

NOTAT

Til: Styringsgruppen for Miljøstyrelsen Referencelaboratorium

cc:

Fra: Ulla Lund

Dato: 13. november 2006

Emne: Metodedatablade – Total phosphor i jord, Total phosphor i slam og Total nitrogen i jord og slam

I den reviderede Bekendtgørelse nr. 637 er der behov for metodedatablade for total phosphor og total nitrogen i jord og slam, idet de gængse metoder er utilstrækkelige til beskrivelse af krav til opbevaring og udtagning af delprøver til analyse. Udarbejdelse af metodedatabladene skal ses i forlængelse af allerede udgivet notat: Kvalitetskrav til bestemmelse af total nitrogen og total phosphor i slam og jord (2005), som kan findes på Referencelaboratoriets hjemmeside.

Metoder

Der er ikke metodekrav i bekendtgørelse om udbringning af slam på landbrugsjord. De fleste laboratorier anvender en analysemetode beskrevet i en Nordforsk publikation (Nordforsk 1975:6). Denne metode anvender reducerende Kjeldahl-oplukning, efterfulgt af bestemmelse af dannet ammonium ved titrering og orthophosphat ved spektrofotometri. En del laboratorier har i præstationsprøvninger anvendt oplukning på samme måde som for metaller (salpetersyre i autoklave, DS 259) til bestemmelse af phosphor. Måling er i disse tilfælde foretaget med ICP metode.

En præstationsprøvning har vist metodeforskel for total phosphor i jord mellem Nordforsk og DS 259/ICP måling. Denne forskel er ikke set i to senere præstationsprøvninger i slam og yderligere en præstationsprøvning for jord. For slam er det forventeligt at metodeeffekter vil være mindre end i jord, idet slam generelt oplukkes lettere end jord.

Det er derfor valgt at udarbejde to metodedatablade for total phosphor, hvor det ene, som dækker jord, kræver anvendelse af Nordforsk-metode, mens det andet, der dækker slam, åbner mulighed for både Nordforsk- og DS 259/ICP-metode.

Laboratorierne har for total nitrogen generelt anvendt Nordforsk-metoden, men enkelte anvender en metode beskrevet af Landbrugsministeriet. Denne metode bygger lige som Nordforsk-metoden på Kjeldahl-oplukning, og resultater i præstationsprøvninger giver ikke anledning til at tro, at de to metoder giver forskellige resultater. Udkastet til metodedatablad henviser derfor til begge metoder.

Prøvetagning, opbevaring og neddeling

Metodedatabladene er bygget over det eksisterende metodedatablad for metaller i jord slam og sediment. Forhold omkring prøvebeholdere, opbevaring, prøvehåndtering inden analyse og prøveneddeling er kopieret direkte fra dette metodedatablad. I udkast til metodedatablad for total phosphor i slam er afsnit om prøveneddeling dog udeladt da det ikke er relevant her.

Fremtid

Der pågår i øjeblikket standardisering under projektet Horizontal for at fremskaffe standarder, der kan anvendes ved arbejde i henhold til Slamdirektivet. Når disse standarder er færdige bør revision af metodedatabladene overvejes. Projektet afsluttes i 2007, men implementering af standarderne vil tage yderligere tid.

Udkast til bestemmelse af total phosphor i jord, slam og biologisk affald (f.eks. kompost) bygger på oplukning med kongevand efterfulgt af bestemmelse af phosphor med ICP.

For total nitrogen findes to udkast. Det ene består af Kjeldahl-oplukning (ikke reducerende) og bestemmelse af dannet ammonium ved titrering. Visse organiske nitrogenforbindelser (med N-N og N-O bindinger) oplukkes ikke, ligesom nitrit og nitrat ikke medbestemmes. Dette er også tilfældet for Nordforsk-metoden. Den anden metode beskriver anvendelse af en total nitrogen analysator. Prøven oxideres ved høj temperatur i en ilt-atmosfære, hvorved kvælstofforbindelser omdannes til nitrogen oxider (NO_x), som bestemmes med en varmeledningsdetektor. Metoden er således parallel til bestemmelse af TOC.

NOTAT

Til: Styringsgruppen for Miljøstyrelsen Referencelaboratorium

cc:

Fra: Ulla Lund

Dato: 30. november 2006

Emne: Metodedatablade – Total phosphor i jord, Total phosphor i slam og Total nitrogen i jord og slam
Kommentarer og håndtering heraf.

Ovennævnte metodedatablade var i skriftlig høring hos Referencelaboratoriets Styringsgruppe i perioden fra 13. til 28. november 2006. Nedenstående kommentarer blev modtaget.

Kommentar	Fra:	Håndtering
TP i jord, Målemetode: der henvises kun til én metode, hvorfor sætningen "Laboratoriet skal sikre" er overflødig	SL	Sætningen er fast i alle metodedatablade, også andre hvor der henvises til én metode. Verifikation af implementering med tilstrækkelig kvalitet er et krav for akkrediterede laboratorier og bestemmelsen er som sådan dublering. Den er dog korrekt og bibeholdes derfor.
TN i slam og jord, Målemetode: det foreslås, at slutbestemmelsen af dannet ammonium skal være valgfri. Der er dårlige erfaringer med destillering over i HCl og tilbagesitrering med NaOH – uklart omslag.	KIS	OK. Bestemmelsen om metode reduceres til kun at omfatte destruktion mens slutbestemmelse gøres valgfri.
Det foreslås, at bestemmelser i Teknisk anvisning for punktkilder, f.eks. til opbevaring	KDL	Der er generel utryghed ved opbevaring på køl i længere tid. Opbevaringsform og -tid er taget fra ISO 5667-15: Guidance on preservation and handling of sludge and sediment samples. Opbevaring på køl bibeholdes derfor. Dog rettes opbevaringstid for TN til 2 uger, da dette er kravet i ISO 5667-15.
Opbevaring i 1 måned på køl kan være for længe	KIS	
Opbevaring: der er gode erfaring med at tørre slamprøver straks efter modtagelse og opbevare i tør tilstand	SL	
TP i jord og TP i slam, Særlige forhold: i stedet for "syre" skal skrives "alle anvendte kemikalier/reagenser"	SL	Teknisk anvisning for punktkilder omtaler ikke TN og TP – det burde den måske?? Under alle omstændigheder er opbevaring under samme forhold som tungmetaller relevant, dvs opbevaring i fryser indføres. Syrevask af beholdere er næppe nødvendigt for TN og TP. Tørring indføres som endnu et alternativ. OK – rettes i alle tre metodedatablade.