

Kjemisk vannanalyse — et tallotteri?

Av Ingvar Dahl

Ingvar Dahl er cand.real. med kjemi hovedfag. Han er ansatt som forsker ved Norsk institutt for vannforskning (NIVA) og har ansvaret for instituttets referansefunksjoner på området vannanalyse.

Etter et innlegg på møte i Norsk Vannforening 21. september 1981.

Bakgrunn — avgrensninger

Myndighetenes engasjement i kontrolltiltak de senere år har ført til økt desentralisering av aktivitetene innen vannanalyse. Norsk Vannforening behandlet dette på et møte og et kollokvium i 1976. Den gang dreide diskusjonen seg i stor grad om kapasitetsspørsmål og organisatoriske forhold.

Nå — 5 år etter — er det grunn til å rette søkelyset mot de *kvalitetsmessige* aspekter ved analysevirksomheten, kort formulert slik: *Hvorledes sikre pålitelige analysedata?* Spørsmålet favner vidt og har relevans til flere typer vannundersøkelser. Av praktiske grunner er det her funnet hensiktsmessig å konsentrere oppmerksomheten om kvalitetsproblemer i forbindelse med *kjemisk* analyse av vann. Problemet med å oppnå *sammenlignbare resultater mellom forskjellige laboratorier* er spesielt trukket frem.

Laboratoriestruktur

Kjemiske vannanalyser foretas både på sentralt, regionalt og lokalt plan. En forenklet laboratorieoversikt er gitt i figur 1.

De sentrale laboratorier finnes i tilknytning til statsinstitusjoner og forvaltningsorganer, universitets- og høyskoleinstitutter, frittstående forsknings- og oppdragsinstitutter samt industriens bransjeinstitutter. På oppdrag av miljøvernmyndighetene fungerer NIVA fra 1981 som nasjonalt referanselaboratorium for vannanalyser.

Laboratoriene på regionnivå utgjør en uensartet gruppe. Siden 1976 er det med økonomisk støtte fra Miljøverndepartementet bygget ut regionale vannanalyselaboratorier i alle fylker unntatt Finnmark og Sogn og Fjordane. Laboratoriene er dels nyetablerte i regi av fylkeskommunene, dels basert på avtaler med eksisterende laboratorier. Samarbeidspartnere er regionale skoler og forskningsinstitusjoner og interkommunale næringsmiddelkontrolllaboratorier og avløpssamband. Analyser som ledd i den rutinemessige overvåkingen av vassdrag og fjorder vil i stor utstrekning bli foretatt av fylkeslaboratoriene.

Også ved ulike lokale laboratorier utføres kjemiske vannanalyser. Gruppen omfatter laboratorier ved kommunenes tekniske etater, driftslaboratorier ved vannverk, kloakkrenseanlegg og industribedrifter, foruten private oppdragslaboratorier.

Sentrale laboratorier

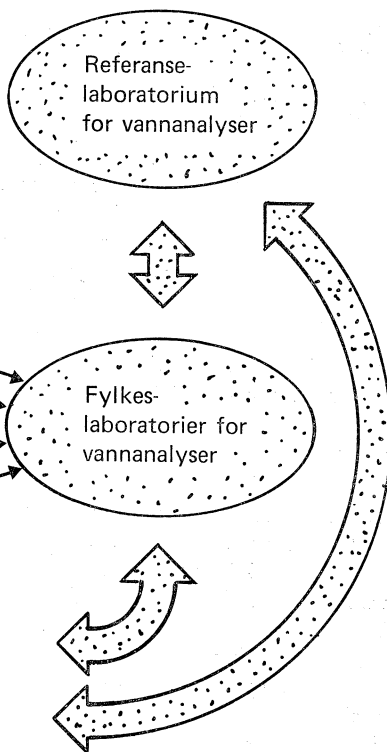
- * Statsinstitusjoner
- * Universiteter/høyskoler
- * Forskningsinstitutter
- * Bransjeinstitutter

Regionale/interkommunale laboratorier

Reg. forskningsinstitusjoner	→
Distrikts-/ingeniørhøyskoler	→
Interkomm. avløpssamband	→
Interkomm. næringsmid. kontr.	→

Lokale laboratorier

- * Kommunale laboratorier
- * Industribedrifter
- * Vannverk/kloakkrensaneanlegg
- * Private oppdragslaboratorier



Figur 1. Kjemiske vannanalyser i Norge. Forenklet oversikt over ulike kategorier laboratorier.

Avvik mellom laboratorier

Erfaring har vist at gjentatte analyser av en prøve, utført rutinemessig *innen* et bestemt laboratorium, normalt gir enkeltresultater som stemmer godt overens. Derimot kan resultatene fra forskjellige laboratorier avvike betydelig fra hverandre.

Et eksempel hentet fra en nylig gjennomført «miniringtest» (1) vil belyse dette: I figur 2a er gjengitt resultater fra bestemmelse av ortofosfat i en filtrert vannprøve ved 19 regionale laboratorier. Prøven inneholdt 9,4 µg P/l og grensene

for akseptable resultater var satt til ± 2 µg P/l. Ett laboratorium oppgav resultatet 1200 µg P/l, mens verdiene fra de øvrige laboratorier varierte fra 7,0 til 21,5 µg P/l. Med tanke på laboratorienes deltagelse i det statlige program for forurensningsovervåking er spredningen i resultatene alarmerende.

At det er praktisk mulig å høyne analysekvaliteten fremgår av figur 2b, der motsvarende resultater fra en gruppe laboratorier på Østlandet som har arbeidet bevisst med å harmonisere sine fosforbe-

stemmelser er vist. Variasjonsområdet for tilsammen 20 enkeltresultater fra 4 forskjellige laboratorier var 6—8 µg P/l.

Til sammenligning er innholdet av ortofosfat i en serie prøver fra Mjøsa (2), samlet inn i perioden 1971—79, illustrert i figur 2c. Verdiene de enkelte år lå alle i området 4—6 µg P/l. Det er åpenbart at i slike tilfeller vil den alminnelige analyseusikkerhet lett kunne dekke over eventuelle utviklingstendenser, spesielt dersom dataene stammer fra flere laboratorier.

Standardisering og ringtester

Et felles metodisk grunnlag er en viktig forutsetning for å oppnå nøyaktige og presise vannanalysedata. Den løpende virksomheten med å standardisere prøvetakings- og analysemetoder foregår i regi av Nordisk standardiseringskomité for vannundersøkelser (INSTA/C12) med tilhørende arbeidsgrupper. Hittil er det utgitt nærmere 40 standarder for fysisk-kjemiske metoder. Disse spenner fra helt enkle målinger til IR- og atomabsorpsjonsanalyser (3). Standardene har vunnet bred oppslutning blant brukerne.

Både påliteligheten av metodene og avvik mellom forskjellige laboratorier kan kartlegges gjennom ringtester. Med en ringtest forstås sammenligning av resultater oppnådd ved at laboratoriene analyserer identiske prøver. En spesiell teknikk gjør det mulig å skjelve mellom systematiske og tilfeldige analysefeil, slik at disse lettere kan lokaliseres og rettes.

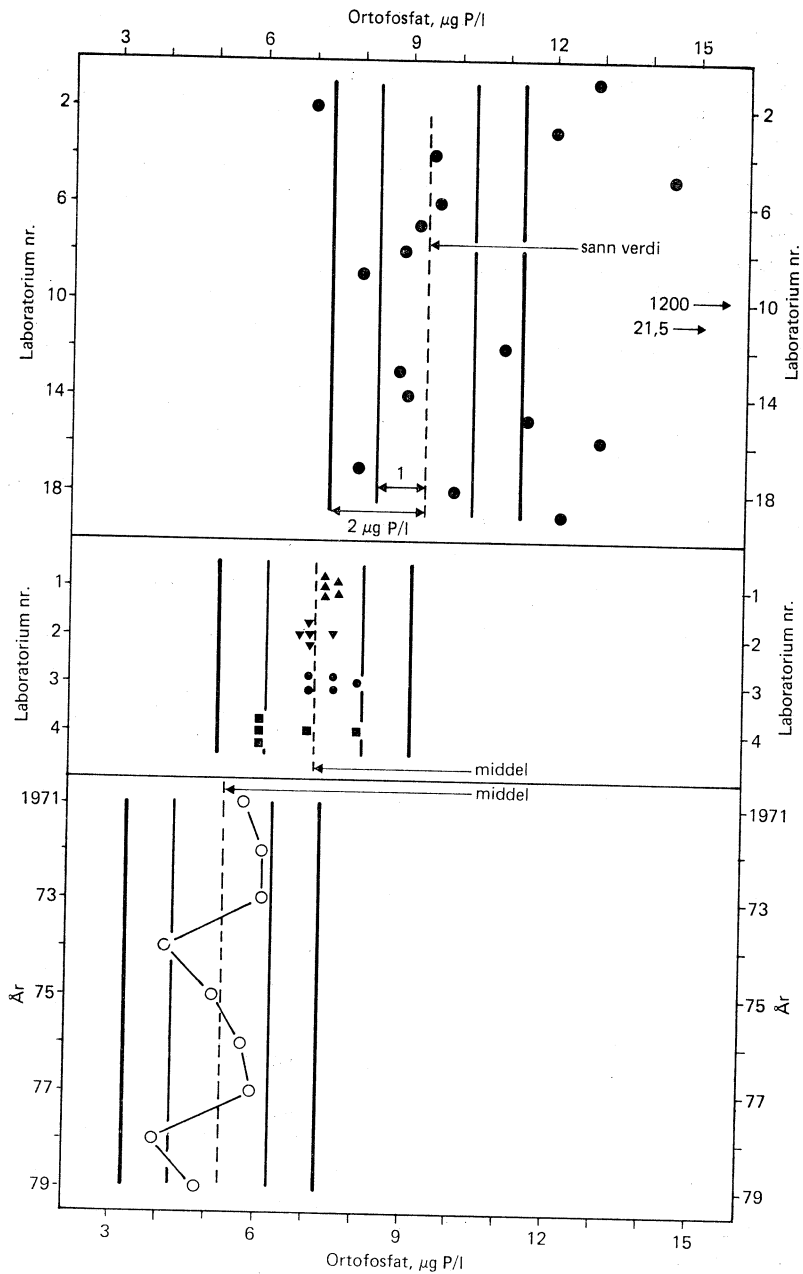
Allerede i 1973 opprettet NIVA et ringtestsam arbeid for kjemiske vannanalyser. Fra 1976 har ringtestene vært knyttet til miljøvernmyndighetenes kontrollordninger for forurensende utslipp. Hoved-

formålet er å sette industribedrifter og kommuner i stand til å utøve en forsvarlig egenkontroll av sine utslipp. Ringtest-samarbeidet er åpent for alle interesserte. Av ca. 190 deltagere utgjør bedriftslaboratorier noe over halvparten.

En utbredt, men feilaktig oppfatning er at det å delta i ringtester i seg selv representerer en garanti for at analysene foretas på tilfredsstillende måte. Tvert imot har resultater fra 8 års ringtestvirksomhet ved NIVA vist at laboratoriene ikke på egen hånd makter å utnytte informasjon om analysefeil til å forbedre sine prestasjoner. Til tross for meget rimelige bedømmelseskriterier må fortsatt rundt 30—40 % av ringtestresultatene regnes som uakseptable. I realiteten betyr dette at den analysefaglige utvikling ved laboratoriene har stagnert.

Det avgjørende spørsmål ved anvendelse av analysedata med ulik opprinnelse er om de i det hele tatt kan jevnføres. Dette er særlig viktig innenfor et overvåkingsprogram, hvor det er tale om å studere svake gradienter i tid og rom. Laboratorier som er aktuelle deltagere i overvåking av vannforekomstene blir nå tilbudt å være med på egne miniringtester, der analyseparametre, stoffkonsentrasjoner og nøyaktighetskrav er tilpasset formålet. Den første miniringtesten (1) omfattet bestemmelse av næringssalter i lave konsentrasjoner. Totalt sett ble bare vel tredjeparten av resultatene vurdert som akseptable.

Konklusjonen må bli at standardiserte metoder og ringtestsam arbeid ikke er nok til å sikre pålitelige og sammenlignbare analysedata. Det er behov for langt mer omfattende virkemidler for å heve det vannanalytiske nivå på landsbasis.



Kvalitetssikring — kvalitetskontroll

Problemer som følge av utilstrekkelig analysekvalitet er ikke særnorske. American Chemical Society (ACS) har foretatt en kritisk gjennomgåelse av virksomheten innen luft- og vannanalyse i USA (4). Til tross for den generelle utvikling i analyseteknikk mener ACS at fremgangen på det miljøanalytiske område har skjedd langsomt. Dette skyldes blant annet at laboratoriene mangler kvalifiserte kjemikere. Et annet moment er at denne type analyser ofte betraktes som en bisak i forhold til annen aktivitet, og at vanskelighetsgraden undervurderes. ACS hevder at forholdene har resultert i at det er blitt produsert en mengde miljødata som ikke holder mål.

Generelt bør all analysevirksomhet drives etter en samlet plan. *Kvalitetssikring* og *kvalitetskontroll* er her to sentrale begreper (5—9). Med *kvalitetssikring* («quality assurance») forstås et overordnet system med formål å sikre at laboratorier er i stand til å gi pålitelig informasjon, dvs. levere nøyaktige og presise analysedata. *Kvalitetssikring* brukt i en slik vid betydning består av en rekke elementer. Ett av dem er en løpende laboratorieintern kvalitetskontroll. Med dette menes

et system av daglig inspeksjon, kontrollanalyser og nødvendige oppfølgingstiltak på det enkelte laboratorium.

Vi har idag ingen effektiv kontroll med kvaliteten av den enorme mengde vannanalysedata som årlig produseres ved norske laboratorier. Dette tallmaterialet danner grunnlag for viktige beslutninger hos berørte myndigheter. Det er derfor nødvendig å arbeide mot et nasjonalt kvalitetssikringssystem for vannanalyser med kriterier vedrørende

- Innsamling og behandling av prøver
- Utdannelse og opplæring av personell
- Laboratorielokaler, -innredning og -utstyr
- Metoder og analyseforskrifter (standarder)
- Kalibrering og vedlikehold av instrumenter
- Laboratorieintern kvalitetskontroll
- Registrering, evaluering og lagring av analysedata
- Kartlegging av avvik mellom laboratorier (ringtester)

Tekst til figur 2a—c.

Figur 2a. *Resultater fra bestemmelse av ortofosfat i en prøve av filtrert ferskvann, tilsatt en kjent ortofosfatmengde. Bestemmelsen ble utført ved 19 forskjellige laboratorier. Linjer for sann verdi, 9,4 µg P/l, samt grensene ± 1 og ± 2 µg P/l er lagt inn i diagrammet.*

Figur 2b. *Resultater fra bestemmelse av ortofosfat i en tilsvarende prøve som angitt under figur 2a. Hvert av de 4 laboratorier som var med gjentok bestemmelsen på 5 forskjellige dager. De 20 enkeltresultatene varierte mellom 6 og 8 µg P/l med middelerdi 7,1 µg P/l. Grenselinjer som i figur 2a.*

Figur 2c. *Variasjon i innholdet av ortofosfat i Mjøsa (Skreia). Middelerdier for en serie prøver (overflate-bunn) tatt om vinteren i årene 1971—79. (Etter Holtan (2)). Grenselinjer som i figur 2a.*

Referanselaboratoriet — videre arbeid

Som nevnt er NIVA utpekt til referanselaboratorium for vannanalyser. Dette innebærer faglig ansvar for

- Metodearbeid og utstyrsprøving
- Løpende standardiseringsvirksomhet
- Organisering av ringtester
- Veiledning, informasjon og opplæring
- Nasjonalt og internasjonalt samarbeid
- Utførelse av analyser etter behov

Kvalitetssikring av analyser blir en hovedoppgave for referanselaboratoriet i de kommende år. Det tas sikte på å innføre et felles program for laboratorieintern kvalitetskontroll, i første omgang ved de laboratorier som deltar i miniringtestene.

En rapport som skisserer et praktisk

opplegg for kvalitetskontrollen er utarbeidet (9). Opplegget er basert på at ulike typer kontrollprøver blir inkludert i hver eneste analyseserie. Resultatet av kontrollanalysen avsettes straks i et tilhørende kontrolldiagram med fastlagte grenser for variasjon av resultatene. På denne måten kan visse former for analysefeil oppdages og elimineres på et tidlig stadium.

Andre kvalitetsfremmende tiltak som det vli bli satset på i tiden fremover er «oppsøkende virksomhet» fra referanselaboratoriets side og gjennomføring av kurs for laboratoriepersonell. For å informere om referanselaboratoriets arbeid og styrke kontakten med brukerne er det planer om å utgi et analysefaglig meldingsblad, eventuelt arrangere en årlig «vannanalysedag».

LITTERATUR

1. *Norsk institutt for vannforskning*: Miniringtester for overvåkingsformål. Miniringtest 8101. Ortofosfat, totalfosfor, nitrat, totalnitrogen. O-8101402, 25. juni 1981, 58 s.
2. *Holtan, H.*: Mjøsa i 70-årene. Norsk institutt for vannforskning, årbok 1979, s. 43—48.
3. *Norges Standardiseringsforbund*: Utvalg av Norsk Standard. Vannundersøkelser. P 193, september 1980, 272 s.
4. *American Chemical Society, Committee on Environmental Improvement*: Cleaning our environment. A chemical perspective. 2. utg. Washington, D.C., oktober 1980, ix + 457 s.
5. *American Chemical Society, Committee on Environmental Improvement*: Guidelines for data acquisition and data quality evaluation in environmental chemistry. *Anal. Chem.*, 52, 1980, s. 2242—49.
6. *Horwitz, W., Kamps, L. R., Boyer, K. W.*: Quality assurance in the analysis of foods for trace constituents. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 63, 1980, s. 1344—54.
7. *Hunter, J. S.*: The national system of scientific measurement. *Science*, 210, 1980, s. 869—74.
8. *Wilson, A. L.*: Approach for achieving comparable analytical results from a number of laboratories. *Analyst*, 104, 1979, s. 273—89.
9. *Norsk institutt for vannforskning*: Laboratorieintern kvalitetskontroll. Kontrolldiagrammer som hjelpemiddel i kontrollen av kjemiske analysedata. O-8101501, 8. oktober 1981, 29 s.