

ANALYSEKVALITETSKRAV TIL PARAMETRE DER PT. IKKE ER DÆKKET AF BKG. NR. 866

1 Generelle principper

Analysekvalitetskrav for parametre, der pt. ikke er dækket af den gældende bekendtgørelse nr. 866, frembringes som beskrevet i notat 5 med anvendelse af kilder til information som beskrevet i notat 2.2. Processen er opsummeret nedenfor, og der henvises til de to notater for detaljer.

Der frembringes forslag til analysekvalitetskrav for parametre og prøvetyper, der er beskrevet i notat 2.1. Desuden er der fremkommet andre ønsker om udvidelse. Disse er beskrevet i bilag A.

Som udgangspunkt søges information om hver enkelt parameter i notat 2.1 og bilag A. Når den primære dataindsamling og –bearbejdning er afsluttet, foretages en samlet vurdering af muligheder for at udfylde huller i materialet ud fra analogislutninger.

Pesticider og flygtige halogenerede kulbrinter i grundvand og drikkevand behandles dog ikke efter de nedenstående principper, idet disse som grupper allerede indgår i bekendtgørelse om analysekvalitet. For disse foretages alene en kvalitativ vurdering af om alle specifikt nævnte parametre kan forventes at opfylde de gældende krav til analysekvalitet for de to parametergrupper. Kun såfremt enkelte specifikke parametre ikke kan forventes at opfylde krav til analysekvalitet for gruppen, foretages en opsamling af information som beskrevet nedenfor.

1.1 Første forslag til kravværdier

På basis af kilder som beskrevet nedenfor udledes første forslag til kravværdier, ofte som gennemsnitsværdier fra flere kilder.

1.1.1 Kvantifikationsgrænse

1. Krav til kvantifikationsgrænse baseres som udgangspunkt på krav til detektionsgrænse i det nationale overvågningsprogram /1/. Det forventes, at overvågningsprogrammets krav er udtryk for hvad der er praktisk muligt.
2. Såfremt der ikke findes krav til detektionsgrænse i det nationale overvågningsprogram søges information om repeterbarhedsstandardafvigelse, s_r , eller detektionsgrænse fra følgende kilder (prioriteret rækkefølge), idet der alene anvendes informationer publiceret senere end år 1999:
 - a. internationale standardmetoder (kun sådanne, der er relevante for analyseteknikker, der anvendes i Danmark)
 - b. præstationsprøvninger, primært NEXT og Quasimeme
 - c. umiddelbart tilgængelige publikationer i internationale tidsskrifter eller rapporter. Det planlægges ikke at foretage særlig litteratursøgning til dette formål.

Notater til opdatering af analysekvalitetsbekendtgørelsen

Notat 11.1

dato den 5/4-2011

1.1.2 Maksimal standardafvigelse, absolut ($s_{T \max}$)

- Den totale standardafvigelse ved intern kvalitetskontrol, s_T , søges først i kvartalsrapporter fra de laboratorier, der har leveret data til det igangværende overvågningsprogram. Kvartalsrapporter for perioden 1/1-2008 til 30/6-2009 er umiddelbart til rådighed for Referencelaboratoriet og forventes at være tilstrækkelige til formålet.
- Såfremt der ikke findes data i kvartalsrapporter, eller data alene findes for ét laboratorium, fortsættes søgning som beskrevet under punkt 2.

1.1.3 Maksimal relativ standardafvigelse ($CV_{T \max}$)

- Kvartalsrapporter fra de laboratorier, der har leveret data til det igangværende overvågningsprogram, bearbejdes, og alle informationer om maksimal relativ standardafvigelse, $CV_{T \max}$, samles.
- Såfremt der ikke findes data i kvartalsrapporter, eller data alene findes for ét laboratorium, fortsættes søgning som beskrevet under punkt 2.

1.1.4 Ekspanderet måleusikkerhed, absolut værdi

Ekspanderet måleusikkerhed som absolut værdi udledes, som beskrevet i notat 5, på basis af den totale standardafvigelse ved intern kvalitetskontrol, forventelig bias, samt usikkerhed på referencematerialers nominelle værdi.

- Udledning af krav til den totale standardafvigelse ved intern kvalitetskontrol, $s_{T \max}$, er beskrevet ovenfor i afsnit 1.1.2.
- Forventelig bias skønnes som udgangspunkt med basis i Referencelaboratoriets rapport "Genfindning af korrekt indhold ved lav koncentration. Belyst ved data fra intern kvalitetskontrol" /2/. Af rapporten fremgår, at næringsstoffer og hovedkomponenter med undtagelse af næringsstoffer i marint vand typisk kan analyseres med en bias på 2% uanset koncentrationsniveau, og at en forventelig bias for alle andre parametre er af størrelsesorden $\frac{1}{5} \cdot s_{T \max}$.
- Usikkerhed på referencematerialers nominelle værdi baseres på Referencelaboratoriets notat "Usikkerhed på referencematerialers referenceværdier" /3/.

1.1.5 Ekspanderet måleusikkerhed, relativ værdi

Den ekspanderede måleusikkerhed som relativ værdi udledes som beskrevet for den ekspanderede måleusikkerhed som absolut værdi, dog med anvendelse af den maksimale relative standardafvigelse, udledt som beskrevet i afsnit 1.1.3. Bias og usikkerhed på referenceværdi anvendes som beskrevet i afsnit 1.1.4.

1.2 Afrunding

Afrunding foretages på samme måde, som beskrevet i notat 10.1, som behandler parametre, der er dækket af den gældende bekendtgørelse om analysekvalitet. Principperne er gentaget nedenfor. De afrundede kravværdier er andet forslag til krav.

- De estimerede kravværdier for kvantifikationsgrænse og $s_{T \max}$ afrundes op eller ned efter almindelige matematiske principper.

Notater til opdatering af analysekvalitetsbekendtgørelsen

Notat 11.1

dato den 5/4-2011

11. For hver enkelt parameter i hver prøvetype vurderes, i hvilken grad der kan forventes at forekomme bidrag til måleusikkerheden, der ikke er dækket ved beregning, foretaget som beskrevet i afsnit 1.1.4 og 1.1.5. Alle beregnede krav til ekspanderet måleusikkerhed rundes op, og værdien øges eventuelt yderligere end simpel oprunding, såfremt det skønnes, at der er væsentlige bidrag til måleusikkerheden på naturlige prøver, der ikke er dækket af den beregnede værdi. I de tilfælde hvor der er foretaget ekstra oprunding, er det omtalt og begrundet i notater, der dækker de enkelte prøvetyper.
12. Oprundet kravværdi for ekspanderet måleusikkerhed sammenholdes med den standardafvigelse, der ligger til grund for værdien. Såfremt den oprundede værdi er mere end en faktor fem højere end standardafvigelsen, reguleres kravværdien, indtil denne højst er fem gange større end standardafvigelsen. Dette princip fraviges dog, hvis det herved bliver nødvendigt at runde ned ud over almindelig matematisk afrunding. I så tilfælde anvendes almindelige matematisk principper for afrunding.
13. Krav til maksimal relativ standardafvigelse, $CV_{T \max}$, afrundes som beskrevet under punkt 10, men udtrykkes som udgangspunkt alene ved de kravværdier, der findes i gældende bekendtgørelse om analysekvalitet (bkg. 866), dvs. 3%, 5% eller 7%.
14. Al afrunding foretages til ét betydende ciffer med følgende undtagelser: værdier mellem 1 og 2 afrundes/oprundes til nærmeste 1 – 1,5 eller 2. Tilsvarende gælder for værdier mellem 10 og 20 og værdier mellem 100 og 200. Der anvendes alene følgende cifre, med de ovenfor nævnte undtagelser: 1 – 2 – 3 og 5. Begrundelsen herfor er, at usikkerheden på kravværdierne ikke giver mulighed for at skelne mellem små forskelle, og det er derfor valgt alene at operere med forskelle mellem kravværdier, der er mindst en faktor 1,5.

1.3 Sammenligning med direktivkrav til analysekvalitet og nationale ønsker om analysekvalitet

15. Direktivet /4/ anfører krav til analysekvalitet baseret på miljøkvalitetskrav (EQS). Hver afrundet kravværdi (andet forslag til krav) sammenlignes med den værdi, der kan beregnes på basis af EQS. I tilfælde af at den afrundede kravværdi er større end den værdi, der baseres på EQS, kommenteres dette i nærværende notat, og der gives begrundet forslag til, hvilken effekt dette skal have for kravværdien.
16. Krav for kvantifikationsgrænse vil primært være baseret på krav til detektionsgrænse i det nationale overvågningsprogram. Hver afrundet kravværdi for kvantifikationsgrænse (andet forslag til krav) sammenlignes derfor med hvad der er praktisk muligt, baseret på data fra kvartalsrapporter fra de laboratorier, der har leveret data til det igangværende overvågningsprogram.
17. De beregnede værdier for måleusikkerhed er som nævnt baseret på information om gældende analysekvalitet. Der foretages som hovedregel ikke en vurdering af, om den eksisterende analysekvalitet kan leve op til de afrundede kvalitetskrav.

Notater til opdatering af analysekvalitetsbekendtgørelsen

Notat 11.1

dato den 5/4-2011

1.4 Endelige forslag til kravværdier

18. De endelige forslag til kravværdier efter ny model er de afrundede kravværdier (andet forslag) med eventuelle korrektioner i henhold til punkt 15 og 16.
19. Hvis der foreligger en samlet liste over detektionsgrænser i kommende programbeskrivelse for det nationale overvågningsprogram, NOVANA 2011 – 2015, inden afslutning af arbejdet, justeres forslag til kvantifikationsgrænse hvor der er ændringer i forhold til /1/.

1.5 Parametergrupper

Når endelige forslag til kravværdier for enkeltstoffer er udarbejdet vurderes det samlede materiale med henblik på at samle parametre, primært miljøfremmede organiske stoffer, i parametergrupper. Formålet hermed er dels overskuelighed og dels, at bekendtgørelsen på denne måde kan tage højde for eventuelle ny parametre der senere introduceres og som er omfattet overvågningsforpligtelsen i Vandrammedirektivet.

For prøvetyper, der ikke er omfattet af overvågningsforpligtelsen i Vandrammedirektivet (drikkevand, fersk overfladevand til fremstilling af drikkevand, lossepladsperskolat, spildevand, jord, slam, slagger og flyveaske), samles i parametergrupper i det omfang det er hensigtsmæssigt.

Analyse kvalitetskrav for en parametergruppe skal gælde for den enkelte parameter i gruppen.

Hvor analyse kvalitetskravet for enkelte parametre afviger fra gruppen, opstilles særskilte analyse kvalitetskrav for den afvigende parameter, eksempelvis benz(a)pyren og øvrige PAH i grundvand.

2 Referencer

- /1/ Miljøministeriet: EU-udbud af rammeaftaler på kemiske laboratorieanalyser til miljøministeriets 7 miljøcentre, EU-udbudsnummer: 2006/S 176-187767.
- /2/ By- og Landskabsstyrelsens Referencelaboratorium: Genfinding af korrekt indhold ved lav koncentration. Belyst ved data fra intern kvalitetskontrol, Rapport 2010.
- /3/ By- og Landskabsstyrelsens Referencelaboratorium: Notat 8 - Usikkerhed på referencematerialers referenceværdier, Notat 2010.
- /4/ Kommissionens direktiv 2009/90/EF af 31. juli 2009 om tekniske specifikationer for kemisk analyse og kontrol af vandets tilstand som omhandlet i Europa-Parlamentets og Rådets direktiv 2000/60/EF.

uol/lmu

Bilag A – ønsker om udvidelse af parametre i bekendtgørelse om analysekvalitet

Nedenstående ses en supplerende liste over ny parametre i den kommende revision af bekendtgørelse om analysekvalitet. Listen supplerer notat 2.1.

Jord

Flygtige kulbrinter, C6 – C10

Lette kulbrinter, C10 – C15

Lette kulbrinter, C15 – C20

Tunge kulbrinter, C20 – C35

Sum af kulbrinter, C6 – C35

Listen suppleres eventuelt af Miljøstyrelsen.

Slam

LAS (sum af lineære alkylbenzensulfonater)

NPE (sum af nonylphenol, nonylphenolmonoethoxylater og nonylphenoldiethoxylater)

PAH (sum af benz(a)pyren, acenaphthen, phenanthren, pyren, benzo(ghi)perylene, indeno(1,2,3-cd)pyren, benz(b)fluoranthren, benz(j)fluoranthren og benz(k)fluoranthren)

Di(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP)

Drikkevand

Methan

Fluoranthren

Trihalomethaner