

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Følgegruppen for Miljøstyrelsens Referencelaboratorium

cc:

Fra: Jes Leisgaard Poulsen

Dato: 31. januar 2022

QA: Jørgen Ramskov Andersen

Emne: Granskning af M060 Miljøfremmede organiske stoffer i vand

Problemstilling

Metodedatablad M060 /1/ Miljøfremmede organiske stoffer er sidst udgivet i 2015 og skal derfor granskes.

Referencelaboratoriet har modtaget en henvendelse fra et dansk laboratorie, om hvorvidt det er muligt at tillade konservering af stoffer, som ikke kræver konservering. Dette kan f.eks. være anvendeligt, når der benyttes metoder, der kan ekstrahere et bredt spektra af stoffer. En prøve, der både skal analyseres for alkylphenoler og PAH'er, kræver pt. både en konserveret og ukonserveret delprøve til ekstraktion.

Baggrund

Kravene til konservering i metodedatablad M060 er sat ud fra krav i DS/EN ISO 5667-3:2012 Vandundersøgelse – Prøvetagning – Del 3: Konservering og håndtering af vandprøver /3/ samt et holdbarhedsstudie udført af Referencelaboratoriet i 2012 /2/.

Der er i 2018 udgivet en ny udgave af DS/EN ISO 5667-3:2018, hvor der blandt andet er revideret i henvisninger til referencer af internationale standarder. Henvisninger, der omhandler parametre i M060, er for nogle opdateret til nyere udgaver af internationale standarder, men disse er ikke ændret i forhold til holdbarheder. Der er derfor ikke behov for at opdatere M060 mht konserveringsmetoder og holdbarheder på baggrund af den nye udgave af DS/EN ISO 5667-3.

Resultater fra holdbarhedsstudiet i 2012 viste, at de ikke-flygtige forbindelser, som blødgørere, PAH'er og phosphortriester, kan opbevares i fryser eller på køl uden konservering.

I et senere notat angående metodedatablad M060 /4/, som bla. er lavet ud fra holdbarhedsstudie /2/, er der i afsnittet om blødgørere, nonylphenoler, PAH og phosphortriester angivet, at prøverne er konserveret som følge af laboratoriets standardprocedure. Prøverne er i dette studie konserveret med svovlsyre, og inkluderer ikke undersøgelser af stabilitet i ukonserveret prøve.

Det kommenteres at den syrekonservering, der er anvendt i Referencelaboratoriets undersøgelse, ikke vurderes at have indflydelse på holdbarheden.

Det er ud fra holdbarhedsstudiet og notatet uklart, om prøverne til blødgørere, nonylphenoler, PAH'er og phosphortriester har været konserveret eller ej. Rapporten

angiver, at de ikke er konserveret, hvor notatet angiver, at de er konserveret, eftersom det er laboratoriets standardprocedure.

Der er i notatet angivet, at man har valgt at anvende, den længste opbevaringstid angivet i ISO 5667-3, som er 7 døgn på køl (ukonserveret). Denne anbefaling bygger dog ikke på konkrete undersøgelser, men anføres som "best practice".

I notatet bemærkes det, at nonylphenoler ikke er angivet i DS/EN ISO 5667-3. Det er dog ikke korrekt, eftersom nonylphenoler er angivet som alkylerede phenoler, for hvilke der anbefales konservering til pH 2 med HCl eller H₂SO₄. Det er også denne anbefaling, der er med i M060.

På baggrund af uklarheden mellem Referencelaboratoriets undersøgelse af holdbarhed af blødgørere, PAH'er og phosphortriester og vurdering i tidligere notat /4/ vurderes det, at der for nuværende ikke er valid dokumentation for at tillade konservering af blødgørere, PAH'er og phosphortriester.

Hensigten med metodedatablad M060 er at sætte retningslinier, så det sikres, at prøver opbevares korrekt og analyseres, inden prøvens sammensætning ændres signifikant. Det er ikke hensigten, at der sættes unødige begrænsninger i forhold til opbevaring og tidsfrister.

Der er fire danske laboratorier som er akkrediteret til PAH'er og blødgørere i vandprøver. Ud af de fire er tre også akkrediteret til nonylphenoler i vandprøver. Alle fire laboratorier har en kombination i deres metoder, som gør, at de pt. skal ekstrahere en konserveret og ukonserveret prøve til samme metode for at overholde metodedatablad M060. Ingen laboratorier er akkrediteret til phosphortriester i vandprøver.

Referencelaboratoriet anbefaler derfor en laboratorieundersøgelse af, om konservering af blødgørere, PAH'er og phosphortriester har en negativ konsekvens eller om der kan åbnes op for mulighed for konservering

Det vil betyde at et laboratorium der ønsker at analysere PAH'er og nonylphenoler på samme prøve med samme analysemetode, fremadrettet kunne gøre det på en enkelt prøve, frem for både en ukonserveret og konserveret delprøve.

Løsning

Referencelaboratoriet anbefaler laboratorieundersøgelse af, om konservering af prøve til blødgørere, PAH'er og phosphortriester har negativ effekt på holdbarheden.

Forskel fra i dag

På nuværende grundlag opdateres metodedatablad M060 ikke. Ønskes den anbefalede undersøgelse ikke udført, kan nuværende version af M060 genudgives med granskningsdato.

Referencer

- /1/ Metodedatablad M060 Miljøfremmede organiske stoffer i vand. V04 / 28.09.2015
- /2/ Naturstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljømålinger: Opbevaring af vandige prøver. Miljøfremmede stoffer. Rapport 2012.
https://cdnmedia.euofins.com/Microsites/media/1272/opbevaring_miljofremmede_stoffer_2012_rev.pdf
- /3/ DS/EN ISO 5667-3: Vandundersøgelse – Prøvetagning – Del3: Konservering og håndtering af vandprøver, 2012

/4/ Baggrund for bestemmelser i metodedatablad M060, Metodedatablad for miljøfremmede organiske stoffer i vand. Notat.

https://cdnmedia.eurofins.com/Microsites/media/1214/m060_version2_baggrund.pdf