

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljøanalyser NOTAT

Til: Styringsgruppen for Miljøstyrelsen Referencelaboratorium

CC:

Fra: Ulla Lund

Dato: 27. september 2005

Emne: Kvalitetskrav i revideret Bekendtgørelse nr. 637 sammenlignet med krav i Byspildevandsdirektivet

EU Direktiv om rensning af byspildevand (Byspildevandsdirektivet) /1/ med tilhørende ændringer /2/ indeholder krav til den anvendte målemetode (= Referencemetode).

Referencemetode skal forstås sådan, at den anvendte kontrolmetode mindst skal svare til de beskrevne krav. Alternative metode kan anvendes, hvis det kan dokumenteres, at der opnås tilsvarende resultater.

De anførte referencemetoder er vist i Tabel 1.

Tabel 1. Krav til målemetode i Byspildevandsdirektivet.

Parameter	Referencemetode
Biokemisk iltforbrug (BOD5 ved 20°C) uden nitrifikation	Homogeniseret, ufiltreret, udekanteret prøve. Måling af opløst ilt før og efter fem døgns inkubation ved 20°C ± 1°C i fuldstændigt mørke. Tilsætning af en nitrifikationsinhibitor.
Kemisk iltforbrug (COD)	Homogeniseret, ufiltreret, udekanteret prøve. Kaliumdikromatmetode.
Suspenderet stof	- Filtrering af en repræsentativ prøve gennem en 0,45 µm filtermembran. Tørring ved 105°C og vejning. - Centrifugering af en repræsentativ prøve (i mindst 5 minutter med gennemsnitsacceleration på 2 800 til 3 200 g), tørring ved 105°C og vejning.
Total phosphor	Molekylabsorptionsspektrofotometri.
Total kvælstof *	Molekylabsorptionsspektrofotometri.

*: Total kvælstof betyder: Summen af Kjeldahl-kvælstof (organisk kvælstof og ammoniakkvælstof), nitrat-kvælstof og nitrit-kvælstof.

Biokemisk iltforbrug (BOD)

Revision af Bekendtgørelse nr. 637, tabel 1.8 kræver måling af BOD i spildevand ved anvendelse af DS/EN 1899-1:1999, med en fodnote, der tillader anvendelse af DS/R 254:1977, hvor der stilles krav til bestemmelse af BOD uden tilsætning af ATU.

DS/EN 1899-1:1999 opfylder Byspildevandsdirektivets krav til referencemetode. Det er ikke tilfældet for DS/R 254:1977, såfremt der ikke tilsættes ATU. DS/R 254:1997 er nævnt i Bekendtgørelsen som en mulighed ved måling af urensset spildevand. Byspildevandsdirektivets krav er opfyldt, da det gælder rensset spildevand.

Kemisk iltforbrug (COD)

Revision af Bekendtgørelse nr. 637, tabel 1.8 kræver måling af COD i spildevand ved anvendelse af DS 217:1991 med supplerende krav af fjernelse af klorid i henhold til DIN 38 409, H41-2:1980, såfremt kloridindholdet overstiger 500 mg/L. Metodedatablad åbner desuden mulighed for anvendelse af testkits i henhold til ISO 15705.

DS 217:1991 og testkits opfylder Byspildevandsdirektivets krav til referencemetode og den tilføjede bestemmelse om kloridfjernelse tjener til forbedring af måleresultaternes validitet.

Suspenderet stof

Revision af Bekendtgørelse nr. 637, tabel 1.8 kræver måling af suspenderet stof i spildevand ved DS/EN 872:1997. Metoden består af filtrering gennem et glasfiberfilter efterfulgt af tørring og vejning som beskrevet for referencemetoden. DS/EN 872:1997 stiller krav til glasfiberfiltrets egenskaber i forhold til tilbageholdelsen af et veldefineret stof – makrokrystallinsk cellulose. Der kan ikke forventes samme tilbageholdelsesgrad på et 0,45 µm membranfilter som på et glasfiberfilter, som specificeret i DS/EN 872:1997, ligesom sammenligneligheden med resultater, hvor det suspenderede stof er adskilt ved centrifugering også er tvivlsom. Det forventes, at de to forskellige principper for bestemmelse af suspenderet stof i Byspildevandsdirektivet kan give forskellige resultater. Der er ikke kendskab til, at de to nævnte principper er nærmere beskrevet i en anerkendt international standard. Referencelaboratoriet har ingen erfaring med de to nævnte metoder i Byspildevandsdirektivet, ligesom der heller ikke er materiale fra f.eks. præstationsprøvninger, hvor danske laboratorier har anvendt principperne.

I forhold til gældende Bekendtgørelse nr. 637 sker en ændring af metode fra udgået DS 207:1985 til DS/EN 872:1997. Disse to metoder er sammenlignelige /3/ og revisionen medfører derfor ingen ændring i forhold til den gældende bekendtgørelse.

Byspildevandsdirektivet er fra 1991 og EN 872 blev (i øvrigt på nordisk initiativ) færdiggjort i 1996. Det forventes, at EN 872 herefter er implementeret som nationale standarder i medlemslandene. Anvendelse af EN 872 er et bedre alternativ for bestemmelse af suspenderet stof end de to principper, der er anført i Byspildevandsdirektivet.

Total phosphor

Revision af Bekendtgørelse nr. 637, tabel 1.8 kræver måling af total phosphor i spildevand i henhold til metodedatablad for total phosphor. Heri kræves anvendelse af DS/EN ISO 6878, del 7:2004 eller DS 292:1985 (ophævet som DS). Begge metoder indebærer måling ved molekylabsorptionsspektrofotometri og er derfor i overensstemmelse med Direktivets krav til referencemetode.

Det er Referencelaboratoriets opfattelse, at princippet for slutbestemmelse af dannet orthophosphat er uden betydning for sammenlignelighed af data, hvorimod metode til omdannelse af total phosphor til orthophosphat er af afgørende betydning. Kravet i revision af Bekendtgørelse nr. 637 vil derfor bidrage til sikring af sammenlignelighed, mens Byspildevandsdirektivets krav til slutbestemmelse ved spektrofotometri er uden betydning for sammenligneligheden.

Total kvælstof

Revision af Bekendtgørelse nr. 637, tabel 1.8 kræver måling af total kvælstof i spildevand i henhold til metodedatablad for total nitrogen. Heri kræves anvendelse af DS/EN ISO 11905-1:1998. Denne metode omhandler total nitrogen og vil derfor omfatte alle de kvælstof-forbindelser, der i Direktivet er defineret som total kvælstof. Slutbestemmelsen er molekylabsorptionsspektrofotometri. Direktivets krav er derfor overholdt.

Referencer

- /1/ Rådets direktiv 91/271/EØF af 21. maj 1991 om rensning af byspildevand.
- /2/ Kommissionens direktiv 98/15/EF af 27. februar 1998 om ændring af Rådets direktiv 91/271/EØF for så vidt angår visse af kravene i direktivets bilag I.
- /3/ Miljøstyrelsens Referencelaboratorium, Betydning af erstatning af DS-metoder med EN-metoder – Suspenderet stof, Notat 2004.