



ERFARINGSOPSAMLING ANVENDELSE AF MULTI INCREMENTAL SAMPLING (MIS) FOR FES

MIS
En metode til
jordprøvetagning,
der bør anvendes
mere i DK?

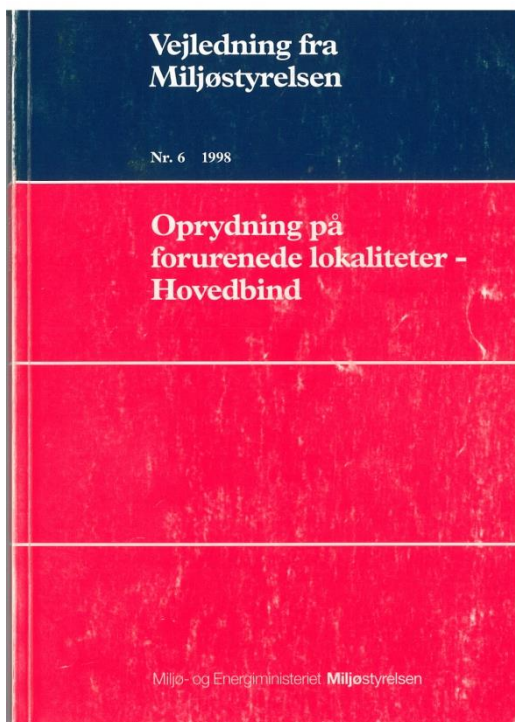
Geolog Philip de Lasson,
Forsvarsministeriet Ejendomsstyrelsen

Civilingeniør Jette Kjøge Olsen,
NIRAS

Forsvarsministeriets Ejendomsstyrelse



Hvorfor MIS?



Tabel. 4.1

Antal prøvetagningspunkter på et areal på 400 m² til lokalisering af et hotspot af den angivne størrelse med den angivne sikkerhed.

Diameter af hotspot (m)	% foruren. areal (%)	Sandsynlighed			
		50%*	90%*	95%*	99%*
10	20	2	5	6	7
7	10	5	10	12	15
5	5	10	20	24	29
3	2	28	54	65	81
2	0,8	62	122	147	183
1	0,2	249	488	589	731

* Sandsynlighed for lokalisering af hotspot.

Som eksempel viser tabellen, at man på et areal på 400 m² med 24 prøvetagningspunkter (boringer) med 95 % sandsynlighed kan genfinde en forurening med en diameter på 5 m.

Ukendte mindre hot spots er således økonomisk urealistiske at lokalisere med stor sandsynlighed. Normalt vil undersøgelserne være baseret på kendte forureningskilder og spredning derfra. Ved anvendelse af få boringer, skal man således ikke regne med at kunne lokalisere små hot-spots eller afgrænse forurening. Det er vigtigt at fremhæve, at hver boring alene udgør en punktmåling. Derfor skal resultaterne af punktmålinger fortolkes med forsigtighed ved forureningsvurderingen.

Jordflytning – et smertensbarn

BEK nr 1452 af 07/12/2015 (Gældende)	Udskriftsdato: 26. februar 2018
Ministerium: Miljø- og Fødevarerministeriet	Senere ændringer til forskriften
Journalnummer: Miljø- og Fødevarermin., Miljøstyrelsen, j.nr. MST-105-00005	Ingen

Udtagning af jordprøver fra opgravet jord

- Jord oplagt direkte fra opgravningen i mile/jordbunke, som højst er 5 meter bred og 2,5 meter høj:

Milen/jordbunken kan opdeles med henblik på særskilt kategorisering af de enkelte dele af mile/jordbunke. Prøveinddelingen sker ved parallelle snit på tværs af milen/jordbunken. Fra hver mile/jordbunke-del udtages en repræsentativ blandeprøve, f.eks. ved sammenstik af 5 enkeltprøver. Enkeltprøverne skal udtages jævnt fordelt og midt i milen eller som minimum i 50 cm's dybde. Hver mile/jordbunke-del, hvorfra der er udtaget en repræsentativ prøve, kan kategoriseres som et selvstændigt jordparti efter reglerne i bilag 3.

- Jord oplagt direkte fra opgravningen i containere:

Der kan udtages repræsentative jordprøver ved sammenstik af 5 enkeltprøver. Jorden i containere, hvorfra der er udtaget repræsentative prøver, kan kategoriseres som et selvstændigt jordparti efter reglerne i bilag 3.

6) Ved en jordflytning forstås en flytning af jord fra en lokalitet til en anden lokalitet. En jordflytning kan ske over tid og bestå af flere jordtransporter.

Pligt til anmeldelse

§ 4. Flytning af den i § 2 nævnte jord skal anmeldes til kommunalbestyrelsen i den kommune, hvor ejendommen, arealet eller anlægget, hvorfra jorden flyttes, er beliggende.

Historik - MIS

- 2000'erne: Anvendes primært i USA
- 2011: Finland kursus
- 2012- Metoden anvendes FES

Hvad har vi lært?

Teori - Multi Incremental Sampling (MIS)

"Theory of sampling" /Pierre Gy, Sampling for Analytical Purposes, Wiley, 1998/

■ Formål

- Det bedste resultat
 - *Mindst mulig fejlkilde på resultatet - præcis*
 - *Der kan reproduceres ved gentagelse*



■ Forudsætninger

- Ensartet forureningsbelastet
- Gennemsnitlige forureningsniveau
- Ikke finde max koncentration f.eks. hotspot-forurening
- Ikke forureningsspredning i slirer og sprækker
- Ikke til undersøgelse af flygtige forbindelser

MIS - fokus på reducere af fejlkilder

Potentielle fejlkilder ved bestemmelse af forureningsniveau er i forskellige størrelsesordner:

Kemisk analyse	2-30%
Prøveforberedelse	100-300%
Prøvetagning (primær)	op til 1.000%

Ref. /Rasemann, W., Industrial Waste Dumps, Sampling and Analysis, Encyclopedia of Analytical Chemistry, 2000/

- MIS har derfor fokus på følgende:
 - Primært at reducere fejlkilder ved prøvetagning
 - Sekundært ved prøveforberedelse på laboratoriet
 - Ikke på selve analysen

Det bedste resultat – hvordan?

1. Ny fremgangsmåde for **prøvetagning**
 -
 -
2. Ny fremgangsmåde for **prøveforberedelse**
 -
 -
3. Ny metode til **kvalitetskontrol** af data

1. Prøvetagning i felten ved MIS

1. Prøvetagningsformålet
2. Afgrænsning af prøvetagningsområdet, Decision Unit (DU)

3. Valg af prøvetagningsudstyret

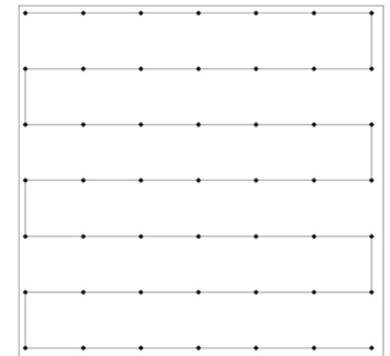


- Så hele jordprofilet prøvetages



4. Udtagning af 50-100 delprøver

- Jævnt fordelt over hele området
- OBS på mængde af jord !
- – max. 6 kg (af hensyn til laboratoriet)



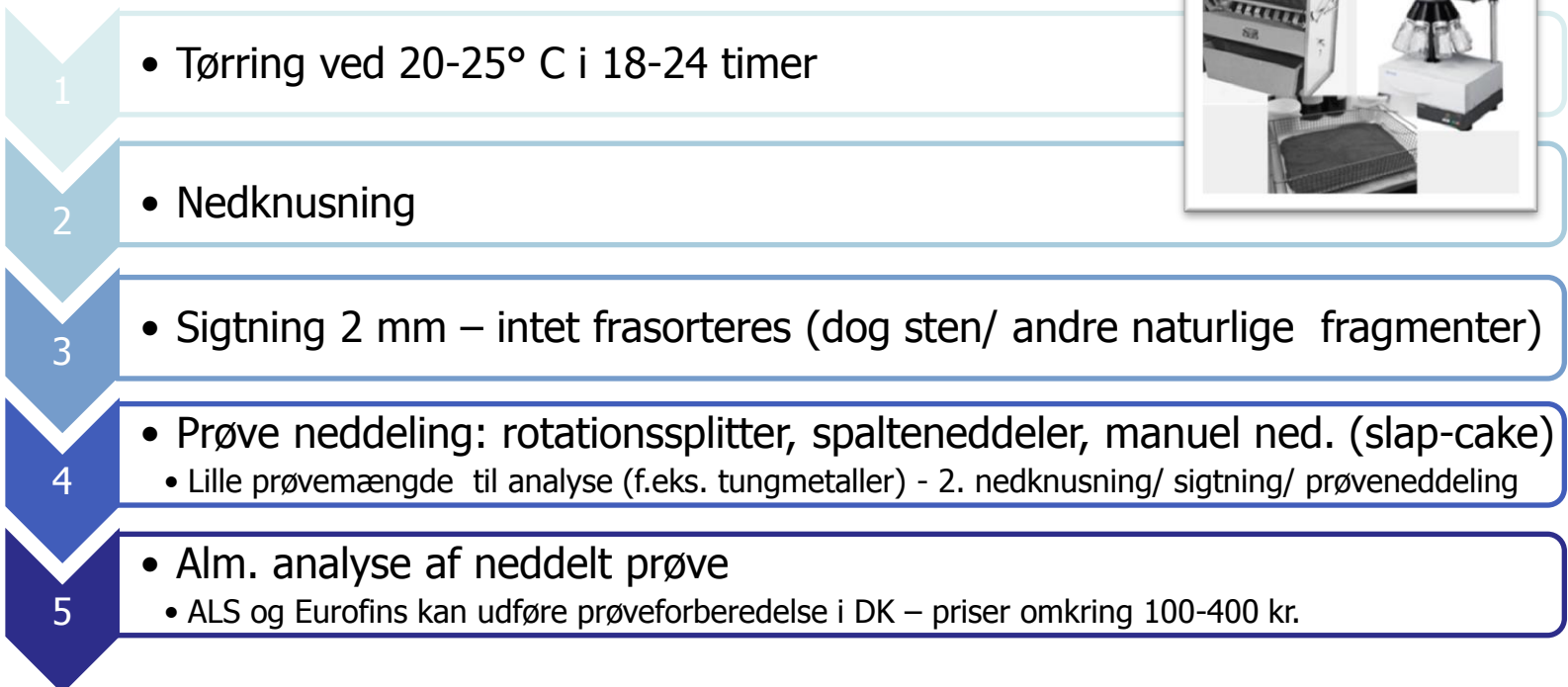
2. Prøveforberedelse på laboratoriet

Formål: Udvælgelse af repræsentativ prøve til analyse

➡ forbehandle jordprøven –

➡ så der kan ske en repræsentativ neddeling

Fremgangsmåde:



3. Kvalitetskontrol

Formål: Hvor godt forureningskoncentrationen er bestemt og med hvilken reproducerbarhed?

1. Udtagning af replikatprøver fra samme område (min. 3 stk.).
2. Beregning af relativ standard afvigelse (RSD)
 - Vurdere, hvor god prøvetagningen har været
- dvs. et relativt mål for den samlede usikkerhed ved prøvetagningen

Til vurdering af prøvetagningen kan anvendes følgende skala:

RSD < 35% Præcis bestemmelse af forureningsniveau (stor reproducerbarhed).

35% < RSD < 50% Acceptabel bestemmelse af forureningsniveau (rimelig reproducerbarhed).

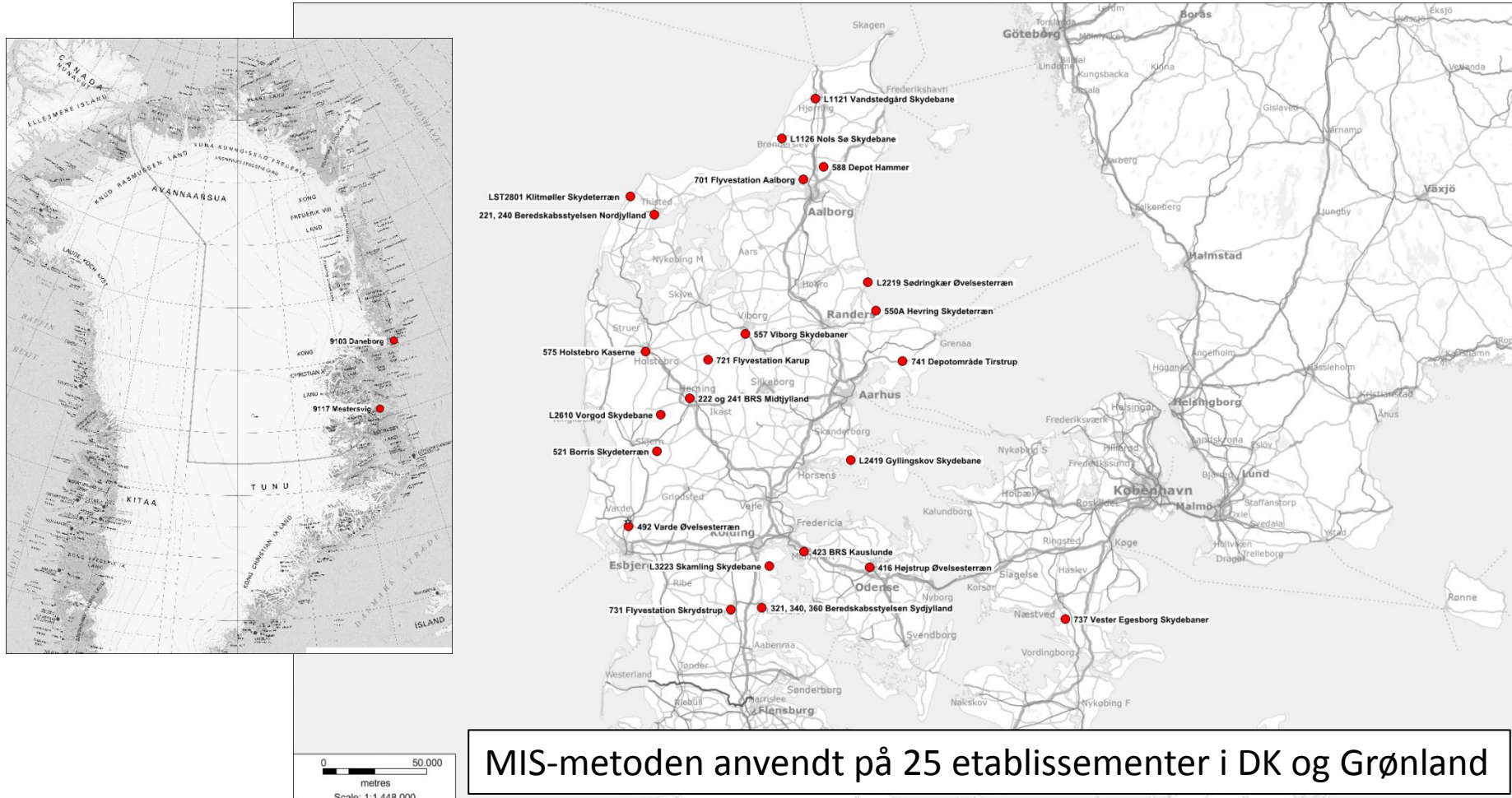
50% < RSD < 75% Kritisk bestemmelse af forureningsniveau (usikker reproducerbarhed).

Anvendelsesmuligheder med MIS

Prøvetagningsituationer kan være:

- **Prøvetagning af jordoplæg** (med henblik på jordhåndtering/genanvendelse)
- **Prøvetagning af terrænnær jord, <0,5 m u.t.** (med henblik på undersøgelse/risikovurdering)
- **Prøvetagning af dybereliggende jord, >0,5 m u.t.** (med henblik på undersøgelse/risikovurdering)
- **Prøvetagning af sediment** (med henblik på undersøgelse/risikovurdering)
- **Prøvetagning af overfladevand** (med henblik på undersøgelse/risikovurdering)

Erfaringsopsamling for FES (2011-2017)

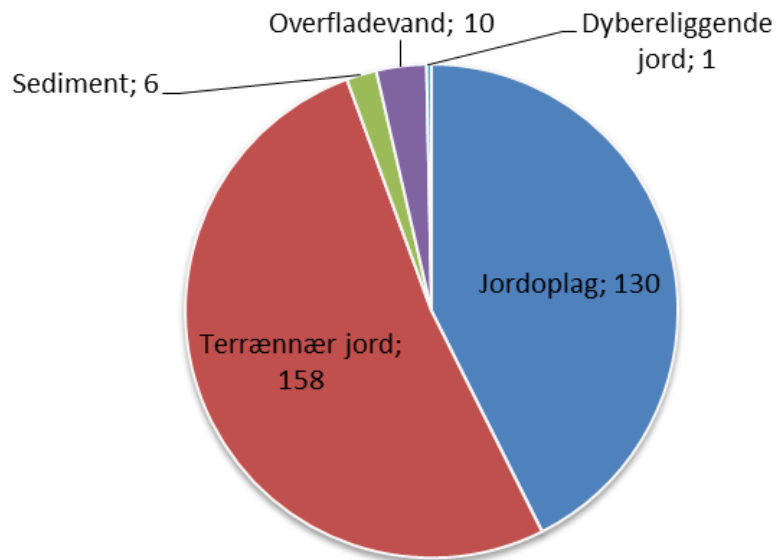


MIS-metoden anvendt på 25 etablissemeter i DK og Grønland

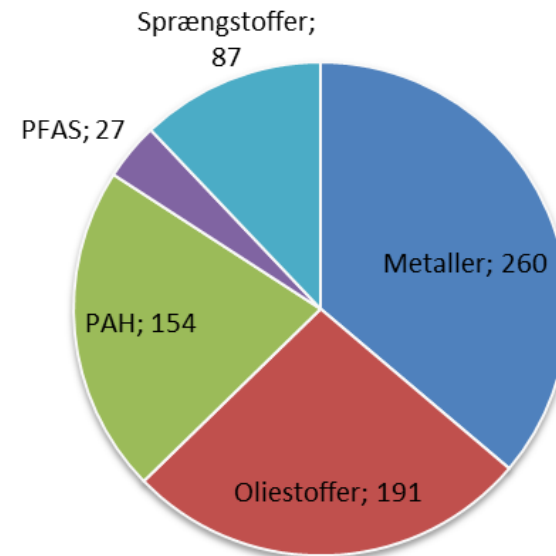
Datagrundlag for erfaringsopsamlingen

- Udtaget 305 MIS-prøver fra 2011-2017

Prøvetagningsituationer:



Undersøgte stofgrupper:



Case: Jorddepot på Flyvestation Skrydstrup (2016)



- Formål: Undersøgelse af jordoplæg ift. bortskaffe eller genanvende jorden
- Jorddepot ifølge miljøgodkendelse af 8.10.1990
- Ca. 2.600 m³ depot med forurenede jord
- Screening i 2010: 8 håndbor med 15 analyser
ca. 1/3 forurenede – kun indhold af BTEX'er i en jordprøve, men også højt indhold af totalkulbrinter - derfor vurderet OK med MIS-metode
- Opdelt i **129 jordmiler af 30 tons** på baggrund af forureningsgrad ud fra syn/lugt og screening
- **50 delprøver fra hver mile** ved gravearbejde – direkte fra skovlen

Case: Jorddepot på Flyvestation Skrydstrup (2016)

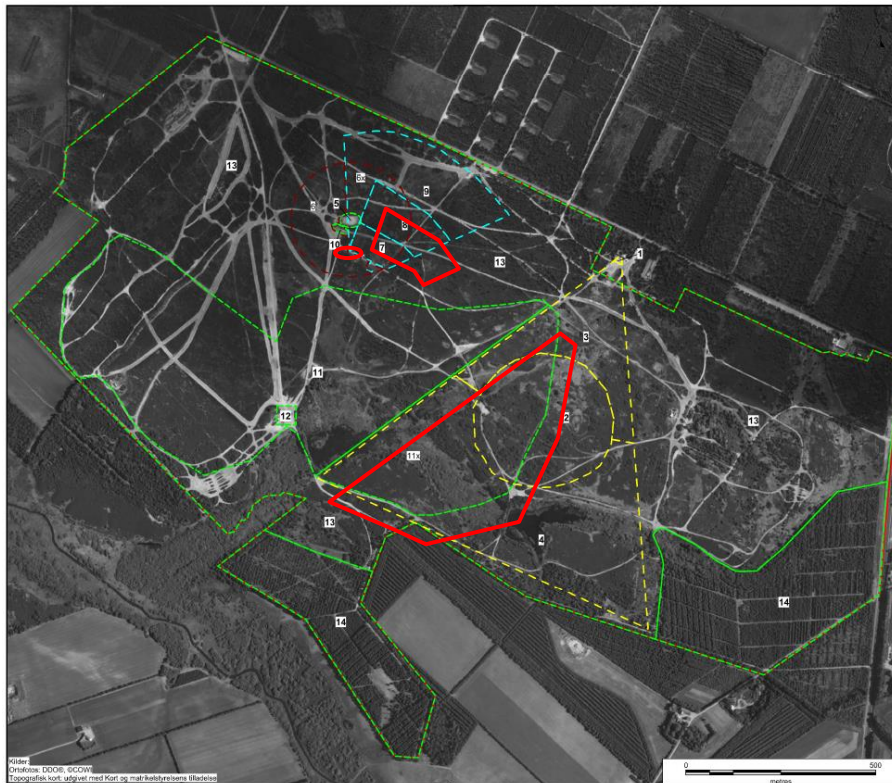
- Jordprøverne blev prøveforbehandlet på laboratoriet (ALS Danmark)
- Analyseret for: Totalkulbrinter, PAH'er og tungmetaller (6 stk.)
- Resultater af MIS-prøverne:
 - Ren jord: ca. 3.120 tons (genanvendelse på Flyvestationen)
 - Lettere forurenede jord ca. 90 tons (bortskaffet)
 - Forurenede jord ca. 680 tons (bortskaffet)
- Valgt kun at udtaget 3 replikater fra en DU – alle under JKK

Analyseresultater, jord Tungmetaller (mg/kg TS)								
Provetagning	Prøve-ID	Totalkulbrinter/ PAH'er	Bly	Cadmium	Kobber	Zink	Chrom	Nikkel
Jordoplæg á 30 tons	MIS-3A	Ikke påvist	2,0	0,05	1,6	3,0	2,9	9,7
	MIS-3B	Ikke påvist	3,0	0,05	2,0	2,9	3,4	10
	MIS-3C	Ikke påvist	2,0	0,05	1,8	2,8	3,1	10
MIS-3 (A-C) middelværdi		Ikke påvist	2,3	0,05	1,8	2,9	3,1	10
MIS-3 (A-C) standardafvigelse		0,00	0,47	0,00	0,16	0,08	0,21	0,14
Relativ standardafvigelse (RSD)		0%	20%	0%	9%	3%	7%	1%

- RSD: 0-20% <35% **præcis bestemmelse og god reproducerbarhed**

Case: Varde Øvelsesterræn (2013)

- Formål: Belyse forureningsniveauet i **det terrænnære jord (<0,5 m u.t.)** på øvelsesområder, skydebaner og ved tidligere brande



- Udtaget 19 MIS-prøver ned til ½ m med 50 nedstik med golfsampler (10 cm) og håndbor (0,5 m u.t.)
- DU opdelt efter anvendeshistorikken ca. 200 - 1.000.000 m²
- På baggrund af analyser - udvalgt tre områder påvist mest forurening
- Kvalitetskontrol - 3 replikater – i alt 3 x 50 delprøver
- Analyseres for oliestoffer, tungmetaller og/eller PAH'er

Case: Varde Øvelsesterræn (2013)

70% viser præcis bestemmelse og god reproducerbarhed



Flugtskydebaner:

	Totalkulbrinter				
	Benzen-C10	C10-C15	C15-C20	C20-C35	Sum (Benzen-C35)
	mg/kg ts.	mg/kg ts.	mg/kg ts.	mg/kg ts.	mg/kg ts.
DC8.1	<1	<5	<5	43	43
DC8.2	<1	<5	<5	91	91
DC8.3	<1	<5	<5	94	94
JKK	25	40	55	100	100
DC8 middel	<1	<5	<5	76	76
DC8 standart avf.	0	0	0	23	23
RSD	0%	0%	0%	31%	31%

PAH'er		
Benz(a)pyren	Dibenzo(a,h)anthracen	Sum (PAH, 7 stk.)
mg/kg ts.	mg/kg ts.	mg/kg ts.
0,022	0,029	0,17
0,046	0,055	0,33
0,031	0,027	0,2
0,3	0,3	4
0,033	0,037	0,233
0,010	0,013	0,069

Tungmetaller					
Bly	Cadmium	Chrom	Kobber	Zink	Nikkel
mg/kg ts.	mg/kg ts.	mg/kg ts.	mg/kg ts.	mg/kg ts.	mg/kg ts.
454	0,18	1,8	19	9,5	<1
802	0,28	1,4	3,7	15	<1
884	0,29	1,8	3,6	20	1
40	0,5	500	500	500	30
713	0	2	9	15	1
186	0,05	0,19	7,2	4	0
26%	20%	11%	83%	29%	0%

DC10.1	<1	<5	6,5	53	60
DC10.2	<1	5,1	43	180	230
DC10.3	<1	5,7	63	300	370
JKK	25	40	55	100	100
DC10 middel	<1	5	38	178	220
DC10 standart avf.	0	0	23	101	127
RSD	0%	6%	62%	57%	58%



4	<0,05	1,8	2,5	7,7	<1
3	<0,05	1,8	1,6	6,3	1
3	<0,05	1,2	1	8,4	<1
40	0,5	500	500	500	30
3	<0,05	1,6	1,7	7,5	1,0
0	0	0,3	0,6	0,9	0,0
14%	0%	18%	36%	12%	0%

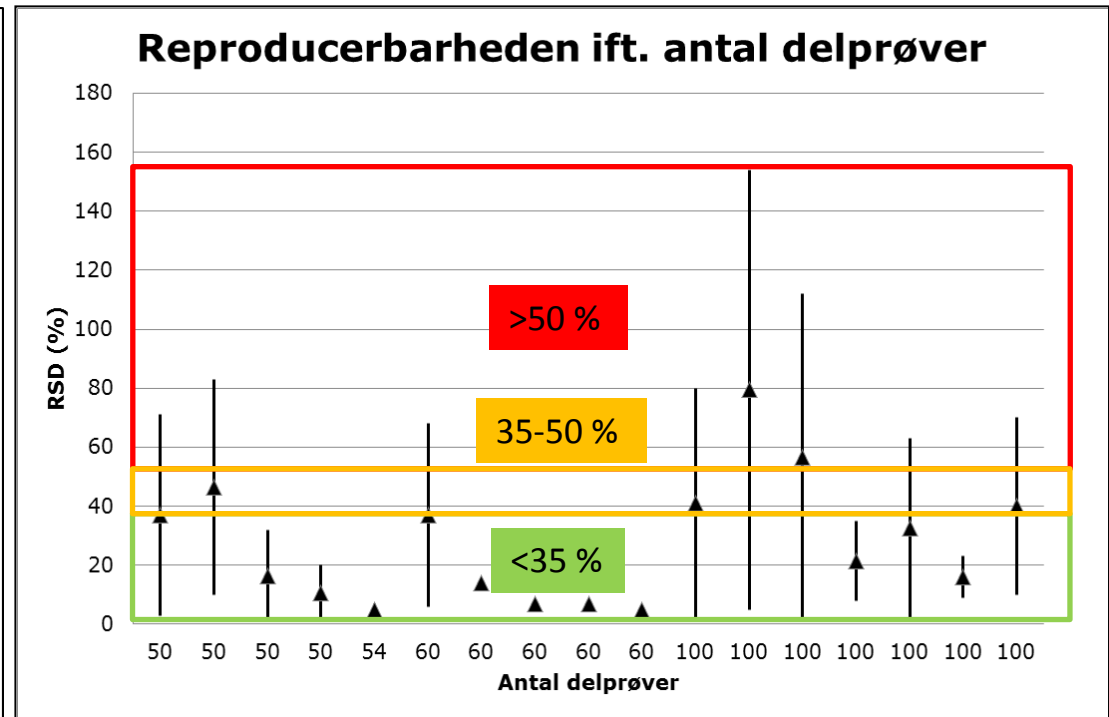
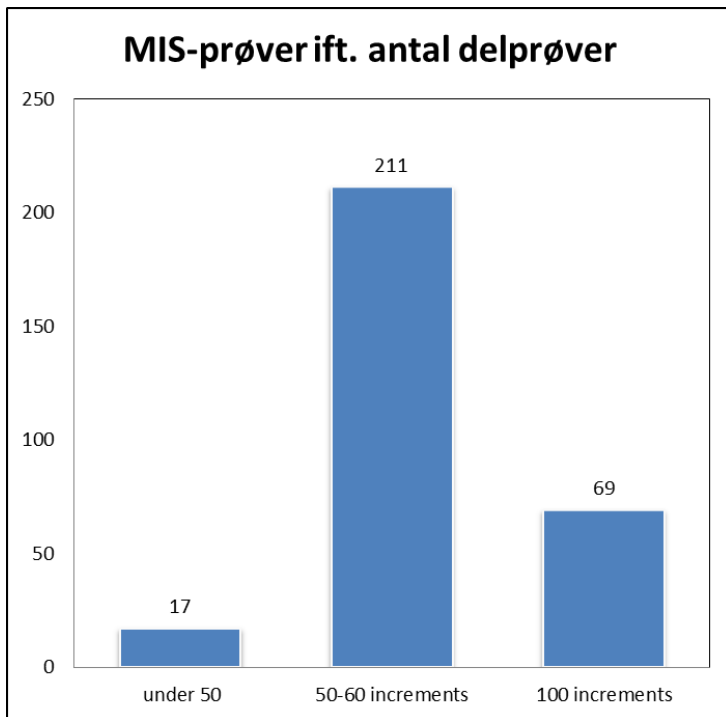
Område med tidl. brand:

DC11X.1	0,016	0,21	0,53
DC11X.2	0,017	0,053	0,19
DC11X.3	0,019	0,1	0,34
JKK	0,3	0,3	4
DC11X middel	0,02	0,12	0,35
DC11X standart avf.	0,00	0,07	0,14
RSD	7%	54%	39%

0,016	0,21	0,53
0,017	0,053	0,19
0,019	0,1	0,34
0,3	0,3	4
0,02	0,12	0,35
0,00	0,07	0,14
7%	54%	39%

Lave indhold under JKK
– baggrunds niveau vi
vurdere på

Reproducerbarheden – kvalitetskontrol – alle data



RSD < 35%

Præcis bestemmelse af forureningsniveau (stor reproducerbarhed).

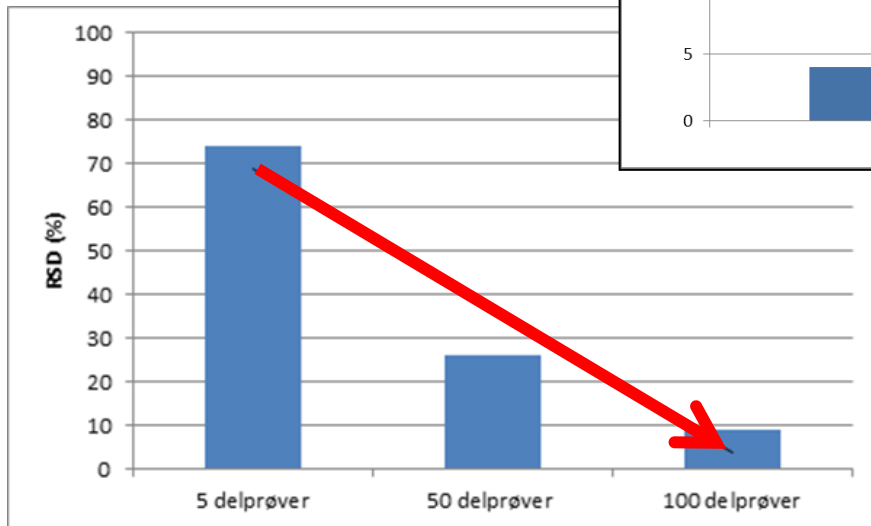
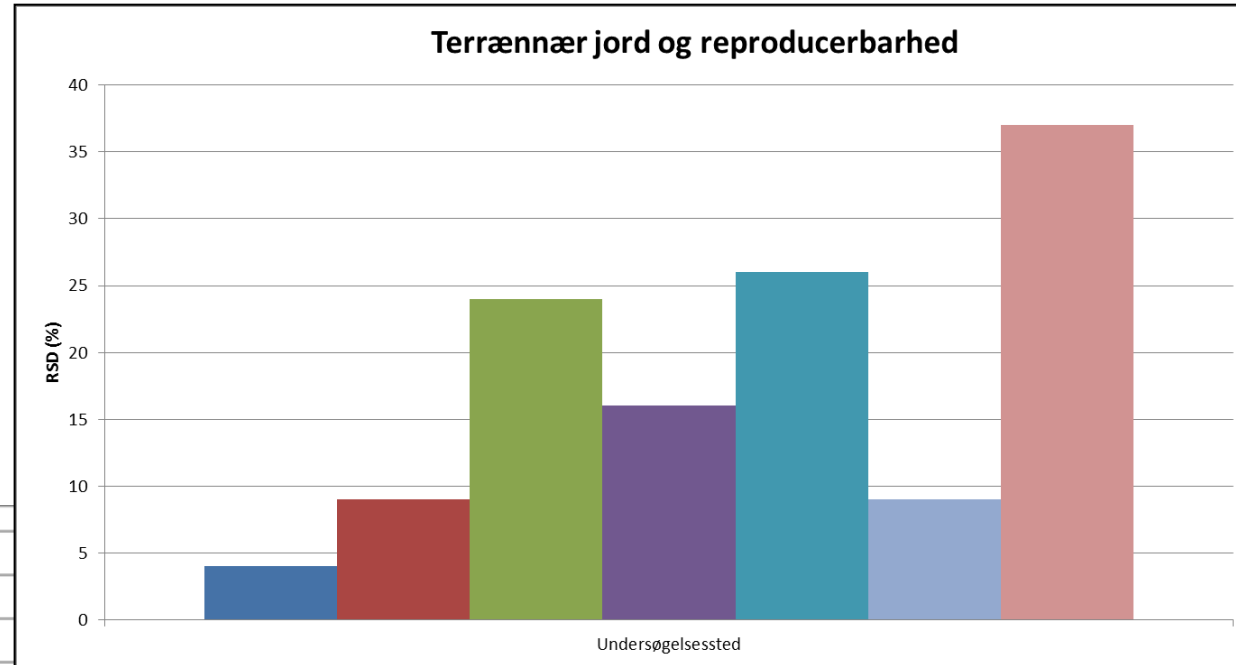
35% < RSD < 50%

Acceptabel bestemmelse af forureningsniveau (rimelig reproducerbarhed).

50% < RSD < 75%

Kritisk bestemmelse af forureningsniveau (usikker reproducerbarhed).

Reproducerbarheden af bly i terrænnær jord



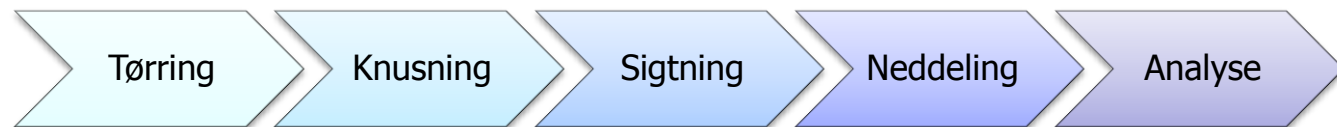
- Ved 7 udvalgte undersøgelsessteder – med replikater for bly - alle god bestemmelse af resultat (<35% RSD)
- Ved 3 udvalgte sager: hhv. 5 – 50 – 100 delprøver – mindre RSD ved flere delprøver

Test af prøveforberedelse ved MIS-metoden

Udført 5 replikat-analyser til statistisk vurdering af resultaterne.

Der blev udtaget 5 delprøver i et område af 2 gange fra terrænnær jord fra en skydebane. Analyseret for bly og antimon.

- a) 5 jordprøver analyseret **uden prøveforberedelse** på laboratoriet
- b) 5 jordprøver analyseret **med prøveforberedelse** på laboratoriet



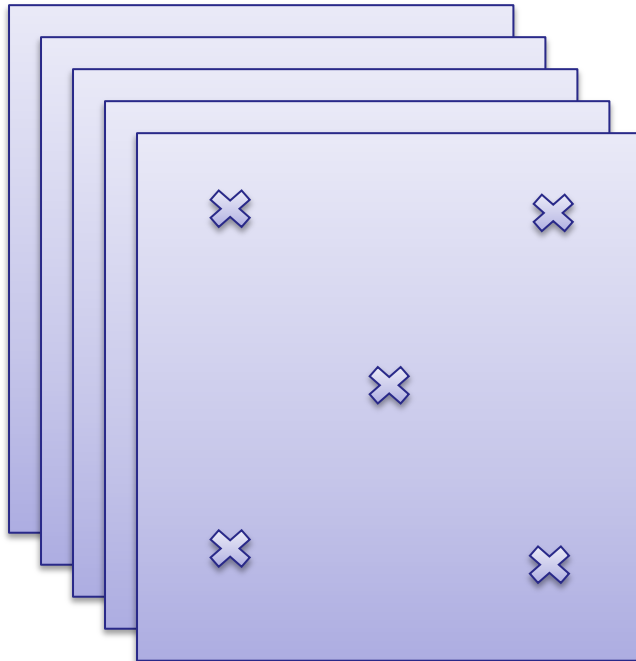
Relativ standardafvigelse for antimon- og blykoncentrationen:

- a) 36-38% uden prøveforberedelse – acceptabel bestemmelse
 - b) 14-22% med prøveforberedelse – præcis bestemmelse
- **Præcisionen og reproducerbarheden øges** ved MIS-prøveforberedelse på analyselaboratoriet

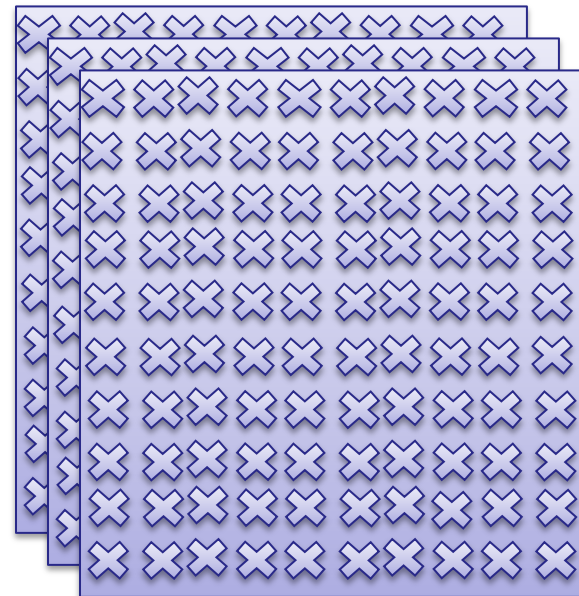
Test af MIS-metoden kontra 5 nedstik

Formål: Forureningsundersøgelse af diffus belastet terrænær jord (0-0,1 m u.t.) på en skydebane. Analyseres for bly og antimon.

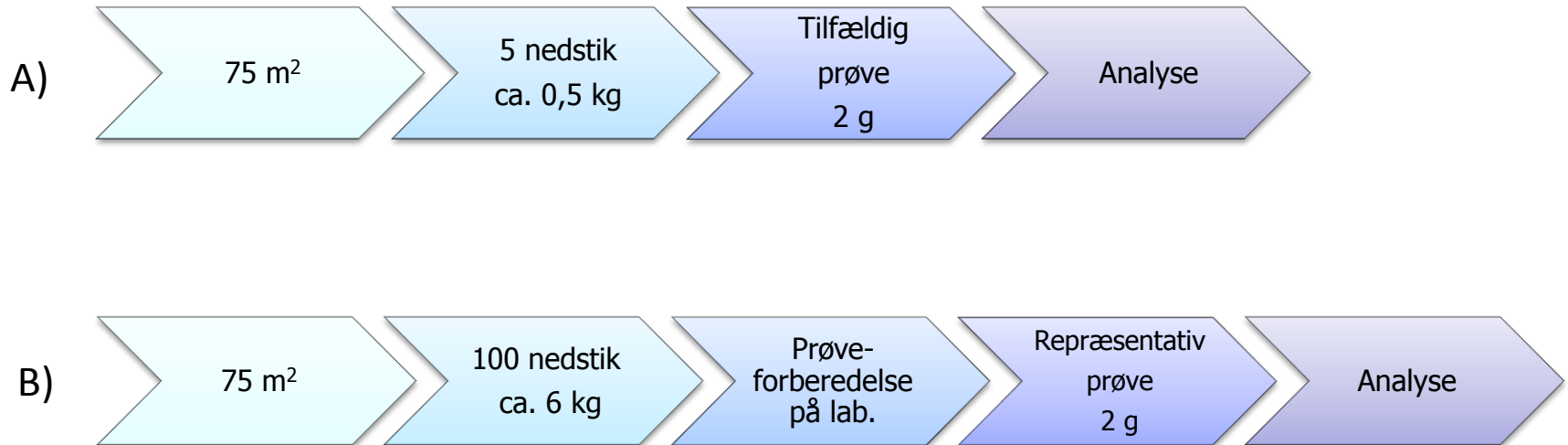
A)



B)



Test af MIS-metoden kontra 5 nedstik



Test af MIS-metoden kontra 5 nedstik

A) Diskret prøvetagning (5 nedstik)

Prøve-ID	Antimon, Jord [mg/kg TS]	Bly, Jord [mg/kg TS]
F192-A (0-0,1 mut)	12	970
F192-B (0-0,1 mut)	9,0	1.180
F192-C (0-0,1 mut)	558	12.200
F192-D (0-0,1 mut)	41	8.150
F192-E (0-0,1 mut)	22	6.490
F192 (A-E) middelværdi	128	5.798
F192 (A-E) standard afvigelse	215	4.281
Relativ standard afvigelse (RSD)	168%	74%

B) MIS-prøver (100 nedstik)

Prøve-ID	Antimon, Jord [mg/kg TS]	Bly, Jord [mg/kg TS]
F192-MIS-A (0-0,1 mut)	28,9	2.980
F192-MIS-B (0-0,1 mut)	16,7	3.120
F192-MIS-C (0-0,1 mut)	20,1	2.500
F192-MIS (A-C) middelværdi	22	2.867
F192-MIS (A-C) standard afvigelse	5	265
Relativ standard afvigelse (RSD)	23%	9%

- Stor forskel i resultater – MIS er mere præcis og reproducerbar!
- Test af tidsforbrug:
(areal 10 x 10 m)

Aktivitet	Tid (min.)	Beskrivelse
Traditionel prøvetagning	5	1 blandeprøve bestående af 5 nedstik til 0,1 m u.t. med håndbor
MIS prøvetagning	10	1 blandeprøve bestående af 100 nedstik til 0,1 m u.t. med specialprøvetager

Begrænsninger ved metoden ?

- Ikke finde max koncentration f.eks. hotspot-forurening eller lokalisering af punktkilder
- Ikke forureningsspredning i slirer og sprækker
- Kan være **tidskrævende** ved dybereliggende forurening og sedimentprøvetagning pga. de mange delprøver – 50-100 stk.
- Prøveforberedelse på laboratoriet - tørring, sigtning og prøveddeling – indebærer mulighed for **tab af flygtige forureningskomponenter**
 - Vigtigt at vurdere egenskaberne for de forureningskomponenter, der ønskes analyseret – **tag forholdsregler** – evt. blid tørring, fryses, konserveres med methanol mv.
- Kun få kommuner kender metoden!
 - Har aktuelt erfaringer fra 3 kommuner, hvor forundersøgelser og/eller jordhåndtering er godkendt pga. MIS-prøvetagning

Konklusion og perspektivering

Hvorfor bør MIS-metoden anvendes mere i DK?

- MIS - mest **korrekte resultat** af den **gennemsnitlige forurening**
 - Præcis – mindst mulig fejlkilder på resultat
 - Kan reproduceres
 - Kvalitetskontrol mulig



Hvor bør MIS-metoden anvendes?

- Jordoplag/depoter – klassificering af overskudsjord
 - især ved jordrensningssanlæg
- Undersøgelse af terrænnær jordforurening (oplag/diffus)
- Genanvendelsesprojekter
- Alle blandingsprøver – ikke kun 5 nedstik ... tilfældige 2-50 g ... der repræsenterer 30-120 tons jord...

Tak for opmærksomheden

Spørgsmål ?



MIS - er bare livet 😊

Tak til NIRAS kollegaer, laboratorier og FES for godt samarbejde 😊