

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Følgegruppen for Miljøstyrelsens Referencelaboratorium

cc:

Fra: Jes Leisgaard Poulsen, Anders Svaneborg, Rikke Mikkelsen og Ane Gadegaard

Dato: 16. november 2020, QA igen 1. marts 2022

QA: Karen Marie Kristensen og Lea Mejdhall Lind

Emne: Gennemgang af metodedatablade der ikke har været revideret i 5 år

Problemstilling

Referencelaboratoriet har gennemgået alle de metodedatablade, der ikke har været revideret de sidste 5 år, for at identificerer eventuelle udgåede standarder, uhensigtsmæssige formuleringer mv.

Baggrund

Der er flere af de kemiske metodedatablade, der ikke har været revideret de sidste 5 år. Flere af disse metodedatablade er under revision af referencelaboratoriet i forbindelse med andre opgaver. De berørte metode datablade for indeværende granskning er derfor:

- M003 Kemisk oxygenforbrug med kaliumdichromat, (CODCr) i ferskvand/1/
- M014 Sølv i spildevand/2/
- M015 Tin i spildevand/3/
- M023 Total nitrogen i jord og slam/4/
- M024 Total phosphor i slam og sediment/5/
- M032 Ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i grundvand, drikkevand og fersk overfladevand til fremstilling af drikkevand/6/
- M033 Ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i perkolat fra deponeringsanlæg, marint vand, spildevand, returskyllevand fra svømmebassin, jordvand, drænvand og fersk overfladevand/7/
- M034 Cyanid/8/
- M038 Carbonat/9/
- M039 Alkalinitet (< 0,5 mmol/L) i grundvand, jordvand, drænvand og fersk overfladevand/10/
- M044 Aciditet/11/
- M047 Olie i jord/12/
- M048 Fedtindhold i biologisk materiale/13/
- M050 Total opløst jod/14/

- M055 LAS/15/
- M056 Diisononylphthalater/16/
- M057 Octylphenoler/17/
- M063 Methan i vand/18/

Der er ingen mikrobiologiske datablade, der er ældre end 5 år.

Gennemgang

M003 Kemisk oxygenforbrug med kaliumdichromat, (COD_{Cr}) i ferskvand

Der er krav til M003 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 /19/ i bilag 1.16 Fersk overfladevand og bilag 1.15 Overvågning af jordvand, drænvand m.m.

I anvendelsesafsnittet i metodetablade henvises til ferskvand fra søer, vandløb, kilder og kildebække, jordvand og drænvand.

I afsnittet prøvetagning henvises til at prøver der er omfattet af NOVANA, skal overholde krav til prøvetagning i de tekniske anvisninger.

For prøvebeholdere er der krav til at sikre, at beholdere ikke giver anledning til forhøjet blindværdier, samt at rengøring skal foregå løbende.

M014 - Sølv i spildevand

Der er krav til M014 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.7 Spildevand, urenset og rensat.

Under afsnittet prøvetagning står beskrevet hvilke emballage, der skal benyttes samt tidsfrister for oplukning.

Under afsnittet målemetode(er) står følgende ” Laboratoriets skal gøre sig klart, om der skal bestemmes opløst eller totalt metalindhold.”

M015 Tin i spildevand

Der er krav til M015 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.7 Spildevand, urenset og rensat.

I afsnittet målemetoder, står følgende angivet: Analyse af metaller i den oplukkede prøve kan foretages med atomabsorptionsspektrofotometri (AAS) eller induktivt koblet plasma (ICP) metoder.

Under afsnittet målemetode(er) står følgende ” Laboratoriets skal gøre sig klart, om der skal bestemmes opløst eller totalt metalindhold.”

M023 Total nitrogen i jord og slam

Der er krav til M023 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.10 Kontrol af jord og bilag 1.14 Spildevandsslam.

M024 Total phosphor i slam og sediment

Der er krav til M024 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.14 spildevandsslam og bilag 1.11 Overvågning af fersk sediment.

M032 Ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i grundvand, drikkevand og fersk overfladevand til fremstilling af drikkevand

Der er krav til M032 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.3 Kontrol/overvågning af grundvand og 1.4 Drikkevandskontrol.

Metodens anvendelsesområde er grundvand, drikkevand og fersk overfladevand til fremstilling af drikkevand.

Under målemetoder henvises til DS/EN 1484 (seneste udgave) i kombination med Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, metode 5310 B eller 5310 C (seneste udgave).

M033 Ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i perkolat fra deponeringsanlæg, marint vand, spildevand, returskyllevand fra svømmebassin, jordvand, drænvand og fersk overfladevand

Der er krav til M033 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1,5 Perkolat fra deponeringsanlæg, bilag 1.6 Kontrol/overvågning af marint vand, bilag 1.9 returskyllevand fra svømmebassin, bilag 1.15 Overvågning af jordvand, drænvand m.m. og bilag 1.16 Fersk overfladevand.

Metoden anvendelsesområde er lossepladsperskolat, marint vand, spildevand, returskyllevand fra svømmebassin, jordvand, drænvand og ferskvand fra søer, vandløb, kilder og kildebække
Under målemetoder henvises til DS/EN 1484 (seneste udgave) i kombination med Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, metode 5310 B (seneste udgave)

M034 Cyanid

Der er krav til M034 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.3 Kontrol/overvågning af grundvand, 1.4 Drikkevandskontrol og 1.16 Fersk overfladevand.

Der henvises til DS/EN ISO 14403, DS/EN ISO 14403-1, DS/EN ISO 14403-2, Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, 14 udgave (1975) metode 413B eller Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, 16 udgave (1985) metode 412E.

M038 Carbonat

Der er krav til M038 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.4 Drikkevandskontrol.

Metodedatabladet skal anvendes til bestemmelse af carbonat i drikkevand ved beregning. Under målemetoder henvises til DS 256.

M039 Alkalinitet (< 0,5 mmol/L) i grundvand, jordvand, drænvand og ferskoverfladevand.

Der er krav til M039 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.3 Kontrol/overvågning af grundvand, bilag 1.15 Overvågning af jordvand, drænvand m.m. samt 1.16 Fersk overfladvand.

I anvendelsesområdet står følgende: Bestemmelse af alkalinitet med indhold under 0,5 mmol/L (svarende til 30 mg/L (HCO₃)) i grundvand, jordvand og drænvand og ferskvand fra søer, vandløb, kilder og kildebække

M044 Aciditet,

Der er krav til M044 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr. 2362 i bilag 1.15 Overvågning af jordvand, drænvand m.m.

M047 Olie i jord

Der er krav til M047 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr. 2362 i bilag 1.10 Kontrol af jord. Metodedatabladet sætter krav til at der anvendes Reflab metode 1 Olie i jord (seneste udgave).

M048 Fedtindhold i skaldyr og anden biota

Der er krav til M048 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr. 2362 i bilag 1.17 Kontrol/overvågning af skaldyr og 1.18 Kontrol/overvågning af anden biota.

Under målemetode er angivet: Smedes, F.: Determination of total lipid using non-chlorinated solvents, Analyst 124, 1711 - 1718 (1999)

M050 Total opløst jod

Der er krav til M050 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.3 Kontrol/overvågning af grundvand.

Der er ikke fastsat krav til målemetoden.

Prøvetagning er beskrevet ang. kontaminering og nationale program.

M055 LAS

Der er krav til M055 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.3 Kontrol/overvågning af grundvand, bilag 1.14 spildevandsslam og bilag 1.16 fersk overfladevand.

Metodedatabladet kan anvendes på grundvand, sediment, slam og ferskvand fra søer, vandløb, kilder og kildebække.

Under målemetoder henvises til at identifikation, kalibrering og beregning skal udføres efter enkelte afsnit.

M056 Diisononylphthalater

Der er krav til M056 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.3 Kontrol/overvågning af grundvand, bilag 1.11 Overvågning af fersk sediment og bilag 1.12 Overvågning af marint sediment.

Metodedatabladet blev oprettet i 2011, og der eksisterede på daværende tidspunkt ikke en standardiseret metode for måling af diisononylphthalater i grundvand og sediment.

M057 Octylphenoler

Der er krav til M057 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.11 Overvågning af fersk sediment og bilag 1.12 Overvågning af marint sediment.

Metodedatabladet blev oprettet i 2013, og der eksisterede på daværende tidspunkt ikke en standardiseret metode til bestemmelse af octylphenoler i sediment.

M063 Methan i vand

Der er krav til M063 i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 i bilag 1.3 Kontrol/overvågning af grundvand og bilag 1.4 Drikkevandskontrol.

Metodedatabladet blev oprettet af referencelaboratoriet i 2013, da der ikke på daværende tidspunkt eksisterede en standard metode til bestemmelse af methan i drikke- og grundvand.

Høring:

Metodedatabladene er sendt i høring til referencelaboratories følgegruppe, analyselaboratorierne, FKG grundvand, FKG marin, FKG vandløb, FKG sø, Det Marine Fagdatacenter, Fagdatacenter for Ferskvand, Fagdatacenter for Grundvand og Boringer, Fagdatacenter for spildevand, Fagdatacenter for Kompost, biomasse og affald Fagdatacenter for Slam og Landbrugsstyrelsen.

Løsning

M003 Kemisk oxygenforbrug med kaliumdichromat, (CODCr) i ferskvand

Det anbefales at rette anvendelsesområdet til fersk overfladevand, jordvand og drænvand, for at opretholde sammenhængen mellem metodedatabladet og bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger.

Det anbefales at slette afsnittet prøvetagning, da krav til prøvetagninger er beskrevet i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger Bilag 3.

Det anbefales at slette sætningen ang. emballage og rengøring, da det allerede er beskrevet i ISO 17025 /20/.

M014 Sølv i spildevand

Referencelaboratoriet anbefaler, at det undersøges hvilke krav der skal gælde i forbindelse med filtrering. Desuden at metodedatabladet opdateres for at fjerne overflødig tekst og undergår en generel opdatering.

M015 Tin i spildevand

Referencelaboratoriet anbefaler, at det undersøges hvilke krav, der skal gælde i forbindelse med filtrering, og at metodedatabladet opdateres for at fjerne overflødig tekst.

M023 Total nitrogen i jord og slam

Referencelaboratoriet anbefaler, at fjerne afsnittet ang. prøvetagning og særlige forhold, da bemærkningerne er generelle og ikke kun gældende for dette metodedatablad. At prøven skal være repræsentativ står i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger Bilag 3 om prøvetagning.

Afsnittet neddeling opdateres, så det præciseres at det er efter frasortering af sten at delprøven skal udtages.

M024 Total phosphor i slam og sediment

Referencelaboratoriet anbefaler, at fjerne afsnittet ang. prøvetagning og særlige forhold, da bemærkningerne er generelle og ikke kun gældende for dette metodedatablad. At prøven skal være repræsentativ står i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger Bilag 3 om prøvetagning.

M032 Ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i grundvand, drikkevand og fersk overfladevand til fremstilling af drikkevand og M033 Ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i perkolat fra deponeringsanlæg, marint vand, spildevand, returskyllevand fra svømmebassin, jordvand, drænvand og fersk overfladevand

Referencelaboratoriet anbefaler, at samle de to metodedatablade til et med navnet ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i vand. Dvs. at M033 udgår.

M034 Cyanid

Der er udgivet flere nyere udgaver af Standard Methods siden udgaven fra 1985. Metodedatabladet opdateres med nyeste udgave. Da Standard Methods ændre nummereringen af metoderne fra udgave til udgave er metoden defineret ved navn. Metoderne følger samme princip i nyeste udgave som i de henviste og derfor har ændringen ingen effekt på resultaterne.

Der er ved søgning på akkrediteret laboratorier ikke fundet nogle danske laboratorier som bruger denne metode.

M038 Carbonat

Referencelaboratoriet anbefaler at tilføje "(seneste) udgave" til DS 256.

M039 Alkalinitet (< 0,5 mmol/L) i grundvand, jordvand, drænvand og ferskoverfladevand.

Referencelaboratoriet anbefaler, at erstatte grundvand, jordvand, drænvand og fersk overfladevand med "vand", i overskriften. Herudover tilrettes anvendelsesområdet således at der er sammenhæng med bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger.

M044 Aciditet

Referencelaboratoriet finder ingen anledning til at ændre i metodedatabladet.

M047 Olie i jord

Referencelaboratoriet anbefaler, at ændre titlen af dokumenter fra "Olie i jord" til "Kulbrinter i jord", så metodedatabladet kommer i overensstemmelse med analysemetoden og kvalitetsbekendtgørelse.

M048 Fedtindhold i biologisk materiale

Referencelaboratoriet anbefaler, at undersøge om der kan fastsættes en reference til tilfælde, hvor der ikke er prøvemateriale nok til at følge metodedatabladet.

M050 Total opløst jod

Referencelaboratoriet anbefaler, at slette afsnittet ang. prøvetagning, da krav til prøvetagning er beskrevet i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger Bilag 3.

M055 LAS

Referencelaboratoriet anbefaler, at lade sediment udgå fra anvendelsesområdet, da der ikke er krav til brug af M055 på sediment. Ferskvand fra søer, vandløb, kilder og kildebække bør erstattes med fersk overfladevand så der er sammenhæng mellem metodedatabladet og bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger.

Det anbefales, at der henvises til hele standarden og ikke til enkelt afsnit i standarden.

M056 Diisononylphthalater

Da der endnu ikke findes en standardiseret metode til måling af Diisononylphthalater i grundvand og sediment opretholdes metodedatablad M056 i sin nuværende form.

M057 Octylphenoler

Da der endnu ikke findes en standardiseret metode til måling af octylphenol i sediment opretholdes metodedatablad M057 i sin nuværende form.

M063 Methan i vand

Der er fundet en ny standard, og derfor anbefales det at metodedatabladet granskes nærmere for at bestemme om metoden kan erstattes med en standard metode i metodedatabladet.

Generelt

I forbindelse med at metodedatabladene er gennemgået, skal der påføres et ekstra felt i bunden af metodedatabladene med årstal for granskning. I samme forbindelse bør der indføres sidetal.

Hvad har høring givet anledning til**M023 TN i jord og slam:**

Det er efterspurgt om delprøven til analyse skal udtages efter frasortering af sten. Derfor tilpasses afsnittet, så det bliver tydeligt. Da metoden ikke er relevant for sten, skal del-prøven udtages efter fjernelse af store sten.

Der står under opbevaring, at prøven kan opbevares i tørret tilstand, dette fastholdes, da det er en del af metoden at prøven tørres, og derfor skal det også være en mulighed at tørre prøven inden opbevaring.

M032 NVOC:

Redaktionelle ændringer

M034 Cyanid:

Der bliver gjort opmærksom på, at der er udkommet en ny udgave af Standard Methods. Metodedatabladet opdateres, så det altid er nyeste udgave, som er gældende. Da Standard Methods ændrer nummerering fra udgave til udgave, er det defineret hvilken metode, der skal bruges i tekst.

M038 Carbonat:

Der er fejlagtigt henvist til M034 i notatet. Dette er rettet til korrekte metodedatablad.

M047 Olie:

Der er uoverensstemmelse mellem overskriften og resultatet af analysemetoden. På baggrund af dette ændres overskriften til kulbrinter i jord. Derved kommer metodedatabladet i overensstemmelse mellem analysemetoden og kvalitetsbekendtgørelse.

M048 Fedt indhold i Biota:

Der er ønske om, at få defineret hvilken metode der skal bruges i forbindelse med små prøvemængder, hvor det er nødvendigt at lave ekstraherbart fedt. Referencelaboratoriet anbefaler at lave en opgave, hvor det undersøges, om der kan findes en standard metode, der kan refereres til. Opgaven inddrages i overvejelserne for næste års arbejdsprogram.

M055 LAS:

Det er gjort opmærksom på at der er ikke kommercielt tilgængelige standarder for de stoffer som er defineret i standarden. Reference laboratoriet er bekendt med leverandører for disse standard stoffer, og derfor fastholdes kravet.

M063 Methan:

Der er blevet gjort opmærksom på, at der er udkommet en standard som dækker dette, derfor anbefales det, at der bliver lavet en opgave på at undersøge anvendeligheden af denne. Opgaven inddrages i overvejelserne for næste års arbejdsprogram.

Generelt:

Stavefejl og mindre redaktionelle rettelser i notatet.

Datoen for notatet er ældre end datoen for den kvalitets bekendtgørelse, som der er henvist til i notatet. Grunden til dette er at notatet er blevet kvalitetssikret igen i 2022. Dette er tilføjet i sidehovedet.

Forskel fra i dag

Referencelaboratoriet anbefaler, at årstal for granskning og sidetal fremover angives på metodedatabladene på følgende måde:

Version / Dato	V03 / 30.03.2020	Skal senest tages i brug	30.03.2020
Sidst gransket	5.5.2020	Ansvarlig for udarbejdelsen	Karen Marie Kristensen

Side 1 af 1

Referencelaboratoriet anbefaler at følgende metodedatablade opdateres som foreslået i de vedlagte udkast. Tilføjelser er vist med understregning og udgået tekst er vist med gennemstregning.

- M003 Kemisk oxygenforbrug med kaliumdichromat, (CODCr) i ferskvand
- M023 Total nitrogen i jord og slam
- M024 Total phosphor i slam og sediment
- M032 Ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i grundvand, drikkevand og fersk overfladevand til fremstilling af drikkevand,
- M033 Ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i perkolat fra deponeringsanlæg, marint vand, spildevand, returskyllevand fra svømmebassin, jordvand, drænvand og fersk overfladevand
- M038 Carbonat
- M039 Alkalinitet (< 0,5 mmol/L) i grundvand, jordvand, drænvand og ferskoverfladevand
- M047 Olie i jord
- M050 Total opløst jod
- M055 LAS

Justeringerne af M003, M023, M024, M038, M039, M047, M050 og M055 anbefales at træde i kraft ved publicering på Referencelaboratoriets hjemmeside

Ændringerne af M032 og M033 kan først træde i kraft ved en ændring af Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger, hvor M033 udskiftes med M032 i bilag 1.5 Perkolat fra deponeringsanlæg, 1.6 Kontrol/overvågning af marint vand, 1.7 Spildevand, urensset og rensset, 1.9 Returskyllevand fra svømmebassin, 1.15 Overvågning af jordvand, drænvand m.m. og 1.16 Fersk overfladevand.

Det anbefales at opretholde følgende metodedatablade i sin nuværende form, dog med ny sidefod samt sidetal:

- M044 Aciditet
- M056 Diisononylphthalater
- M057 Octylphenoler

Det anbefales at metodedatabladet opdateres med "Seneste udgave".

- M034 Cyanid

Det anbefales at der laves yderligere undersøgelser for at tilføje yderligere information ang. filtrering:

- M014 Sølv i spildevand
- M015 Tin i spildevand

Det anbefales at der undersøges hvorvidt metodedatabladet kan opdateres med en ny standard.

- M063 Methan i vand
- M048 Fedtindhold i biologisk materiale

Referencer

- /1/ Metodedatablad M003 Kemisk oxygenforbrug med kaliumdichromat, (CODCr) i ferskvand (2011)
- /2/ Metodedatablad M014 Sølv i spildevand (2011)
- /3/ Metodedatablad M015 Tin i spildevand (2011)
- /4/ Metodedatablad M023 Total nitrogen i jord og slam (2013)
- /5/ Metodedatablad M024 Total phosphor i slam og sediment (2011)
- /6/ Metodedatablad M032 ikke-flygtig organisk kulstof (NVOC) i grundvand, drikkevand og fersk overfladevand til fremstilling af drikkevand (2011)
- /7/ Metodedatablad M033 Ikke-flygtigt organisk kulstof (NVOC) i perkolat fra deponeringsanlæg, marint vand, spildevand, returskyllevand fra svømmebassin, jordvand, drænvand og fersk overfladevand (2013)
- /8/ Metodedatablad M034 Cyanid (2011)
- /9/ Metodedatablad M038 Carbonat (2013)
- /10/ Metodedatablad M039 Alkalinitet (<0,5 mmol/L) i grundvand, jordvand, drænvand og fersk overfladevand (2013)
- /11/ Metodedatablad M044 Aciditet (2011)
- /12/ Metodedatablad M047 Olie i jord (2011)
- /13/ Metodedatablad M048 Fedtindhold i biologisk materiale (2011)
- /14/ Metodedatablad M050 Total opløst jod (2011)
- /15/ Metodedatablad M055 LAS (2012)
- /16/ Metodedatablad M056 Diisononylphthalater (2011)
- /17/ Metodedatablad M057 Octylphenoler (2011)
- /18/ Metodedatablad M063 Methan i vand (2013)
- /19/ Bekendtgørelsen om kvalitetskrav til miljømålinger nr.2362 af 26/11/2021, gældende
- /20/ DS/EN ISO 17025:2017 Generelle krav til prøvnings- og kalibreringslaboratoriernes kompetence.