

Referencelaboratoriefunktionen varetages nu af Eurofins A/S

af Ulla Lund, Eurofins A/S

DHIs Kemisk Afdeling er fra 1. marts en del af MILJØ-KEMI gruppen under navnet Eurofins A/S. Afdelingen videreføres i Hørsholm som et selvstændigt selskab med kemisk laboratorium samt ydelser inden for områderne laborietablering, referencelaboratorier, præstationsprøvning og referencematerialer.

DHIs Kemisk Afdeling, nu Eurofins A/S, har siden 1976 varetaget funktionen som Miljøstyrelsens Referencelaboratorium, først som Vandkvalitetsinstituttet, ATV, siden som VKI, derefter DHI og nu Eurofins A/S.

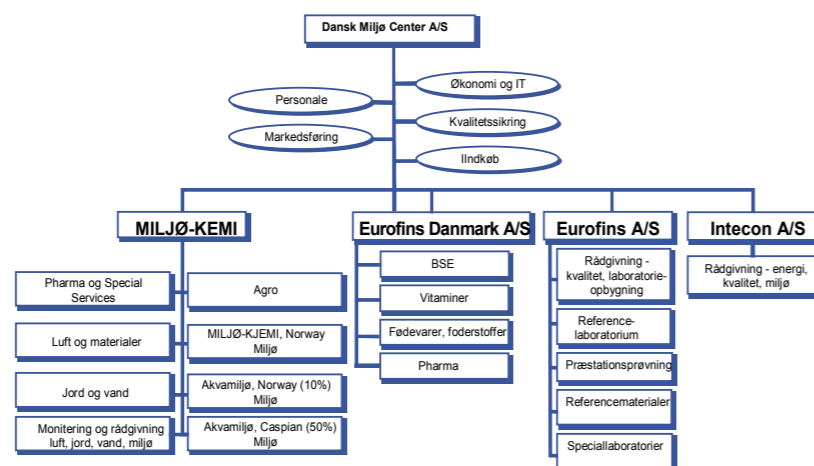
Arbejdet som Referencelaboratorium sker under tre-årige kontrakter med Miljøstyrelsen. De første mange år sluttedes kontrakterne ved direkte forhandling, mens de sidste to kontrakter har været i offentligt udbud.

Referencelaboratoriets arbejde ledes af en styregruppe, hvis aktuelle sammensætning fremgår af Årsberetningen for 2001 andetsteds i dette nummer af NYT. Miljøstyrelsen planlægger at øge deltagelsen af repræsentanter for laboratorierne.

Den enhed, som indtil 28. februar var DHIs Kemisk Afdeling, befinder sig organisatorisk som et selvstændigt selskab i MILJØ-KEMI gruppen: Eurofins A/S. Herved er der etableret uafhængighed mellem Referencelaboratoriets arbejde og MILJØ-KEMIs aktiviteter på markedet for laboratorieanalyser.

Samtidig foretages en ændring i Referencelaboratoriets arbejds gange med det formål yderligere at sikre fortroligheden for deltagere i Referencelaboratoriets metodeafprøvninger. Fremover afleveres resultater fra deltagelse i metodeafprøvninger ikke til Eurofins A/S i Hørsholm, men til KPMG. KPMG er et stort og anerkendt revisions selskab, og opgaven med at håndtere resultater fra metodeafprøvninger ligger i KPMGs Afdeling for Nye Forretningsværdier. Denne afdeling beskæftiger sig bl.a. med miljøledelse, arbejdsmiljø mv. Resultaterne håndteres derfor af medarbejdere, som har en kemisk baggrund, og dermed kan sikre, at eventuelle tvetydigheder afklares.

KPMG påfører resultaterne et kodenummer og opretter en



liste over kodenumre for hver metodeafprøvning. Denne liste sendes til Miljøstyrelsen. Efter påføring af kodenummer skilles resultatskemaerne i to dele, hvoraf KPMG opbevarer den del, der viser deltagerens identitet, og Eurofins A/S modtager den del, der indeholder resultaterne. KPMG fjerner tillige eventuel anden markering, som identificerer afsenderen af resultaterne, f.eks. afsendermarkering fra en fax-maskine.

Eurofins A/S har herefter kun den samme information som alle deltagere, nemlig kodenumre med tilhørende måleresultater og metodenumre.

Eurofins A/S producerer en rapport til deltagerne på præcis samme måde som hidtil. Rapporten med følgebrev trykkes af Eurofins A/S i det nødvendige antal eksemplarer og sendes til KPMG, som ved hjælp af kodelisten sammenkobler resultaterne for det enkelte kodenummer med deltagerens identitet. På den måde udsender KPMG rapporterne til deltagerne sammen med information til den enkelte deltager om eget kodenummer.

Spørgeskemaer, som lejlighedsvis udsendes af Referencelaboratoriet, vil blive behandlet på tilsvarende måde. Referencelaboratoriets øvrige aktiviteter har ikke tilsvarende elementer af fortrolighed omkring enkeltlaboratoriets data og forventes derfor fortsat efter samme principper som hidtil.

Eurofins A/S vil ligeledes anvende metoden til sikring af fortrolighed omkring deltagerens resultater på de præstationsprøvninger, som Eurofins A/S arrangerer under

Årsberetning 2001

Referencelaboratoriet for miljøkemiske analyser er etableret i henhold til kontrakt mellem Miljøstyrelsen og DHI. Første aftale blev indgået i 1976, og den er siden løbende blevet fornyet. Arbejdet i 2001 er foretaget under en treårig kontrakt med start 1. juli 2000.

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 ny 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 2001 bestod af følgende medlemmer:

Janne Forslund, Miljøstyrelsen (formand)
 Kirsten J. Andersen, DHI Institut for Vand og Miljø
 Karin D. Laursen, Miljøstyrelsen
 Sabina Lind, Mølleåværkets Driftslaboratorium
 Ulla Lund, DHI Institut for Vand og Miljø
 Hans Mosbæk, Danmarks Tekniske Universitet, Miljø og Ressourcer
 Dan Møller, Ribe Amt
 Bente Nyeland, Danmarks Miljøundersøgelser, Afdeling for Miljøkemi
 Arne Kjær Sørensen, Erhvervsfremme Styrelsen, DANAK
 Bjarne Westerberg, Danfoss A/S

Metodeundersøgelser Biokemisk oxygenforbrug i rensset spildevand

Renseanlæggenes evne til rensning for organisk stof er øget betydeligt gennem en årrække, og kravene til BOD i rensset spildevand er skærpet. Det medfører samtidig et behov for analyse af lave koncentrationer af BOD. Det har vist sig vanskeligt, og Referencelaboratoriet gennemførte i 2000 en metodeundersøgelse på eget laboratorium med henblik på at identificere punkter i BOD-metoderne, som kunne præciseres nærmere med øget sammenlignelighed mellem laboratorier til følge.

Undersøgelsen omfattede udvikling af en variant af DS/EN 1899-2 (Biokemisk oxygenforbrug. Metode uden fortynding) og sammenligning af denne med DS/EN 1899-1 (Biokemisk oxygenforbrug. Fortyndingsmetode med podning og tilsætning af N-allylthiourinstof). Den modificerede

metode er ændret i forhold til DS/EN 1899-2 ved at der tilsættes N-allylthiourinstof og tillades fortynding op til en faktor 3,5. Med disse modifikationer ville metoden være egnet i kontrol af rensset spildevand, idet nitrifikationen er hæmmet, og metodens måleområde er 0,5 til 15 mg/L O₂.

Metodeundersøgelsen viste sammenlignelig præcision ved de to metoder, mens den modificerede DS/EN 1899-2 gav lavere resultater end DS/EN 1899-1.

De gennemførte præstationsprøvninger giver ikke materiale til at sammenligne fortyndingsmetode og metode uden fortynding for spildevand, idet stort set alle laboratorier hidtil har anvendt fortyndingsmetoden. For fersk overfladevand ses resultater, der bekræfter resultaterne af metodeundersøgelsen om end datagrundlaget er spinkelt.

I 2001 blev arbejdet suppleret med udarbejdelse af et usikkerhedsbudget for de oxygenmålinger, der indgår i BOD-målingen. Formålet hermed var at belyse, om BOD-metoden detektionsgrænse usikkerhed og dermed detektionsgrænse i det væsentlige er bestemt af usikkerheden på oxygenmålingerne.

Resultatet viste, at usikkerheden på oxygenmålingen er bestemmende for den samlede usikkerhed ved BOD-måling uden fortynding, f.eks. i henhold til DE/EN 1899-2. I præstationsprøvninger, hvor laboratorierne har anvendt

INDHOLD

Årsberetning 2001	1
Referencelaboratoriefunktionen varetages nu af Eurofins A/S	4

Telefon: 70 22 42 30
 Fax: 70 22 42 55
 E-mail: uol@eurofins.dk
 Adresse: Agern Allé 11, DK-2970 Hørsholm

fortyndingsmetoden, f.eks. i henhold til DS/EN 1899-1, ses som forventeligt større spredning som følge af, at der indgår flere trin i analysen.

Detektionsgrænsen for BOD-måling uden fortynding kan derfor ikke reduceres.

Prøvetagning og forbehandling af jordprøver til metalanalyse

Referencelaboratoriet har foretaget en sammenstilling af eksisterende standarder, vejledninger og anden litteratur om metoder til forbehandling af jordprøver til metalanalyse. Forbehandling omfatter eventuel tørring, neddeling og udtagning af delprøve til analyse. Formålet med arbejdet er at bidrage til en beskrivelse af usikkerhedsbidrag fra forbehandlingen.

Rapporten indeholder en nærmere diskussion af Miljøstyrelsens vejledning nr. 13: prøvetagning og analyse af jord samt ISO 11464: Soil Quality - Pretreatment of Samples for Physico-Chemical Analysis.

Desuden er foretaget en begrænset undersøgelse af indflydelsen af formalin og fraktionering på middelværdi og spredning for analyse af seks udvalgte sporelementer. Undersøgelsens resultater var ikke entydige. Rapporten giver anbefaling til nærmere undersøgelser til belysning af usikkerhedsbidrag fra forbehandling.

Bestemmelse af olie i jord

I forbindelse med en præstationsprøvning for olie i jord (SOLID-9, 2001-5) foretog Referencelaboratoriet en metodeundersøgelse ved udsendelse af ekstra prøver og et spørgeskema til de deltagende danske laboratorier.

Resultatet viste, at analysekvaliteten generelt er forbedret i forhold til den foregående præstationsprøvning i 1999. Desuden er tidligere forskelle i ekstraktionseffektivitet mellem laboratorierne stort set elimineret.

Til gengæld viste resultaterne også, at der er store forskelle i den gaschromatografiske ydeevne mellem laboratorierne, og disse forskelle har betydning for kvaliteten af slutresultatet af bestemmelsen af oliekomponenter. Undersøgelsen tyder således på, at en forbedring af den generelle analysekvalitet kan ske ved en forbedring af de gaschromatografiske forhold på en del laboratorier.

Nitrifikationshæmningstest ved brug af ISO 9509

Den standardiserede nitrifikationshæmningstest, ISO 9509, er kritisabel på en række punkter. Der er derfor gennem årene introduceret flere modifikationer, hvilket har ført til uvished, om det er den samme version, der anvendes på forskellige laboratorier.

Referencelaboratoriet gennemførte i 2000 en afklarende metodeundersøgelse på eget laboratorium samt supplerende undersøgelser i 2001. Undersøgelsen omfattede

- test med ISO-medium og modificeret ISO-medium
- test af letomsætteligt stof ved to forskellige oxygen-niveauer
- test af ammoniumkoncentrationens effekt på nitrifikationen
- betydning af prøveopbevaring og optøningsprocedure

Resultaterne viste, at modificeret ISO-medium ikke indebærer fordele, og det anbefales derfor fremover at anvende ISO-medium.

Oxygenkoncentrationen og beluftningsintensiteten har afgørende betydning for testresultatet. ISO 9509 foreskriver en mindstekoncentration for oxygen på 2 mg/L. Denne koncentration kan være vanskelig at styre under testen, og der er alvorlig risiko for hæmning på grund af oxygenbegrænsning. Det anbefales derfor at udføre testen ved oxygenmætning. Det vil forbedre sammenligneligheden af data, men det vil ikke være muligt at overføre testresultatet direkte til nitrifikationshæmning i renseanlægget, da renseanlæg normalt drives ved et oxygenindhold omkring 1 mg/L.

Høj ammoniumkoncentration hæmmer nitrifikationen, og visse slamtyper kan blive hæmmet allerede ved den i ISO-standardens anbefalede maksimumgrænse. På baggrund af de udførte forsøg anbefales det, at koncentrationen af ammonium+ammoniak højst må være 75 mg/L.

Prøver til analyse af nitrit + nitrat kan opbevares ved frysning. Det er vigtigt, at optøningen gennemføres hurtigt og kontrolleret, således at prøverne ikke henstår opvarmede inden analyse.

Slamkoncentrationen har afgørende betydning for testresultatet også efter normalisering af resultatet mod slamkoncentrationen. Det er derfor vigtigt for sammenlignelige resultater, at slamkoncentrationen holdes konstant.

Bestemmelse af olie/fedt i spildevand

Olie/fedt i spildevand er hidtil bestemt ved anvendelse af DS/R 208 fra 1980. Denne metode foreskriver ekstraktion med tetrachlormethan og efterfølgende inddampning og gravimetrisk bestemmelse. Tetrachlormethan er blevet erstattet af freon af arbejdsmiljømæssige årsager, men begge opløsningsmidler er i dag uønskede i miljøet. ISO har udarbejdet en metode, hvor ekstraktionsmidlet er en letflygtig kulbrinte, f.eks. pentan, hexan eller petroleumsether (ISO 9377-1).

Referencelaboratoriet har foretaget undersøgelser og indsamlet materiale til belysning af anvendeligheden af ISO 9377-1 under danske forhold.

Undersøgelsen har vist, at ekstraktionsudbyttet ved anvendelse af pentan er af samme størrelsesorden som ved ekstraktion med tetrachlormethan eller freon.

Ved oprensning til fjernelse af polære forbindelser »fedt« anvendes i ISO 9377 Florisil, hvor DS/R 208 anvendte aluminiumoxid. Florisil har vist sig mere effektiv til fjernelse af polære forbindelser, men fjerner også de tunge, mere tjæreagtige forbindelse i fuelolie. I renere olietyper, f.eks. diesel, ses tæt på 100% genfinding efter oprensning.

ISO 9377-1 angiver, at forbindelser med kogepunkt under 250°C ikke medbestemmes. Dette bekræftes af Referencelaboratoriets undersøgelser.

Rådgivning ved revision af Bekendtgørelse nr. 637

Miljøstyrelsen arbejder på revision af Bekendtgørelse nr. 637 om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer m.v. Referencelaboratoriet har som støtte til dette arbejde samlet data fra præstationsprøvninger. Sammenstillingen er anvendt til at vurdere, om eksisterende krav i bekendtgørelse nr. 637 kan forventes honoreret af flertallet af laboratorier, og om der findes data som kan støtte udvikling af kvalitetskrav på områder, hvor de i øjeblikket ikke findes.

Vejledningsarbejde

Referencelaboratoriet udgav i 2001 to numre af NYT fra REFLAB og udarbejdede desuden en årsberetning for 2000 og et arbejdsprogram for 2001, som er anvendt af Referencelaboratoriets Styringsgruppe.

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

Foredrag og kurser

Referencelaboratoriet afholder workshops for laboratorierne som opfølgning på afsluttede præstationsprøvninger. I 2001 blev afholdt en workshop for målinger af næringsstoffer og organisk stof i ferskvand med deltagelse af danske miljølaboratorier, som havde deltaget i de seneste præstationsprøvninger, samt DMUs Fagdatacenter for ferskvand og DMUs Overvågningssektion.

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. I 2001 er foretaget metodevurdering for næringsstoffer i ferskvand, organisk stof, phosphorpara-

metre og suspenderet stof i spildevand samt metaller i drikkevand.

Metodedatablade

Referencelaboratoriet og brugere af laboratedata har gennem længere tid konstateret, at målinger, som i princippet er veldefinerede enten ved et specifikt stof eller en bestemt metode, alligevel har givet resultater, som ikke var sammenlignelige mellem forskellige laboratorier. For en række parametre har det vist sig, at forskellen kan henføres til prøvernes forbehandling inden analyse. Forbehandling kan f.eks. være filtrering/centrifugering, konservering eller prøveopbevaring.

Der er udarbejdet et koncept for metodedatablade, som er til diskussion i Referencelaboratoriets styringsgruppe og blandt brugere af analysedata. Desuden er udarbejdet udkast til metodedatablade for ammonium, nitrit+nitrat, nitrit og total nitrogen.

Standardisering

Referencelaboratoriet har deltaget i Dansk Standards udvalgsarbejde vedrørende miljøkemiske analyser (S345) samt i begrænset omfang kommenteret forslag til danske og europæiske standarder.

Nationalt og internationalt arbejde

Referencelaboratoriet har fortsat løbende kontakt til en række laboratorier, som har viden inden for specielle områder.

DHI deltager jævnligt i interlaboratorieundersøgelser arrangeret af de øvrige nordiske referencelaboratorier, samt KIWA, Holland, og QUASIMEME som et led i laboratoriets kvalitetsstyring.

I februar 2001 deltog Referencelaboratoriet i ICES-/HELCOM-styringsgruppen for kvalitetssikring af kemiske analyser i forbindelse med det baltiske havovervågningsprogram.

