

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Følgegruppen for Miljøstyrelsens Referencelaboratorium

cc:

Fra: Anita Nyby Fuglsang

Dato: 3. oktober 2019

QA: Karen Marie Kundby Kristensen

Emne: Opdatering af metodedatablad M026 Chlor, frit og total

Problemstilling

Den spektrometriske metode i DS/EN ISO 7393-2 (seneste udgave) og den titrimetriske metode DS/EN ISO 7393-1 (seneste udgave) er anført som mulige metodekrav i metodedatablad M026 /1/ for analyse af frit og total chlor i drikkevand og bassin vand. I M026 anføres, at DS/EN ISO 7393-2 (seneste udgave) er identisk med ISO 7393-2:1985/2/ og at DS/EN ISO 7393-1 (seneste udgave) er identisk med ISO 7393-1:1985/Corr.1:2001/3/. Det er en generel betragtning, at der bør henvises til seneste og gældende udgave af en standard, og således er teksten om at de er identiske med tidligere versioner overflødig. At undlade at angive årstal vil angiveligt give mindre redigeringsarbejde fremadrettet, da opdateringer kun vil være påkrævet, hvis en ny udgave af en standard er uegnet. Nærværende notat giver forslag til opdatering af M026 i den sammenhæng.

Baggrund

I M026 specificeres det, at både DS/EN ISO 7393-1 og -2 (seneste udgaver)/4//5/ er identiske med de oprindelige udgaver fra 1985. Denne information er overflødig og ændrer ikke på, at det er seneste udgave af standarden, der bør anvendes.

DS/EN ISO 7393-2 indeholder udover den spektrometriske metode desuden en komparatormetode. Referencelaboratoriet foretog i 2005 en sammenligning af de forskellige analysemetoder til bestemmelse af frit og total chlor /6/, hvor der blev argumenteret for, at det kun var den spektrometriske metode, der blev anbefalet, idet komparatormetoden kan være en mulig kilde til manglende nøjagtighed. Der er ikke stillet yderligere kvalitetskrav til komparatormetoden i den seneste udgave af DS/EN ISO 7393-2, hvorfor der fortsat ikke er grundlag for at tillade andet end den spektrometriske metode i standarden.

Under "særlige forhold" anvises, at DPD¹-kemikaliet skal kontrolleres jævnlige ud fra en natriumhypochloritopløsning, der er standardiseret iht. DS 224 (seneste udgave)/7/. Kravet om kontrol af DPD-kemikaliet stammer fra en anbefaling i en rapport om sammenligning af færdigfremstillede kontra laboratoriefremstillede reagenser /8/.

DS 224:1975 afsnit 3.8 beskriver krav til natriumhypochloritopløsningen og en titrering med en stivelsesindikator til at bestemme den præcise koncentration af natriumhypochlorit. Det er muligt at indkøbe certificerede natriumhypochloritopløsninger, så koncentrationsbestemmelsen efter DS 224 kan udelades.

¹ N,N-diethyl-p-phenylendiamin

Høring

Forslag til opdatering af M026 og nærværende notat har været i høring ved Referencelaboratoriets følgegruppe og ved analyselaboratorierne

Løsning

Referencelaboratoriet foreslår, at kommentarerne om overensstemmelse med de oprindelige udgaver af ISO 7393-1 og -2 fra 1985/2001 slettes. Således bliver metodereferencen: DS/EN ISO 7393-1 (seneste udgave) eller spektrometrisk metode DS/EN ISO 7393-2 (seneste udgave). Ændringerne er af redaktionel karakter, og de vurderes ikke at have nogen faktisk betydning for udførelsen af analyserne.

Anvisningen om kontrol af DPD-kemikaliet vurderes på baggrund af tidligere erfaringer /8/ fortsat at have relevans, såfremt DPD-opløsningerne fremstilles af laboratoriet selv. Det anbefales derfor at ændre ordlyden under "særlige forhold", så det bliver muligt enten at anvende certificerede natriumhypochloritopløsninger til at kontrollere holdbarheden af DPD-reagenset eller at standardisere kontrolopløsningen iht. DS 224. I de tilfælde, hvor der anvendes kommercielt fremstillede DPD-opløsninger med garanteret stabilitet, vurderer referencelaboratoriet, at kontrollen kan undlades.

De anbefalede ændringer giver ikke anledning til, at laboratorierne har brug for en implementeringsperiode for at kunne leve op til de ændrede krav, men kun anledning til at opdatere procedurer. Referencelaboratoriet anbefaler derfor en implementeringsfrist på 3 måneder.

Hvad høring har givet anledning til

Høring i Referencelaboratoriets følgegruppe gav anledning til, at der i metodedatabladets overskrift tilføjes matricen "vand" samt at der under opbevaring specificeres, at analysen er en feltmåling og derfor skal foretages in situ.

Der er ikke modtaget høringssvar fra analyselaboratorierne.

Forskel fra i dag

Referencelaboratoriet anbefaler, at metodedatablad M026 ændres som foreslået i det vedlagte udkast til opdatering af metodedatabladet. Ændringer i forhold til version 1a er vist med blå skrift og understregning, og forslag til slettet tekst er vist med rød skrift og gennemstregning.

Referencer

- /1/ Miljøstyrelsens Referencelaboratorium, 2011: Metodedatablad M026 – Chlor, frit og total (v01a)
- /2/ ISO 7393-2:1985. Water quality -- Determination of free chlorine and total chlorine -- Part 2: Colorimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine, for routine control purposes
- /3/ ISO 7393-1:1985/Cor 1: 2001. Water quality -- Determination of free chlorine and total chlorine -- Part 1: Titrimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine
- /4/ DS/EN ISO 7393-1:2002. Vandundersøgelse – Fri klor og total klor – Del 1: Titrimetisk metode – N,N-diethyl-1,4-phenylendiamin
- /5/ DS/EN ISO 7393-2:2018. Vandundersøgelse – Bestemmelse af frit chlor og totalt chlor – Del 2: Kolorimetrisk metode ved hjælp af N,N-dialkyl-1,4-phenylendiamin til rutinekontrol

- /6/ Miljøstyrelsens Referencelaboratorium, 2005: Betydning af erstatning af DS-metoder med EN metoder – Bestemmelse af frit og total chlor
- /7/ DS 224:1975. Vandundersøgelse. Bestemmelse af ammonium-nitrogen, 1. udgave, december 1975.
- /8/ Miljøstyrelsens Referencelaboratorium, 2006: Sammenligning af metoder til bestemmelse af klor