



Analysen af kvælstof og fosfor – teknisk gennemgang

September 2017

Sagen kort

Miljøstyrelsen har afdækket fejl i laboratoriet ALS Danmark' målinger

Der er tale om metodiske fejl i målingerne af total kvælstof og total fosfor fra vandløb og søer i 2016 og første del af 2017

Miljøstyrelsen + forskningsinstitutionerne sætter gang i et arbejde for at afdække og vurdere konsekvenserne

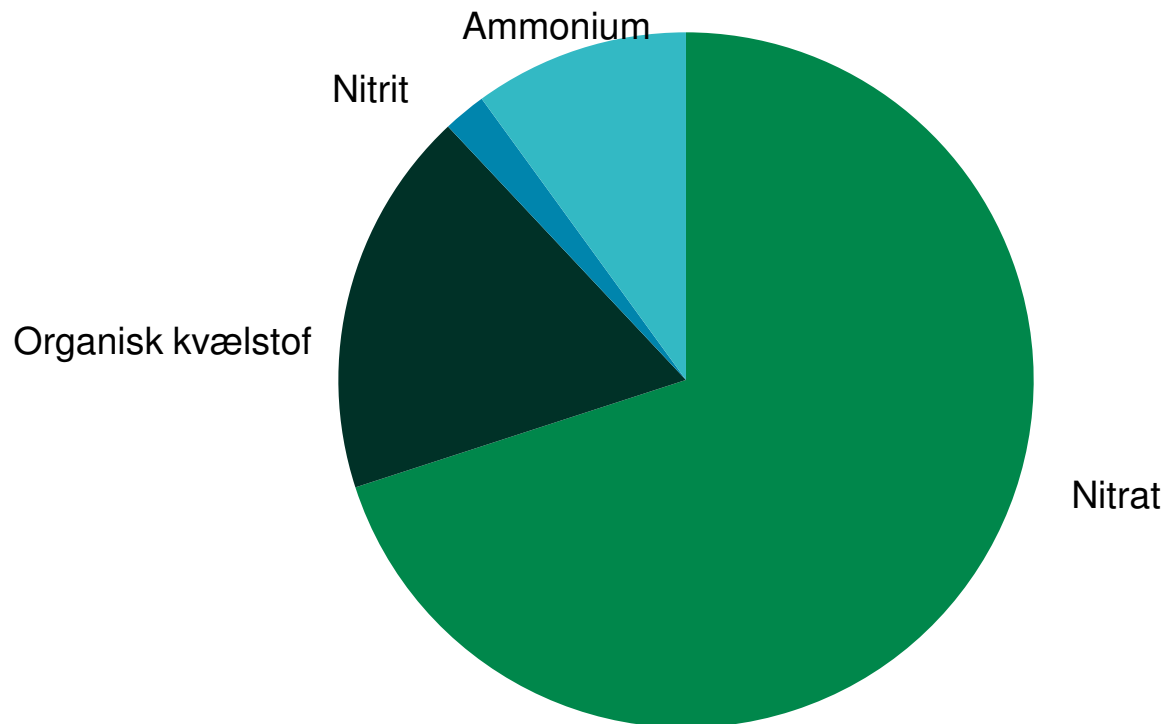
Igangsat et bredt eftersyn af anvendte metoder og analyser af total kvælstof og total fosfor i ferske og marine vandprøver



Total kvælstof

Total kvælstof består af flere forskellige kvælstofforbindelser

Analysefejlen vedrører den organiske del og dermed også total kvælstof



Figuren viser et eksempel på fordeling mellem kvælstofforbindelser i vandløb



Tidsforløb

Januar 2016: Laboratoriet ALS overtager kemiske analyser af vandprøver udtaget under NOVANA fra Eurofins

Februar 2016: Der udtages prøver til parallelanalyse på de to laboratorier – der ses ingen forskel

Sommer – efterår 2016: Parallelanalyser af ekstraprøver tyder på forskel men indenfor de gældende usikkerheder

Februar 2017: Miljøstyrelsen går i dialog med ALS om forskellene

Marts 2017: ALS konkluderer, at laboratoriet ligger godt i sammenligning med andre laboratorier

April 2017: Miljøstyrelsen undersøger ALS' metoder grundigt og afdækker derved, at ALS anvender forkert metode til TN

April 2017: ALS erkender, at der er anvendt forkerte metoder til analyser af total kvælstof og total fosfor i vandløb og søer



Rammen for krav til kemiske analyser af vandprøver

Krav til bl.a. kemiske målinger er fastlagt i Bekendtgørelsen om kvalitetskrav til miljømålinger

Miljøstyrelsen sikrer sig gennem udbudsbetingelser og kontrakter, at kravene overholdes

Akkrediterede laboratorier varetager analyserne af prøverne

Det er DANAK' rolle at akkreditere og føre tilsyn med danske laboratorier




Krav til kemiske analyser af vandprøver

De konkrete krav fremgår af metodedatabladene

For total kvælstof er metodens navn anført i metodedatablad M010 og for total fosfor i M011.

Nye metoder kan kun indføres ved ændring af metodedatabladene



M010	Total nitrogen i vand
Anvendelsesområde	Ferskvand fra søer og vandløb, dambrugsvand, jordvand, drænvand, marit vand, spildevand, perkolat, drikkevand og grundvand. Prøver med højt indhold af organisk stof, f.eks. urensset spildevand og perkolat, fortyndes passende, jf. "særlige forhold".
Prøvetagning	Prøverne udtages under behørig hensyntagen til kontaminering fra det anvendte udstyr og transportmidler. Bemærk, i forbindelse med udtagning af vand fra skibe, at disse kan være årsag til kontaminering af prøve for næringssalte, fx fra spildevandssystemer, røg eller fra rengøring om bord. Der skal tages hensyn hertil ved udtagning og håndtering af prøven. Prøver, der omfattes af national overvågning af vandmiljøet, skal udtages under overholdelse af krav til prøvetagning i de tekniske anvisninger.
Målemetode(r)	Ferskvand fra søer og vandløb skal oplukkes vha. autoklave efter DS/EN ISO 11905-1:1998 (evt. DS 221:1975, ophævet som DS) og den dannede nitrat bestemmes, f.eks. ved automatiseret bestemmelse. Øvrige prøvetyper oplukkes efter DS/ISO 29441:2010 eller DS/EN ISO 11905-1:1998 (evt. DS 221:1975, ophævet som DS) og den dannede nitrat bestemmes, f.eks. ved automatiseret bestemmelse. Laboratoriet skal sikre, at det kan anvende metoden med mindst den analysekvalitet (måleområde og øvrige kvalitetsparametre), der er nødvendig til det ønskede formål. Metodens forskrifter om prøvebeholder, prøvehåndtering, filtrering, konservering og opbevaring erstattes af nedenstående krav.
Prøvebeholder	Plast (f.eks. polyethylen) eller glas. Beholdertype og rengøring skal være valideret til det måleområde, der er nødvendigt til det ønskede formål. Rengøring skal jævnligt kontrolleres med blindprøver.
Prøvehåndtering inden analyse	Prøven opbevares mørkt og koldt (0-4°C) indtil analyse eller frysning.
Filtrering	Prøven må ikke filtreres.
Konservering	Såfremt prøven ikke analyseres inden den nedenfor nævnte frist, konserveres den. Der er to muligheder for konservering: 1) Frysning. Prøven skal fryses og opåes stående. Prøven rystes jævnligt under opåring og bringes til stuetemperatur for analyse. Metoden kan anvendes til alle prøvetyper. 2) Tilføjelse af 4 M svovlsyre til pH 2. Prøven skal sikres mod absorption af ammonium fra luften, ligesom korrekt pH under oplukning skal sikres, jf. DS/EN ISO 11905-1:1998. Metoden må ikke anvendes til marine prøver.
Opbevaring	Prøven opbevares mørkt og koldt (0-4°C) indtil analyse eller frysning. Prøven analyseres hurtigst muligt og inden 48 timer, heri inkluderet eventuel henstand i automatisk prøvetager. Frosne prøve kan opbevares 1 måned. Syrekonservet prøve kan opbevares 6 dage.



Følger af analyseresultaterne

Analyser af vandprøver indgår i NOVANA-programmet – og dermed i forberedelse af vandområdeplaner, Natura 2000 planer og indberetninger til EU

De fejlbehæftede analyser (2016-2017) er endnu ikke anvendt

Udredning af konsekvenser for data initieret i samarbejde med Aarhus Universitet, DCE med fokus på:

- betydningen af fejlen for analyser i vandløb og søer – og hvordan de kan korrigeres
- klarlægning af forskelle ved forskellige lokaliteter og koncentrationer

Det forventes, at der samlet kan skabes et pålideligt datagrundlag for 2016 og 2017

Høj prioritet at sikre rigtige og pålidelige metoder og tal for 2018



Serviceeftersynet

Miljøstyrelsen gennemfører et serviceeftersyn af eksterne leverandørers analyser af total kvælstof og total fosfor til overvågningsprogrammet.

Ønsker at sikre:

- at der ikke er andre prøver med metodefejl
- en vurdering af analyser og metoder anvendt på prøver fra marine områder og fra ferskvand
- en gennemgang af ansvarsforhold samt kontrol- og tilsynsprocedurer

Resultatet forventes ultimo i 2017



Tak for opmærksomheden