

Naturstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Følgegruppen for Naturstyrelsens Referencelaboratorium

cc:

Fra: Ulla Lund

Dato: 5. august 2015

QA: Maj-Britt Fruekilde

Emne: Metodedatablad M037, Alkalinitet. Krav til opbevaring

Baggrund

Referencelaboratoriet har lavet opbevaringsforsøg for alkalinitet i drikkevand, grundvand og fersk overfladevand. Stabiliteten ved opbevaring i 2 døgn på køl og 7 – 14 dage i fryser er undersøgt i henholdsvis fersk overfladevand /1/ og drikkevand/grundvand /2/. På baggrund af undersøgelserne anbefales opbevaring på køl i højst 24 timer svarende til anbefalingen i ISO 5667-3:2004. Krav til opbevaring er ikke skrevet ind i metodedatablad for alkalinitet, M037. Da ISO 5667-3 udkom i en ny udgave i 2012 er kravet til analyse inden 24 timer bortfaldet /3/. Opgaven går således på at vurdere om der er behov for at opdatere metodedatabladet jf. erfaringerne fra opbevaringsforsøgene.

Erfaringer fra opbevaringsforsøg

Opbevaringsforsøgene for både fersk overfladevand, drikkevand og grundvand viste samme resultater:

- Opbevaring i fryser medfører fald i alkalinitet i forhold til prøver opbevaret på køl uanset hvor lang tid prøven har været opbevaret i fryser. Det er derfor sandsynligt, at faldet sker i forbindelse med nedfrysning eller optøning. Faldet ses for alle prøver og er i de fleste tilfælde statistisk signifikant.
- Ved opbevaring ved 20°C i et døgn (27 timer) var gennemsnitsresultatet for alle prøver en smule mindre (op til 1 – 2%), end ved opbevaring i kølerum. Der kunne ikke ses tendens til faldende værdier. Opbevaring ved 20°C var undersøgt for at se effekten af eventuel utilsigtet stigende temperatur under transport.
- Ved opbevaring i kølerum ved 4°C i 2 døgn (48 – 51 timer) havde analysetidspunktet ingen betydning for måleresultatet. Opbevaring i 2 døgn i kølerum er derfor uproblematisk. Det kan ikke udelukkes, at længere tids opbevaring er mulig. Dette er dog ikke undersøgt.

Undersøgelserne omfattede 7 prøver af fersk overfladevand, 2 drikkevandsprøver samt 3 grundvandsprøver.

Informationer fra standarder

Oplysning om prøvehåndtering, herunder opbevaring findes i standarden DS/EN ISO 5667-3 /3/. Den standard, der er foreskrevet i metodedatabladet M037, DS/EN ISO 9963-1 /4/, indeholder også information om prøveopbevaring.

- DS/EN ISO 5667-3: Prøver med højt indhold af opløste gasser analyseres helst on-site i forbindelse med prøvetagningen. Opbevaringstid i øvrigt er 14 dage i helt fyldt beholder ved 1 - 5°C. Opbevaring ved frysning er ikke en mulighed.
- DS/EN ISO 9963-1: Det ideelle er at analysere on-site i forbindelse med prøvetagningen, men mange prøver påvirkes ikke ved opbevaring. Prøveflasker fyldes helt og opbevares køligt. Laboratoriet bør selv tjekke stabilitet for de prøvetyper, det analyserer. Opbevaring ved frysning er ikke en mulighed.

Begge standard anfører analyse i forbindelse med prøvetagningen som det ideelle af hensyn til stabiliteten af prøver med højt indhold af opløste gasser. Ved opbevaring i helt fyldte beholder på køl anfører begge standarder desuden, at mange prøver kan holde sig i lang tid.

Sammenfatning og anbefaling

Referencelaboratoriets opbevaringsforsøg understøtter kravene til opbevaring i de to standarder: at prøver til bestemmelse af alkalinitet er stabile i lang tid ved opbevaring på køl. Referencelaboratoriets undersøgelser strækker sig kun over 2 døgn, hvorfor det ikke er muligt på den baggrund at be- eller afkræfte stabilitet i 14 dage, som anført i DS/EN ISO 5667-3. Der er ikke blandt de i alt 12 prøver i Referencelaboratoriets undersøgelser forekommet prøver med kort stabilitet, dvs. prøver med højt indhold af opløste gasser som anført i de to standarder.

De to standarder giver ikke mulighed for konservering af prøver til alkalinitet i fryser, og Referencelaboratoriets undersøgelser viser samstemmende, at frysning er uegnet.

På denne baggrund anbefales det, at der ikke tilføjes krav til opbevaringstid i metodetablad M037, idet henvisningen til metodestandarden, DS/EN ISO 9963-1, indeholder bestemmelser om opbevaring, som Referencelaboratoriets undersøgelser ikke giver grund til at skærpe.

Referencer

- /1/ Miljøstyrelsens Referencelaboratorium: Stabilitet af næringssalte og alkalinitet i fersk overfladevand. Rapport 2006.
- /2/ By- og Landskabsstyrelsens Referencelaboratorium: Stabilitet af næringssalte, alkalinitet og pH i drikkevand og råvand. Rapport. 2007.
- /3/ DS/EN ISO 5667-3: Vandundersøgelse – Prøvetagning – Del 3: Konservering og håndtering af vandprøver. 2012.
- /4/ DS/EN ISO 9963-1: Vandundersøgelse. Bestemmelse af alkalinitet. Del 1: Totalalkalinitet og phenolphthaleinalkalinitet. 1996.