

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Følgegruppen for Miljøstyrelsens Referencelaboratorium

cc:

Fra: Jes Leisgaard Poulsen

Dato: 16. november 2020

QA: Karen Marie Kristensen

Emne: Opdatering af metodedatablad M054 Nonylphenoler og nonylphenoethoxylater

Problemstilling

I bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger/1/ anføres metodedatablad M054 **Error! Reference source not found.** som metodekrav for nonylphenoler i bilag 1.6 Kontrol/overvågning af marint vand men i anvendelsesområdet for M054 er marint vand ikke nævnt. Nærværende notat giver en vurdering af, om marint vand kan tilføjes i metodedatabladet.

Derudover foretages en redaktionel gennemgang af M054 med henblik på at eliminere uklarheder.

Baggrund

I M054 er der angivet hvilke ioner der skal anvendes til GC-MS¹, hvilket udelukker anvendelse af GC-MS/MS².

Metodedatablad M054 har krav til at ekstraktionen af spildevandsslam følger DS/CEN/TS 16182/3/, mens der for øvrige matricer ikke er krav til, hvordan ekstraktion udføres.

For alle matricer omfattet af metodedatabladet, er der krav om, at kvantificeringen skal ske med anvendelse af de standardstoffer og principper for identifikation, kalibrering og beregning, der er beskrevet i DS/CEN/TS 16182 og ISO 18857-2/4/.

I metodedatablad M054 er der under afsnittet målemetoder henvist til afsnit i DS/CEN/TS 16182 og ISO 18857-2, der omhandler kalibreringsstandarder og specifikationer til valg af ioner til brug ved GC-MS analysen.

I DS/CEN/TS 16182:2012 under afsnit 8.4 Derivatization og i ISO 18857-2:2009 afsnit 8.2 Derivatisation, er for begge metoder angivet MSTFA³ som derivatiseringsreagent. De to standarder åbner ikke op for andre derivatiseringsregenser, eller for at derivatisering kan udelukkes.

Anvendelsesområdet for M054 er grundvand, fersk og marint sediment, spildevandsslam samt fersk vand fra søer, vandløb, kilder og kildebække. I bekendtgørelsen om kvalitetskrav

¹ Gas Chromatography Mass Spectrometry: Separation ved gaskromatografi og detektion vha. massespektrometri.

² Gas Chromatography Tandem Mass Spectrometry: Separation ved gaskromatografi og detektion vha. massespektrometri.

³ 2,2,2-Trifluoro-N-methyl-N-(trimethylsilyl)acetamide (CAS 24589-78-4).

til miljømålinger er M054 anført som metodekrav for nonylphenoler, nonylphenolmono og –diethoxylater i bilag 1.3 Kontrol/overvågning af grundvand, for nonylphenoler i bilag 1.6 Kontrol/overvågning af marint vand, for nonylphenoler, nonylphenolmono og –diethoxylater i bilag 1.11 Overvågning af fersk sediment, for nonylphenoler, nonylphenolmono og –diethoxylater i bilag 1.12 Overvågning af marint sediment, for nonylphenoler, nonylphenolmono og –diethoxylater i bilag 1.14 Spildevandsslam og for for nonylphenoler, nonylphenolmono og –diethoxylater i bilag 1.16 Fersk overfladevand.

DS/CEN/TS 16182 omfatter matricerne slam, bioaffald og jord, ISO 18857-2 omfatter matricerne drikke-, grund-, overflade- og spildevand.

ISO 18857-2 er i 2012 godkendt under Dansk Standard, DS/EN ISO 18857-2, som der fremadrettet kan henvises til.

Ifølge DANAK's hjemmeside den 26. februar 2020 er ét laboratorium akkrediteret til måling af nonylphenoler i marint vand med henvisning til ISO 18857-2.

Løsning

Referencelaboratoriet anbefaler at metodehenvisningen til ISO 18857-2 opdateres til DS/EN ISO 18857-2, da den er optaget under Dansk Standard, og i det efterfølgende refereres til DS/EN udgaven.

Målemetoden i metodedatablad M054 henviser til, hvordan kvantificeringen af nonylphenoler, nonylphenolmono- og diethoxylater skal udføres, og ikke til hvordan ekstraktionen skal udføres på matricer nævnt i anvendelsesområdet, udover slam.

Det er referencelaboratoriets vurdering, at marint vand kan tilføjes til anvendelsesområdet, da kravet til denne matrice kun omfatter hvorledes der skal kvantificeres, og kvantificeringsprincippet er uafhængig af matricen.

For alle matricer omfattet af metodedatabladet er der krav om, at kvantificeringen skal ske med anvendelse af de standardstoffer og principper for identifikation, kalibrering og beregning, der er beskrevet i DS/CEN/TS 16182 og DS/EN ISO 18857-2. Beskrivelsen af kvantificeringen i de to standarder er sammenlignelige.

Det er referencelaboratoriets vurdering at afsnit omkring kvantificering slettes da en generel henvisning til DS/CEN/TS 16182 og DS/EN ISO 18857-2 er dækkende.

I CEN/TS 16182:2012 under afsnit 8.4 Derivatization og DS/EN ISO 18857-2:2012 afsnit 8.2 Derivatization er for begge metoder angivet MSTFA som derivatiseringsreagent. De to standarder åbner ikke op for andre derivatiseringsregenser eller for at derivatisering kan udelukkes.

Det er referencelaboratoriets vurdering at afsnit omkring derivatisering slettes, da der ikke er tvivl om at ekstraktater skal derivatiseres med MSTFA.

Det anbefales, at matricer, der er nævnt i metodedatabladets anvendelsesområde, bringes i overensstemmelse med bekendtgørelsens benævnelse af matricer.

Konsekvenser

Ændringerne vil ikke have konsekvenser for det ene laboratorium, der i dag er akkrediteret til nonylphenoler i havvand, da de allerede anvender ISO 18857-2.

Ændringerne vil ikke have konsekvenser for laboratorier der allerede følger DS/CEN/TS 16182 eller DS/EN ISO 18857-2 at afsnit omkring kvantificering og derivatisering slettes, da kravene allerede eksisterer i de to standarder.

Implementeringsfrist

Tilføjjelsen af marint vand i anvendelsesområdet giver ikke anledning til, at analyselaboratorierne har brug for en ny implementeringsperiode for ny metode, men kun anledning til at opdaterer interne procedure.

Referencelaboratoriet anbefaler derfor en implementeringsfrist på 3 måneder fra metodedatabladet er udgivet.

Forskel fra i dag

Referencelaboratoriet anbefaler, at metodedatablad M054 ændres som foreslået i det vedlagte udkast til opdatering af metodedatabladet. Ændringer i forhold til tidligere version er markeret med **rød** skrift og forslag til slettet tekst desuden vist med gennemstregning.

Referencer

- /1/ Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger (bekendtgørelse nr. 1071 af 28. oktober 2019)
- /2/ Metodedatablad M054, Nonylphenoler (sum), nonylphenol-monoethoxylater (sum) og nonylphenol-diethoxylater (sum) V01b / 28.05.2015
- /3/ DS/CEN/TS 16182 Slam, bioaffald og jord – bestemmelse af nonylphenoler (NP), nonylphenolmonoethoxylater og nonylphenoldiethoxylater ved GC-MS
- /4/ ISO 18857-2 Water quality – Determination of selected alkylphenol Part 2: Gas chromatographic-mass spectrometric determination of alkylphenols, their ethoxylates and bisphenol A in non-filtered samples following solid-phase extraction and derivatisation