

## Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljøanalyser NOTAT

Til: Styringsgruppen for Miljøstyrelsen Referencelaboratorium

cc:

Fra: Kirsten Andersen

Dato: 2. juni 2005

Emne: Forslag til metode for bestemmelse af metaller i ferskvand

---

I nærværende notat gengives tidligere overvejelser i Referencelaboratoriet i forbindelse med metode for analyse af metaller i ferskvand. Notatet kan ses som baggrund for forslag til Metodedatablad for metaller i ferskvand /1/:

En metode for bestemmelse af metaller (minus kviksølv) i ferskvand er angivet i Teknisk Anvisning nr. 17 /2/. Metoden indeholder en fraktionering af prøven (filtreret prøve og opsamlet suspenderet stof på filter) og bestemmelse af metalindhold i begge fraktioner. Anvendelse af metoden giver anledning til bestemmelse af totalindhold på basis af analyser af de to opsamlede fraktioner, hvilket naturligvis er relativt omkostningskrævende. Hertil kommer, at der har vist sig problemer med anvendte filtre, idet de kommercielt tilgængelige filtre har vist sig at afgive signifikante mængder af visse metaller.

I december 2002 udarbejdede Referencelaboratoriet et notat /3/, hvori er beskrevet mulige metoder til analyse af metaller i ferskvand. Heri blev der redegjort for de bidrag til usikkerhed, der forventes dels ved anvendelse af oplukning af den totale ferskvandsprøve og dels ved filterfraktionering og analyse af filtreret prøve, henholdsvis det suspenderede materiale opsamlet på filtret ( metode fra Teknisk Anvisning nr. 17). Med hensyn til den oplukning af den totale prøve blev det i notatet anbefalet, at der blev gennemført en undersøgelse af, om det er realistisk alene ved en reduktion af syremængden og ændring af syrekvaliteten at overholde de krævede detektionsgrænser for alle relevante tungmetaller.

For oplukning af den totale ferskvandsprøve er der tidligere refereret til anvendelse af DS 259:1982 eller DS/EN ISO 15587-2:2003. Metoden er empirisk og oplukker ikke nødvendigvis den totale mængde tungmetal. Der findes ikke dokumentation for, om den mængde syre, der anvendes heri også er nødvendig for oplukning af ferskvand. Derimod viser resultater fra præstationsprøvninger af metaller i spildevand, hvor DS 259 bliver anvendt, at laboratorierne ikke når detektionsgrænser så lave som krævet i forhold til analyse af ferskvand. Derfor blev i ovennævnte dokument /3/ foreslået anvendelse af reduceret syremængde i forhold til DS 259:1982. Der forventes ved den reducerede syremængde en mindre interferens på resultaterne samt en mindre kontaminering fra den anvendte syre.

Forelagt dokumentet besluttede Referencelaboratoriets styregruppe følgende:

- 1) at fraktionering af prøven og efterfølgende bestemmelse af bundet og opløst fraktion næppe var den mest hensigtsmæssige metode for bestemmelse af metaller i ferskvand,
- 2) at metalindhold i den anvendte syre formodentlig var det største problem, og

- 3) at arbejdet med de relativt få analyser samt valideringen af metoden med fordel kunne placeres på ét laboratorium.

Notatet blev senere forlagt Arbejdsgruppen Vedrørende Analysekvalitet under DMUs Overvågningssekretariat. Det vurderedes her af amtsrepræsentanter, at en samling af analyserne hos et laboratorium næppe var mulig. Ligeledes blev det klart, at der ønskedes en oplukning af den totale prøve og kun et analyseresultat.

I 2003 blev som konsekvens af ovenstående iværksat et mindre projekt i Referencelaboratoriet vedrørende vurdering af syrekvaliteter og den potentielle kontaminering i forbindelse med oplukning af prøver til bestemmelse af ferskvand i overfladevand. Problemstillingen blev set i lyset af de meget lave detektionsgrænser, der kræves for analyse af ferskvand. En artikel i NYT fra Reflab 2004-2 /3/ redegør for den foretagne vurdering.

I lyset af de niveauer af forureninger med metaller, der højst garanteres i kommercielt tilgængeligt syre foreslås derfor, at der for metoden til bestemmelse af metaller i ferskvand, foretages oplukning med reduceret syremængde, og at der anvendes samme mængde syre i oplukningsmetode for den totale prøve, som anført i den Tekniske Anvisning nr. 17 for det suspenderede materiale. Syremængden er reduceret til 1/5 i forhold til DS 259:1982. Desuden foreslås, at en blindprøve altid medsendes i felten til kontrol af forurening af beholder, syre og oplukningsbeholder.

#### Referencer

- 1 Metodedatablad for metaller i ferskvand. Version 1, 02.06.2005. Udkast
- 2 NOVA 2003. Overvågning af miljøfremmede stoffer i ferskvand. Teknisk anvisning fra DMU, nr. 17
- 3 Teknisk notat 2002. Metoder til bestemmelse af tungmetaller i ferskvand. Miljøstyrelsens Referencelaboratorium. [www.reference-lab.dk](http://www.reference-lab.dk)