

Naturstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Styregruppen for Naturstyrelsens Referencelaboratorium

CC:

Fra: Ulla Lund

Dato: 28. november 2013

QA: Maj-Britt Fruekilde

Emne: Baggrund for bestemmelser i metodedatablad
M060, Metodedatablad for miljøfremmede organiske stoffer i vand

Referencelaboratoriet udførte i 2011 og 2012 /1/ en undersøgelse over holdbarheden af en række miljøfremmede stoffer i spildevandsprøver og har på den baggrund udarbejdet et udkast til metodedatablad for miljøfremmede stoffer i vand. Imidlertid er det ønskeligt, om metodedatabladet kunne dække bredere end de miljøfremmede stoffer, der var omfattet af referencelaboratoriets undersøgelser. Nærværende notat indeholder begrundelser for forslag til krav i metodedatablad direkte ud fra holdbarhedsundersøgelserne samt referencelaboratoriets begrundelser for forslag til udvidelse af metodedatabladets anvendelsesområde i forhold til de stoffer, der var omfattet af undersøgelsen.

Forslag til metodedatablad ses i Bilag A. Heri er forslag til krav direkte ud fra referencelaboratoriets holdbarhedsforsøg vist med sort, og forslag til ændringer med henblik på at udvide metodedatabladets anvendelsesområde er vist med korrekturtegn (blå skrift).

Forslag til krav i metodedatablad ud fra referencelaboratoriets holdbarhedsforsøg

Konservering

Flygtige aromatiske kulbrinter og chlorerede opløsningsmidler

Ved Referencelaboratoriets undersøgelser /1/ blev det konkluderet, at tetrachlormethan var ustabil ved opbevaring på køl, hvis ikke prøven var konserveret. Ved undersøgelsen blev anvendt konservering med svovlsyre. Det blev også konkluderet, at der ikke var forskel på opbevaring af konserveret og ukonserveret prøve for alle andre undersøgte flygtige stoffer end tetrachlormethan.

I ISO 5667-3 /2/ anvises opbevaring i syrekonserveret prøve for hele gruppen af flygtige organiske stoffer. Syrekonservering kan iht. denne standard ske med enten saltsyre, svovlsyre eller salpetersyre.

Det er i metodedatabladet valgt at følge ISO 5667-3.

LAS

Ved Referencelaboratoriets undersøgelser /1/ blev set på opbevaring i kølerum i ukonserveret prøve eller prøve konserveret med svovlsyre. Konservering med svovlsyre var anbefalet i

den udgave af ISO 5667-3 /3/, der var gældende da undersøgelserne blev foretaget, men er i den nyeste udgave af standarden /2/ erstattet med konservering med formaldehyd.

Der er ikke informationer om baggrunden for at overgå til formaldehydkonservering, som i ISO 5667-3 (begge udgaver) i øvrigt anvendes til non-ioniske detergenter.

Referencelaboratoriets undersøgelser tydede på, at syrekonservering forbedrede stabiliteten, men at der stadig var risiko for et vist tab.

Referencelaboratoriet har i udkast til metodedatablad fravalgt formaldehydkonservering, fordi formaldehyd 1) er uønsket af arbejdsmiljømæssige årsager, og 2) er en analyseparameter, hvorfor anvendelse til konservering indebærer en risiko for krydskontaminering.

Opbevaring

Opbevaringstemperaturer er valgt identisk med beskrivelsen i ISO 5667-3 /2/ ved opbevaring på laboratoriet: kølerum 1 °C til 5 °C og fryser under -18 °C. ISO 5667-3 giver videre rammer for kølig opbevaring under transport: 2 °C til 8 °C.

I øvrige metodedatablade anvendes kølerum 0 °C til 4 °C, hvilket oprindeligt blev valgt for at være i overensstemmelse med tekniske anvisninger.

Referencelaboratoriet finder det mere korrekt at anvende de samme temperaturer som i internationale standarder. Definition af kølig opbevaring som 1 °C til 5 °C giver ikke uoverensstemmelse med de tekniske anvisninger, som typisk anfører 4 °C, < 5 °C eller mere uspecifikt "koldt" eller "køligt". 1 °C til 5 °C er desuden mere konkret, idet de tekniske anvisninger ikke anfører tolerance for opbevaringstemperaturen.

Flygtige aromatiske kulbrinter og chlorerede opløsningsmidler

I ISO 5667-3 /2/ anføres forskellige kilder til information om stabilitet med opbevaringstider mellem 1 og 7 døgn. Dog anfører standarden holdbarhed for naphthalen i 4 døgn. Referencelaboratoriets undersøgelser /1/ tydede på stabilitet i kølerum i op til 10 dage, men med risiko for kontaminering.

Det er valgt at beskrive dette med analyse så hurtigt som muligt og opbevaring i højst 7 døgn.

Blødgørere, nonylphenoler, PAH og phosphortriestre

Opbevaring af blødgørere og PAH beskrives i ISO 5667-3 /2/ med 4 hhv. 7 døgn på køl uden konservering. I begge tilfælde bygger bestemmelsen ikke på konkrete undersøgelser, idet reference anføres som "Best practice". Standarden omtaler ikke frysning.

Nonylphenoler og phosphortriestre er ikke omtalt i ISO 5667-3 /2/.

Ved referencelaboratoriets undersøgelser /1/ blev prøverne behandlet efter laboratoriets standardprocedure, hvilket indebærer konservering med svovlsyre. Der findes derfor ikke undersøgelser af stabilitet i ukonserveret prøve.

Referencelaboratoriets undersøgelser tyder på stabilitet betydeligt længere end de 4 - 7 døgn, der er anført i ISO 5667-3.

Det er valgt at anvende den længste opbevaringstid i ISO 5667-3 (7 døgn) på køl som generelt gældende, fordi Referencelaboratoriets undersøgelser tyder på betydeligt længere holdbarhed. Det vurderes, at den syrekonservering, der er anvendt i Referencelaboratoriets undersøgelser, ikke har indflydelse på holdbarheden af disse parametre.

LAS

Referencelaboratoriets undersøgelser tydede på, at der er risiko for tab af LAS ved opbevaring i fryser og på køl, både med og uden syrekonservering, dog med størst tab på køl uden syrekonservering.

I den ældre udgave af ISO 5667-3 /3/, som beskriver syrekonservering, anføres holdbarhed i 2 døgn. Den nyere udgave af standarden /2/ anfører enten 3 døgn ukonserveret eller 4 døgn formaldehydkonserveret. Den nyeste udgave af standarden omtaler desuden opbevaring i fryser i op til 1 måned.

Det er valgt at følge den ældre udgave af ISO 5667-3 og anføre opbevaring i op til 2 døgn på køl og at supplere med opbevaring i fryser i 1 måned henhold til Referencelaboratoriets undersøgelser og den nyeste udgave af standarden.

Organotin

Data for organotin i Referencelaboratoriets undersøgelse /1/ viste stor spredning, men ikke nogen éntydig trend. Der var ikke synlig forskel mellem opbevaring på køl og i fryser. ISO 5667-3 /2/ anfører mellem 1 og 7 døgns holdbarhed ved opbevaring på køl.

Det er valgt at anføres samme krav til opbevaring for organotinf forbindelser som for blødgørelse, nonylphenoler, PAH og phosphortriester.

Forslag til udvidelse af metodedatabladet

Afgrænsning

Undersøgelse af mulighederne for udvidelse af anvendelsesområdet for M060 i forhold til referencelaboratoriets holdbarhedsundersøgelser /1/ afgrænses i nærværende notat til parametre og prøvetyper, der er omfattet af bkg. 900 /4/.

Miljøfremmede stoffer er omfattet af bkg. 900 som vist i nedenstående skema. Af skemaet fremgår det også, i hvilket omfang de pågældende grupper af parametre er undersøgt ved referencelaboratoriets undersøgelse ("dækket") /1/. De felter, der er sværtede, betyder, at den pågældende kombination af prøvetype og parameter ikke indgår i bkg. 900. Blanke felter er således kombinationer af prøvetype og parameter, som er relevante for bkg. 900, men hvor der ikke direkte findes information i referencelaboratoriets undersøgelse. I skemaet henviser bilagsnumre til bekendtgørelsen bilag.

Parametergruppe	Bilag 1.3 Grundvand	Bilag 1.4 Drikkevand	Bilag 1.5 Fersk overfladevand til fremstilling af drikkevand	Bilag 1.7 Marint vand	Bilag 1.9 Svømmebassin vand samt Bilag xx ^a Returskyllevand fra svømmebassin	Bilag 1.15 Fersk overfladevand
Pesticider						
Aromatiske kulbrinter	dækket	dækket	dækket	dækket		dækket
Phenoler	dækket ^b			dækket ^h		dækket ^g
Halogenerede alifatiske kulbrinter	dækket ^{b, c}	dækket ^{b, c, d, e, f}	dækket ^{c, d, e}		dækket ^g	
Halogenerede phenoler						
PAH	dækket	dækket	dækket			
Blødgørere	dækket					
Anioniske detergenter	dækket ⁱ	dækket ⁱ				dækket
Organotoforbindelser				dækket		dækket
Halogenerede aromatiske kulbrinter						
Ethere						

- ^a matricen returskyllevand fra svømmehal forventes tilføjet ved revision af bekendtgørelsen, omfattende parameteren trihalomethaner
- ^b: phenol er ikke undersøgt
- ^c: vinylchlorid er ikke undersøgt
- ^d: 1,2-dibromethan er ikke undersøgt.
- ^e: dichlormethan er ikke undersøgt
- ^f: dichlorethener, tetrachlorethener og 1,2-dichlorethan er ikke undersøgt
- ^g: dichlorbrommethan, chlordibrommethan og tribrommethan er ikke undersøgt
- ^h: 4-nonylphenol er ikke undersøgt specifikt alene, men som en del af nonylphenoler
- ⁱ: anioniske detergenter i grund- og ferskvand i bkg. 900 omfatter pt kun LAS. Anioniske detergenter (MBAS) som samleparameter er ikke omfattet af bkg. 900, men det forventes, at MBAS vil blive tilføjet i drikke- og grundvand ved revision af bekendtgørelsen.

Der findes i øjeblikket ikke krav til analysekvalitet for miljøfremmede stoffer i lossepladssperkolat (bilag 1.6), spildevand (bilag 1.8) og jordvand, drænvand etc. (bilag 1.14).

På basis af skemaet afgrænses udvidelsen af metodedatabladets anvendelsesområde i forhold til de parametre, der var undersøgt i referencelaboratoriets holdbarhedsundersøgelser, til følgende parametergrupper eller enkeltparametre indenfor en gruppe:

- pesticider
- phenoler: alene phenol og 4-nonylphenol
- halogenerede alifatiske kulbrinter: vinylchlorid, dichlormethan, 1,2-dibromethan, 1,2-dichlorethan, dichlorethener, tetrachlorethener, dichlorbrommethan, chlordibrommethan og tribrommethan
- halogenerede alifatiske kulbrinter i fersk overfladevand samt returskyllevand fra svømmehal
- halogenerede phenoler – gruppen omfatter alene pentachlorphenol
- halogenerede aromatiske kulbrinter
- anioniske detergenter: anioniske detergenter (MBAS)
- ethere – gruppen omfatter alene MTBE

Pesticider

Pesticider er en omfattende gruppe af parametre, der dækker mange stoftyper med vidt forskellige kemiske egenskaber og potentiale for kemisk og biologisk omdannelse. Naturstyrelsen har, så snart ressourcerne tillader det, overvejelser om at lade referencelaboratoriet undersøge stabiliteten for denne stofgruppe.

Referencelaboratoriet anbefaler på dette grundlag, at pesticider ikke inddrages i metodedatablad M060, Miljøfremmede stoffer i vand, på nuværende tidspunkt.

Phenoler (phenol og 4-nonylphenol)

Referencelaboratoriets undersøgelse /1/ omfattede nonylphenoler og nonylphenolethoxylater. 4-nonylphenol er en del af denne gruppe, og det anses for fuldt forsvarligt at lade 4-nonylphenol være omfattet af metodedatablad M060.

Phenol er potentielt mere omsættelig end nonylphenoler. I DS/EN ISO 5667-3 /3/ gives alene en generel anbefaling vedrørende opbevaring af phenoler, og ingen specifik anbefaling for phenol. Anbefalingerne om opbevaring af phenoler i DS/EN ISO 5667-3 indebærer tilsætning af syre og opbevaring i mellem 7 og 21 døgn, hvorimod referencelaboratoriets holdbarhedsforsøg foreslår opbevaring af prøven i op til 7 døgn uden syretilsætning (for nonylphenoler). Holdbarhedsforsøgene giver desuden mulighed for opbevaring ved frysning i op til 2 uger. Frysning omtales ikke i DS/EN ISO 5667-3 /3/. Hvis metodedatabladet skal omfatte phenol, vurderer referencelaboratoriet, at en syrekonservering vil være nødvendig.

Referencelaboratoriet anbefaler, at metodedatablad M060 udformes, så opbevaring for phenoler, herunder phenol, 4-nonylphenol og nonylphenoler skal ske efter syrekonservering. Det anbefales, at opbevaringstiden fortsat er op til 7 døgn, og at muligheden for frysning bibeholdes.

Halogenerede alifatiske kulbrinter (vinylchlorid, dichlormethan, 1,2-dibromethan, 1,2-dichlorethan, dichlorethener, dichlorbrommethan, chlordibrommethan og tribrommethan)

I DS/EN ISO 5667-3 /3/ omtales flygtige organiske forbindelser (herunder halogenerede alifatiske kulbrinter) som en gruppe med ét sæt af anbefalinger vedrørende konservering og opbevaring. Der er således ikke nævnt undtagelser.

I sammenligning med trichlormethan (chloroform), som er den mest flygtige af de halogenerede alifatiske kulbrinter, der var omfattet af referencelaboratoriets undersøgelser /1/, er vinylchlorid, dichlormethan og dichlorethenerne mere flygtige.

Vinylchlorid udgør et særligt problem, idet stoffet dels er en gas ved almindeligt lufttryk (kogepunkt – 13 °C), og dels er reaktivt. US-EPA anfører, at syrekonservering kan være uhenigtsmæssig for vinylchlorid /5/. US-EPA har dog senere samlet data fra en række studier af stabiliteten af bl.a. vinylchlorid i opløsning med henblik på en kommende opdatering og konkluderer her, at der ikke ses hurtigt tab ved syrekonservering /6/.

Referencelaboratoriet anbefaler på denne baggrund, at metodedatablad M060 anvendes på alle halogenerede alifatiske kulbrinter, der er omfattet af bkg. nr. 900, inklusive vinylchlorid. Det anbefales i den sammenhæng, at metodedatabladets anvendelsesområde for disse stoffer specificeres som flygtige halogenerede alifatiske kulbrinter, idet visse af de parametre, der er omfattet af bkg. 900, er omdannelsesprodukter snarere end egentlige opløsningsmidler.

Halogenerede alifatiske kulbrinter i fersk overfladevand

I fersk overfladevand i bkg. nr. 900 omfatter gruppen halogenerede alifatiske kulbrinter chloralkaner C_{10-13} og en gruppeparameter "Øvrige halogenerede alifatiske kulbrinter". Det er ikke omtalt, hvilke enkeltstoffer der kan være omfattet af "Øvrige halogenerede alifatiske kulbrinter", men baggrunden for parameteren er, at bkg. 1022 om prioriterede stoffer indeholder miljøkvalitetskrav for 1,2-dichlorethan, dichlormethan, trichlormethan (chloroform) og hexachlorbutadien /8/.

Chloralkaner C_{10-13} er ikke specifikt omfattet af DS/EN ISO 5667-3. Blandt de parametergrupper, der findes i DS/EN ISO 5667-3 minder chloralkaner C_{10-13} mest om chlorerede pesticider/chlorbenzener eller PCB. I begge tilfælde foreslår standarden opbevaring i mørk glasflaske i op til 7 døgn.

Blandt de tre parametre, der er dækket af gruppeparameteren "Øvrige halogenerede alifatiske kulbrinter", var trichlormethan (chloroform) omfattet af referencelaboratoriets undersøgelser af stabilitet /1/, og det er ovenfor anbefalet, at dichlormethan og 1,2-dichlorethan omfattes af metodedatablad M060 med samme krav. Hexachlorbutadien kan ligeledes anses for hørende til samme gruppe af flygtige halogenerede alifatiske kulbrinter, f.eks. er både 1,2-dichlorethan, dichlormethan, trichlormethan, hexachlorbutadien og en lang række andre flygtige kulbrinter omfattet af metoden DS/EN ISO 15680 /7/. Hexachlorbutadien er dog lige som naphthalen et grænsetilfælde mellem de flygtige og de middel- og ikke-flygtige kulbrinter.

Referencelaboratoriet anbefaler derfor, at chloralkaner C_{10-13} og gruppen "Øvrige halogenerede alifatiske kulbrinter" omfattes af metodedatablad M060. Det anbefales også, at chloralkaner C_{10-13} omfattes af metodedatabladet med samme krav som blødgørere og at hexachlorbutadien tilføjes med samme krav som flygtige aromatiske kulbrinter etc.

Halogenerede phenoler (pentachlorphenol)

DS/EN ISO 5667-3 /3/ anfører for chlorerede phenoler opbevaring i op til 2 døgn i glasbeholder uden konservering. For phenoler generelt anfører standarden opbevaring i mellem 7 og 21 døgn med syrekonservering og for alkylerede phenoler (f.eks. nonylphenoler) anføres opbevaring i op til 14 døgn for syrekonserverede prøver. DS/EN ISO 5667-3 anfører således kortere opbevaringstid for chlorerede phenoler end for andre phenoler og kortere tid uden konservering end de 7 døgn, der er anbefalet i referencelaboratoriets holdbarhedsundersøgelser /1/. Hvis metodedatabladet skal omfatte pentachlorphenol, vurderer referencelaboratoriet, at en syrekonservering vil være nødvendig. Referencelaboratoriets holdbarhedsundersøgelser giver mulighed for opbevaring ved frysning i op til 2 uger. Frysning omtales ikke i DS/EN ISO 5667-3 /3/. Referencelaboratoriet anser det for forsvarligt at give mulighed for opbevaring ved frysning, også for pentachlorphenol.

Referencelaboratoriet anbefaler, at pentachlorphenol tilføjes metodedatablad M060, og at opbevaring specificeres til op til 7 døgn i syrekonservet prøve. Referencelaboratoriet anbefaler desuden, at mulighed for opbevaring ved frysning i op til 2 uger også omfatter pentachlorphenol.

Halogenerede aromatiske kulbrinter

Halogenerede aromatiske kulbrinter findes i bkg. nr. 900 for fersk overfladevand. Det er ikke omtalt, hvilke enkeltstoffer der kan være omfattet af parameteren, men baggrunden for parameteren er, at bkg. 1022 om miljøkvalitetskrav indeholder miljøkvalitetskrav for trichlorbenzener, pentachlorbenzen og hexachlorbenzen /8/.

DS/EN ISO 5667-3 /2/ anfører for chlorerede pesticider og chlorbenzener opbevaring i op til 7 døgn i mørk glasflaske uden tilsætning af konserveringsmiddel.

Standarden giver samme opbevaringsforhold som anbefalet ved referencelaboratoriets holdbarhedsundersøgelser /1/ med undtagelse af kravet om mørk glasflaske.

Referencelaboratoriet vurderer, at kravet om opbevaring mørkt og koldt modsvarer kravet i DS/EN ISO 5667-3 om anvendelse af mørk glasflaske.

Det anbefales derfor, at halogenerede aromatiske kulbrinter tilføjes metodedatablad M060 med samme krav til opbevaring som blødgørere.

Anioniske detergenter (MBAS)

Samleparameteren anioniske detergenter (MBAS) forventes tilføjet i bekendtgørelse for drikkevand og grundvand. Referencelaboratoriet anbefaler et separat metodedatablad for MBAS, se /9/.

Ethere (MTBE)

MTBE (methyl tertær-butyl ether) hører til gruppen af flygtige organiske stoffer, men er ikke en aromatisk kulbrinte eller et chloreret opløsningsmiddel. DS/EN ISO 5667-3 /3/ har samme krav til opbevaring for flygtige halogenerede kulbrinter, monocykliske aromatiske kulbrinter og andre opløsningsmiddel-lignende organiske stoffer. MTBE kan dækkes af betegnelsen opløsningsmiddel-lignende organiske stoffer, men er følsom for syrekatalyseret hydrolyse (nedbrydning) /10/. Den syrekonservering, der er anbefalet til flygtige aromatiske kulbrinter og chlorerede opløsningsmidler, er således ikke egnet til MTBE.

Referencelaboratoriet anbefaler på den baggrund, at MTBE ikke omfattes af metodedatablad M060 på nuværende tidspunkt.

Sammenfatning

Ovenstående giver anledning til forslag til, hvor henvisning til metodedatablad M060 kan tilføjes i bkg. nr. 900 og forslag til at udvide metodedatablad M060 til at dække andre miljøfremmede stoffer i vand end de stoffer, som blev undersøgt i referencelaboratoriets holdbarhedsforsøg /1/.

Forslag til henvisninger i bkg. 900

Sammenfattende anbefaler referencelaboratoriet, at metodedatablad M060 indsættes som metodekrav i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger som vist i nedenstående skema, dvs. for alle kombinationer af prøvetype og parametre i bkg. 900 med undtagelse af pesticider (alle prøvetyper) og MTBE.

De steder i skemaet, der er sværtet, betyder, at pågældende kombination af parametergruppe og prøvetype ikke er omfattet af bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger.

Hvor et felt er blankt, anbefaler referencelaboratoriet, at der ikke indsættes krav på nuværende tidspunkt.

Parametergruppe	Bilag 1.3 Grundvand	Bilag 1.4 Drikkevand	Bilag 1.5 Fersk overfladevand til fremstilling af drikkevand	Bilag 1.7 Marint vand	Bilag 1.9 Svømmebassin vand samt bilag xx Returskyllevand fra svømmehal	Bilag 1.15 Fersk overfladevand
Pesticider						
Aromatiske kulbrinter						
Benzen, toluen	M060	M060	M060			M060
o-Xylen, m+p-xylen	M060					
Naphthalen				M060		M060
Phenoler						
Nonylphenoler	M060			M060		M060
Nonylphenol-monoethoxylater	M060					M060
Nonylphenol-diethoxylater	M060					M060
Phenol	M060					
4-Nonylphenol				M060		M060
Halogenerede alifatiske kulbrinter						
Vinylchlorid	M060	M060				
1,2-Dibromethan	M060	M060	M060			
Chloralkaner C ₁₀₋₁₃						M060
Øvrige halogenerede alifatiske kulbrinter	M060	M060	M060			M060
Trihalomethaner					M060	
Halogenerede phenoler						
Pentachlorphenol	M060			M060		M060
PAH						
Benzo(a)pyren	M060	M060	M060			
Øvrige PAH	M060	M060	M060			
Blødgørere						
Diisononylphthalater (DNP), sum	M060					
Øvrige blødgørere	M060					
Anioniske detergenter						
LAS	M060					M060
Anioniske detergenter (MBAS)	M061	M061				
Organotinforbindelser						
Tributyltin (Sn)				M060		M060
Halogenerede aromatiske kulbrinter						
Øvrige halogenerede aromatiske kulbrinter						M060
Ethere						
MTBE						

Tegnforklaring:

M060

Pågældende kombination af parametergruppe og prøvetype er ikke omfattet af bkg. 900
Referencelaboratoriet anbefaler indsættelse af krav om benyttelse af metodedatablad M060.
Referencelaboratoriet anbefaler IKKE indsættelse af krav om benyttelse af metodedatablad M060 på nuværende tidspunkt.

Udvidelser og præciseringer i metodedatablad M060 i forhold til referencelaboratoriets holdbarhedsundersøgelser

I forhold til de anbefalinger til metodekrav i metodedatablad M060, som referencelaboratoriets holdbarhedsforsøg /1/ direkte giver anledning til, anbefaler referencelaboratoriet, at metodedatabladet udvides med nedenstående tilføjelser og præciseringer. I udkastet til metodedatablad (Bilag A) er disse vist med korrekturtegn (blå skrift):

1. Nonylphenoler beskrives i metodedatabladet som alkylphenoler, herunder 4-nonylphenol og phenol, og nonylphenoethoxylater tilføjes specifikt. Krav til konservering og opbevaring ændres til syrekonservet prøve i op til 7 døgn med mulighed for opbevaring ved frysning i op til 2 uger.
2. Chlorerede opløsningsmidler beskrives i metodedatabladet som flygtige halogenerede alifatiske kulbrinter, idet visse af de parametre, der er omfattet af bkg. 900, er omdannelsesprodukter snarere end egentlige opløsningsmidler.
3. Hexachlorbutadien tilføjes metodedatabladets anvendelsesområde, og krav til konservering og opbevaring sættes som for flygtige aromatiske kulbrinter etc.
4. Chloralkaner C₁₀₋₁₃ tilføjes metodedatabladets anvendelsesområde og krav til opbevaring sættes som for blødgørere, nonylphenoler etc.
5. Pentachlorphenol tilføjes metodedatabladets anvendelsesområde, og krav til konservering og opbevaring sættes som for alkylphenoler (se punkt 1 ovenfor).
6. Chlorbenzener tilføjes metodedatabladets anvendelsesområde, og krav til opbevaring sættes som for blødgørere, nonylphenoler etc.

Referencer

- /1/ Naturstyrelsens Referencelaboratorium: Opbevaring af vandige prøver. Miljøfremmede stoffer. Rapport 2012.
- /2/ DS/EN ISO 5667-3: Vandundersøgelse – Prøvetagning – Del 3: Konservering og håndtering af vandprøver, 2012.
- /3/ DS/EN ISO 5667-3: Vandundersøgelse – Prøvetagning – Del 3: Retningslinjer for konservering og transport af vandprøver, 2004.
- /4/ Bekendtgørelse nr. 900 om kvalitetskrav til miljømålinger, 17. august 2011.
- /5/ ES-EPA: SW-846. Test methods for evaluating solid wastes, Physical/chemical methods, Organic analytes, revision 4, 2007.
- /6/ Stock, T. & S.-Y. Yang: Evaluation of preservation recommendations in SW-846 for volatile organic chemicals in aqueous sample matrices, præsentation 2012.
- /7/ DS/EN ISO 15680: Vandundersøgelse – Gaskromatografisk bestemmelse af monocykliske aromatiske hydrocarboner, naftalin og flere chlorinerede forbindelser – Purge-and-trap-metode med termisk desorption, 2004.
- /8/ Naturstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljømålinger & Naturstyrelsen: Eksisterende, nye og reviderede prioriterede stoffer – Betydning for igangværende revision af bkg. om analysekvalitet, Notat 2011.
- /9/ Naturstyrelsens Referencelaboratorium: Metodedatablad for anioniske detergenter. Baggrund for udkast til metodedatablad, Notat 2013.
- /10/ US EPA: Underground Storage Tank Fact Sheet, Analytical Methodologies for Fuel Oxygenates, EPA 510-F-03-01, 2003 (<http://www.epa.gov/oust/mtbe/omethods.pdf>)

BILAG A

Metodedatablad M060

M060	Miljøfremmede organiske stoffer i vand
Anvendelsesområde	Bestemmelse af flygtige aromatiske kulbrinter, flygtige halogenerede alifatiske kulbrinter , naphthalen , hexachlorbutadien , blødgørere, alkylphenoler (herunder phenol, nonylphenoler og 4-nonylphenol) , nonylphenoethoxylater , pentachlorphenol , PAH, LAS, organotin, phosphortriestre, chloralkaner C₁₀₋₁₃ , chlorbenzener i vandprøver.
Prøvetagning	Ingen særlige bestemmelser
Målemetode(r)	Ingen særlige bestemmelser
Prøvebeholder	Glas Beholdertype og rengøring skal være valideret til det måleområde, der er nødvendigt til det ønskede formål. Renhed skal jævnligt kontrolleres, f.eks. med blindprøver. Rengøringsprocedure skal tage højde for såvel kontaminering som sorption til beholderoverflade.
Prøvehåndtering inden analyse	Se under filtrering og konservering.
Filtrering	Prøven må ikke filtreres.
Konservering	Konservering foretages senest ved modtagelse på laboratoriet. Flygtige aromatiske kulbrinter, flygtige halogenerede alifatiske kulbrinter , naphthalen , hexachlorbutadien : skal konserveres med syre (saltsyre, salpetersyre eller svovlsyre) til pH er mellem 1 og 2. Bemærk, at saltsyre interfererer ved purge and trap analyser. LAS: skal konserveres med svovlsyre til pH er mellem 1 og 2. Alkylphenoler (herunder phenol, nonylphenoler og 4-nonylphenol) , nonylphenol-ethoxylater , pentachlorphenol : skal konserveres med syre (svovlsyre eller saltsyre) til pH er mellem 1 og 2. Syrens renhedsgrad skal være tilstrækkelig, således at der ikke tilføres signifikant kontaminering fra anvendt syre i forhold til ønsket analysekvalitet. Kontaminering fra konservering skal kontrolleres ved konservering af blindprøve, der opbevares i prøvebeholderen i samme tidsrum som almindelige prøver.

Version / Dato	V024 / 4526.0811 .2013
Ansvarlig for udarbejdelsen	Ulla Lund

Opbevaring Analysen skal være afsluttet inden for de nævnte tidsfrister	Flygtige aromatiske kulbrinter, flygtige halogenerede alifatiske kulbrinter, naphthalen, hexachlorbutadien: analyseres så hurtigt som muligt efter modtagelse og konservering og må højst opbevares i 7 døgn efter prøvetagning. Prøve skal opbevares mørkt og koldt (1 – 5 °C) og må ikke fryses. LAS: syrekonserveret prøve opbevares mørkt og koldt (1 – 5 °C) i op til 2 døgn efter prøvetagning. Alternativt kan ukonserveret prøve fryses (under - 18 °C) og opbevares 1 måned. Alkylphenoler (herunder phenol, nonylphenoler og 4-nonylphenol), nonylphenol-ethoxylater, pentachlorphenol: syrekonserveret prøve opbevares mørkt og koldt (1 – 5 °C) i op til 7 døgn efter prøvetagning. Alternativt kan ukonserveret prøve fryses (under - 18 °C) og opbevares 2 uger. Blødgørere, nonylphenoler, PAH, organotin, phosphortriestre, chloralkaner C₁₀₋₁₃, chlorbenzener: opbevares mørkt og koldt (1 – 5 °C) i op til 7 døgn efter prøvetagning. Alternativt kan ukonserveret prøve fryses (under - 18 °C) og opbevares 2 uger.
Særlige forhold	Blindprøve, som har fulgt prøveserien gennem hele proceduren, herunder været opbevaret i samme tidsrum som prøveserien, skal indgå i hver analyseserie. Blindprøver skal repræsentere anvendte beholdere og anvendt syre ved konservering.

M060	Miljøfremmede organiske stoffer i vand
Version / Dato	V02 / 26.11.2013
Ansvarlig for udarbejdelsen	Ulla Lund