

Emne: Gravimetrisk bestemmelse af olie/fedt – vurdering af tekniske muligheder
Til: Styringsgruppen for Miljøstyrelsens Referencelaboratorium
Fra: Kirsten Stuckert og Nis Hansen, Eurofins A/S

Eurofins A/S
Strandesplanaden 110
2665 Vallensbæk Strand

Telefon 70 22 42 30
Telefax 70 22 42 55
eurofins@eurofins.dk

Erstatning af DS/R 208

Dato:
19. oktober 2004

Indledning:

I metoden DS/R 208 anvendes der som ekstraktionsmiddel tetrachlormethan, som det ikke længere er muligt at købe, og som ikke bør anvendes. Derfor har Dansk Standard trukket metoden tilbage.

Efterfølgende har Miljøstyrelsen i "Vejledning Nr. 11 2002, Tilslutning af industri-spildevand til offentlige spildevandsanlæg" anbefalet, at der som ekstraktionsmiddel anvendes pentan i stedet for tetrachlormethan. Det har imidlertid efterfølgende vist sig, at hvis spildevandet er meget fedtholdigt kan anvendelsen af pentan give problemer på grund af emulsionsdannelser, hvilket kan medføre en underestimering af olie/fedt.

Referencelaboratoriet har foretaget en metodeundersøgelse af DS/R 209 som har vist, at der i stedet for tetrachlormethan kan anvendes tetrachlorethylen med samme ekstraktionseffektivitet. Der mangler dog stadig at blive foretaget en metodeafprøvning i Danmark. I Sverige har ITM foretaget en metodeafprøvning i 2003 (ITM-rapport 104) af analyse af olie i vand med IR. Undersøgelsen har omfattet ekstraktionsmidlerne freon og tetrachlorethylen på syntetiske prøver, og konklusionen er, at der ikke er nogen signifikant metodeforskel.

Efter anmodning fra Miljøstyrelsen er nærværende notat udarbejdet for at belyse mulighederne for at ændre ekstraktionsmidlet i DS/R 208, eller at erstatte DS/R 208 med en anden metode.

Overvejelser vedrørende en ensartet udmelding med hensyn til erstatning af DS/R 208.

- Tetrachlorethylen som ekstraktionsmiddel i DS/R 208:*
En metodeundersøgelse af DS/R 209, som anvender samme ekstraktionsprincip som DS/R 208, har vist, at der i stedet for tetrachlormethan kan anvendes tetrachlorethylen med samme ekstraktionseffektivitet. Men da der ved DS/R 208 efterfølgende skal foretages en inddampning af ekstraktionsmidlet, vil der ske et tab af flygtige stoffer, da tetrachlorethylens kogepunkt er 121 °C imod tetrachlormethans kogepunkt på 77 °C og pentans kogepunkt på 36 °C. Tabets størrelse vil helt afhænge af prøvens sammensætning. Det kan derfor generelt ikke anbefales at anvende tetrachlorethylen frem for pentan – en undtagelse er analysen af prøver, hvor mængden af flygtige stoffer er ubetydelig.

2. *Erstatning af DS/R 208 med DS/R 209 (mod.), hvor ekstraktionsmiddel ændres til tetrachlorethylen:*

Da der ved DS/R 208 sker et større tab af flygtige komponenter end ved DS/R 209 (mod.), må det forventes, at resultater opnået efter DS/R 209 (mod.) vil være højere end efter anvendelse af DS/R 208, undtagen i de tilfælde hvor mængden af flygtige stoffer er lave. Dette betyder, at nuværende grænseværdier eventuelt skal revurderes. (I "Vejledning Nr. 11 2002, Tilslutning af industrispildevand til offentlige spildevandsanlæg" er alternative grænseværdier for olie/fedt allerede angivet, hvis der i stedet for DS/R 208 anvendes DS/EN ISO 9377-2:2001. Disse grænseværdier formodes også at kunne anvendes for DS/R 209).

Desuden bestemmes indholdet i DS/R 209 udfra en blanding af n-hexadecan, isooktan og benzen. Resultater for olie og fedt vil derfor variere med sammensætningen og bestemmelsen af olie og fedt efter DS/R 209 er udfra metodespecifikke parametre. Det kan derfor heller ikke forventes at DS/R 209 og DS/R 208 er sammenlignelige selvom mængden af flygtige stoffer er minimal. Fordelen ved DS/R 208 er at mængdebestemmelsen er direkte og ikke afhængig af sammensætningen, forudsat tabet af flygtige stoffer er minimalt. Historikken ved at sammenligne med data bagud kan blive vanskelig, hvis der skiftes til DS/R 209.

En metodeafprøvning af DS/R 209 skal dog først foreligge for at dokumentere anvendeligheden af DS/R 209 med tetrachlorethylen.

3. *DS/R 209 (modificeret med tetrachlorethylen) kontra DS/EN ISO 9377-2.*
I "Vejledning Nr. 11 2002, Tilslutning af industrispildevand til offentlige spildevandsanlæg" er det nævnt at DS/EN ISO 9377-2 kan anvendes til bestemmelse af mineralisk olie, hvis man ønsker at medbestemme nogle af de flygtige komponenter. Fordelen ved DS/EN ISO 9377-2 er, at metoden er en international standard, og at den ikke anvender et kloreret ekstraktionsmiddel. Ulempen ved metoden er, at den alene kan bestemme mineralisk olie og ikke fedt, og at emulsionsproblemer må forventes, om end omfanget er usikkert.

Som det fremgår af dette notat er analyse af olie/fedt en meget kompliceret sag, som det kan være vanskeligt at skabe sig et overblik over. Det må alene af denne årsag anbefales, at der for fremtiden anvendes færrest mulige metoder, og at valget af metode ikke afhænger for meget af den specifikke kontrolopgave.

Såfremt det skønnes acceptabelt at forlade den gravimetriske metode, og såfremt en afprøvning af DS/R 209 (mod.) giver tilfredsstillende resultater, kunne en løsning være

- At anvende DS/R 209(mod.) som den generelle metode til både olie og fedt
- At anvende DS/EN ISO 9377-2 til olie, hvor oliens sammensætning også ønskes bestemt