

Nationalt og internationalt arbejde

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

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

Hjemmeside

Referencelaboratoriet har i 2002 arbejdet på etablering af en hjemmeside, hvorfra brugere nemt kan finde information om Referencelaboratoriets arbejde og hente metoder, metodetablade, rapporter, NYT fra REFLAB mv. Hjemmesiden finder du på adressen www.reference-lab.dk

ÅRSBERETNING 2002

Referencelaboratoriet for miljøkemiske analyser er etableret i henhold til kontrakt mellem Miljøstyrelsen og Eurofins A/S. Første aftale blev indgået i 1976, og den er siden løbende blevet fornyet. Arbejdet i 2002 er foretaget under en treårig kontrakt med start 1. juli 2000. Kontrakten blev pr. 1. januar 2002 overdraget fra DHI - Institut for Vand og Miljø til Eurofins A/S.

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 - fx med hensyn til, hvilken analysekvalitet, der kan opnås med de enkelte analysemetoder.

Referencelaboratoriets arbejde overvåges af en styringsgruppe, som i 2002 bestod af følgende medlemmer:

Janne Forslund, Miljøstyrelsen (formand)
Kirsten J. Andersen, Eurofins A/S
Pia Lassen, Danmarks Miljøundersøgelser, Afdeling for Miljøkemi og Mikrobiologi
Karin D. Laursen, Miljøstyrelsen
Sabina Lind, Mølleåværkets Driftslaboratorium
Ulla Lund, Eurofins A/S
Dan Møller, Ribe Amt
Kenneth Due Nielsen, A/S Analycen
Leif Rasmussen, Miljølaboratoriet Storkøbenhavn I/S
Arne Kjær Sørensen, DANAK

Dette nummer af »NYT fra REFLAB« er det sidste, som udsendes med posten. Fremover kan du finde informationen på vores hjemmeside. Hvis du vil være sikker på at modtage besked om dette, beder vi dig udfylde og sende vedlagte interessekort. Så sender vi dig en email, når der lægges nyhedsbreve ind på siden.

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

Metodeundersøgelser

Biokemisk oxygenforbrug i rensed spildevand

Referencelaboratoriet afprøvede i 2000 og 2001 en modificeret metode til bestemmelse af BOD i rensed spildevand for at imødekomme behovet for analyse af lave koncentrationer af BOD. Metoden blev afprøvet ved en interlaboratorieundersøgelse i 2002.

I metodeafprøvningen deltog 8 laboratorier, hvoraf alle ikke havde ressourcer til at analysere alle prøver. Antallet af deltagere ved de enkelte prøver varierede derfor mellem 5 og 8. Der blev analyseret i alt 7 prøver, hvoraf én var en blindprøve. Resultatet viste en middelfinding på 92% af en blanding af lige dele glucose og glutaminsyre, varierende fra 86% til 100%.

Reproducerbarhedsstandardafvigelsen (standardafvigelsen inden for ét laboratorium) var 0,05 - 0,09 mg/L O₂ ved koncentration omkring 1 mg/L O₂ og 1 - 9 % i området 4 - 15 mg/L O₂. Dette betyder, at detektionsgrænsekraft på 0,5 mg/L O₂ med sikkerhed kan overholdes.

Reproducerbarhedsstandardafvigelsen (den totale standardafvigelse) var 0,1 - 0,2 mg/L O₂ i koncentrationsområdet 0,2 - 1 mg/L O₂ og 6 - 9 % ved koncentrationer mellem 4 og 15 mg/L O₂.

Præcision og detektionsgrænse er fuldt tilfredsstillende til formålet. Middelfindingen er forholdsvis lav, og Referencelaboratoriet vil i den kommende tid indsamle erfaringer fra præstationsprøvninger til at belyse korrektheden i sammenligning med fortyndingsmetoden (DS/EN 1899-1).

Metoden udgives som metode fra Referencelaboratoriet.

INDHOLD

Metodeundersøgelser	1
Rådgivning ved revision af bekendtgørelse nr. 637.....	3
Vejledningsarbejde	3
Metodevurdering ved præstationsprøvninger	3
Metodedatablade	3
Standardisering	3
Nationalt og internationalt arbejde	4
Hjemmeside	4

Prøvetagning og forbehandling af jordprøver til metalanalyse

Referencelaboratoriet foretog i 2001 en sammenstilling af eksisterende standarder, vejledninger og anden litteratur om metoder til forbehandling af jordprøver til metalanalyse. Arbejdet blev i 2002 suppleret med en spørgeskemaundersøgelse til belystning af praksis på området.

Resultatet af undersøgelse var, at der er stor forskel både i krav til forbehandling og i den forbehandling, der i praksis foretages på laboratorierne.

Referencelaboratoriet har på den baggrund anbefalet en revision af Vejledning fra Miljøstyrelsen nr. 13 "Prøvetagning og analyse af jord".

Bestemmelse af olie i jord

Referencelaboratoriet havde planlagt en workshop om olie i jord baseret på præstationsprøvninger og metodeundersøgelse afholdt i 2001 og 2002. Aktiviteten er imidlertid blevet udsat til 2003 for at sikre at al information om igangværende metodeundersøgelser er til rådighed. Samtidig er det vedtaget at udvide workshoppen til også at omfatte olie i andre matricer, dvs drikkevand og spildevand.

Nitrifikationshæmningstest ved brug af ISO 9509

Referencelaboratoriet arbejdede i 2000 og 2001 med opdatering af specifikationer til anvendelse af DS/EN ISO 9509 til bestemmelse af nitrifikationshæmning. Modifikationerne blev indarbejdet i den eksisterende standard.

Referencelaboratoriet afholdt en laboratoriedag om emnet den 4. december med deltagelse fra 10 laboratorier, foruden Referencelaboratoriet. Det var dog ikke alle deltagende laboratorier, som udfører testen, og det var uklart, i hvilket omfang der kunne stilles ressourcer til rådighed for en afprøvning af den modificerede metode. Referencelaboratoriet har udarbejdet to forslag til afprøvning af den modificerede metode ved interlaboratorieundersøgelse. De to forslag dækker en netop tilstrækkelig afprøvning, som dog indebærer en risiko for at resultatet kan blive uklart, og et mere omfattende forslag, som derved giver bedre sikkerhed for klare konklusioner. Mulighederne for videre arbejde undersøges i starten af 2003.

Udredning, metaller i ferskvand

Det nationale overvågningsprogram, NOVA 2003, indebærer bestemmelse af indholdet af tungmetaller i ferskvand. Bestemmelse skal omfatte summen af opløst og partikelbundet metal. Dette kan give analysetekniske vanskeligheder, idet bl.a. forbruget af syre til opløsning kan betyde blindværdier, som umuliggør opnåelse af de ønskede detektionsgrænser.

Referencelaboratoriet har foretaget en vurdering af mulighederne for at opnå tilstrækkelige detektionsgrænser og fundet, at en direkte opløsning af vandprøven giver tilstrækkelig lav detektionsgrænse med kommercielt tilgængelige syrekvalite-

ter for visse, men ikke alle metaller. Foretages en filtrering af prøven med efterfølgende separat bestemmelse af den opløste og den partikelbundne fraktion, opstår problemer som følge af kontaminering.



Referencelaboratoriet kan samtidig konstatere, at der er behov for særlig opmærksomhed på kontamineringsrisici ved prøvetagning for disse prøver.

Prøveomfanget er begrænset og Referencelaboratoriet anbefaler, at analyserne koncentrerer på ét laboratorium, som løser analysetekniske problemer.

Forarbejde til bestemmelse af usikkerhed ved prøvetagning af spildevand

DHI har for Referencelaboratoriet gennemført en udredning som baggrund for bestemmelse af usikkerhed ved prøvetagning af spildevand. Udredningen gennemgår forskellige modeller for bestemmelse af usikkerhed:

- bestemmelse af de enkelte usikkerhedskomponenter og opstilling af usikkerhedsbudget
- bestemmelse af samlet usikkerhed ved forsøg i laboratorieopstilling

- bestemmelse af usikkerhed ved standardiseret opstilling på et konkret anlæg.

Den sidste model er valgt til videre undersøgelse, idet den er vurderet at give det mest realistiske resultat. En afprøvning af denne model er planlagt i 2003.



Usikkerhed ved prøvetagning i havvand

Referencelaboratoriet har sammenstillet eksisterende viden om prøvetagning i havvand, hvoraf en stor del findes i interne rapporter fra en række institutioner i Danmark og udlandet.

Som konklusion på undersøgelsen er det anbefalet

- at udtage dobbeltprøver og analysere disse til belystning af prøvetagningsusikkerhed
- at undlade dobbeltbestemmelse på enkeltprøver da analyseusikkerheden normalt er begrænset i forhold til prøvetagningsusikkerhed og i øvrigt belyst ved intern kvalitetskontrol

Desuden er givet en række anbefalinger til forbedring af selve prøvetagningsprocessen.

Rådgivning ved revision af Bekendtgørelse nr. 637

I forbindelse med Miljøstyrelsens arbejde med revision af Bekendtgørelse nr. 637 er fremkommet oplysninger, som viser stor forskel på laboratoriernes håndtering af intern kvalitetskontrol. Referencelaboratoriet har derfor indbudt til en laboratoriedag med kvalitetskontrol som emne. Laboratoriedagen afholdes i Februar 2003.

Vejledningsarbejde

Referencelaboratoriet udgav i 2002 tre numre af NYT fra REFLAB, hvoraf den ene var Årsberetning for 2001. Desuden er udarbejdet et arbejdsprogram for 2002, som er anvendt af Referencelaboratoriets Styringsgruppe.

Referencelaboratoriet ydede som hidtil bistand til laboratorier, kommuner og amtskommuner, 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.

Metodedatablade

Referencelaboratoriet har udarbejdet et koncept for metodedatablade, som efter diskussioner i Referencelaboratoriets Styringsgruppe og med brugere af analysedata blev endeligt fastlagt i 2002. I 2002 er udarbejdet udkast til metodedatablade for BOD og behovet for COD og NVOC er vurderet.

Standardisering

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

