



Serviceeftersyn laboratorieanalyser: Sammenfatning af hovedkonklusioner

1. Indledning

Dette notat er en sammenfatning af hovedkonklusionerne af Miljøstyrelsens serviceeftersyn af laboratorieanalyser på ferske og marine vandprøver i perioden 2010-2017. Der henvises i øvrigt til Miljøstyrelsens notater for hhv. ferske- og marine vandprøver og vedr. administrationsgrundlaget for en mere uddybende præsentation af resultaterne af serviceeftersynet.

I 2016 besluttede Miljøstyrelsen at supplere de løbende kvalitetskontroller med ”dobbeltprøver” som en ekstraordinær kontrol af de vandprøver, som det eksterne private laboratorie ALS analyserede for styrelsen. Det førte til, at man opdagede metodefejl i analyserne. Der var anvendt den såkaldte UV-metode (dvs. ved bestråling) i stedet for den i metodedatabladet godkendte autoklav-metode (dvs. ved kogning under tryk) i forbindelse med analyser af total kvælstof (TN) og total fosfor (TP) i ferske og marine vandprøver. På den baggrund besluttede Miljø- og Fødevarerministeriet at foretage et serviceeftersyn af anvendelse af oplukningsmetoder for analyser af ferske såvel som marine vandprøver i perioden 2010-2017.

Serviceeftersynet har fokuseret på, at:

- foretage en afklaring af måleforskelle ved UV- og autoklave-metoder
- belyse mulighederne og behovet for at korrigere data – herunder mulige konsekvenser for forvaltningen
- kortlægge anvendte oplukningsmetoder i perioden 2010 – 2017
- gennemgå administrationsgrundlaget for analyser af vandprøver

UV-metoden og autoklave-metoden er begge internationalt anerkendte standarder, såkaldte ISO standarder, som kan anvendes til at foretage målinger af fx næringsstoffer i vandprøver i fersk og marint vand. I Danmark har det dog i perioden 2010-2017 kun været autoklave-metoden, der har været

tilladt efter de gældende metodedatablade i bekendtgørelsen om kvalitetskrav til miljømålinger; på nær for TN marint, hvor det fra december 2014, på baggrund af rådgivning fra Referencelaboratoriet for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger, blev godkendt at anvende begge metoder.

I forbindelse med serviceeftersynet har Miljøstyrelsen bedt Aarhus Universitet (AU) foretage en metodetest for 2016-2017 med henblik på at vurdere forskellene mellem anvendelse af UV- og autoklave-metoden. Miljøstyrelsen har ligeledes bedt AU foretage en vurdering af mulighederne for at korrigere data fra målinger foretaget med UV-metoden. DTU er blevet bedt om en second opinion og er på baggrund af en gennemgang af ferskvandsanalyserne enig i den måde, som AU har gennemført metodetesten på.

2. Afklaring af måleforskelle mellem UV- og autoklave-metoder

AU har foretaget en separat vurdering for TN og TP på henholdsvis prøver fra ferskvand og fra det marine.

TN og TP fersk: Forskelle mellem UV- og autoklave-metoder

Metodetesten for TN og TP i ferskvand er gennemført af AU på baggrund af et repræsentativt udvalg af vandprøver taget i vandløb og søer i 2017. På baggrund af metodetesten har AU vurderet, at TN-værdier målt med UV-metode i vandløb i perioden 2016 til april 2017 ligger ca. 7 % under det niveau, der måles med autoklave-metoden. For TP viser metodetesten, at værdier målt i vandløb med UV-metoden i perioden 2016 til april 2017 ligger ca. 17 % under det niveau, der måles med autoklave-metoden. Korrektionerne er koncentrationsafhængige, og der ses mindre procentvise afvigelser for prøver, hvor kvælstofkoncentrationen er over gennemsnit og større procentvise afvigelser for prøver, hvor kvælstofkoncentrationen er under gennemsnit.

AU har vurderet, at det er muligt at korrigere analyseresultaterne for TN og TP for perioden 2016-2017, idet resultaterne for TP dog alene kan korrigeres på landsplan eller landsdele på grund af relativ stor usikkerhed. AU har samtidig vurderet, at det på nuværende tidspunkt ikke er muligt at fastlægge en egentlig korrektion af analyseresultaterne for perioden 2010-2014.

TN og TP marint: Forskelle mellem UV- og autoklave-metoden

Metodetesten for TN og TP i det marine er gennemført af AU på baggrund af et stedsmæssigt repræsentativt udvalg af vandprøver fra efteråret 2017. På baggrund af metodetesten har AU vurderet, at TN-værdier målt med UV-metode ligger ca. 13 % under det niveau, der måles med autoklave-metoden. For TP-værdier viser metodetesten, at det ikke har været muligt at fastslå en generel afvigelse mellem de to metoder.

AU har vurderet, at man på baggrund af det foreliggende materiale kan lave en korrektion af analyseresultaterne for TN data. Det fremgår endvidere, at korrektionen kan dække hele perioden 2010-17, men at en korrektion vil blive mere præcis, hvis der foretages yderligere analyser.

3. Mulighed for korrektion af data og mulige konsekvenser heraf

Der er foretaget en separat vurdering af mulighederne for at korrigerer analysedata for henholdsvis perioden 2016 til april 2017 og perioden 2010-2015.

TN og TP fersk 2016 til april 2017

NOVANA-afrapportering af data for 2016 har afventet serviceeftersynet. Disse data er derfor endnu ikke afrapporteret eller brugt i forvaltningen på anden måde. AU har vurderet, at data fra vandløb for TN og TP 2016 til april 2017 kan korrigeres ved hjælp af de etablerede sammenhænge, der allerede er beskrevet i forbindelse med serviceeftersynet. For 2016 vil data kunne afrapporteres i foråret 2018, og for 2017 i efteråret 2018.

- AU anbefaler, at data fra enkeltanalyser fra 2016 og 2017 fsva TN fra vandløb korrigeres og anvendes selvstændigt med en korrektion på 7 % for en gennemsnitskoncentration.
- AU anbefaler, at data for TP fra 2016-2017 korrigeres og præsenteres på landsplan eller tilsvarende større oplande med korrektion på 17 % for en gennemsnitskoncentration.
- AU anbefaler, at der foretages yderligere undersøgelser, før det kan vurderes, om det er muligt at korrigerer data fra analyse af prøver fra søer og vådområder.
- AU anbefaler at anvende korrigerede data fra enkeltanalyser fsva. TN fra dræn, men ikke for TP.

TN og TP fersk 2010-2015

Data for 2010-2015 er afrapporteret under det nationale overvågningsprogram NOVANA og har bl.a. indgået som en del af grundlaget for arbejdet med Fødevarer- og landbrugspakken og indsatsprogrammerne i de gældende vandområdeplaner for 2015-21. I 2015 er autoklave-metoden anvendt ved analyse af TN i ferske vande. Det er AU's vurdering, at data fra 2010-2014 estimerer et for lavt indhold af kvælstof og fosfor i vandløbsvandet. Det har ikke været muligt på det foreliggende grundlag at fastlægge en korrektion for denne periode. AU vurderer dog foreløbigt, at forskellen vil være mindre end i perioden 2016-2017. Beregning af en egentlig korrektion vil kræve yderligere analyser. På den baggrund er det heller ikke muligt endeligt at vurdere konsekvenserne for forvaltningen, herunder for vandområdeplanerne.

- AU vurderer, at en beregning af en korrektion med henblik på at fjerne metodebias for perioden 2010-2014 vil være mulig, men at det vil kræve yderligere analyser.
- AU anbefaler, at det også undersøges, om der har været anvendt UV-analyser før 2010.

TN og TP marint 2016-2017

Data for 2016-2017 har afventet serviceeftersynet og er ikke rapporteret i NOVANA eller anvendt på anden måde. UV-analyse har været en godkendt metode for analyse af marine prøver fsva TN i perioden 2015-2017. AU har vurderet, at data for TN i marint vand kan korrigeres på det foreliggende grundlag, men at korrektionen kan forbedres ved at gennemføre yderligere analyser. For TP vurderer AU, at en korrektion vil være for usikker.

- AU vurderer at TN data for 2016-2017 kan korrigeres på det foreliggende grundlag, men at sikkerheden på korrektion kan forbedres med yderligere analyser
- AU vurderer, på baggrund af det eksisterende datamateriale, at en korrektion af TP data for 2016-17 vurderes at være for usikker.

TN og TP marint 2010-2015

Data fra 2010-2015 er brugt i forskellige sammenhænge, herunder i den årlige NOVANA-rapportering fra AU, i forbindelse med modelberegninger til vandområdeplaner og ved arbejdet med havstrategi.

AU har vurderet, at data for TN for perioden 2010-2015 – og dermed i hele perioden fra 2010-2017 - kan korrigeres på det foreliggende grundlag, men at korrektionen kan forbedres ved at gennemføre yderligere analyser.

AU vurderer, at en korrektion af data for TN marint vil kunne betyde, at status for åbne områder som Øresund, Storebælt og Kattegat vil kunne skifte fra god til dårlig tilstand for indikatoren TN-koncentration, som anvendes i HELCOM. Det vil dog ikke ændre den samlede HELCOM-klassifikation, som i forvejen vurderer havområderne til at være i "dårlig tilstand". Desuden kan forbedringer i miljøtilstanden beskrevet ved årsgennemsnit i TN-koncentrationer siden 2010 være overvurderet for både fjorde og åbne havområder. Det vurderes ikke, at en eventuel korrektion af de marine TN analyser vil have væsentlig betydning for indsatsen under vandområdeplanerne, da de marine prøver kun indgår som én af en række forskellige indikatorer. Beregninger af målbelastninger vurderes at være robuste overfor eventuelle fejl i én af de anvendte indikatorer.

I perioden 2010-2015 er der anvendt den godkendte autoklave-metode til analyse af TP.

- AU vurderer, at data for TN for perioden 2010-2015 – og dermed i hele perioden fra 2010-2017 – kan korrigeres, men at korrektionen kan forbedres ved at gennemføre yderligere analyser gennem et år.

4. Kortlægning af godkendte og anvendte metoder og analyser

Krav til marine og ferske målinger er indeholdt i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger (bilag 1, afsnit 1.7 og 1.17). Heraf fremgår det, at måling af parameteren TN skal udføres af akkrediterede laboratorier med nærmere fastsatte krav til analysekvalitet, herunder krav til metode som givet i metodedatablad M010.

Det fremgår af det i bekendtgørelsen gældende metodedatablad M010 for TN i vand, at ferske prøver skal oplukkes efter autoklave-metode. Ligeledes skal marine prøver fsva. TN oplukkes efter autoklave-metoden, idet det dog blev tilladt at anvende UV-metode med en ændring af metodedatabladet i december 2014. Miljøstyrelsen godkender formelt ændring af bekendtgørelsen efter rådgivning fra Referencelaboratoriet, der som Miljøstyrelsens rådgiver har specialist kompetencen på dette område.

Det fremgår af det gældende metodedatablad M011 for TP i vand, at både ferske og marine prøver skal oplukkes efter autoklave-metoden. Anvendelse af UV-metoden er ikke tilladt; der er ikke siden 2009 ændret på metodekravene for TP i vand.

En sammenligning af godkendte og anvendte metoder i den nationale overvågning i årene 2010-2017 er opsummeret i Tabel 1 og 2 nedenfor. Heraf fremgår også, hvilket analyselaboratorie der har været ansvarlig for analyserne.

Tabel 1: Godkendte og anvendte metoder i den nationale overvågning i perioden 2010-2017 (TN og TP i ferskvand)

TN	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017
Godkendt metode jf.metodedatablad M010	Autoklave					Autoklave	Autoklave	Autoklave
Anvendt metode	UV					Autoklave	UV	UV/Autoklave ¹
Analyse-laboratorium	Eurofins					Eurofins	ALS	ALS

TP	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017
Godkendt metode jf.metodedatablad M011	Autoklave						Autoklave	Autoklave
Anvendt metode	UV						UV	UV/Autoklave ²
Analyse-laboratorium	Eurofins						ALS	ALS

Tabel 2: Godkendte og anvendte metoder i perioden 2010-2017 (TN og TP marint)

TN	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017
Godkendt metode jf.metodedatablad M010	Autoklave					Autoklave/ UV	Autoklave/UV	Autoklave/UV
Anvendt metode	UV					UV	UV	UV/Autoklave ³
Analyse-laboratorium	Eurofins					Eurofins	ALS	ALS/Eurofins ⁴

¹ Efter 23. marts 2017 er der anvendt autoklave-metode

² Efter 4. maj 2017 er der anvendt autoklave-metode

³ I november 2017 er der overgået til autoklave-metode

⁴ Eurofins har 6. marts 2017 overtaget ansvaret for både TN og TP

TP	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017
Godkendt metode jf. metodedatablad M011	Autoklave						Autoklave	Autoklave
Anvendt metode	Autoklave						UV	UV/Autoklave ^b
Analyse-laboratorium	Eurofins						ALS	ALS/Eurofins

5. Administrationsgrundlaget

Bekendtgørelsen om kvalitetskrav til miljømålinger og det eksisterende administrationsgrundlag er overordnet egnet til at sikre god analysekvalitet i miljømålingerne. Bekendtgørelsen samt metodedatabladene skal sikre, at der er klare krav til, hvilke metode der kan og/eller skal bruges. Referencelaboratoriet skal sikre, at der er fagligt belæg for, at det er de rigtige metoder, der er godkendt; DANAK skal sikre, at de laboratorier, der udfører analyserne, også har kompetencen til at gøre det efter de gældende regler, og at deres kvalitetsledelsessystem er på plads. Miljøstyrelsen sikrer blandt andet gennem sine kontrakter med analyselaboratorierne, at laboratorierne skal leve op til bekendtgørelsen krav, herunder specifikt, at de skal følge det gældende metodedatablad og de deri godkendte metoder.

I forlængelse af konstateringen af anvendelse af UV-metoden i 2016-2017 har analyselaboratoriet ALS erkendt, at de herved har anvendt en ikke godkendt metode. Analyselaboratoriet ALS har meddelt, at de tilbagetrækker de berørte resultater. Miljøstyrelsen har varslet et erstatningskrav over for ALS. Miljøstyrelsen er i øjeblikket ved at afklare erstatningskravets størrelse.

Tilbagetrækningen af resultaterne vil ikke få betydning for den videre anvendelse af data, så længe der foreligger en erstatningsrapport i medfør af akkrediteringsreglerne. En sådan foreligger allerede fra ALS, og der er således grundlag for, at de korrigerede resultater for 2016 og første del af 2017 vil kunne anvendes i administrativ sammenhæng.

For perioden 2010-2015 vil der blive varslet et erstatningskrav over for analyselaboratoriet Eurofins. Derefter udestår en proces med at afklare størrelsesordenen erstatningskravet. I den sammenhæng er bl.a. fejlenes indflydelse på fortolkning af det samlede analyseresultat helt afgørende for, hvilke erstatningsforhold i kontrakterne der evt. skal gøres gældende.

Som en del af serviceeftersynet har Miljøstyrelsen bedt Referencelaboratoriet foretage en metodesammenligning af autoklave-metoden og UV-metoden for TN i marine prøver. Det er på den baggrund Referencelaboratoriets vurdering, at også TN i marine prøver fremover alene bør analyseres med autoklave-metoden.

⁵ Fra 6. marts 2017 er der anvendt autoklave-metode

Miljøstyrelsen har allerede i forbindelse med nyt udbud af Referencelaboratoriet tydeliggjort kravene til uvildig rådgivning og skærpet proceduren for høring af relevante parter mhp. at understøtte høj faglig kvalitet i forbindelse med evt. ændring af regelgrundlaget.

DANAK har gennemgået de metoder, hvor akkrediterede laboratorier har angivet, at kvaliteten af analysen overholder bekendtgørelsen om kvalitetskrav til miljømålinger, og DANAK har rettet de identificerede fejl. Miljøstyrelsen vil i den løbende dialog med DANAK sikre et øget fokus på området.

6. Konklusioner - opfølgning

Vedrørende analyser af ferskvandsprøver vurderer Miljøstyrelsen på det foreliggende grundlag:

- at data for 2016 og 2017 på TN i vandløb og dræn korrigeres og anvendes selvstændigt på baggrund af den fundne korrektion på ca. 7 %
- at data for TP fersk fra 2016-2017 korrigeres på landsplan og årsbasis på baggrund af den fundne korrektion på ca. 17 %
- at der igangsættes yderligere undersøgelser mhp. at korrigere data for analyser af søer og vådområder for 2016-2017
- at der igangsættes yderligere analyser med henblik på korrektion af data fra ferskvandsprøver før 2016, hvor der er behov herfor som følge af hensynet til grundlaget for vandplanlægningen
- at der foretages en kortlægning af evt. brug af UV-analyse før 2010

Data for 2016-2017 er endnu ikke afrapporteret eller anvendt på anden måde. Der vil derfor alene være tale om en teknisk opdatering af data, som vil indgå i den årlige NOVANA afrapportering. Ved en korrektion vil data for 2016-2017 kunne bringes helt eller delvist i overensstemmelse med resultater udført efter det gældende metodekrav. For TN forventes de korrigerede data at kunne anvendes for de enkelte målestationer i de konkrete vandløb. For TP forventes data kun at blive præsenteret på landsplan eller landsdelsplan på grund af større usikkerhed ved korrektionen

Vedrørende marine analyser vurderer Miljøstyrelsen på det foreliggende grundlag:

- at der igangsættes yderligere analyser med henblik på korrektion af data for marine prøver, hvor der er behov herfor for at få en tilfredsstillende korrektion
- at der foretages en kortlægning af evt. brug af UV-analyse før 2010

Vedrørende administrationsgrundlaget har Miljøstyrelsen på det foreliggende grundlag:

- varslet erstatningskrav mod ALS
- skærpet kravene til uvildig rådgivning og kvalitetssikring i forbindelse med nyt udbud af Referencelaboratoriet
- skærpet kravene til dokumentation og kontrol af metodeanvendelse i forbindelse med nyt udbud af analyser

Vedrørende administrationsgrundlaget vurderer Miljøstyrelsen endvidere

- at metodedatablad M010 for total kvælstof i vand skal ændres, så der fremadrettet – også på marine prøver – kun kan anvendes autoklave-metode ved gennemførelse af analyse efter kvalitetskravbekendtgørelsen
- at der skal varsles et erstatningskrav overfor Eurofins
- at der i den løbende dialog med DANAK skal sikres et øget fokus på laboratoriernes oplysninger om, hvorvidt deres performance er i fuld overensstemmelse med bekendtgørelsen om kvalitetskrav til miljømålinger.