

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Følgegruppen for Miljøstyrelsens Referencelaboratorium

cc:

Fra: Rikke Lildholdt Mikkelsen

Dato: 16. maj 2023

QA: Jes Leisgaard Poulsen og Lea Mejdahl Lind

Emne: M011 og M012 Total phosphor

Problemstilling

Version V02c / 25.05.2011 er den gældende version af metodedatabladet M011 /1/. Version V02b / 25.05.2011 er den gældende version af metodedatablad M012 /2/. Da det er mere end 5 år siden metodedatabladene sidst er revideret, gennemgås M011 og M012 for at vurdere behovet for opdateringer.

Baggrund

M011 og M012 omhandler begge total phosphor i vand, men adskiller sig på fire punkter: 1; Parameter (hhv total phosphor og opløst total phosphor), 2; anvendelsesområde, 3; prøvetagning og 4; filtrering.

Der er i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger /3/ krav om anvendelse af M011 eller M012 til analyse af total phosphor i bilag 1.3 Kontrol/overvågning af grundvand.

I bilag 1.4 Drikkevandskontrol, 1.5 Perkolat fra deponeringsanlæg, 1.6 Kontrol/overvågning af marint vand, 1.7 Spildevand, urenset og rensset, 1.15 overvågning af jordvand, drænvand m.m., samt 1.16 Fersk overfladevand er der krav om anvendelse af M011 til analyse af total phosphor.

Måling af total phosphor på en feltfiltreret prøve er aktuel for grundvand fra den nationale overvågning af vandmiljøet i det nye program for GRUMO 2023-2027/5/, og dermed er der et aktuelt behov for måling af opløst, total phosphor som beskrevet i M012. Filtrering er beskrevet i teknisk anvisning G02 /6/, hvor det formuleres, at filtreringen som udgangspunkt skal ske som online filtrering.

M011 og M012 afviger på deres afsnit om prøvetagning, men henviser begge til tekniske anvisninger indenfor hvert deres anvendelsesområde. Der findes tekniske anvisninger for udtagning af prøver dækket af den nationale overvågning af vandmiljøet (grundvand, vandløb, marint vand m.fl.). I afsnittet for prøvetagning i M011 findes bemærkning angående prøveudtagning fra skibe. Disse er ligeledes beskrevet i den tekniske anvisning M02 for prøvetagning af marint vand /7/.

Mht. målemetode henviser både metodedatablad M011 og M012 til standarden DS/EN ISO 6878, del 7. Den seneste udgave af DS/EN ISO 6878 er fra 2004, og den er stadig gældende. M011 og M012 henviser ligeledes til DS 292:1985 med bemærkning om, at

denne er ophævet som dansk standard. DS 292:1985 blev tilbagetrukket i 2003 uden erstatningsmetode.

Både DS/EN ISO 6878, del 7 og DS 292 beskriver bestemmelse af total phosphor efter peroxidisulfat oxidation. DS/EN ISO 6878 oxiderer prøven ved kogning i åbne rør eller alternativt oxidering i 30 minutter i en autoklave mellem 115°C og 120°C. Efter DS 292 foregår oplukning i en lukket beholder under tryk i 30 minutter ved 120°C. Ved indførsel af DS/EN ISO 6878, del 7 i metodedatablad blev det vurderet, at valgfriheden mellem autoklave og kogning ikke burde give anledning til forskellige resultater /4/.

Både DS/EN ISO 6878 og DS 292:1985 anvendes ifølge DANAKS hjemmeside fortsat af akkrediterede laboratorier. Der er ikke dokumentation for sammenligningsforsøg mellem de to metoder.

De resterende punkter i M011 og M012 (prøvebeholder, prøvehåndtering, konservering, opbevaring og særlige forhold) bør fortsat være gældende, da ingen ny viden har haft indflydelse på disse punkter, dog fjernes tekst der er generel og ikke kun gældende ved denne parameter.

Høring

Metodedatabladet og medfølgende notat har været sendt i høring til Referencelaboratories følgegruppe, Analyselaboratorierne, Fagdatacenter for Ferskvand, Fagdatacenter for grundvand og borer, Fagdatacenter for Punktkilder, Fagdatacenter for stofudvaskning fra dyrkede arealer, Det Marine Fagdatacenter, Novana MST, FKG Marin, FKG Grundvand, KG vandløb og FKG Sø

Løsning

Referencelaboratoriet anbefaler, at M011 og M012 ligges sammen, så M011 også kan bruges for prøver til det national overvågnings program og at M012 udgår. Dette pga. at M011 og M012 teknisk set kun afviger på prøvetagning og filtrering, og beskrivelse af prøvetagning ikke hører hjemme i metodedatabladet, men i de tekniske anvisninger. Ændringen er i tråd med opdatering foretaget på andre metodedatablade pba. den generelle beslutning truffet på området af følgegruppen.

Anvendelsesområde for M011 opdateres, så den blive enslydende med nuværende afsnit i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger.

Det anbefales, at udelade punktet vedrørende prøvetagning for M011, da dette indgår detaljeret i de tekniske anvisninger, samt standarder og manualer for prøvetagning.

Under filtrering tilføjes, at for prøver til national overvågning af grundvand skal prøven filtreres i feltet.

Hvad har høring givet anledning til:

Navngivning:

Det er blevet efterspurgt at navngivningen ikke ændres fra "Total Phosphor i Vand" til "Phosphor i vand". Referencelaboratoriet accepterer denne ændring og titlen for metodedatabladet bliver "Total Phosphor i vand".

Anvendelsesområde:

Der er ønsket at m.m. præciseres eller slettes under anvendelsesområde. Denne betegnelse stammer fra kvalitetsbekendtgørelsens bilag 1.15, som har anvendelse "Overvågning af jordvand, drænvand m.m."

Referencelaboratoriet fastholder derfor formuleringen under anvendelsesområde.

Målemetode:

DS292:1985 er tilbagetrukket som dansk standard. Der ønskes undersøgt om denne standard kan fjernes grundet, at denne er tilbagetrukket og der fremadrettet udelukkende henvises til DS/EN ISO 6878 del 7.

Dansk standard anvender udelukkende betegnelsen "tilbagetrukket" for standarder som ikke længere er gældende. Der er undersøgt, at de 2 standard metoder vil forventes at give samme resultat, men der ses praktiske forskelle mellem metoderne. Da flere analyselaboratorier stadig anvender DS 292:1985 og der ikke ses nogen grund til at denne skal slettes fastholdes begge analysemetoder som tilladte. Der ændres i formuleringen, så det tydeliggøres, at der er valgfrihed mellem de to standardmetoder.

Prøvetagning:

Der ønskes, at der ikke slettes henvisning til teknisk anvisning. Der henvises til teknisk anvisning og prøvetagning i kvalitetsbekendtgørelsen og er gældende på tværs af alle analyser og derfor ikke unikt for denne analyse. Det fastholdes derfor, at slette afsnittet ang. prøvetagning.

Prøvebeholdere:

Der ønskes, at der fastholdes bemærkningen ang. blindprøver og måleområde. Denne behandling er dækket af god laboratorie praktik og er ikke unikt for denne analyse og derfor dette metodedatablad. Derfor fastholdes ændringen af dette afsnit.

Filtrering:

Der ønskes en omformulering af sætningen under dette afsnit. Referencelaboratoriet imødekommer dette.

Konservering:

Der er ønsket en specificering af hvad "standard" er i forbindelse med konservering. Dette er tydeliggjort.

Særlige forhold:

Det er ønsket, at kommentaren ang. blindprøver fastholdes. Brugen af blindprøver som behandles på samme måde som prøverne er udtryk for god laboratorie praktik og er gældende for alle analyser. Referencelaboratoriet fastholder derfor at slette dette afsnit.

Forskel fra i dag

Referencelaboratoriet anbefaler, at metodedatablad M011 opdateres som foreslået i det vedlagte udkast til version 3 af metodedatabladet. Tilføjelser kan ses med rødt i og rettelser kan ses ved gennemstregning.

Referencelaboratoriet anbefaler at lade M012 udgå ved næste ændring af bekendtgørelsen.

Referencer

- /1/ Metodedatablad M011 Total phosphor i vand
- /2/ Metodedatablad M012 Total phosphor, opløst, i grundvand
- /3/ Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger. BEK nr. 2362 af 26/11/2021
- /4/ Miljøstyrelsens Referencelaboratorium, 2004: Total phosphor (notat)
- /5/ NOVANA Det nationale overvågningsprogram for vandmiljø og natur 2023-27, Programbeskrivelse for grundvand. Miljøstyrelsen, 2022
- /6/ Teknisk Anvisning G02: Prøvetagning af grundvand version 1.2 af 01.01.2017.
- /7/ Teknisk Anvisning M02: Vandkemi version 1 af 16.03.2018.