

Årsberetning 2004

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 2004 er foretaget ved to halvårige forlængelser af 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 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 2004 bestod af følgende medlemmer:

- Lis Morthorst Munk, Miljøstyrelsen (formand)
- Kirsten J. Andersen, Eurofins A/S
- Karen Halling, A/S AnalyCen (fra 1. august 2004)
- Pia Lassen, Danmarks Miljøundersøgelser, Afdeling for Miljøkemi og Mikrobiologi
- Karin D. Laursen, Miljøstyrelsen (orlov)
- Sabina Lind, Mølleåværkets Driftslaboratorium
- Ulla Lund, Eurofins A/S
- Dan Møller, Ribe Amt
- Kenneth Due Nielsen, A/S Analycen (indtil 31. juli 2004)
- Leif Rasmussen, Miljølaboratoriet Storkøbenhavn I/S
- Arne Kjær Sørensen, DANAK

Metodeundersøgelser

Olie i jord ved modificeret ISO/DIS 16703

En ny metode til bestemmelse af olie i jord er udviklet af AnalyCen A/S i et projekt finansieret af Miljøstyrelsen. Referencelaboratoriet gennemførte 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.



Metodeundersøgelsen blev afholdt i april 2004. I alt ti laboratorier fra Danmark, Finland, Norge og Sverige deltog. For de fleste parametre betyder dette, at der er et rimeligt datagrundlag for de statistiske analyser.

Resultatet af undersøgelsen viser tilfredsstillende kvalitetsparametre, hvorfor Referencelaboratoriet vil udgive metoden indtil den eventuelt kan publiceres bredere. Resultater af metodeundersøgelsen er sendt til ISO med dette for øje.

Undersøgelsen er imidlertid mangelfuld med hensyn til bestemmelse af korrekthed for tunge olieprodukter. Det planlægges, at data herfor indsamles i forbindelse med en kommende præstationsprøvning for olie i jord.

Metoden er en forbedring i forhold til den eksisterende metode fra Referencelaboratoriet til bestemmelse af olie i jord på følgende punkter:

- Ekstraktionseffektiviteten for tunge oliekomponenter er forbedret.
- Den gaschromatografiske bestemmelse omfatter komponenter op til C₄₀ mod nuværende metode C₃₅.

INDHOLD

Årsberetning 2004	1
Referencelaboratoriets arbejdsprogram 2005	3

REFLAB

- Metoden omfatter PAH.
- Præcisionen er mindst lige så god som den tidligere metode, til trods for at delprøvetagning i højere grad er indbefattet af metodeundersøgelsen.
- Metoden omfatter indikatorparametre til hjælp ved den kvalitative tolkning af oliens sammensætning.

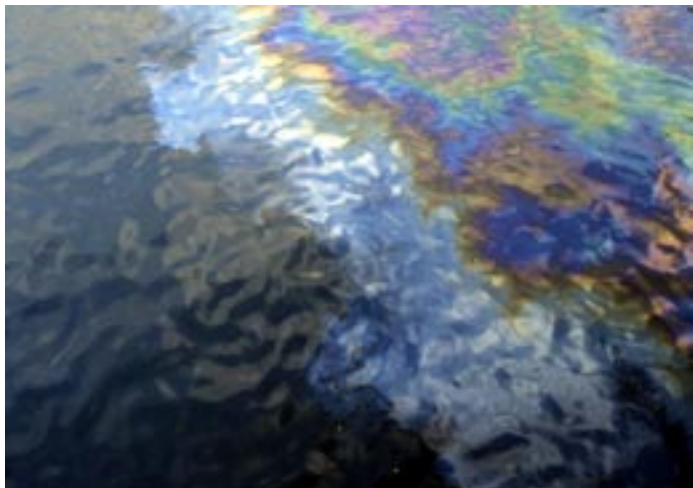
Information om korrekthed for tunge olieprodukter mangler endnu, og rapport og analysemetode findes derfor kun som udkast på Referencelaboratoriets hjemmeside.

Afprøvning af metode til bestemmelse af olie/fedt i spildevand

Bestemmelse af olie/fedt i spildevand kan i øjeblikket ikke ske på generelt tilfredsstillende måde, idet de tidligere standarder DS/R 208 og DS/R 209 er trukket tilbage og ikke kan anvendes, da de benytter tetrachlormethan som ekstraktionsmiddel. Tetrachlormethan og de alternativer, der tillige har været anvendt, er ozonlagnedbrydende stoffer, som ikke kan anvendes i henhold til Montreal-protokollen. Et forsøg på at erstatte tetrachlormethan med pentan i DS/R 208 (gravimetrisk bestemmelse) har vist sig analyseteknisk uhensigtsmæssigt for meget fedtholdigt spildevand.

Referencelaboratoriet udarbejdede i 2003 et forslag til opdatering af DS/R 209 (bestemmelse ved IR-spektrometri). I 2004 er foretaget forberedelse til afprøvning af den modificerede metode ved en interlaboratorieundersøgelse med henblik på at vurdere om DS/R 209 (tetrachlorethylen) generelt kan erstatte DS 208.

Yderligere er vurderet mulighed for fortsat at anvende en gravimetrisk metode. Referencelaboratoriet vurderer, at bestemmelse af olie/fedt i spildevand ved gravimetri generelt set ikke er hensigtsmæssigt af to årsager: Tilgængelige letflygtige ekstraktionsmidler kan give problemer med emulsionsdannelse under ekstraktion af meget fedtholdigt spildevand. Tilgængelige ekstraktionsmidler, der giver mindre problem med emulsion, er så tungtflygtige, at væsentlige dele af letflygtige komponenter kan fordampe under analysen og dermed unddrage sig bestemmelse.



Metodeudvikling

Betydning af erstatning af DS- med EN-metoder

Ved standardisering af metoder i EU-sammenhæng er medlemslandene - herunder Danmark - forpligtet til at indføre de i CEN udarbejdede standarder som nationale standarder. Det betyder, at standarder, som er vel-indarbejdet 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 har derfor startet belysning af konsekvenserne ved at indføre EN-standarderne i miljøsammenhæng. I 2004 er følgende metoder belyst:

- Farvetal (DS289:1982 mod DS/EN ISO 7887:1996).
- Kjeldahl nitrogen (DS 242:1988 mod DS/EN 25663:1994).
- Suspenderet tørstof (DS 207:1975 mod DS/EN 872:1998).
- Total nitrogen i vandige matricer (DS 221:1975 mod EN 11905-1).
- Total fosfor i vandige matricer (DS 292:1989 mod DS/EN 1189:1997).
- Turbiditet (DS 290:1990 mod DS/EN ISO 7027:2001).

Notater, der belyser metodeforskelle og giver anbefaling om eventuel indførelse af EN-standarderne i dansk miljøsammenhæng, kan findes på Referencelaboratoriets hjemmeside under Rapporter og notater.

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 i 2004 udvidet med en række ældre rapporter (rapporter og notater fra før 2000).

Rådgivning ved revision af Bekendtgørelse nr. 637

Referencelaboratoriet har bistået Miljøstyrelsen med teknisk rådgivning ved opdatering af bilag 1 til Bekendtgørelse nr. 637 af 30. juni 1997 til brug ved kommende revision af bekendtgørelsen.

Vejledningsarbejde

Referencelaboratoriet udgav i 2004 tre numre af NYT fra REFLAB, hvoraf det ene var Årsberetning for 2003.

Desuden er udarbejdet arbejdsprogrammer for henholdsvis første og andet halvår 2004, som er anvendt af Referencelaboratoriets Styringsgruppe.

REFLAB

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 2004 er foretaget metodevurdering for

- Ammonium, nitrit, nitrat, orthophosphat, total phosphor, permanganattal, NVOC/TOC, farve og turbiditet i drikkevand.

Desuden er potentialet for metodevurdering for parametre i perkolat vurderet, men materialet var for spinkelt til at tillade statistisk behandling.

Metodedatablade

Metodedatablade for alle parametre, der indgår i NOVANA programmet, er opdateret for at sikre krydsreferencer mellem metodedatabladene og de tekniske anvisninger i NOVANA. Samtidig er opbevaringstid for frosne prøver øget fra "natten over" til 5 døgn. Desuden er metodedatablade for phosphor-parametre opdateret med reference til ny standard (DS/EN ISO 6878:2004) og syretilsætning er præciseret under konservering.

Et metodedatablad for metaller i spildevand er udarbejdet.

Laboratorieworkshop

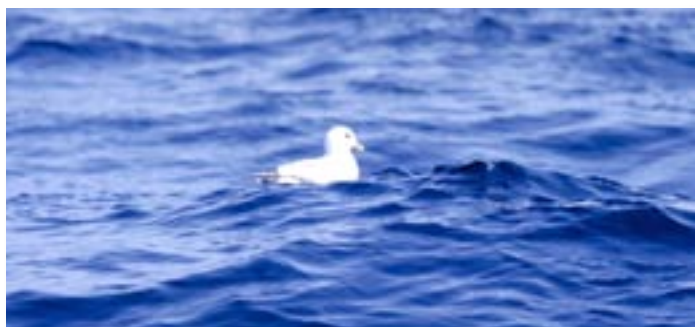
Referencelaboratoriet afholdt den 4. november en workshop for bestemmelse af olie i jord og spildevand med en orientering om drikkevand. I mødet deltog repræsentanter fra 13 laboratorier.

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.



Referencelaboratoriets arbejdsprogram 2005

Rådgivning ved revision af Bekendtgørelse 637

Referencelaboratoriet har i 2004 bistået Miljøstyrelsen med opdatering og revision af bilag 1 til Bekendtgørelse nr. 637. Bekendtgørelsen forventes sendt i høring i 2005, og Referencelaboratoriet vil rådgive Miljøstyrelsen ved behandling af høringsvar.

Senere vil Referencelaboratoriet desuden efter behov udarbejde vejledende notat(er) til uddybning af Bekendtgørelsens krav til dokumentation af analysekvalitet.

Metodedatablade

Referencelaboratoriet udarbejder metodedatablade, som skal supplere standarderne på områder, hvor de eksisterende standarder ikke er tilstrækkeligt detaljerede til at sikre sammenlignelige data.

I forbindelse med revision af Bekendtgørelse nr. 637 er der opstået behov for udarbejdelse eller opdatering af metodedatablade.

Ny metodedatablade:

- Sporelementer i fersk overfladevand.
- Sporelementer i jord, slam og sediment.
- COD i spildevand.
- NVOC i drikkevand

Opdatering af metodedatablade:

- Perkolat-matricen tilføjes i datablade for ammonium, total nitrogen og total phosphor.
- Ammonium i marint vand ved NOVANA udvides til at gælde al måling i marint vand.

Alle datablade udarbejdes i perioden januar - april, og efter behandling i Referencelaboratoriets Styringsgruppe sendes datablade, der vedrører det nationale overvågningsprogram, til høring hos Fagdatacentrene. Databladene forventes færdige i august 2005.

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.

REFLAB

Referencelaboratoriet fortsætter i 2005 arbejdet med at belyse konsekvenserne af indførelse af CEN-standarder i miljøsammenhæng. Det sker 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 afhængig af forskellen mellem DS- og CEN-standarderne og af mængden af eksisterende data.

I 2005 færdiggøres vurderingerne for de standarder, der er udgåede som danske standarder:

- Ilt (DS 2205:1990 mod DS/EN 25813:2003; DS/EN 25814:2003),
- Carbonat/hydrogencarbonat (DS 253:1977 mod DS/EN ISO 9963-2:1996),
- Klor (DS 282:1990 mod DS /EN ISO 7393-1:2002),
- Klor (DS 283:1990 mod DS /EN ISO 7393-2:2002),
- BOD (DS 1899-1 og 2:1999 mod DS/EN 1899-1:2003 og 2:2004),
- BOD (DS/R 254:1977 mod DS/EN 1899-1:2003).

Arbejdet planlægges udført inden udgangen af juni 2005.

Usikkerhed for prøvetagning af spildevand

Referencelaboratoriet udarbejdede i 2002 et baggrundsmateriale til vurdering af usikkerhed ved spildevandsprøvetagning. Forarbejdet fokuserede på indsamling af eksisterende viden og planlægning af forsøg til kvantificering af usikkerhed under forskellige forhold. Forarbejdet konkluderede, at usikkerheden bedst kunne beskrives ved anvendelse af "Teorien om sampling".

I 2005 sættes det praktiske arbejde i gang. Der udføres prøvetagning med en fraktionsprøvetager, og prøverne udtages med tættere frekvens end normalt. De udtagne prøver analyseres for udvalgte parametre, og de fremkomne tidsserier underkastes en variografisk analyse. Herved kan usikkerheden på prøvetagningen estimeres, og mønsteret for spildevandsstrømmen identificeres. På baggrund heraf søges opstillet generelle, håndfaste anbefalinger for estimering af usikkerhed ved spildevandsprøvetagning.

Arbejdet planlægges med start maj og afslutning november 2005.



Afprøvning af metode til bestemmelse af olie/fedt 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 og kan ikke anvendes, da de benytter tetrachlormethan som ekstraktionsmiddel. Referencelaboratoriet har i 2003 samarbejdet med danske laboratorier, der bestemmer olie/fedt ved IR-metoden, om en opdatering af IR-metoden baseret på DS/R 209, så den svarer til de nugældende krav og muligheder.

I 2004 er udført planlægning og forarbejde til afprøvning af den tilrettede metode ved en interlaboratorieundersøgelse, som finder sted i 2005. Interlaboratorieundersøgelsen skal belyse metodens repeterbarhed, reproducerbarhed, detektionsgrænse, korrekthed og måleområde.

Interlaboratorieundersøgelsen planlægges til april 2005. En foreløbig datarapport udsendes til deltagerne og Referencelaboratoriets Styringsgruppe i maj. En endelig rapport forelægges Styringsgruppen i august 2005 og udsendes efter godkendelse til de deltagende laboratorier.

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