

Årsberetning 2008

Referencelaboratoriet for miljøkemiske analyser er etableret i henhold til kontrakt mellem Miljøstyrelsen (nu overgået til By- og Landskabsstyrelsen) og Eurofins A/S. Første aftale blev indgået i 1976, og den er siden løbende blevet fornyet. Arbejdet i 2008 er udført i henhold til 3½-årig kontrakt med start 1. juli 2006.

Referencelaboratoriefunktionen dækker miljøkemiske analyser (bortset fra organiske specialanalyser) i alle prøvetyper, som indgår i den offentlige miljøkontrol, med undtagelse af luft.

Det er Referencelaboratoriets opgave inden for de beskrevne områder at vejlede laboratorier i Danmark, der udfører analyser inden for offentlig miljøkontrol. Referencelaboratoriet skal arbejde med forbedring af eksisterende analysemetoder og udvikling af nye analysemetoder samt deltage i standardiseringsarbejde. Referencelaboratoriet har desuden til opgave at bidrage til laboratoriernes analysekvalitet gennem kursusvirksomhed. Det er endelig Referencelaboratoriets opgave at vejlede modtagere af analyseresultater, f.eks. med hensyn til hvilken analysekvalitet der kan opnås med de enkelte analysemetoder.

Referencelaboratoriets arbejde overvåges af en styringsgruppe, som i 2008 bestod af følgende medlemmer:

- Lis Morthorst Munk, By- og Landskabsstyrelsen (formand)
- Henning Christiansen, Miljøcenter Odense (tidl.: Miljøcenter Ribe)
- Karin Dahlgren, By- og Landskabsstyrelsen
- Pia Lassen, Danmarks Miljøundersøgelser Århus Universitet, Afdeling for Miljøkemi og Mikrobiologi
- Sabina Lind, Mølleåværkets Driftslaboratorium
- Ulla Lund, Eurofins Miljø A/S
- Arne Kjær Sørensen, DANAK
- Jette Thønnings, Miljølaboratoriet I/S
- Niels Weibel, Eurofins Miljø A/S

Metodeundersøgelser

Der er ikke udført metodeundersøgelser i 2008.

Metodeudvikling

Metodedatablade

Referencelaboratoriet har løbende været i dialog med fagdatacentre under overvågningsprogrammet om revision af metodedatablade for næringsstoffer. Reviderede metodedatablade forventes udsendt i foråret 2009.



Effekt af prøveopbevaring

Transporttid og opbevaringstid inden analyse har været intensivt diskuteret bl.a. under udarbejdelse af metodedatablade. Den maksimale tid inden analyse kan have store praktiske konsekvenser, men effekten af transporten er kun begrænset belyst og hovedsageligt som undersøgelser foretaget af de enkelte laboratorier.

Referencelaboratoriet har siden 2005 gennemført undersøgelser af opbevaringsforhold for de mest ustabile parametre i spildevand, fersk overfladevand, grundvand, drikkevand og senest marint vand. Resultaterne af disse undersøgelser er inddraget i den igangværende revision af metodedatablade. Metodedatabladene er dog fortsat gældende med de nuværende krav, indtil alle undersøgelser er afsluttet.

INDHOLD

Årsberetning 2008	1
Arbejdsprogram 2009 for By- og Landskabsstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljøanalyser	4

REFLAB

Undersøgelserne i 2008 omfattede betydningen af tid inden filtrering og analyse for ammonium, nitrit+nitrat, orthophosphat og silikat i marint vand. Miljøcenter Ribe og Miljøcenter Odense assisterede med prøvetagning og feltmålinger. Undersøgelserne gav anledning til anbefaling af, at marine prøver skal filtreres straks efter ankomst til laboratoriet, og at de derefter kan opbevares køligt i op til 24 timer efter prøvetagning. I forhold til de øvrige prøvetyper, som Referencelaboratoriet har undersøgt, betyder disse anbefalinger skærpede krav til tidspunkt for filtrering og kortere opbevaringstid for marint vand. Anbefalingerne omfatter også opbevaring af reserveprøver til brug ved behov for gentagelse af analyse.

Filtrering af prøver til bestemmelse af ammonium

Referencelaboratoriets metodedatablade indeholder i øjeblikket bestemmelser for ammonium, som betyder, at marine prøver skal filtreres, og at øvrige prøvetyper ikke må filtreres. Grunden til den forskel er, at risikoen for kontaminering med ammonium er stor, hvorfor prøvehåndtering generelt mindskes mest muligt. Den tekniske anvisning for marin overvågning indeholder imidlertid bestemmelse om filtrering, og metodedatabladet følger den tekniske anvisning på dette punkt.

I forbindelse med undersøgelserne af opbevaring af marine prøver blev ammonium undersøgt både i filtreret og ufiltreret prøve for at afdække forskelle.

Undersøgelsen viste, at der ikke kunne påvises kontaminering ved filtrering, og at spredningen mellem gentagne analyser var

langt større for ufiltreret prøve end for filtreret. Dette gjaldt uanset om prøven ved en visuel inspektion var klar eller uklar. Samtidig kunne konstateres, at måleværdien for ammonium i de prøver, der var visuelt uklare, var højere end i filtreret prøve, formodentlig som følge af partiklers spredning af lyset under den spektrofotometriske måling.

Undersøgelserne i marint vand viste således, at det var muligt at foretage filtrering af prøver til bestemmelse af ammonium uden kontaminering fra filtre. Et andet risikomoment ved håndtering af prøver til ammoniumbestemmelse er krydskontaminering som følge af håndtering af prøver i forskellige koncentrationsniveauer tæt på hinanden. Referencelaboratoriet gennemførte med assistance fra Miljølaboratoriet I/S en undersøgelse for spildevand, hvor der blev håndteret både afløbsprøver (forholdsvis lav koncentration) og tilløbsprøver (forholdsvis høj koncentration) i samme analyseserier.

De supplerende undersøgelser understøttede resultaterne for marint vand, nemlig at det med det rette valg af filtre er muligt at filtrere prøver uden kontaminering med ammonium. Undersøgelserne viste desuden, at krydskontaminering ikke er et væsentligt risikomoment. Men undersøgelserne viste også, at et uhensigtsmæssigt valg af filter kan give anledning til tab eller kontaminering.

Resultaterne af undersøgelser bliver brugt i den igangværende opdatering af metodedatablad for ammonium.



REFLAB

Bestemmelse af usikkerhed for prøvetagning af spildevand

Referencelaboratoriet har i perioden 2005-2007 arbejdet med at identificere procedurer til bestemmelse af usikkerhed på prøvetagning i spildevand. Undersøgelserne har resulteret i en procedure for bestemmelse af usikkerheden på en stikprøve, herunder særlig bidraget fra den fysiske indretning af prøvetagningsstedet.

I 2008 har en arbejdsgruppe rådgivet Referencelaboratoriet med henblik på undersøgelser af den samlede usikkerhed på udtagning af en døgnprøve eller anden sammensat prøve af spildevand. Det forventes at gennemføre forsøg til belysning heraf i 2009.

Usikkerhedsbidrag fra forbehandling og delprøvetagning af jordprøver til metalanalyse

Da Referencelaboratoriet i 2006 udgav metodedatablad for bestemmelse af sporelementer i faste matricer, blev metode til udtagning af en repræsentativ delprøve ikke nærmere beskrevet. Årsagen hertil var, at den teknisk set optimale metode blev vurderet at være for dyr.

Referencelaboratoriet har nu undersøgt usikkerhedsbidraget fra forbehandling og delprøvetagning fra den metode, der foreskrives i øjeblikket i henhold til Vejledning fra Miljøstyrelsen nr. 13. Denne er sammenlignet med den teknisk set optimale løsning (ISO 11464) og en mellemløsning, som er beskrevet i en hollandsk standard.

Resultaterne viste, at delprøvetagning efter ISO 11464 gav væsentligt lavere spredning end delprøvetagning efter Vejledning nr. 13, og at de to procedurer gav sammenlignelige måleværdier. Tidsforbruget til ISO 11464 var ca. 10 gange så stort som til Vejledning nr. 13.

Proceduren beskrevet i en hollandsk standard gav noget lavere spredning end Vejledning nr. 13, men måleværdierne lå generelt højere. Tidsforbruget var ca. dobbelt så stort som til Vejledning nr. 13.

Prøverne, der blev anvendt ved undersøgelsen, var normale jordprøver, som laboratorier modtager til analyse. De var dermed væsentligt mindre findelte og homogeniserede end de referencprøver, der normalt anvendes ved laboratoriernes kvalitetskontrol. Undersøgelsen viste, at det kun er delprøvetagning efter ISO 11464, der i rimeligt omfang medfører en samlet spredning på analysen af almindelige jordprøver, der overholder de gældende krav i By- og Landskabsstyrelsens bekendtgørelse om analysekvalitet.

Hjemmeside

Referencelaboratoriet har siden starten af 2003 haft en hjemmeside (www.reference-lab.dk), hvorfra brugere kan finde information om Referencelaboratoriets arbejde og hente metoder, metodedatablade, rapporter, NYT fra REFLAB mv. Hjemmesiden opdateres løbende med ny rapporter, NYT fra REFLAB mv. Hjemmesiden er forsynet med en mulighed for at stille spørgs-

mål til Referencelaboratoriet. Spørgsmål af generel interesse vil blive gjort tilgængelige på hjemmesiden.

På hjemmesiden findes desuden mulighed for at tilmelde sig en tjeneste, som udsender besked på e-mail, når der revideres metodedatablade. En tilsvarende tjeneste findes, når der udkommer ny numre af NYT fra REFLAB.

Rådgivning vedrørende Bekendtgørelse nr. 1353

Referencelaboratoriet har bistået By- og Landskabsstyrelsen med teknisk rådgivning om krav til analysekvalitet. Det har omfattet rådgivning ved planlagt opdatering af faktuelle oplysninger i bekendtgørelse nr. 1353. Desuden har Referencelaboratoriet bidraget til arbejde med implementering af Kommissionsdirektiv om analysekvalitet for målinger i medfør af Vandrammedirektivet.

Vejledningsarbejde

Referencelaboratoriet udgav i 2008 to numre af NYT fra REFLAB, hvoraf det ene var Årsberetning for 2007 sammen med Arbejdsprogram for 2008.

NYT fra REFLAB indeholder annoncering af ændringer i metodedatablade, udgivelse af notater med tydeliggørelse af bestemmelser i bekendtgørelse nr. 1353 og andet med relation til krav vedrørende analysekvalitet.

Referencelaboratoriet ydede som hidtil bistand til laboratorier, kommuner og statslige miljøcentre, som fremsatte ønske om rådgivning.

Metodevurdering ved præstationsprøvninger

Referencelaboratoriet gennemfører vurdering af de anvendte metoder ved præstationsprøvning i det omfang datamaterialet tillader det. Metodevurderingerne anvendes ved workshops for laboratorierne og gengives i NYT fra REFLAB.

Der er ikke foretaget metodevurderinger i 2008.

Standardisering

Referencelaboratoriet har deltaget i Dansk Standards udvalgsarbejde vedrørende miljøkemiske analyser (S345), herunder særlig overvåget standardisering med indflydelse på krav til analysekvalitet og analysemetoder.



REFLAB

Arbejdsprogram 2009 for By- og Landskabsstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljøanalyser

Projektstyring

Projektstyring omfatter

- løbende kommunikation med By- og Landskabsstyrelsen
- udarbejdelse af arbejdsprogram
- faglig og tidsmæssig styring af Referencelaboratoriets aktiviteter
- ressourcestyring herunder udarbejdelse af forbrugsoversigter
- deltagelse i Referencelaboratoriets følgegruppe
- sekretariat for Referencelaboratoriets følgegruppe
- udarbejdelse af årsberetning for Referencelaboratoriet
- deltagelse i styringsgruppen for projektet "Kvalitetskontrol med prøver".

Rådgivning om udførelse af analyser og målinger

Vejledning til laboratorier og offentlige myndigheder

Referencelaboratoriet vil i begrænset omfang yde bistand til laboratorier eller offentlige myndigheder, der fremsætter ønske om rådgivning. Bistanden foregår normalt ved telefonisk rådgivning samt besvarelse af spørgsmål på Referencelaboratoriets hjemmeside.



Referencelaboratoriet deltager desuden i Arbejdsgruppen Vedrørende Analyse kvalitet (AVA-gruppen) ved det nationale overvågningsprogram.

Metodevurdering ved præstationsprøvninger

Præstationsprøvninger indeholder data, som kan anvendes til sammenligning af de anvendte analysemetoder. Referencelaboratoriet samler data fra flere runder af hver type præstationsprøvning afholdt af Eurofins Miljø A/S og foretager en overordnet vurdering af muligheden for at anvende data herfra til en vurdering af de anvendte metoder. Såfremt datamaterialet åbner mulighed herfor, foretages en statistisk sammenligning af analysekvaliteten af de anvendte metoder. Desuden sammenstilles den generelle analysekvalitet. Resultatet heraf publiceres i NYT fra REFLAB og i et notat til Referencelaboratoriets Styringsgruppe.

Tidsplan

Resultater for næringsstoffer og organisk stof i spildevand fra præstationsprøvninger 2002-2008 vurderes i april-maj 2009.

Standardmetoder for miljøkemiske analyser

Sporbarheden af miljøkemiske metoder, herunder prøvetagning, er for området nært tilknyttet anvendte standardmetoder. Referencelaboratoriet varetager opfølgning vedrørende standardmetoder i forhold til monitoring og lovgivningen på området. Dette omfatter overvågning af udkast og ændringsforslag til CEN og ISO metoder, samt vurdering i det omfang ISO eller CEN standarder skal implementeres i dansk lovgivning. Standarder kommenteres i begrænset omfang. Arbejdsområderne omfatter analysestandarder, prøvetagningsstandarder og kvalitetsstyring indenfor Referencelaboratoriets arbejdsområde.

Betydning af erstatning af DS-metoder med EN-metoder

Ved standardisering af metoder i EU-sammenhæng er standardiseringsorganisationerne i medlemslandene, herunder Danmark, forpligtet til at indføre de i CEN udarbejdede standarder som nationale standarder. Det betyder, at standarder, som er velindarbejdet i Danmark, efterhånden udgår som dansk standard. Det er derfor hensigtsmæssigt, at myndighederne også i deres arbejde anvender de ny standarder, i det omfang det er muligt.

Referencelaboratoriets arbejde med standardmetoder belyser, når der opstår behov for sådanne vurderinger.

Tidsplan

Der forventes ikke behov for belysning af ny EN-metoder i 2009.

REFLAB

Vejledende notater fra Referencelaboratoriet – Bekendtgørelse om analysekvalitet

I forbindelse med den bekendtgørelse nr. 1353 af 11. december 2006 har der vist sig behov for nærmere vejledning til anvendelse af Bekendtgørelsens bestemmelser. En række notater til tydeliggørelse af bekendtgørelsens bestemmelser blev udgivet i 2007 og 2008. Arbejdet fortsættes i 2009 efter behov.

Tidsplan

Efter behov og efter aftale med By- og Landskabsstyrelsen i hvert tilfælde.

Informations- og kursusvirksomhed

Almen orienteringsvirksomhed

Referencelaboratoriet deltager efter aftale med By- og Landskabsstyrelsen i fagmøder og lignende, hvor andre institutioner eller foreninger står for arrangementet. Referencelaboratoriet deltager med eller uden foredrag efter nærmere aftale.

Tidsplan

Aftales med By- og Landskabsstyrelsen i hvert enkelt tilfælde.

Nyt fra REFLAB

Informationer om arbejdet i Referencelaboratoriet publiceres som rapporter til By- og Landskabsstyrelsen og Referencelaboratoriets Styringsgruppe og eventuelle deltagere i arbejdet. Til almen orientering udarbejdes et resumé af rapporter og andet af inte-

resse for Referencelaboratoriets brugerkreds. Disse publiceres som artikler i NYT fra REFLAB. Referencelaboratoriets årsberetning offentliggøres i et nummer af NYT.

NYT publiceres alene elektronisk, og kan hentes fra Referencelaboratoriets hjemmeside. De personer og institutioner, der har udtrykt interesse herfor, modtager e-mail til information når et nyt nummer udkommer.

Tidsplan

NYT fra REFLAB 2009/1: Marts 2009. Årsberetning 2008 og Arbejdsprogram 2009.

NYT fra REFLAB 2009/2: August 2009.

NYT fra REFLAB 2009/3: December 2009.

Hjemmeside for Referencelaboratoriet

Referencelaboratoriet vedligeholder en hjemmeside med information om Referencelaboratoriets arbejde, mulighed for at hente metodedatablade og analysemetoder samt at stille spørgsmål. Siden revideres desuden efter aftale i Referencelaboratoriets Styringsgruppe.

Tidsplan

Hjemmesiden opdateres løbende med ny publikationer, når disse er godkendt af Referencelaboratoriets Styringsgruppe.

Metode- og analyseudvikling

Metodedatablade

Bestemmelse af kationer (Na, K, Ca, Mg) i overfladevand bør muligvis dækkes af et metodedat blad, som specificerer om prøven skal filtreres.



REFLAB

Metodedatablad for metaller i spildevand undtager bl.a. Sb, men der mangler et separat datablad for denne parameter.

Metodedatablad for orthophosphat revideres på basis af resultater fra undersøgelser af prøvestabilitet.

Herudover tages emner op efter aftale i Referencelaboratoriets Styringsgruppe.

Efter behandling i Referencelaboratoriets Styringsgruppe sendes datablade, der vedrører det nationale overvågningsprogram, til høring hos Fagdatacentrene.

Tidsplan

Metodedatablad for orthophosphat udarbejdes i januar. Øvrige metodedatablade udarbejdes i maj-juni 2009.

Effekt af prøveopbevaring

En undersøgelse af stabiliteten af uorganiske næringsstoffer i marint vand blev afsluttet i 2008 og et udkast til rapport udarbejdet. Rapporten afsluttes efter behandling i Referencelaboratoriet Styringsgruppe.

Tidsplan

Rapport færdiggøres i marts 2009.

Bekendtgørelse om analysekvalitet

Bekendtgørelse om analysekvalitet skal revideres i 2010 som følge af direktiv om kvalitetskrav til målinger i medfør af Vandrammedirektivet. Arbejde med de eksisterende bestemmelser om genfinding af korrekt indhold af kontrolprøver har desuden vist, at der er behov for en udredning som basis for indførelse af en stringent bestemmelse på området.

I forbindelse med arbejdet deltager Referencelaboratoriet sammen med By- og Landskabsstyrelsen og Danmarks Miljøundersøgelser i dialog med interessenter med henblik på at sikre at alle relevante synspunkter inddrages i valg af fremgangsmåde.

Målinger i medfør af Vandrammedirektivet

Flertallet af måleparametre, der dækkes af Vandrammedirektivet, er organiske mikroforureninger, og arbejdet udføres primært af Referencelaboratoriet for Organiske Specialanalyser. Referencelaboratoriet for Kemiske Miljøanalyser bidrager i relation til tværgående emner.

Bestemmelser om genfinding af korrekt indhold

Bestemmelserne om genfinding af korrekt indhold har medført adskillige henvendelser fra laboratorierne, både for bekendtgørelse nr. 637, bekendtgørelsen nr. 1353 og efterfølgende vejledende notat. I forarbejdet til den igangværende revision af bekendtgørelse om analysekvalitet blev det konstateret, at der ikke var tilstrækkeligt grundlag for udformning af en stringent bestemmelse.

Referencelaboratoriet indsamler og behandler derfor data til mere generel belysning af omfanget af problemer med overholdelse af krav til maksimal afvigelse ved lav koncentration. Herunder undersøges om størrelsen af afvigelse er væsentligt

afhængig af parameter og prøvetype. Det kan f.eks. gøres ved anvendelse af data om laboratoriernes analysekvalitet, som indsamles af de statslige miljøcentre i forbindelse med NOVANA. Muligvis findes tillige ældre data i datasystemet WINLAK, der blev udviklet af amterne. Desuden findes erfaring hos myndigheder, der er ansvarlige for overvågning, om graden af skift i tidsserier ved skift af laboratorium. Denne erfaring er formodentlig mindre tilgængelig, men den ville på værdifuld måde illustrere de praktiske konsekvenser af bias. Formålet med denne aktivitet er at skabe baggrund for fastlæggelse af størrelsen af maksimal afvigelse fra korrekt indhold som absolut værdi, herunder vurdere om det er hensigtsmæssigt at basere denne på et multiplum af sT max. Herved skabes der baggrund for på længere sigt at formulere konkrete krav til maksimal afvigelse fra korrekt indhold ved lave koncentrationer.

Tidsplan

Medvirken ved arbejdet med implementering af direktiv om analysekvalitet ved målinger i medfør af Vandrammedirektivet vil ske løbende efter behov.

Indsamling af data til støtte for formulering af krav til maksimal afvigelse fra korrekt indhold ved lave koncentrationer vil ske i første halvår med rapportering i oktober 2008.

Bestemmelse af usikkerhed for prøvetagning af spildevand

Referencelaboratoriet udarbejdede i 2002 et baggrundsmateriale til vurdering af usikkerhed ved spildevandsprøvetagning og udførte i 2005-2007 et praktisk forsøgsarbejde inklusive en sammenlignende prøvetagning omfattende den del af usikkerheden, der stammer fra prøvetagningsstedet og det opsatte prøvetagningsudstyr. En arbejdsgruppe gav i 2008 input til, hvorledes de resterende elementer i usikkerheden kunne belyses. Disse elementer er:

- Beskrivelse af repræsentativitet, både rumligt (over tværsnit på prøvetagningsstedet) og tidsligt (i hvilken grad beskriver de delprøver, der udgør en døgnprøve, den reelle gennemsnitskoncentration over et døgn).
- Størrelsen af usikkerhedsbidrag fra volumen af delprøver og flowmåling, og hvis relevant inddragelse af disse i den samlede usikkerhed for udtagning af en døgnprøve.

Arbejdsgruppen har anbefalet opstilling af et netværk over tværsnittet på et prøvetagningssted og samtidig prøvetagning i 6 – 10 udvalgte punkter. Herved belyses den rumlige komponent af repræsentativiteten. Al prøvetagning foretages flowproportionalt over et døgn med separat opsamling og analyse af de enkelte delprøver, der udgør den samlede døgnprøve. I udvalgte punkter foretages prøvetagningen med 3-4 gange så høj frekvens som nødvendigt i henhold til forskrifter for prøvetagning, således at det vil være muligt beregningsmæssigt at sammensætte 3 eller 4 døgnprøver i det enkelte prøvetagningspunkt, og derved belyse den tidlige komponent af repræsentativiteten. Referencelaboratoriet undersøger muligheden for anvendelse af online målere.

REFLAB



Usikkerhedsbidrag fra delprøvevolumen belyses ved udtagning af udvalgte delprøver i tærede beholdere og bestemmelse af det udtagne volumen ved vejning. Usikkerhed på flowmåling indsamles fra certifikater for flowmålere.

Det planlægges at anvende konsulentassistance fra Statistical Consulting Centre på DTU til databehandling herunder bidrag til planlægningen med henblik på at sikre, at de nødvendige data indsamles.

Resultaterne af de tidligere undersøgelser såvel som af de ovenfor beskrevne undersøgelser formidles via By- og Landskabsstyrelsens hjemmeside, ligesom rapport og artikel til NYT fra REFLAB vil blive udarbejdet.

Projektet afsluttes med en opsamlingen, hvor der lægges vægt på formidling til brugerne af metode til bestemmelse af prøvetagningsusikkerhed for spildevand.

Tidsplan

Detailplan forelægges Referencelaboratoriets Styringsgruppe på det første møde i 2009 med henblik på gennemførelse af forsøget i efteråret 2009. Tidspunkt for rapportering aftales i Styringsgruppen.

Metodeafprøvninger

Ingen.

Telefon: 70 22 42 66
Fax: 70 22 42 55
E-mail: uol@eurofins.dk
Adresse: Strandplanaden 110
2665 Vallensbæk Strand

www.reference-lab.dk