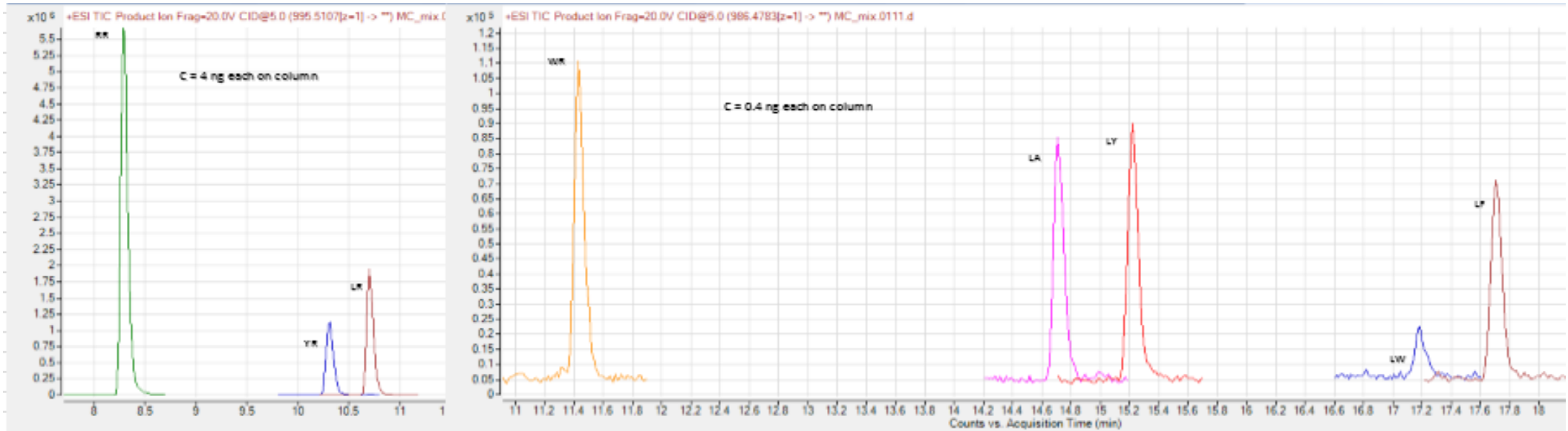


2015/495/EU – Watch list of priority and priority hazardous substances

No.	CAS Number	Priority substance	Analytical method	Biota
1	57-63-6	17-Alpha-ethinylestradiol (EE2)	LC-MS	
2	50-28-2, 53-16-7	17-Beta-estradiol (E2), Estrone (E1)	LC-MS	
3	15307-86-5	Diclofenac	LC-MS	
4	128-37-0	2,6-Ditert-butyl-4-methylphenol	GC-MS	
5	5466-77-3	2-Ethylhexyl 4-methoxycinnamate	LC-MS	
6	2032-65-7	Methiocarb	LC-MS	
7		Macrolide antibiotics	LC-MS	
8		Neonicotinoids	LC-MS	
9	19666-30-9	Oxadiazon	GC-MS	
10	2303-17-5	Tri-allate	GC-MS	



Microcystins – new specific pollutants



Quality Assurance/Quality Control - Quality management system



Сертификат додељен
Date of issue
02.06.2015.
Акредитација важи до
Date of expiry
01.06.2019.



Акредитационо тело Србије је потписник Мултилатералног споразума о признавању еквивалентности система акредитације Европске организације за акредитацију (EA MLA) и ИАС МРА споразума у овој области. / Accreditation Body of Serbia is a signatory of the European Accreditation (EA) Multilateral Agreement for accreditation and IAC MRA in this field.

Quality management system is established 2006 by acceptance of general requirements specified in SRPS ISO/IEC 17025:2006. It covers testing and calibration performed using standard methods, non-standard methods and laboratory-developed methods.



History of implementation of water monitoring in Serbia



Result on reports of water quality testing dated from 1965

source: Serbian Environmental Protection Agency



Chemical Status of river water bodies

- Оцена хемијског статуса Хемијски статус површинских вода одређује се провером да ли су задовољени стандарди квалитета животне средине (СКЖС) за приоритетне и приоритетне хазардне супстанце. Хемијски статус водних тела оцењује се на основу резултата мониторинга и изражава се као "добар статус" и "није постигнут добар статус", у случају да је прекорачена бар једна гранична вредност прописана Уредбом и приказује се одговарајућим бојама на начин приказан у табели.
- Оцена хемијског статуса врши се уз обавезну назнаку нивоа поузданости. Ниво поузданости оцене вршен је на основу критеријума датих у Правилнику²¹. Примена стандарда квалитета животне средине (СКЖС) за добијене концентрације тешких метала захтева да се узме у обзир: природни ниво концентрације за метале и њихова једињења (уколико оне нису у сагласности са вредностима СКЖС), као и тврдоћа, рН, растворени угљеник органског порекла и други параметри квалитета воде који утичу на биорасположивост метала.



Chemical Status of river water bodies

- На основу резултата испитивања приоритетних и приоритетних хазардних супстанци, у оквиру трогодишњег програма мониторинга (25/2012, 25/2013, 26/2014), одређене су меродавне вредности (просечне годишње вредности и максималне измерене вредности) које су упоређене са вредностима стандарда квалитета животне средине (СКЖС), односно просечном годишњом концентрацијом (ПГК) и максимално дозвољеном концентрацијом (МДК). У оцену су укључени само параметри код којих су примењене аналитичке методе са LOD (граница детекције), која је једнака или нижа од вредности 30%-ог релевантног стандарда квалитета животне средине.
- Хемијски статус је у 2012. години одређен за 94 водна тела површинских вода (водотока), од тога је добар статус утврђен код 65% и није постигнут добар статус код 35% водна тела. Разлог непостизања доброг статуса су повишене вредности раствореног никла (утврђене на 26 мерних места), раствореног олова (утврђене на 9 мерних места) и раствореног кадмијума (утврђене на 5 мерних места). Хемијски статус у 2013. години је одређен за 93 водна тела површинских вода (водотока), од тога је добар статус утврђен је код 97% и није постигнут добар статус код 3% водних тела.



Chemical Status of river water bodies

- Разлог непостизања доброг статуса су повишене вредности раствореног никла утврђене на три мерна места. Хемијски статус у 2014. години је одређен за 83 водна тела површинских вода (водотока), од тога је добар статус утврђен је код 59% и није постигнут добар статус код 41% водних тела (Табела 3.7). Разлог непостизања доброг статуса су повишене вредности: раствореног никла (утврђене на 31 мерном месту), раствореног олова (утврђена на 1 мерном месту), флуорантена (утврђена на 2 мерна места) и ендосулфана (утврђена на 1 мерном месту).
- Хемијски статус одређен је са средњим нивоом поузданости, из разлога што је за оцену статуса коришћено мање од 90%, а више од 60% индикативних хемијских параметара, и што је учесталост испитивања нижа од минимално предвиђене за оцену хемијског статуса. Осим познавања природног нивоа садржаја тешких метала у води неопходни су и подаци о утицајима загађења (катастар/регистар загађивача), да би се дала оцена да ли су садржаји у води и земљишту антропогеног или природног (геолошког) порекла. Познато је да у природи тешки метали доспевају у земљиште распадањем стена и минерала на којима се формира земљиште и процесом еродирања и спирања доспевају у површинске воде. Потврда ових ставова се може добити истраживањем садржаја тешких метала у земљишту у односу на њихове концентрације у стенама и минералима на којима је образовано земљиште.



Chemical Status of river water bodies

Статус површинских вода Србије, Анализе и елементи за пројектовање мониторинга

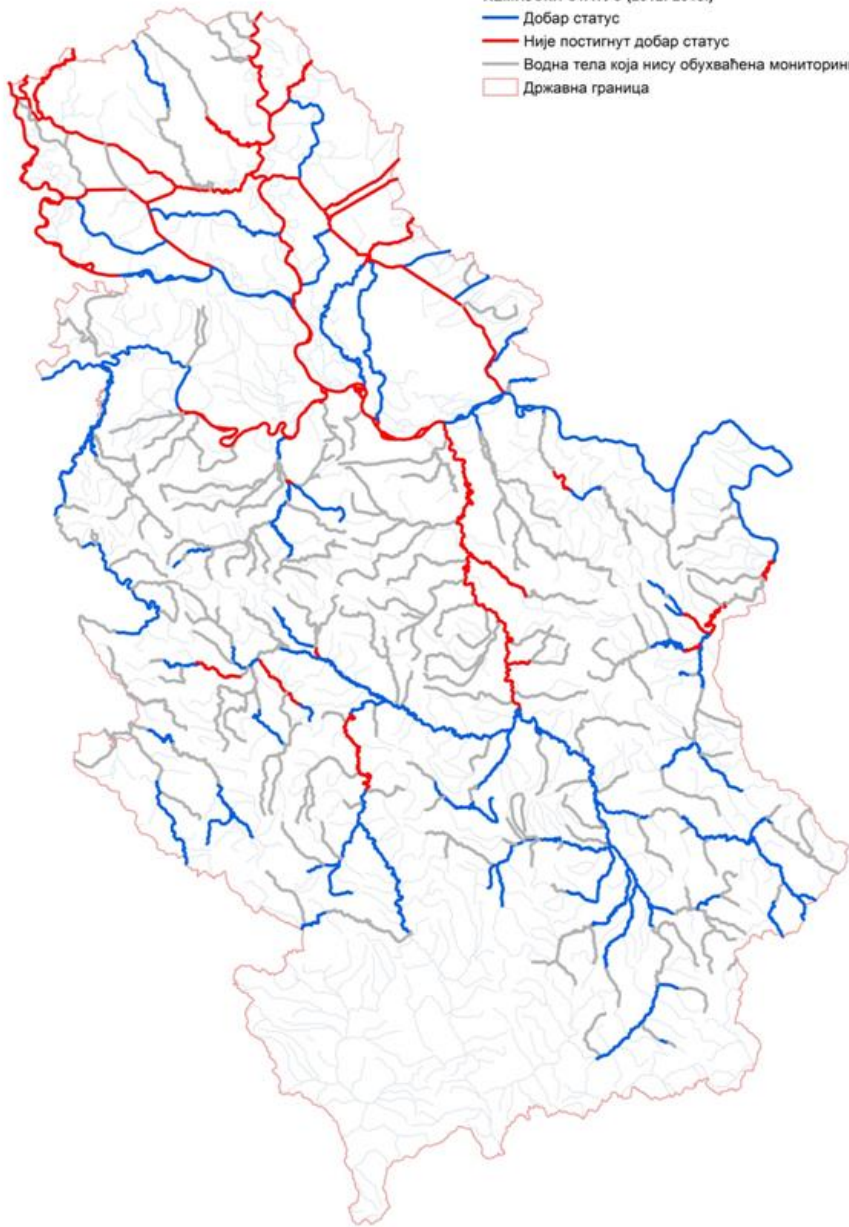
Табела 3.7. Хемијски статус водних тела површинских вода (водотока) у 2014. години

Водно тело	Водоток	Профил (мерно место)	Хемијски статус у 2014. години	Узрок не постизања доброг статуса	Број испитивања у току године	Аритметичка средина из мерених концентрација	Максимална измерена концентрација	Ниво поузданости
						µg/l	µg/l	
D10	Дунав	Бездан						средњи
D9	Дунав	Богојево		Ni-растворени	4	21.16	39.3	средњи
D8	Дунав	Нови Сад						средњи
D7	Дунав	Сланкамен		Ni-растворени	4	14.9		средњи
D6	Дунав	Земун						средњи
D5	Дунав	Смедерево						средњи
D4	Дунав	Банатска Паланка						средњи
D3	Дунав	Текија						средњи
D2	Дунав	Брза Паланка		Флуорантен	4	0.0084		средњи
D1	Дунав	Радујевац						средњи
ML_1	Млава	Братинац						средњи
PEK_1	Пек	Кусићи						средњи
PEK_5	Пек	Благојев Камен		Ni-растворени	9	10.64		средњи
POR_1	Поречка	Мосна(водозахват)						средњи



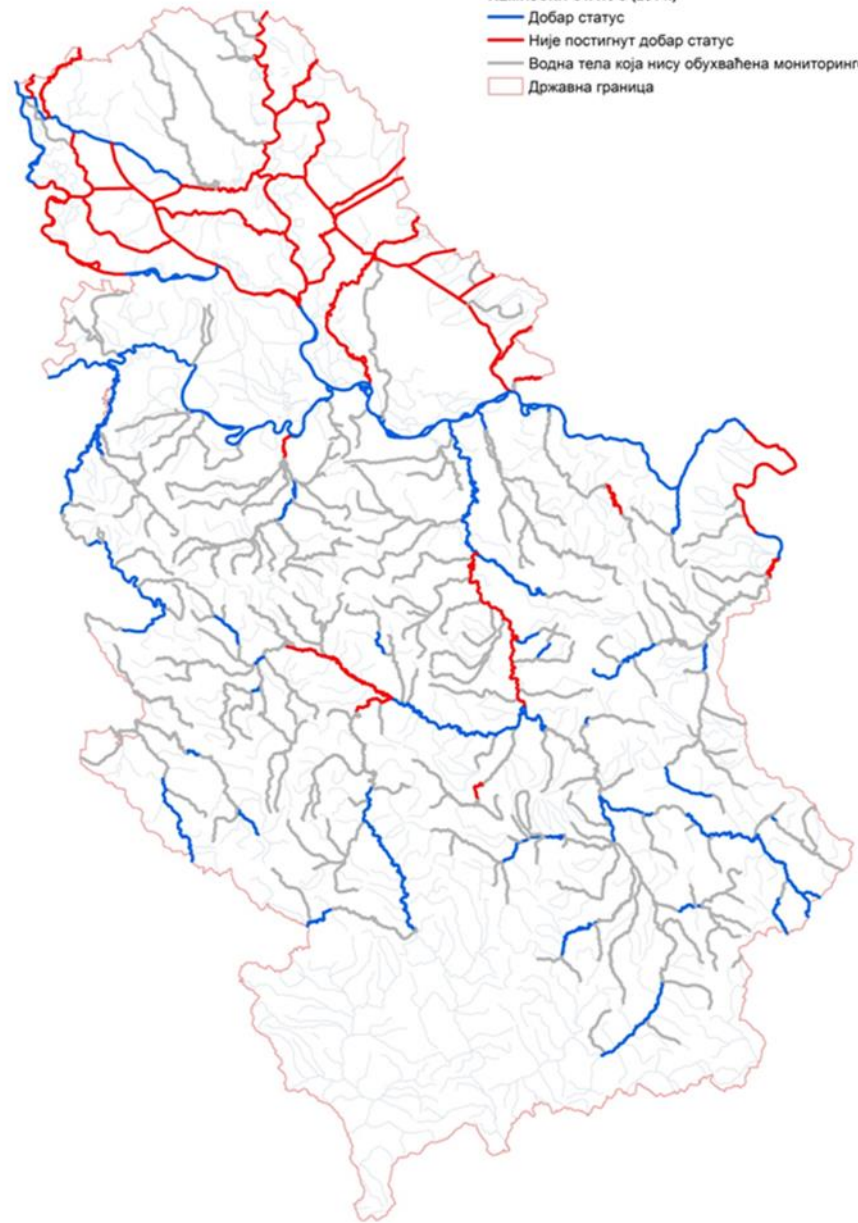
ХЕМИЈСКИ СТАТУС (2012.-2013.)

- Дobar статус
- Није постигнут добар статус
- Водна тела која нису обухваћена мониторингом
- Државна граница



ХЕМИЈСКИ СТАТУС (2014.)

- Дobar статус
- Није постигнут добар статус
- Водна тела која нису обухваћена мониторингом
- Државна граница





Ako ga ne možete kontrolisati, ne možete upravljati njime.

Ako nešto ne možete izmeriti, ne možete ga kontrolisati.



Ako ne možete upravljati njime, ne možete ga ni poboljšavati.

"Measurement is the first step that leads to control and eventually to improvement. If you can't measure something, you can't understand it. If you can't understand it, you can't control it. If you can't control it, you can't improve it."
— [H. James Harrington](#)

HVALA !