

Notater til opdatering af analysekvalitetsbekendtgørelsen

Notat 10.12

dato den 21/4-2010

FORSLAG TIL ANALYSEKVALITETSKRAV EFTER NY MODEL FOR PARAMETRE DER PT. ER INDEHOLDT I BKG. NR. 866

1 Bekendtgørelsens bilag 1.12, Spildevandsslam

Endeligt forslag til bilag 1.12 i bekendtgørelsen ses i bilag A til nærværende notat. Bilag A og de nedenfor viste tabeller er fremkommet ved beregninger, der ses i regneark /2/. I forhold til bilag i den kommende bekendtgørelse om analysekvalitet mangler forslaget henvisninger til metodedatablade med specifikation af de krævede analysemetoder. Udvikling af forslagene og sammenligning af forslagene med værdier beregnet på basis af miljøkvalitetskrav mv. er beskrevet nedenfor.

Beregninger, afrundinger mv. er sket efter de principper, der er beskrevet i notat 10.1.

1.1 Sammenligning af beregnede krav til analysekvalitet (andet forslag) med værdier baseret på EQS mv.

De beregnede krav til analysekvalitet er sammenlignet med det ønskelige i forbindelse med kontrol af slam til jordbrugsformål i henhold til bkg. 1650 /1/. For bly findes to grænseværdier. Her er den laveste (for anvendelse i privat havebrug) anvendt. Grænseværdi for As gælder kun ved anvendelse i privat havebrug, men værdien er her anvendt generelt.

1.1.1 Detektionsgrænse

For tørstof giver begrebet detektionsgrænse ingen mening og anvendes derfor ikke.

Tabel 1 viser resultaterne for detektionsgrænse. Tabellen stammer fra regnearket /2/, siden "LQ smlg TV og overv DL". I tabellen er anvendt følgende forkortelser:

- $S_{T \max}$: Krav til maksimal total standardafvigelse i bkg. 866.
Krav: Grænseværdier for slam i bkg. 1650 /1/
1 LD: Beregnet detektionsgrænse (første forslag).
Den anvendte formel er $LD = S_{T \max}$
2 LD: Afrundet detektionsgrænse (andet forslag)
3 LD: Endeligt forslag til detektionsgrænse

Tabel 1 Spildevandsslam

Sammenligning mellem beregnede detektionsgrænser (LD) og LQ baseret på grænseværdier for affald til jordbrugsformål												
Parameter	Enhed	$S_{T \max}$		Krav			1 LD	2 LD	3 LD		0,3 · Krav	LQ = 3 · LD
Arsen	mg/kg TS	1		25			1,0	1	1		7,5	3
Bly	mg/kg TS	2		60			2,0	2	2		18	6
Cadmium	mg/kg TS	0,03		0,8			0,030	0,03	0,03		0,24	0,09
Chrom	mg/kg TS	3		100			3,0	3	3		30	9
Kobber	mg/kg TS	30		1000			30,0	30	30		300	90
Kviksølv	mg/kg TS	0,03		0,8			0,030	0,03	0,03		0,24	0,09

Notater til opdatering af analysekvalitetsbekendtgørelsen

Notat 10.12

dato den 21/4-2010

Sammenligning mellem beregnede detektionsgrænser (LD) og LQ baseret på grænseværdier for affald til jordbrugsformål												
Parameter	Enhed	$S_{T \max}$		Krav			1 LD	2 LD	3 LD		$0,3 \cdot \text{Krav}$	$LQ = 3 \cdot LD$
Nikkel	mg/kg TS	1		30			1,0	1	1		9	3
Zink	mg/kg TS	130		4000			130,0	150	150		1200	450
Total nitrogen	g/kg TS	1					1,0	1	1			3
Total phosphor	g/kg TS	0,2					0,20	0,2	0,2			0,6

Andet forslag til detektionsgrænse (kolonne "2 LD") opfylder for alle parametre behovet i forhold til kontrol af slam til jordbrugsformål. De er derfor også de endelige forslag.

1.1.2 Måleusikkerhed – kontrolprøver og naturlige prøver

For slam vurderes det, at der kan være bidrag til måleusikkerheden for naturlige prøver, som ikke er dækket ved de usikkerhedsbidrag, der ses ved kvalitetskontrol. Årsagen er, at naturlige prøver i et vist omfang er mere heterogene end kontrol- og referenceprøver. For slam vurderes problemet dog ikke at være så graverende, at det giver anledning til oprunding ud over det, der anvendes for vandige prøvetyper. I den forbindelse skal det også tages i betragtning, at der i beregningerne opereres med en betydelig usikkerhed på de certificerede værdier for referencematerialer (se bilag B).

Ekspanderet måleusikkerhed beregnet i første forslag er derfor rundet op uden yderligere øgning. Såfremt den afrundede værdi er meget tæt på den oprindeligt beregnede værdi (mindre end 15% større end den beregnede værdi), er dog rundet et trin længere op.

1.1.3 Ekspanderet måleusikkerhed (absolut værdi)

Tabel 2 viser resultaterne for ekspanderet måleusikkerhed (absolut værdi). Tabellen stammer fra regnearket /2/. De værdier, der er anvendt til beregning af den ekspanderede måleusikkerhed, er vist i bilag B. I tabellen er anvendt følgende forkortelser:

- Krav: Grænseværdier for slam i bkg. 1650 /1/
 1 U_{abs} : Beregnet ekspanderet måleusikkerhed, absolut værdi (første forslag)
 Den anvendte model er: $U_{\text{abs}} = 2 \cdot \sqrt{(s_{T \max})^2 + (\text{Bias})^2 + (u_{\text{ref}})^2}$, hvor Bias og u_{ref} er angivet i %, og det antages, at U_{abs} skal gælde op til en koncentration svarende til 10 gange $s_{T \max}$.
 2 U_{abs} : Afrundet ekspanderet måleusikkerhed, absolut værdi (andet forslag)
 3 U_{abs} : Endeligt forslag til ekspanderet måleusikkerhed, absolut værdi

Tabel 2 Spildevandsslam

Sammenligning mellem beregnede ekspanderede usikkerheder (U_{abs}) og U_{abs} grænseværdier for affald til jordbrugsformål								
Parameter	Enhed		Krav	1 U_{abs}	2 U_{abs}	3 U_{abs}		$0,5 \cdot \text{Krav}$
Tørstof	g/kg			0,64	1	1		
Arsen	mg/kg TS		25	3,0	5	5		12,5
Bly	mg/kg TS		60	13	10	10		30
Cadmium	mg/kg TS		0,8	0,19	0,2	0,2		0,4

Notater til opdatering af analysekvalitetsbekendtgørelsen

Notat 10.12

dato den 21/4-2010

Sammenligning mellem beregnede ekspanderede usikkerheder (U_{abs}) og U_{abs} grænseværdier for affald til jordbrugsformål								
Parameter	Enhed		Krav	1 U_{abs}	2 U_{abs}	3 U_{abs}		0,5 · Krav
Chrom	mg/kg TS		100	19	20	20		50
Kobber	mg/kg TS		1000	90	150	150		500
Kviksølv	mg/kg TS		0,8	0,090	0,1	0,1		0,4
Nikkel	mg/kg TS		30	3,0	5	5		15
Zink	mg/kg TS		4000	390	500	500		2000
Total nitrogen	g/kg TS			2,1	3	3		
Total phosphor	g/kg TS			0,43	0,5	0,5		

Andet forslag til ekspanderet usikkerhed (absolut værdi) (kolonne "2 U_{abs} ") opfylder for alle parametre behovet i forhold til kontrol af slam til jordbrugsformål. De er derfor også de endelige forslag.

1.1.4 Ekspanderet måleusikkerhed (relativ værdi)

Ekspanderet måleusikkerhed som relativ værdi er fremkommet ud fra de principper, der er beskrevet i Notat 4. Den anvendte model er:

$U_{rel} = 2 \cdot \sqrt{(CV_{Tmax})^2 + (Bias)^2 + (u_{ref})^2}$, hvor alle bidrag (CV_{Tmax} , Bias og u_{ref}) er angivet i %. De værdier, der er anvendt til beregning af den ekspanderede måleusikkerhed, er vist i bilag B.

Forslag til ekspanderede måleusikkerheder som relativ værdi fremgår af bilag A, hvor de endelige forslag til analysekvalitet er anført.

Alle forslag til ekspanderede måleusikkerheder som relativ værdi er mindre end 50%, og vil derfor også være mindre end 0,5 gange grænseværdien ved koncentrationer tæt på grænseværdien. Ingen af forslagene til ekspanderet måleusikkerhed som relativ værdi giver derfor anledning til at basere kravet på bedste tilgængelige teknik (BAT).

1.1.5 Akkreditering eller kvalitetsstyring i henhold til EN ISO/IEC 17025

I forslag til kvalitetskrav som vist i bilag A er anført, om der kræves akkrediteret teknisk prøvning (vist med et A), eller om det er tilstrækkeligt, at laboratoriet har et kvalitetsstyringssystem i overensstemmelse med standarden EN ISO/IEC 17025 eller andre tilsvarende internationalt accepterede standarder (vist med et K).

Alle parametre findes i den gældende bekendtgørelse om analysekvalitet (bkg. 866), hvori kravet er akkrediteret teknisk prøvning. Der er derfor anført A for alle parametre.

2 Referencer

- /1/ Bekendtgørelse nr. 1650 af 13. december 2006 om anvendelse af affald til jordbrugsformål (Slambekendtgørelsen).
- /2/ Bkg_analysequal_bilag_1.12_slam.xls. Filen består af følgende ark:
 - Beregning
 - Basis f beregn af U (findes i kopi i bilag B)
 - Efter afrunding

Notater til opdatering af analysekvalitetsbekendtgørelsen

Notat 10.12

dato den 21/4-2010

Endeligt forslag (findes i kopi i bilag A)
LQ smlg TV og overv DL (findes i kopi i tabel 1)
U smlg TV (findes i kopi i tabel 2)

uol/lmu

Notater til opdatering af analysekvalitetsbekendtgørelsen

Notat 10.12

dato den 21/4-2010

Bilag A – Endeligt forslag til analysekvalitetskrav

1.12 Spildevandsslam

		Beregnete krav i rev bkg efter afrunding						
Parameter	Enhed	LD	S _{Tmax}		CV _{Tmax}	U _{abs}	U _{rel}	A / K
Tørstof	g/kg	0,3	0,3		3%	1	15%	A
Arsen	mg/kg TS	1	1		7%	5	30%	A
Bly	mg/kg TS	2	2		7%	10	30%	A
Cadmium	mg/kg TS	0,03	0,03		7%	0,2	30%	A
Chrom	mg/kg TS	3	3		7%	20	30%	A
Kobber	mg/kg TS	30	30		7%	150	30%	A
Kviksølv	mg/kg TS	0,03	0,03		7%	0,1	30%	A
Nikkel	mg/kg TS	1	1		7%	5	30%	A
Zink ^{a)}	mg/kg TS	150	100		7%	500	30%	A
Total nitrogen	g/kg TS	1	1		5%	3	15%	A
Total phosphor	g/kg TS	0,2	0,2		5%	0,5	15%	A

^{a)} S_{Tmax} for zink er afrundet i forhold til værdien i bkg. 866

A: målinger skal udføres som akkrediteret teknisk prøvning

K: målinger skal udføres under et kvalitetsstyringssystem i overensstemmelse med standarden EN ISO/IEC17025 eller andre tilsvarende internationalt accepterede standarder, men ikke nødvendigvis som akkrediteret teknisk prøvning

Notater til opdatering af analysekvalitetsbekendtgørelsen

Notat 10.12

dato den 21/4-2010

Bilag B – Udgangspunkt for omregning af gældende krav til ekspanderet usikkerhed (U_{abs} og U_{rel})

		Gældende krav i bkg. 866			Hjælpeinfo	
Parameter	Enhed	$S_{T\text{max}}$		Analysekvalitets- klasse	Bias-krav %	U_{ref} %
Tørstof	g/kg	0,3		1	2%	3%
Arsen	mg/kg TS	1		3	5%	10%
Bly	mg/kg TS	2		3	5%	10%
Cadmium	mg/kg TS	0,03		3	5%	10%
Chrom	mg/kg TS	3		3	5%	10%
Kobber	mg/kg TS	30		3	5%	10%
Kviksølv	mg/kg TS	0,03		3	5%	10%
Nikkel	mg/kg TS	1		3	5%	10%
Zink	mg/kg TS	130		3	5%	10%
Total nitrogen	g/kg TS	1		2	2%	3%
Total phosphor	g/kg TS	0,2		2	2%	3%