

Naturstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Styregruppen for Naturstyrelsens Referencelaboratorium

CC:

Fra: Ulla Lund og Anders Svaneborg

Dato: 6. oktober 2011

QA: -

Emne: M021, Metodedatablad for metaller i jord, slam og sediment

Forklarende noter vedr. kviksølv

Emballage til prøver, der skal analyseres for kviksølv

Metodedatabladet blev drøftet på styregruppemøde 2011/3, hvor det blandt andet blev kommenteret, at bestemmelsen om anvendelse af glas som prøvebeholder for kviksølv var et fordyrende element.

Referencelaboratoriet har efterfølgende genopfrisket baggrunden for denne bestemmelse. Den stammer fra DS/EN ISO 5667-15, Vejledning i konservering og håndtering af slam- og sedimentprøver /1/. Kravet om anvendelse af prøveemballage af glas findes for marine sedimenter også i OSPAR JAMP Guidelines for monitoring contaminants in sediments /3/. For jordprøver findes standarden DS/ISO 18512, Jordundersøgelser – Vejledning i langtids- og korttidslagring af jordprøver /2/. Heri anføres opbevaring af tørret prøve med plastposer (polyethylen) og glas som ligeværdige materialer for metaller og sporelementer, dog med bemærkning om, at risiko for tab af elementær kviksølv og flygtige kviksølvsforbindelser skal tages i betragtning. Referencelaboratoriet vurderer derfor, at der ikke er dokumentation for anden formulering end den nu gældende: at der skal anvendes egnet beholder, f.eks. glas, og at der skal foreligge dokumentation såfremt andet beholdermateriale anvendes.

Imidlertid er det en komplicerende faktor, at laboratorierne for jord og sediment stort set ikke forestår prøvetagningen, hvilket i praksis betyder, at laboratorierne modtager mange prøver, som også analyseres for kviksølv, i anden emballage end glas. Referencelaboratoriet foreslår, at Styregruppen drøfter i hvilket omfang det medfører behov for bemærkning på analyserapporten, såfremt laboratoriet har dokumenteret, at en given type plast er tilstrækkelig til opbevaring af kviksølv.

Prøvehåndtering for prøver til bestemmelse af kviksølv

En bestemmelse under prøvehåndtering lyder: "For prøver, hvor der kan foretages en tilstrækkelig homogenisering af den våde prøve, kan delprøver udtages uden forudgående tørring." Denne bestemmelse findes med samme ordlyd i den første udgave af metodedatabladet. Bestemmelsen betyder implicit, at prøver, der ikke kan homogeniseres tilfredsstillende i våd tilstand, skal tørres.

Udkast til prEN 16179, Sludge, treated biowaste and soil, Guidance for sample pretreatment /1/ anfører, at tørring af prøven ikke er egnet, hvis der skal analyseres flygtige forbindelser såsom flygtigt kviksølv. Ved drøftelse af den pågældende standard i CEN TC400/WG4 /5/ var

mødedeltagerne enige om, at bestemmelsen ikke er relevant ved bestemmelse af kviksølv efter oplukning med f.eks. salpetersyre, da de flygtige kviksølvforbindelser i praksis udgør en forsvindende del af det totale indhold. Det bemærkes dog, at ovennævnte OSPAR JAMP Guidelines /2/ undtager kviksølv fra den frysetørring, der i øvrigt anvendes til prøver til metalanalyse.

Ved specifik analyse for flygtige kviksølvforbindelser er der således betydelig risiko for tab ved tørring, herunder frysetørring, mens det vurderes at den praktiske betydning af tab af flygtige kviksølvforbindelser ved tørring ved lav temperatur er forsvindende ved analyse efter oplukning, således som det er tilfældet i henhold til M021. En undtagelse kan være prøver med betydeligt indhold af elementært kviksølv, f.eks. fra gasværksgrunde.

Det vurderes desuden, at delprøvetagning af slam og sediment generelt kan udføres tilfredsstillende på våd prøve, hvorfor problemstillingen med tørring af prøven ikke er relevant for disse to prøvetyper. Jord er ofte særdeles heterogen og derfor vanskelig at udtage repræsentative delprøver fra uden tørring og homogenisering. Jordanalyser foretages imidlertid altovervejende i henhold til Miljøstyrelsens bestemmelser /6/, hvor der foreskrives delprøvetagning fra den våde prøve. Metodedatabladets bestemmelse om tørring kommer derfor sjældent i brug i praksis.

Referencelaboratoriet vurderer, at der kan være behov for at tilføje en maksimal temperatur under tørring. prEN 16179 /4/ og DS/ISO 11464 /7/ anfører lufttørring, frysetørring eller ovntørring ved højst 40 °C. DS/EN ISO 5667-15 /1/ anfører for metaller generelt tørring ved 60 °C. Af forsigtighedshensyn foreslås at anvende den lavere af de to temperaturer, dvs. 40 °C.

Referencelaboratoriet anbefaler på den baggrund, at de gældende bestemmelser opretholdes. Det kan overvejes at tilføje følgende: "For prøver til bestemmelse af kviksølv skal eventuel tørring foretages ved maksimalt 40 °C."

Referencer

- /1/ DS/EN ISO 5667-15, Vandundersøgelse - Prøvetagning, Del 15: Vejledning i konservering og håndtering af slam- og sedimentprøver, 2009.
- /2/ DS/ISO 18512, Jordundersøgelser – Vejledning i langtids- og korttidslagring af jordprøver, 2007
- /3/ OSPAR Commission, JAMP guidelines for monitoring contaminants in sediment, 2011.
- /4/ prEN 16179, Sludge, treated biowaste and soil - Guidance for sample pretreatment, udkast december 2010.
- /5/ CEN TC400/WG4: Horizontal standards in the field of sludge, biowaste and soil, arbejdsgruppe Inorganic elements and compounds, møde 10. og 11. oktober 2011.
- /6/ Vejledning fra Miljøstyrelsen Nr. 13: Prøvetagning og analyse af jord. 1998.
- /7/ DS/ISO 11464, Jordundersøgelser - Forbehandling af prøver til fysisk-kemisk analyse, 2006