

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Følgegruppen for Miljøstyrelsens Referencelaboratorium

cc:

Fra: Peter Rerup

Dato: 10. november 2022

QA: Lea Mejdahl Lind, Mette Østergaard Filsø

Emne: Analyse af miljøfremmede stoffer i andre matricer end spildevandsslam

Problemstilling

Miljøstyrelsen har bedt referencelaboratoriet udarbejde forslag til hvordan udfordringen med analyse af miljøfremmede stoffer, MFS (PAH, DEHP, NP/NPE og LAS), i andre matricer end spildevandsslam, fx fedtholdige prøver af bioaffald/biomasse, kan løses.

Baggrund

Bekendtgørelse om anvendelse af affald til jordbrugsformål/1/ omfatter ud over spildevandsslam en række andre matricer beskrevet i bekendtgørelsens bilag 1. Disse matricer adskiller sig i sammensætning markant fra normalt spildevandsslam og kan fx have et meget højt fedtindhold.

I bekendtgørelsens bilag 5 anføres, at analyse af miljøfremmede stoffer skal ske efter metoder, der er anvist af Miljøstyrelsen, jf. bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer m.v., seneste udgave: Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger/2/. Denne bekendtgørelse omfatter dog kun matricen 'Spildevandsslam' og de metodedatablade den henviser til tager derfor ikke højde for matricer der afviger markant fra dette.

Kvalitetsbekendtgørelsen/2/ kræver brug af metoder anført i metodedatabladene M067/8/, M066/9/, M054/10/ og M055/11/ til bestemmelse af miljøfremmede stoffer (MFS), henholdsvis PAH, DEHP, NP/NPE og LAS i slam. De anviste metoder er primært udviklet til matricerne slam, jord og bioaffald.

Standardmetodernes egnethed til analyse af bioaffald er i de fleste tilfælde valideret på prøver af kompost.

De senere år er set en stadig øget hyppighed af prøver hvis herkomst ikke kan tilskrives slam, jord eller kompost, men som ønskes analyseret for miljøfremmede stoffer fordi produkterne ønskes anvendt i produktionen af biogas. Eksempler på sådanne prøver kan være kød- og fiskeaffald, animalske og vegetabiliske fedtstoffer, fedtslam fra fedtfang og blegejord. Typisk prøver med meget højt fedtindhold der interfererer med analysen af de miljøfremmede stoffer. Også glycerin, glycoler og sukkerholdige prøver er andre eksempler på bioaffald.

Matriceinterferens er i dag årsag til at detektionsgrænsen ofte må hæves på en eller flere parametre eller at prøven måske helt afvises inden analyse.

Standardmetoderne, der henvises til i metodedatabladene til MFS er i alle tilfælde valideret på både slam, jord og 'behandlet bioaffald'. For sidstnævntes vedkommende er i alle tilfælde

anvendt frisk kompost til valideringen. Metodebeskrivelserne indeholder forskellige oprensningstrin der kan udføres på prøveekstraktet med henblik på at fjerne interferenser.

Disse oprensningstrin er oplistet nedenfor.

PAH

Kilde: DS/ISO 13859:2014/3/, punkt 10.4

- Oprensning A: Aluminiumoxid
- Oprensning B: Silicagel
- Oprensning C: Gel permeations chromatografi
- Oprensning D: Dimethylformamid/cyclohexan

DEHP

Kilde: DS/CEN/TS 16183:2012/4/, punkt 8.4

- Ekstraktet oprenses på aktiveret aluminiumoxid som er rensset med EtAc

NP/NPE

Kilde: DS/CEN/TS 16182:2012/5/, punkt 8.3

- Silicagel/Aluminiumoxid/Florisil.

LAS

Kilde: DS/CEN/TS 16189:2012/6/

- Oprensning C1: Graphitised carbon black (GCB) SPE kolonne
- Oprensning C2: Strong anion exchange (SAX) SPE kolonne

Ud over de ovenfor nævnte standardmetoder til spildevandsslam kan der også kigges på metoder der er mere anvendelige/dedikerede til fedtholdige matricer, fx DS/EN ISO 15753:2016/7/.

Løsning

Da metoderne i alle tilfælde kun er valideret på slam, jord og 'behandlet bioaffald' (kompost), er det ikke muligt at sige, om oprensningsmulighederne vil have den ønskede effekt for fedtholdige prøver af bioaffald/biomasse. Referencelaboratoriet anbefaler derfor, at der gennemføres en eller flere forsøgsrækker til at belyse effektiviteten og anvendeligheden af de oprensningstrin, der beskrives i de enkelte standardmetoder på typiske prøver af biomasse, fx fiske- og slagteriaffald, animalske/vegetabiliske fedtstoffer og sukker/melasse. Yderligere kunne eventuelt suppleres med test af metoder dedikerede til fedtholdige matricer.

Høring

Nærværende notat udgives uden høring, da det ikke har givet anledning til ændringer. Notatet har givet anledning til følgende forsøg:

2022-18218: DEHP: Det skal undersøges hvordan DS ISO 13859 (M067) og CEN/TS 16183 (M066) metoderne kan tilpasses til at håndtere variationen i slam og affaldstyper

2024-10813: M067 PAH og M054 NP/NPE undersøge muligheden for at tillade oprensning inden analyse af fedtholdige prøver

Forskel fra i dag

Nærværende notat har ikke givet anledning til ændringer.

Referencer

- /1/ Bekendtgørelse om anvendelse af affald til jordbrugsformål, nr. 1001 af 27/06/2018
- /2/ Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger, nr. 2362 af 26/11/2021
- /3/ DS/ISO 13859:2014, "Soil quality - Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by gas chromatography (GC) and high performance liquid chromatography (HPLC)"
- /4/ DS/CEN/TS 16183:2012, "Sludge, treated biowaste and soil - Determination of selected phthalates using capillary gas chromatography with mass spectrometric detection (GC-MS)"
- /5/ DS/CEN/TS 16182:2012, "Sludge, treated biowaste and soil - Determination of nonylphenols (NP) and nonylphenol-mono- and diethoxylates using gas chromatography with mass selective detection (GC-MS)"
- /6/ DS/CEN/TS 16189:2012, "Sludge, treated biowaste and soil - Determination of linear alkylbenzene sulfonates (LAS) by highperformance liquid chromatography (HPLC) with fluorescence detection (FLD) or mass selective detection (MS)"
- /7/ DS/EN ISO 15753:2016, "Animal and vegetable fats and oils – Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons."
- /8/ Metodedatablad M067, "PAH-forbindelser i spildevandsslam"
- /9/ Metodedatablad M066, "DEHP i spildevandsslam"
- /10/ Metodedatablad M054, "Nonylphenoler (sum), nonylphenol-monoethoxylater (sum) og nonylphenol-diethoxylater (sum)"
- /11/ Metodedatablad M055, "Lineære alkylbenzensulfonater (LAS)"