

Årsberetning 2005

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 2005 er foretaget ved forlængelse 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, f.eks. med hensyn til, hvilken analysekvalitet der kan opnås med de enkelte analysemetoder.

Referencelaboratoriets arbejde overvåges af en styringsgruppe, som i 2005 bestod af følgende medlemmer:

- Lis Morthorst Munk, Miljøstyrelsen (formand)
- Kirsten J. Andersen, Eurofins A/S
- Karen Halling, A/S AnalyCen
- Pia Lassen, Danmarks Miljøundersøgelser, Afdeling for Miljøkemi og Mikrobiologi
- Karin Dahlgren, Miljøstyrelsen
- Sabina Lind, Mølleåværkets Driftslaboratorium
- Ulla Lund, Eurofins A/S
- Dan Møller, Ribe Amt
- Leif Rasmussen, Miljølaboratoriet Storkøbenhavn I/S
- Arne Kjær Sørensen, DANAK

Metodeundersøgelser

Olie i jord ved modificeret ISO/DIS 16703

Referencelaboratoriet afholdt i 2004 en metodeundersøgelse for en ny metode til bestemmelse af olie i jord, udviklet af AnalyCen A/S i et projekt finansieret af Miljøstyrelsen. Ved metodeundersø-



INDHOLD

Årsberetning	1
Referencelaboratoriets arbejdsprogram 2006	4

REFLAB

gelsen viste det sig, at data for analysekvalitet for benzen og for korrekthed for tunge olieprodukter var utilstrækkelige til at konkludere. En præstationsprøvning for olie i jord afholdt i 2005 blev derfor planlagt, således at de manglende data kunne fremskaffes. Fem laboratorier afleverede resultater opnået med den ny metode i tilgift til deltagelse i præstationsprøvningen med laboratoriernes rutinemetode.

De opnåede data har gjort det muligt at afslutte metodeafprøvningen med et tilfredsstillende resultat, hvorfor metoden i begyndelsen af 2006 publiceres på Referencelaboratoriets hjemmeside som Reflab metode 4:2006.

Afprøvning af metode til bestemmelse af olie/fedt i spildevand

Referencelaboratoriet har gennem flere år arbejdet med bestemmelse af olie/fedt i spildevand som følge af at tetrachlormethan og de alternativer, der tillige har været anvendt, ikke længere kan anvendes i henhold til Montreal-protokollen.

En modifikation af DS/R 209 (bestemmelse ved IR-spektrometri) med anvendelse af tetrachlorethylen som ekstraktionsmiddel blev udarbejdet i 2004, og i 2005 er denne metode underkastet en metodeafprøvning ved interlaboratorieundersøgelse.

Resultatet af afprøvningen viste, at den modificerede metode gav resultater, der er sammenlignelige med DS/R 209. Metoden giver i lighed med DS/R 209 resultater, som ikke kan forventes at være sammenlignelige med resultater ved gravimetrisk bestemmelse, f.eks. DS/R 208:1980.

Den modificerede metode er indsendt til Dansk Standard, S-345, som har besluttet at foreslå den som DS-metode. Metodeforskriften findes på Referencelaboratoriets hjemmeside: Reflab metode 5:2005.

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 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 har med udgangen af 2005 belyst konsekvenserne ved at indføre EN-standarderne i miljøsammenhæng for alle metoder, der indgår i Bekendtgørelse nr. 637. I 2005 er følgende metoder belyst:

- Opløst oxygen (DS 2205:1990 mod DS/EN 25813:2003; DS/EN 25814:2003).
- Alkalinitet; carbonat/hydrogencarbonat (DS 253:1977 mod DS/EN ISO 9963-1:1996).
- Klor (DS 282:1990 mod DS /EN ISO 7393-1:2002).
- Klor (DS 283:1990 mod DS /EN ISO 7393-2:2002).
- Biokemisk oxygenforbrug – 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).

Notater, der belyser metodeforskelle og giver anbefaling om eventuel indførelse af EN-standarderne i dansk miljøsammenhæng, kan findes på Referencelaboratoriet hjemmeside under Rapporter og notater. For bestemmelse af klor gav sammenligningen anledning til, at en mindre undersøgelse foretages af Referencelaboratoriet i 2006.

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.



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 to numre af NYT fra REFLAB, hvoraf det ene var Årsberetning for 2004.

Desuden er udarbejdet arbejdsprogram for 2005, som er anvendt af Referencelaboratoriets Styringsgruppe.

REFLAB

Referencelaboratoriets arbejdsprogram 2006

Referencelaboratoriets arbejdsprogram består af en række faste opgaver:

- Vejledning til laboratorier og offentlige myndigheder
- Metodevurdering ved præstationsprøvninger
- Standardmetoder for miljøkemiske analyser
- Almen orienteringsvirksomhed, f.eks. foredrag
- Udgivelse af NYT fra REFLAB
- Vedligeholdelse af hjemmeside for Referencelaboratoriet (www.reference-lab.dk).

Hovedparten af virksomheden består af opgaver, der aftales fra år til år. Programmet for de aftalte opgaver for 2006 er kort beskrevet nedenfor.

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 2006, og Referencelaboratoriet vil rådgive Miljøstyrelsen ved behandling af høringsvar.

Referencelaboratoriet udarbejder desuden vejledende notat(er) til uddybning af Bekendtgørelsens krav til dokumentation af analysekvalitet.

Endelige starter Referencelaboratoriet en opsamling af emner, der bør inddrages i en kommende revision af Bekendtgørelsen.

Seminar: Bekendtgørelse om analysekvalitet – betydning for brugere af målinger og laboratorier

Når den reviderede Bekendtgørelse nr. 637 er færdig afholder Referencelaboratoriet et seminar, hvori der redegøres for Bekendtgørelsens indhold og baggrund for ændringer i forhold til gældende Bekendtgørelse. Der sættes særlig fokus på principper for anvendelse af Bekendtgørelsens krav og de metoder, der ligger til grund for beregning af estimater for analysekvalitet.

Målgruppen er sagsbehandlere hos myndigheder og andre brugere af måleresultater samt kemikere på miljølaboratorier.

Metodedatablade

Referencelaboratoriet færdiggør et metodedatablad for metaller i jord, slam og sediment. Hermed vil metodedatablade nødvendige for revision af Bekendtgørelse nr. 637 være færdige. Undersøgelser af effekt af prøveopbevaring vil gøre revisioner nødvendige. Herudover tages emner op efter aftale i Referencelaboratoriets Styringsgruppe.



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 har behandlet de analysestandarder, der med udgangen af 2005 er trukket tilbage som DS-standarder og erstattet af EN-standarder.

I 2006 gennemføres en sammenligning af procedure for prøvetagning i spildevand som beskrevet i DS ISO 5667-10:2004 henholdsvis DS 203:1982. DS 203 er trukket tilbage.

Effekt af prøveopbevaring

Referencelaboratoriet udførte i 2005 en pilotundersøgelse af stabiliteten af prøver til uorganiske næringsstoffer (ammonium, nitrit+nitrat, orthophosphat) og pH. Undersøgelsen blev udført for spildevand.

Undersøgelsen gav resultater for ammonium, som ikke var entydige. Desuden viste undersøgelsen, at stabilitetsproblemer ikke kan udelukkes, hvorfor der er behov for at udvide undersøgelsen til flere matricer.

Referencelaboratoriet følger derfor op på undersøgelserne for ammonium i spildevand og undersøger stabilitet for ammonium, nitrit+nitrat, orthophosphat og alkalinitet i fersk overfladevand.

Den opfølgende undersøgelse for ammonium i spildevand udføres for en spildevandstype, som muligvis viste sig ustabil i undersøgelsen i 2005, samt yderligere en spildevandsprøve. Undersøgelsen gentages med anvendelse af flere prøver og undersøgelse over et længere tidsrum med henblik på at øge sandsynligheden for sikker konklusion om stabilitet.

Undersøgelserne for fersk overfladevand udføres efter en forsøgsplan svarende til den, der i 2005 blev anvendt for spildevand. Dog viste tidspunkt for analyse efter filtrering sig uden betydning i spildevand indenfor den undersøgte tidsperiode. Undersøgelsen koncentrerer derfor om effekten af filtreringstidspunkt, idet der analyseres umiddelbart efter filtrering. Prøver til ammonium og alkalinitet filtreres ikke, men analyseres til samme tidspunkter som prøver til nitrit+nitrat og opløst orthophosphat.

I andet halvår 2006 følges op med tilsvarende undersøgelser på yderligere prøvetyper, tilløbsvand til renseanlæg og marint vand er muligheder. Denne del af undersøgelsen planlægges på baggrund af resultaterne opnået i første halvår 2006.

Kvalitet ved bestemmelse af chlor med analysekits

Analyse af frit og total chlor i bassinvand gennemføres ved at chlor under givne reaktionsbetingelser reagerer med DPD (N,N-diethyl-p-phenylendiamin) under dannelse af et rødt farvestof, hvis koncentration kan bestemmes titrimetrisk eller kolorimetrisk. Undersøgelsen kan gennemføres i henhold til de danske standarder DS 282 eller DS 283 eller (som der åbnes mulighed for i de tilsvarende EN standarder) at anvende kommercielle færdigfremstillede reagenser under analysen og under kvantificeringen i øvrigt at følge DS 282/DS 283.

Da der ikke er sat krav til kvaliteten af de færdigfremstillede reagenser ønskes gennemført en undersøgelse af de kvalitetsmæssige konsekvenser for anvendelse af de kommercielle reagenser på markedet i forhold til striks at følge standarderne DS 282, henholdsvis DS 283. Undersøgelsen indledes med en undersøgelse af hvilke kits, der er kommercielt tilgængelige og som anvendes af danske laboratorier. Dernæst foretages en laboratoriesammenligning af anvendelse af disse reagenser overfor anvendelse af DS 282/DS 283 henholdsvis DS/EN

ISO 7393:2002, del 1/2, hvor reagenserne fremstilles i henhold til standarderne. Undersøgelsen gennemføres på bassinvand. Drikkevand inddrages efter konsultation med Københavns Energi.

Forarbejde til usikkerhed for prøvetagning af spildevand

Referencelaboratoriet udarbejdede i 2002 et baggrundsmateriale til vurdering af usikkerhed ved spildevandsprøvetagning og udførte i 2005 et praktisk forsøgsarbejde. Forsøgsarbejdet rapporteres i første halvdel af 2006.

På baggrund af rapporten udarbejdes plan for fortsættelse af undersøgelser over usikkerhed ved prøvetagning. Arbejdet vil i 2006 bestå af undersøgelser, som forventes at fortsætte i 2007.

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

www.reference-lab.dk