

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljøanalyser

NOTAT

Til: Referencelaboratoriets Styringsgruppe

cc:

Fra: Kirsten Jebjerg Andersen

Dato: 29. april 2005

Emne: Kvalitetskrav for bestemmelse af total nitrogen og total phosphor i slam og jord

I forbindelse med revision af Bekendtgørelse 637 er der udtrykt ønske om at indføre kvalitetskrav til bestemmelse af total nitrogen (TN) og total phosphor (TP) i slam og jord i lighed med kvalitetskravene for metaller i jord og slam. Nærværende notat indeholder et forslag til kvalitetskrav med udgangspunkt i den eksisterende dokumentation fra præstationsprøvninger af total nitrogen og total phosphor i slam og jord. Der er ikke indhentet oplysninger om laboratoriernes analysekvalitet for de pågældende parametre i slam og jord.

Normalindhold af phosphor og nitrogen i slam og jord

Med henblik på at fastsætte kvalitetskrav, der står i et tilpas forhold til forventede koncentrationsniveauer i prøverne, antages følgende normalindhold i jord og slam:

Jord:	Total nitrogen	0,5 – 5 g/kg TS
	Total phosphor	0,2 – 2 g/kg TS
Slam	Total nitrogen	10 – 50 g/kg TS
	Total phosphor	2 – 50 g/kg TS

Der kan være større indhold af TN og TP i visse typer af slam, f.eks. indeholder slam fra forskellige industrielle processer betydeligt højere niveauer af TN end angivet.

For kvantificering af total nitrogen og total phosphor ønskes en detektionsgrænse, der ligger i tilpas afstand (max. 5 – 10 gange lavere) fra indholdet i prøven, der analyseres. For prøver af slam med et lavt indhold bør anvendes metoder med detektionsgrænser for total nitrogen og total phosphor på maksimalt 1 - 2 g/kg TS, henholdsvis 0,2 – 0,4 g/kg TS. For jordtyper med meget lave indhold af næringsstoffer er detektionsgrænsekravet for total nitrogen på ca. 0,05 g/kg TS og for total phosphor på ca. 0,02 g/kg TS. Under antagelse af at detektionsgrænsen defineres som $3 \cdot S_w$ (standardafvigelsen indenfor laboratoriet) og at S_T (total standardafvigelse) svarer til ca. $3 \cdot S_w$ vil et krav til S_{Tmax} kunne sættes lig med detektionsgrænsekravet.

Data fra præstationsprøvninger

Der findes data for total nitrogen og total phosphor fra præstationsprøvninger i slam, jord og sediment. Tabel 1 og 2 indeholder en sammenstilling af data. Sammenstillingerne omfatter data fra perioden 1990 til 2001 /1/ og er yderligere suppleret med data fra præstationsprøvninger gennemført i perioden 2002 – 2004 for faststofprøver.

For total nitrogen fås for alle prøver med undtagelse af en prøve af jord med et indhold på 0,3 g/kg TS værdier for indenfor laboratoriet standardafvigelse på CV, mindre end 5 % og total variationskoefficienter 4 – 8 %. Det tyder derfor på, at analysekvalitetsklasse 2 kan

overholdes af hovedparten af laboratorierne. For prøver med indhold på 0,3 – 0,9 g/kg TS opnås S_R mindre end 0,05 g/kg, hvilket indikerer, at et S_{Tmax} krav på det enkelte laboratorium på 0,05 g/kg kan honoreres.

For total phosphor i slam opnås tilsvarende CV_R værdier på mindre end 5 %, der tyder på, at analysekvalitetsklasse 2 kan overholdes for slam. Ved lavere indhold af total phosphor (prøver af jord) konstateres en større spredning ($CV_R = 11 - 24 \%$). CV_r værdier for alle prøverne er derimod noget lavere (2 – 6 %), hvilket indikerer, at spredningen ikke (alene) skyldes, at prøverne ligger tæt på detektionsgrænsen for metoden. Resultater af præstationsprøvning for bestemmelse af total phosphor i jord /2/ tydede på metodeforskelle, idet oplukning med salpetersyre i autoklave havde en tendens til lavere resultater end kogning med peroxodisulfat. Der er et behov for specifikation af metoden i form af et metodetablad. Det anbefales, at der foreløbig stilles krav om anvendelse af kvalitetsklasse 3 for bestemmelse af total phosphor i jord.

En prøve af jord med et indhold på 0,25 g/kg TS giver anledning til en total standardafvigelse mellem laboratorierne på 0,06 g/kg TS. En S_T værdi på 0,05 g/kg er derfor sandsynligvis opnåelig på størstedelen af laboratorierne. Resultaterne fra præstationsprøvningserne samt det forskellige metodevalg giver ikke mulighed for at konstatere, om S_{Tmax} værdi mindre end 0,05 g/kg TS er mulig.

PRØVETYPE	TOTAL NITROGEN (g/kg TS)									
	T	N	m	S_r	S_L	S_R	CV_r	CV_L	CV_R	REF
Tørret slam	36,0	28	35,5	0,53	1,57	1,66	1,5	4,4	4,6	9802
	44,2	7	43,7	0,70	1,43	1,59	1,6	3,3	3,6	0205
	32,1	8	32,6	0,46	2,46	2,50	1,4	7,6	7,8	0205
	45,9	9	45,7	0,80	1,51	1,71	1,7	3,3	3,7	0407
	30,5	6	30,7	0,45	1,27	1,35	1,5	4,2	4,4	0407
Tørret jord	1,54	20	1,54	0,056	0,038	0,068	3,7	2,5	4,4	9802
	0,34	8	0,33	0,023	0,033	0,040	6,6	9,6	11,7	0104
	0,85	7	0,84	0,018	0,027	0,033	2,1	3,2	3,8	0104
Tørret sediment	2,00	20	1,99	0,080	0,071	0,107	4,0	3,6	5,3	9802

Tabel 1 Total nitrogen - Resultater fra præstationsprøvnings

PRØVETYPE	TOTAL PHOSPHOR (g/kg P)									
	T	N	m	S_r	S_L	S_R	CV_r	CV_L	CV_R	REF
Tørret slam	37,2	30	36,8	0,88	1,25	1,53	2,4	3,4	4,1	9802
	35,7	12	35,6	1,01	1,33	1,67	2,8	3,8	4,7	0205
	38,1	12	38,2	0,74	1,67	1,52	1,9	4,0	4,0	0205
	33,0	13	33,9	0,87	2,43	2,58	2,6	7,4	7,8	0407
	12,5	12	12,5	0,36	0,74	0,83	2,9	5,9	6,6	0407
Tørret jord	0,840	21	0,814	0,044	0,081	0,092	5,3	9,6	11,0	9802
	0,259	9	0,268	0,012	0,061	0,062	4,7	23,5	23,9	0104
	0,585	10	0,548	0,017	0,127	0,129	2,8	21,8	22,0	0104
Tørret sediment	0,595	22	0,611	0,034	0,070	0,078	5,7	11,7	13,1	9802

Tabel 2 Total phosphor - Resultater fra præstationsprøvnings

Kvalitetskrav for total nitrogen og total phosphor i slam og jord

På baggrund af en vurdering af resultater opnået i præstationsprøvnings anbefales, at der stilles krav om analysekvalitetsklasse 2 for total nitrogen i slam og jord og total phosphor i slam. Derimod anbefales, at der stilles krav om analysekvalitetsklasse 3 for jord.

Kvalitetskravene er summeret i Tabel 3, hvoraf også fremgår krav til S_{Tmax} .

Forslag til kvalitetskrav er summeret i Tabel 3.

Parameter	S_{Tmax}	Kvalitetsklasse
Total nitrogen, jord	0,05 g/kg TS	2
Total nitrogen, slam	1 g/kg TS	2
Total phosphor, jord	0,05 g/kg TS	3
Total phosphor, slam	0,2 g/kg TS	2

Tabel 3 Forslag til kvalitetskravsværdier for total nitrogen og total phosphor

Det anbefales, at der udarbejdes metodedatablad(e), der beskriver den(de) ønskede destruktionsmetode(r) for oplukning af total nitrogen og total phosphor i slam og jord.

Referencer

/1/ Sammenstilling af analysekvalitet fra præstationsprøvninger, 1999 – 2001.

/2/ NYT fra REFLAB 2002/3