

## Årsberetning 2003

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 2003 er foretaget under en treårig kontrakt med start 1. juli 2000. Kontrakten er forlænget til udgangen af 2003.

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 2003 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

### INDHOLD

Årsberetning .....	1
Metodeundersøgelser .....	1
Metodeudvikling .....	2
Hjemmeside .....	3
Rådgivning ved revision af bekendtgørelse nr. 637 .....	3
Vejledningsarbejde .....	3
Metodevurdering ved præstationsprøvnings .....	3
Metodedatablade .....	3
Standardisering .....	3
Nationalt og internationalt arbejde ..	3
Referencelaboratoriets arbejdsprogram, januar-juni 2004 .....	4

## Metodeundersøgelser

### 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, og det resulterende metodeforslag blev diskuteret på en laboratedag i 2002.

I 2003 afholdt Referencelaboratoriet en afprøvning af metodeforslaget ved en interlaboratorieundersøgelse. Den metodetekniske del af afprøvningen blev forestået af DHI - Institut for Vand og Miljø i forlængelse af det tidligere arbejde, som også var udført af DHI. Referencelaboratoriet varetog organisering af interlaboratorieundersøgelsen.

I alt seks laboratorier, inklusive DHI, deltog i metodeundersøgelsen. Antallet af data for hver prøve var imidlertid mindre enten som følge af manglende ressourcer, mislykkede tests eller at forskriften ikke blev fulgt. De statistiske parametre er derfor behæftet med større usikkerhed end ønskeligt.

Resultatet af undersøgelsen er, at variationen mellem laboratorier ved den modificerede metode er forholdsvis stor, men ikke væsentligt større end det normalt ses ved økotoksikologiske tests. De begrænsede data, der er til rådighed, tyder på, at sammenligneligheden mellem laboratorier ikke påvirkes væsentligt af, om laboratorierne anvender samme eller forskellige slam ved testen.



Undersøgelsen gav anledning til anbefaling om forbedret temperaturkontrol under testforløbet og øget fokus på opbevaring og forberedelse af prøver til de analyser (nitrit+nitrat), som danner grundlag for testresultaterne.

Metoden udgives som metode fra Referencelaboratoriet, selv om det statistiske grundlag for bestemmelse af metodens kvalitetsparametre ikke er så godt, som det kunne ønskes. De data, der er opnået under DHIs arbejde med metoden, og den kvalitet, der fremgår af metodeundersøgelsen, tyder imidlertid på, at modifikationen er en forbedring. Det er derfor valgt at sikre udnyttelse af de opnåede erfaringer ved at udgive metoden og at bringe den videre til de internationale standardiseringsorganisationer.

# REFLAB

## Metodeudvikling

### Forarbejde til bestemmelse af usikkerhed ved prøvetagning af spildevand

DHI gennemførte i 2002 for Referencelaboratoriet en udredning som baggrund for bestemmelse af usikkerhed ved prøvetagning af spildevand. Det var planlagt, at arbejdet skulle fortsætte i 2003, men af ressourcemæssige grunde er det udskudt.

### Udredning, metaller i ferskvand

Det nationale overvågningsprogram, NOVANA, 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 oplukning kan betyde blindværdier, som umuliggør opnåelse af de ønskede detektionsgrænser.

Referencelaboratoriet udførte i 2002 en udredning af mulighederne for at opnå tilstrækkelige detektionsgrænser. Arbejdet resulterede i en anbefaling af at lade arbejdet, som er af begrænset omfang, udføre på ét laboratorium, som skulle løse de analysetekniske problemer. Denne løsning viste sig ikke at være praktisk gennemførlig. Referencelaboratoriet har derfor fortsat arbejdet og givet anbefalinger vedrørende valg af syre-kvalitet for at opnå de ønskede detektionsgrænser.

### Mulig erstatning af COD med NVOC ved afløbskontrol

Mængden af organisk materiale i afløbsvand fra renseanlæg måles i dag ved brug af parameteren COD ( $COD_{Cr}$ , kemisk iltforbrug ved chromatmetoden). Da denne metode har betydelige analyse-, miljø- og arbejdsmiljø-ulemper, har Referencelaboratoriet undersøgt, om det er muligt at fastlægge en omregningsfaktor mellem COD og NVOC (Ikke-flygtigt organisk kulstof), således at NVOC kan erstatte COD.

Fem kommunale renseanlæg deltog i forsøget, hvor COD blev målt af renseanlæggene ved test kit metoder, og NVOC blev målt af Referencelaboratoriet ved højtemperaturoxidation ifølge DS/EN 1484. I undersøgelsen indgik desuden analyser af COD i henhold til DS 217 udført af det laboratorium, som normalt udfører kontrolanalyser for renseanlæggene, og bestemmelse af TOC ved en test kit metode.

Resultaterne viser, at omregningsfaktor fra NVOC til COD for det enkelte anlæg varierer fra 2,46 til 3,23 (gennemsnit 2,94), med en usikkerhed, givet som 1 standardafvigelse, på 5-10% inden for det enkelte anlæg. Resultaterne viser endvidere, at en måleperiode på tre uger (15 resultater) ikke vil være nødvendig. Samme resultater opnås efter kun fem-ti målinger. Dobbeltbestemmelse er heller ikke nødvendig. Resultaterne er sammenlignelige med dem fra lignende anlæg i Tyskland og Norge.

En protokol for fastlæggelse af en omregningsfaktor for det enkelte anlæg er blevet udarbejdet, hvor der anbefales måling af COD og NVOC over ti dage. Efter fastlæggelse af en omregningsfaktor kan kontrol af anlægget efterfølgende foretages ved analyse af NVOC. Hvis kontrol med NVOC giver resultater så tæt på anlæggets kravværdi for udledning, at usikkerheden på omregningsfaktoren får betydning for at afgøre, om kravvær-

dien er overholdt, skal kontrollen suppleres med bestemmelse af COD.

### Bestemmelse af olie i spildevand

Bestemmelse af olie/fedt i spildevand er hidtil sket med anvendelse af enten DS/R 208 (gravimetrisk bestemmelse) eller DS/R 209 (IR-fotometrisk bestemmelse). Begge metoder er trukket tilbage af Dansk Standard med den begrundelse, at de benytter tetrachlormethan som ekstraktionsmiddel. Tetrachlormethan og alternative freon, der hidtil er anvendt af danske laboratorier, er ozonlagsnedbrydende stoffer, som ikke kan anvendes i henhold til Montreal protokollen. Det er endvidere nu ikke mere muligt at opnå tilladelse til at købe de to opløsningsmidler, så laboratorierne er også derfor nødt til at finde en anden løsning.

Da de to metoder således ikke mere kan anvendes, har Miljøstyrelsen skrevet til de danske kommuner og miljølaboratorier og givet anbefalinger til en løsning af problemerne.

Til bestemmelse af fedtfraktionen – dvs. vegetabilsk og animalsk olie/fedt – har Miljøstyrelsen i første omgang foreslået anvendelse af DS/R 208 med udskiftning af ekstraktionsmidlet til pentan. Dette har imidlertid vist sig at give praktiske vanskeligheder pga. emulsionsdannelse og dårlig faseadskillelse.

Referencelaboratoriet har derfor indsamlet eksisterende viden fra danske og udenlandske laboratorier om en alternativ bestemmelse ved IR-fotometri under anvendelse af tetrachlorethylen som ekstraktionsmiddel. Referencelaboratoriet har desuden foretaget en mindre laboratorieundersøgelse af ekstraktionsudbytte med tetrachlorethylen og en sammenligning mellem aluminiumoxid og Florisil som kolonnemateriale ved oprensning.

Arbejdet resulterede i en anbefaling af at modificere den udgåede DS/R 209 ved anvendelse af tetrachlorethylen som ekstraktionsmiddel og erstatning af aluminiumoxid med Florisil som kolonnemateriale ved oprensning. Den anbefalede modifikation forventes afprøvet ved interlaboratorieundersøgelse i 2004.

### Bestemmelse af olie i jord

Referencelaboratoriet startede i 2003 planlægning af en metodeafprøvning ved interlaboratorieundersøgelse for bestemmelse af olie i jord i henhold til en metode, som er udviklet under et projekt finansieret af Miljøstyrelsen. Metodeundersøgelsen forventes afholdt i første halvår af 2004.

# REFLAB

## Hjemmeside

Referencelaboratoriet etablerede i 2002 en hjemmeside, hvorfra brugere kan finde information om Referencelaboratoriets arbejde og hente metoder, metodedatablade, rapporter, NYT fra REFLAB mv. Hjemmesiden blev startet i 2003 og opdateres løbende med nye rapporter, NYT fra REFLAB mv.



## 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 afholdt en laboratoriedag med kvalitetskontrol som emne. Referencelaboratoriet har desuden udarbejdet oversigt til Miljøstyrelsen over anonymiserede data fra intern kvalitetskontrol, som Miljøstyrelsen har modtaget.

## Vejledningsarbejde

Referencelaboratoriet udgav i 2003 tre numre af NYT fra REFLAB, hvoraf det ene var Årsberetning for 2002. Årsberetningen for 2002 var det sidste nummer af NYT fra REFLAB, som blev udgivet på papir. Fra nr. 2003/2 udgives NYT alene på Referencelaboratoriets hjemmeside, og interesserede modtager besked på e-mail, når ny numre udkommet.

Desuden er udarbejdet et arbejdsprogram for 2003, 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.

I 2003 er foretaget metodevurdering i følgende sammenhænge:

- Ammonium, nitrit+nitrat, total nitrogen, konduktivitet og pH i tilløbsvand til renseanlæg.
- Sporelementer i slam og sediment.

## Metodedatablade

Arbejdet med metodedatablade har i 2003 været koncentreret om at afklare indholdet med fagdatacentre. Alle metodedatablade er dermed gjort færdige og lagt på Referencelaboratoriets hjemmeside. Metodedatabladene vil blive anvendt som et led i tekniske anvisninger for NOVANA programmet.

## 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.

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

# REFLAB

## Referencelaboratoriets arbejdsprogram, januar - juni 2004

Af Ulla Lund, Eurofins A/S

Referencelaboratoriets arbejdsprogram er på nuværende tidspunkt fastlagt for første halvdel af 2004. Arbejdet er koncentreret om afslutning af opgaver vedrørende olie i jord samt aktiviteter, der støtter opdatering af Bekendtgørelse nr. 637 om kvalitetskrav til miljømålinger.

### Rådgivning ved revision af bekendtgørelse 637

Miljøstyrelsen har i 2001 startet revision af Miljø- og Energiministeriets Bekendtgørelse 637 af 30. juni 1997. Bekendtgørelsen opdateres, metaller i jord, slam, sediment og grundvand inkluderes, mv. Referencelaboratoriet yder rådgivning efter Miljøstyrelsens behov.

### Metodedatablade

Der udarbejdes ikke ny metodedatablade i første halvår af 2004. På længere sigt planlægges metodedatablade for metaller i forskellige vandtyper - herunder oplukning, konservering og opbevaring.

### Metode- og analyseudvikling 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.

Referencelaboratoriet belyser konsekvenserne af indførelse af CEN-standarder i miljøsammenhæng ved vurdering af standardernes tekst, vurdering af til rådighed værende data fx fra præstationsprøvninger, eller afprøvning i laboratoriet. Graden af arbejde er forskellig fra standard til standard afhængigt af forskellen mellem DS- og CEN-standarderne og af mængden af eksisterende data.

I første halvår af 2004 belyses følgende standarder:

- Suspenderet tørstof og gløderest (DS 207:1985 mod DS/EN 872:1997)
- Total nitrogen i vandige matricer (DS 221:1975 mod EN 11905-1:1998)
- Kjeldahl nitrogen (DS 242:1988 mod DS/EN 25663:1994).

### Farvetal i drikkevand

Grænseværdi for farvetal overskrides for nogle vandværker. Når der sker en sammenstilling af vandets indhold af farvetal, turbiditet, NVOC og jern, er der meget dårlig sammenhæng. Der ses rimelige farvetal med højt indhold af organisk stof og jern ved grænseværdien, og der ses høje farvetal med lavt indhold af organisk stof jern og turbiditet.

Referencelaboratoriet udtager prøver fra nogle af de nævnte vandværker og analyserer alle de udtagne prøver både på vandet, som det er, og på filtrerede prøver for farvetal, NVOC og jern. I ufiltreret prøve måles desuden turbiditet.

### Metodeafprøvninger

#### Afprøvning af ny metode til bestemmelse af olie i jord

En ny metode til bestemmelse af olie i jord er udviklet af Analy-Cen A/S i et projekt finansieret af Miljøstyrelsen. Metoden underkastes en afprøvning ved interlaboratorieundersøgelse til belysning af metodens reproducerbarhed og til underbyggelse af data for repeterbarhed, detektionsgrænse, korrekthed og måleområde, der er bestemt som et led i metodeudviklingen.

Desuden skal deltagerne foretage en kvalitativ vurdering af forureningens art - herunder vurdere petrogene biomarkører.



Telefon: 70 22 42 30  
Fax: 70 22 42 55  
E-mail: uol@eurofins.dk  
Adresse: Strandplanaden 110  
2665 Vallensbæk Strand

[www.reference-lab.dk](http://www.reference-lab.dk)