

Vejledning fra Miljøstyrelsen

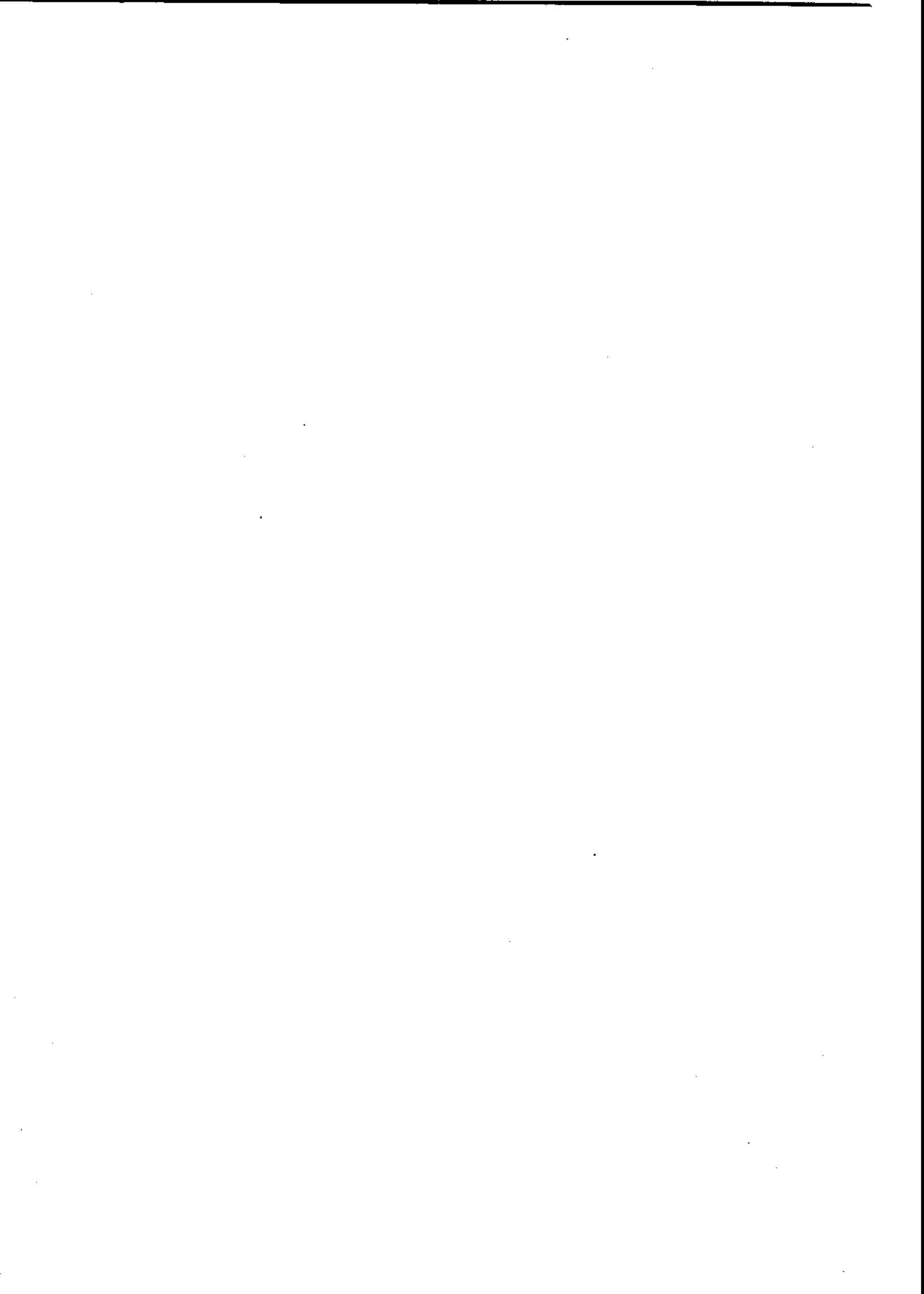
Nr. 13 1998

Prøvetagning og analyse af jord

Vejledning fra Miljøstyrelsen

Nr. 13 1998

Prøvetagning og analyse af jord



Indholdsfortegnelse

1 Indledning	5
1.1 Baggrund	5
1.2 Formål.....	5
2 Prøvetagnings- og analyse strategier	7
2.1 prøvetagnings strategier	7
2.2 Planlægning af prøvetagningspunkter.....	8
2.3 Valg af analyseparametre og -metoder	13
2.4 Optimering af prøvetagnings- og analysestrategien.....	15
3 Prøvetagning	19
3.1 Bore- og gravemetoder	19
3.2 Udtagning af jordprøver	22
3.3 Situationsplan og grave/boreprofiler.....	23
3.4 Emballage, transport og opbevaringstid	24
3.5 Arbejds miljø	26
4 Feltanalyser	28
4.1 Uspecifikke feltmetoder.....	29
4.2 Forureningsspecifikke feltmetoder	30
4.3 Stofspecifikke metoder	31
4.4 Rapportering af feltmetoder.....	31
5 Laboratorieanalyser	33
5.1 Analyse kvalitet	33
5.2 Analysekvalitet	34
5.3 Modtagelse på laboratoriet	35
5.4 Forbehandling	35
5.5 Ekstraktion.....	36
5.5.1 Analyse for olieprodukter og oliekomponenter	36
5.5.2 Øvrige analysemetoder.....	37
5.6 Analyseprincipper	39
5.7 Beregning af resultater.....	40
5.8 Detektionsgrænser	40
5.9 Rapportering af laboratorieanalyser	42
6 Udvaskningstests	43
7 Kvalitetskrav til prøvetagning og analyse	44
7.1 Akkreditering.....	44
7.2 Kvalitetsmålsætninger.....	45
8 Fortolkning af resultater	46
9 Referencer	49
10 Stikord	51

Bilag

Bilag 1	Prøvetagnings- og analysestrategier
Bilag 2	Analysemetoder
Bilag 3	Granskning af prøvetagnings- og analysestrategi
Bilag 4	Analyseparametre
Bilag 5	Måleskema for PID/FID målinger

Tabeller

- Tabel 1 Antal prøvetagningspunkter for lokalisering af et hotspot
- Tabel 2 Analysemetoder for jordprøver
- Tabel 3 Bore- og gravemetoder ved jordprøvetagning
- Tabel 4 Emballage, opbevaring og holdbarhed for forskellige stofgrupper
- Tabel 5 Feltmetoder og analyseparametre

Figurer

- Figur 1 Lokalisering af forurening i forhold til tæthed af prøvetagningspunkter

1 Indledning

1.1 Baggrund

Vejledningen om prøvetagning og analyse af jord er en blandt en serie vejledninger der har været i høring. De øvrige er: Vejledning om kortlægning af forurening og kilder hertil, Vejledning om oprydning af forurenede lokaliteter, Vejledning af beboere i let forurenede områder og Vejledning om oprydning af forurenede olie- og benzingerunde. Sidstnævnte vejledning er efterfølgende indarbejdet som appendiks 3.6 i Vejledning om oprydning af forurenede lokaliteter.

Vejledningens anvisninger er ikke bindende, men myndighederne bør dog altid tage udgangspunkt i vejledningens anvisninger ved behandling af forureningsager. Vejledningens anvisninger skal altid afstemmes i forhold til gældende lovgivning.

Vejledning om prøvetagning og analyse af jordprøver er udarbejdet på baggrund af et behov for standardiserede prøvetagnings- og analysemetoder.

Formålet med vejledningen er at sikre, at arbejdet udføres efter ensartede retningslinier på et tilstrækkeligt kompetent niveau. Det skal desuden sikres, at prøvetagnings- og analysestrategier er dokumenteret og at valg af prøvetagnings- og analysemetoder begrundes.

En målrettet og gennemtænkt prøvetagnings- og analysestrategi vil medføre en optimering af undersøgelser m.v., således at analyseresultaterne bedre tjener undersøgelsens formål. Dette betyder, at beslutningsgrundlaget for de videre tiltag bliver væsentligt forbedret.

Anvisninger vedr. prøvetagning og analyse er hidtil blevet udført i forskelligt regi /1-8/, og der er generelt en god praksis og en række standarder på området. Disse er søgt indarbejdet i denne vejledning.

1.2 Formål

Vejledningens formål er at beskrive en standardpraksis på området ved:

- At opstille en række minimumskrav til prøvetagnings- og analysemetoder.
- At demonstrere ved eksempler, hvordan disse minimumskrav anvendes ved forskellige vurderinger.
- At opstille krav til dokumentation af, at minimumskravene er opfyldt.
- At definere en række standardanalysemetoder.

Vejledningen skal sikre et almindeligt kendskab til de problemer, der kan forekomme i forbindelse med prøvetagning og analyse af jordprøver fra forurenede grunde.

Målgruppen for vejledningen er miljømyndigheder, sagsbehandlere og rådgivere, som arbejder med vurderinger af forurenede jord.

Vejledningen forventes anvendt i forbindelse med undersøgelser af forurenede lokaliteter

Bagerst i vejledningen er der en stikordsliste med ordforklaringer og henvisninger til relevante sider/afsnit i vejledningen.

2 Prøvetagnings- og analysestrategier

2.1 prøvetagnings strategier

Strategier

En prøvetagnings- og analysestrategi for jord definerer, hvor og hvordan jordprøverne udtages, samt hvor mange og hvilke kemiske analyser, der skal udføres. Den definerer ikke valg af den konkrete undersøgelsesstrategi, f.eks. om der desuden skal foretages poreluft undersøgelser, grundvandsundersøgelser, m.v.

Det skal bemærkes, at anvendelse af såvel jordprøver, poreluft prøver som vandprøver kan være nødvendig til at lokalisere og dokumentere forureningsforhold, se i øvrigt vejledning i oprensning af forurenede lokaliteter /9/. Denne vejledning omhandler alene prøvetagning og analyse af jordprøver.

Historisk redegørelse

En væsentlig forudsætning ved opstilling af en prøvetagnings- og analysestrategi er, at der er udført en historisk redegørelse for området der ønskes undersøgt, således at potentielle forureningskilder og -komponenter er identificeret. Hvorledes en historisk redegørelse udføres er beskrevet i andre vejledninger /9/. Den historiske redegørelse består af en gennemgang af arealets anvendelse gennem tiden med henblik på identifikation og lokalisering af forurenende aktiviteter.

Undersøgelsesformål

En prøvetagnings- og analysestrategi har til formål at definere og fremskaffe tilstrækkelige oplysninger om forureningsforholdene til at opfylde de krav, der opstilles i undersøgelsens formål.

Indledningsvis vil en forureningsundersøgelse almindeligvis have til formål at afklare, hvorvidt der foreligger en forureningstilstand eller ej, dvs. en kortlægnings- eller registreringsundersøgelse. Hvis der viser sig at være tale om en betydelig forurening, udføres supplerende undersøgelser med det formål at identificere kilder og kortlægge sammensætning, koncentration og udbredelse af forureningen, som grundlag for en risikovurdering og efterfølgende valg af afværgemetode.

Et undersøgelsesformål definerer, om der skal foretages en eller flere af følgende vurderinger:

- Forureningsmæssig vurdering af jord, som forventes at være rent (uforurennet).
- Vurderinger af arealer eller punktkilder, i forhold til grundvand og recipienter.
- Vurdering af arealer eller punktkilder, i forhold til egnethed til specificeret anvendelse.
- Kategorisering af arealer eller punktkilder, i forhold til definerede acceptkriterier.

- Kategorisering af jord, som skal opgraves og bortskaffes, i forhold til definerede acceptkriterier. Herunder kategorisering jord der er rensat på et jordrenseanlæg.

Udgangspunktet for de fem vurderinger er forskellige og kan give forskelle i placering af prøvetagningsfelter, i valg af prøveantal, prøvetagningsteknikker, analysemetoder og -parametre, og hvilke krav der stilles til detaljering og sikkerhed, jf. afsnit 2.3 og eksempler i bilag 1.

Sikkerhed

For hver prøvetagnings- og analysestrategi skal der stilles krav til sikkerheden for at strategien er i stand til at lokalisere eller afgrænse en forurening, samt til hvor detaljeret en forureningsfordeling og -sammensætning skal beskrives.

Krav til sikkerheden for at en forurening lokaliseres er bestemt af undersøgelsesformålet, og afhænger af de endelige konsekvenser af at overse en forurening, eller af at afgrænse en forurening utilstrækkeligt, f.eks. ved følsom arealanvendelse, som grundvandstrussel, ved anvendelse til industriformål m.m.

Alt andet lige stiller anvendelse til industriformål mindre krav til sikkerheden end anvendelse til en børneinstitution.

Detaljering

Krav til detaljering af forureningsfordeling og -sammensætning bestemmes delvist af ovennævnte krav til sikkerhed, men afhænger også af, hvilke stoffer der er til stede, hvordan disse fordeles i jorden samt hvilken fase i undersøgelsen eller afværgeprojektet, der er tale om.

Inhomogenitet

Den store usikkerhed, der er forbundet med analyser af jord, skyldes, at jord er et inhomogent medie, og at forureningen dermed fordeles inhomogent i mediet. Jordforureningen kan være forårsaget af en luftbåren belastning på overfladen, en punktkilde eller omfatte flere kilder. Den umiddelbare fordeling, f.eks. ved lækage fra en nedgravet tank, ved luftbåren forurening af jordoverfladen eller ved deponering af et forurenede læs jord, ændrer sig med tiden på grund af stoffernes fysisk-kemiske egenskaber; såsom opløsning, udvaskning, sorption, fordampning samt kemisk og biologisk nedbrydning.

Dette betyder, at der som funktion af afstanden fra kilden kan forventes stor variation i forureningskoncentration og -sammensætning som afhænger af spredningsvejene i den aktuelle geologiske formation. Dette skal ses i relation til at det jordvolumen, som analyseres, typisk kun udgør 10 - 50 g jord pr. analyse.

2.2 Planlægning af prøvetagningspunkter

Prøver fra jord, vand og poreluft

Forureninger i jorden vil principielt forekomme fordelt efter en ligevægtstilstand mellem jordmatrix, jordens poreluft og porevandet i såvel umættet som mættet zone. Prøveudtagningen må således ofte kombineres ved anvendelse af såvel jordprøver, poreluft prøver som vandprøver. For eksempel er poreluft målinger mere egnede som undersøgelsesredskab til undersøgelse af chlorerede opløsningsmidler. Ved vandopløselige stoffer som acetone, phenoler, BTEX og chlorerede

opløsningsmidler er vandprøver vigtige i kortlægningen af forureningskilder og spredningsveje.

Rumlig variation

Med henblik på at kortlægge en forurening bør prøveudvælgelse og analyse fra et givet profil (boring eller gravefront) baseres på prøver, som ved forskellighed i jordart, tilsyneladende grad og sammensætning af forurening samt rumlig placering, kan dokumentere variationsbredden i forureningsforholdene i såvel horisontal som vertikal udstrækning under de givne geologiske forhold.

Sammenstilling af oplysninger

Det umiddelbare mål med udtagning og analyse af en prøve vil således være at sammenstille oplysninger om geologi og forureningsforhold i prøvetagningspunktet.

Sammen med kendskabet til de øvrige felt- og laboratoriedata (lagfølge beskrivelser, PID, m.v.) vil de analyserede prøver kunne danne grundlag for en sammenligning af de relative variationer, der er observeret/målt, eksempelvis ned gennem et boreprofil. På dette grundlag kan der foretages en kvantitativ og kvalitativ vurdering af den rumlige udbredelse, sammensætning og intensitet af forureningen.

Historisk redegørelse

Prøvetagningspunkterne må udvælges efter en systematisk og dokumenterbar fremgangsmåde. Ved hjælp af den historiske redegørelse og kendskab til forureningsforhold defineres prøvetagningsfelter, hvor der kan forventes sammenhængende eller eventuelt ensartede forureningsforhold.

Prøvetagningsfelter

På baggrund af den historiske redegørelse defineres der for hver potentielle forureningskilde mindst et prøvetagningsfelt som "forventes forurennet". Der defineres ligeledes felter, som "forventes uforurennet". Der udtages prøver fra prøvetagningsfelter, som "forventes forurenede" eller som er særligt sårbare over for forurening. Dette gælder også hvis der er tale om områder der forventes uforurennet.

Et prøvetagningsfelt kan være en punktkilde, f.eks. en nedgravet olietank, et område, f.eks. et tromleoplæg, bunden af en afgravning, en gravefront eller jord til deponering.

For hvert prøvetagningsfelt skal der udtages minimum en jordprøve.

Prøvetagning

Prøvetagningen foretages bedst i de intakte geologiske lagfølger ved hjælp af bore- eller graveteknikker, fordi det giver informationer om en eventuel fordeling af forureningen i de forskellige geologiske lag. Der foretages en forureningsmæssig og geologisk beskrivelse af jordlagene og jordprøverne. Dette kan gøre det muligt, at opdele et forurennet område i forskellige sammenhængende arealer/jordlag med samme forureningsniveau. Dette er især vigtigt i forbindelse med afgravning og sortering af jorden i forskellige forureningskategorier.

Prøvetagningsteknikker er nærmere beskrevet i kapitel 3.

Jordprøverne skal udtages på en sådan måde, at tab af indhold af forureningskomponenter minimeres under prøvetagning, transport og opbevaring. Hvor det er muligt, skal alle eller en del af jordprøverne screenes ved hjælp af feltmetoder.

Feltmetoder

Feltmetoder til screening af de udtagne jordprøver for indhold af forurening forbedrer grundlaget for udvælgelse af prøver til laboratorieanalyse. Feltmetoder tillader en overordnet vurdering af forureningsforholdene i felten, bl.a. om forureningen er homogene. Feltmetoder kan bruges til vurdering af, om det planlagte antal prøvetagningspunkter, og antal og type af kemiske analyser er tilstrækkeligt.

Blandingsprøver

Hvor der kan accepteres en mindre præcis beskrivelse af variation og geografisk placering af afvigende punkter, kan et mindre antal prøver fra samme prøvetagningsfelt blandes inden analysen, således at antallet af de kemiske analyser reduceres. Denne metode bruges ofte ved vurdering af luftbåren forurening, men kan ikke anvendes ved vurdering af punktkilder eller flygtige eller nedbrydelige forureninger.

Blanding af prøverne må dog ikke reducere sikkerheden for, at en forurening kan konstateres, og det må vurderes, om en eventuel fortynding af en uacceptabel forurening i en prøve vil kunne konstateres i blandingsprøven. Det vil sige, at der, som udgangspunkt, ikke kan accepteres brug af blandingsprøver såfremt der forventes at være forurenede stoffer med en akut toksisk effekt.

Analyseantal

Hvor mange prøver, der som minimum skal analyseres pr. prøvetagningsfelt, afhænger af undersøgelsens formål, krav til sikkerheden, den konkrete forureningsituation, samt mulighederne for at foretage feltanalyser. Feltanalyser kan indgå i optællingen af det antal kemiske analyser, der er nødvendige for at dokumentere en forurening. Feltanalyser kan sjældent stå alene, men må suppleres med laboratorieanalyser.

Det absolutte krav til analyseantal er, at der mindst skal tages en kemisk analyse pr. prøvetagningsfelt, dvs. mindst én kemisk analyse pr. potentiel forureningskilde.

Såfremt den historiske redegørelse har godtgjort, at der i det pågældende prøvetagningsfelt kun forventes en type forurening, fx olie ved en nedgravet olietank eller bly som følge af en luftbåren forurening, kan det accepteres, at der ikke foretages en kemisk analyse for hvert prøvetagningsfelt. Det er dog en forudsætning, at der benyttes en semikvantitativ feltmetode, og den valgte metode er kalibreret overfor den forventede forurening.

I tilfælde af, at der findes en forurening, vil der ofte være behov for at udtage/analysere flere prøver til afgrænsning eller bekræftelse af forureningsforholdene.

Prøvetagningstæthed

Hvis den historiske redegørelse har lokaliseret potentielle forureningskilder, placeres prøvetagningspunkter omkring disse med henblik på at afgrænse forureningen.

Hvis den historiske redegørelse er mangelfuld, kan prøvetagningsfelter defineres på basis af sårbarhed af den nuværende eller fremtidig arealanvendelse, f.eks. et felt til en køkkenhave og et felt til en parkeringsplads.

Hvis der er behov for at afdække eventuelle ukendte større forureninger eller lokalisere ukendt hotspots, f.eks. hvor der er kendskab til en potentielle forureningskilde, men jordforureningen ikke er lokaliseret eller afgrænset, kan der anvendes statistiske metoder til placering af prøvetagningspunkter.

Statistiske metoder

I /1,5, 6 og 8/ er der redegjort for forskellige statistiske metoder og prøvetagningsgittere samt deres anvendelighed ved forureningsundersøgelser.

Mange af de statistiske metoder egner sig dog bedst til homogene eller systematiske forureningsfordelinger, idet de er baseret på en normalfordeling, og efterviser, om forureningen er homogent fordelt i jorden. Disse metoder kan bruges til at beregne, hvor mange prøver der skal udtages for at der kan foretages en vurdering af, om acceptkriteriet forventes overholdt i hele jordvolumenet.

Prøvetagningsgittere

Ved at placere et statistisk beregnet prøvetagningsgitter over hele området kan det beregnes, om den valgte prøvetagnings- og analysestrategi med en rimelig sandsynlighed vil kunne lokalisere ukendt punktkilder af en vis størrelse.

Ifølge /10/ vil en hotspot i form af en cirkel med radius, R , kunne lokaliseres med 90% sikkerhed, hvis gitterlængden af det kvadratiske gitter er G , hvor G er lig med $R/0,56$.

For et hotspot med en diameter på 5 m, svarer gitterstørrelsen til 4,5 m.

For et prøvetagningsfelt på 20 x 20 m svarer dette til $4,5^2$ punkter, dvs. ca. 25 prøvetagningspunkter eller 25 borer. Jf. figur 1 og tabel 1.

Hvis en hotspot ligger dybere end jordoverfladen skal prøvetagningsgitteret udvides i dybden, således at det svarer til gitterstørrelsen i horisontalplanet. For en hotspot på 5 m i diameter skal der således udtages én prøve for hver 4,5 m u.t, hvis forurening skal lokaliseres med 90 % sikkerhed. I praksis vil der kunne lokaliseres væsentligt mindre hotspots, idet der normalt udtages jordprøver for hver halve meter i jordlaget, og der ved borearbejde fås en visuel vurdering af jordlagene.

Som tommelfingerregel skal der undersøges én prøve pr. 1 m^3 jord for (med en 95 % sikkerhed) at lokalisere en hotspot på 1 m^3 .

Hvis der er risiko for at forureningen ligger delvis langs skellet af det undersøgte område, skal flere punkter langs skellet også medtages. Beregningen af den nødvendige gitterstørrelse forudsætter, at der analyseres mindst én prøve for hvert prøvetagningspunkt i gitteret.

I tabel 1 er antal af nødvendige prøvetagningspunkter til at lokalisere ukendte punktkilder af forskelligt omfang og med forskellige sandsynligheder beregnet i henhold til /10/.

Som det fremgår af tabel 1, stiller anvendelse af et gitter til lokalisering af ukendte forureninger store krav til prøvetagningstætheden. Den miljømæssige gevinst ved at lokalisere en ukendt forurening skal derfor

ses i lyset af de økonomiske omkostninger ved den pågældende undersøgelse.

Diameter af hotspot (m)	% forurenet areal (%)	Antal prøvetagningspunkter for et areal på 20 x 20 m			
		50%*	90%*	95%*	99%*
10	20	2	5	6	7
7	10	5	10	12	15
5	5	19	20	24	29
3	2	28	54	65	81
2	0,8	62	122	147	183
1	0,29	249	488	589	731

* Sandsynlighed for lokalisering af hotspot

Tabel 1 Antal prøvetagningspunkter for lokalisering af et hotspot af den angivne størrelse med den angivne sikkerhed.

Normalt vil en forureningsundersøgelse være baseret på kendte forureningskilder og spredning derfra. Der vil ikke være stillet store krav til sikkerheden for, at mindre ukendte hotspot lokaliseres.

Punktmålinger

Ved anvendelse af få prøvetagningspunkter kan der ikke lokaliseres små hotspots eller afgrænses forurening, og hvert prøvetagningspunkt udgør alene en punktmåling. Resultaterne af punktmålinger skal fortolkes med forsigtighed ved vurdering af forurening i et prøvetagningsfelt.

I bilag 1 er der angivet eksempler på prøvetagnings- og analysestrategier og forslag til anvendelsen af forskellige prøvetagningstætheder hvis forureningskilden ikke er lokaliseret.

Luftbåren forurening

Ved luftbåren forurening er det tilstrækkeligt at udtage stikprøver (få punktmålinger), når forureningsniveauet skal vurderes. Det er således acceptabelt at anvende en lavere prøvetagningstæthed end niveau 1, som er defineret i bilag 1. Det er en forudsætning for at anvende en så lav prøvetagningstæthed, at forureningen forventes fordelt efter et bestemt mønster. Det vil typisk være en ensartet gradient langs en trafikeret vej, eller en forureningsfane omkring en skorsten. Her forventes der erfaringsmæssigt en ensartet fordeling af forureningen, således at resultater opnået ved undersøgelse af et mindre område, f.eks. et givent stykke af en vejstrækning, kan forudsættes at være repræsentativt for hele området (hele vejstrækningen). Da terrænreguleringer og anden behandling kan medføre store variationer i overfladebelastningen, skal det indgå i overvejelserne om, et mindre område vil være repræsentativt for hele området. Hvis analyseresultaterne modsiger det forventede mønster, kan det være nødvendigt at udtage flere prøver, jf. kapitel 8, fortolkning af resultater.

Homogent fordelt forurening

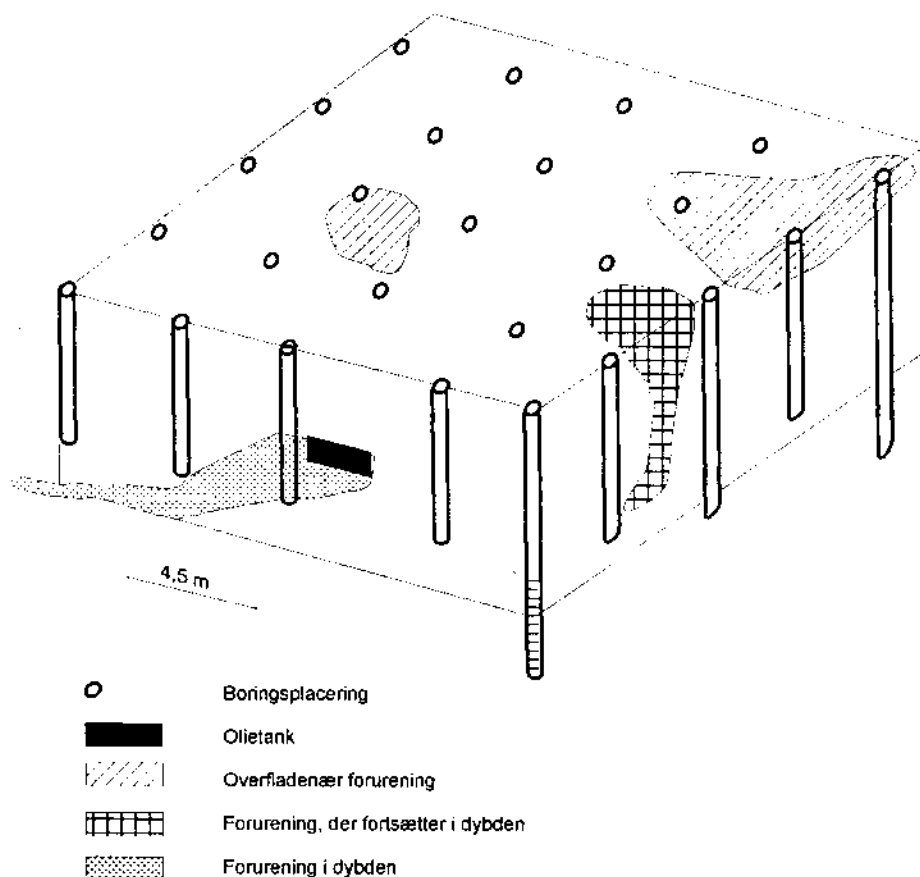
Herudover kan det ligeledes accepteres, at anvende et lavere prøvetagningsniveau end niveau 1 i et større fyld- eller lossepladsområde, såfremt følgende betingelser er opfyldt:

- Der foreligger detaljerede historiske oplysninger om området, der indikerer en forurening.
- Der foreligger et antal prøver, der alle viser et højt indhold af forureningskomponenter

Der kan kun accepteres et lavere prøvetagningsniveau (mindre end niveau 1), såfremt der er tale om påvisning af forurening. Såfremt der på et område, der ud fra historiske oplysninger forventes at være forurenet, analyseres et mindre antal prøver, og der ikke påvises forurening, bør der som udgangspunkt efterfølgende analyseres prøver svarende til niveau 1, såfremt området skal dokumenteres som rent.

Lokalisering af forurening

Sikkerheden for lokalisering af forurening er ikke udelukkende afhængig af tætheden af prøvetagningspunkter på det horisontale plan, idet forurening kan findes i flere forskellige dybder, jvf. figur 1.



Figur 1 Lokalisering af forurening i forhold til tæthed af prøvetagningspunkter

Hvis en kendt forurening, f.eks. et dokumenteret udslip fra en olietank, hverken kan observeres eller måles ved feltmetoder, skal der udtages og analyseres flere prøver fra de relevante dybder, relateret f.eks. til den forventelige fordeling af forurening i jordlagene, til muligheden for direkte kontakt, til forventet afgravningsdybde m.m.

2.3 Valg af analyseparametre og -metoder

Analyseparametre

Analyseparametre vælges på grundlag af viden om kendte eller sandsynlige forureningskomponenter. I bilag 4 er der opstillet en liste over forventelige analyseparametre for forskellige virksomheder, baseret på

/4/. men valget af analyseparametre skal dog altid baseres på den historiske redegørelse. Ved risikovurdering af aktuelle undersøgelser vurderes det endvidere om andre analyseparametre kan være kritiske, f.eks. med henblik på korrekt anvisning til deponering ved afgravning og bortskaffelse af jord.

Historisk redegørelse

Det er afgørende, at der er udarbejdet en historisk redegørelse med henblik på at identificere potentielle forureningskilder. Valget af relevante analyseparametre vil dog altid være behæftet med en vis usikkerhed på grund af manglede kendskab til den "forventede" forurening.

Valget af analyseparametre er begrænset af vores nuværende viden om kritiske stoffer, normal praksis inden for området, og af de eksisterende acceptkriterier og baggrundsværdier for relevante stoffer.

Analysemetoder

Der findes forskellige metoder til analysering af jordprøverne. Analysemetoderne varierer i forhold til

- Pris.
- Analysehastighed.
- Hvilke stoffer der medtages i analysen.
- Detektionsgrænser.
- Nøjagtighed ved kvantificering af indholdet.
- Præcision ved gentagne analyser.

Screening-/feltanalyser

De fleste screenings- eller feltmetoder er mindre nøjagtige og mindre præcise end specifikke analyser, men giver en respons for flere stoffer ved samme analyse. Nogle feltmetoder tillader ikke en direkte kvantificering af indhold af enkelte forureningskomponenter, men indikerer kvalitativt, om der er lave eller høje indhold af bestemte stoftyper. I kapitel 4 er der nærmere redegjort for feltmetoderne. På grund af behovet for analyser af et bredt spektrum af stoffer ved undersøgelser af ukendte forureninger, kan det være en fordel at anvende disse mindre nøjagtige og mindre præcise, men mere brede analysemetoder, til at opnå en bedre beskrivelse af forureningsforholdene.

Antal analyser

Antallet af analyser er af større betydning for sikkerheden af, at en forurening lokaliseres eller afgrænses, end den enkelte analyses nøjagtighed og præcision.

I tabel 2 er opstillet en liste over eksempler på analysemetoder for jordprøver forurenede med stoffer, for hvilke der er udarbejdet vejledende jordkvalitetskriterier. Analysemetoderne er beskrevet i detaljer i bilag 2. I bilag 2 er der tillige opstillet de vejledende jordkvalitetskriterier for de pågældende stoffer/produkter. Da der løbende sker udvikling af såvel nye felt- som laboratorieanalyser, skal det understreges, at tabellen og bilaget ikke dækker alle de anvendelige metoder der findes.

Analysemetoderne er opdelt i tre typer:

- Feltanalyser, der kan foretages i felten. Analyserne foretages i felten enten fordi parameteren ikke er stabil og prøvetagningen er

vanskeliggjort (f.eks. PID/FID), eller fordi der ønskes foretaget en screening til kortlægning af forureningen (f.eks. EDXRF). Feltanalyserne har generelt lavere præcision og nøjagtighed samt en mindre specifik respons, men er billigere og hurtigere end laboratorieanalyserne.

- Laboratorieanalyser som anvendes til screening for en række stoffer. Analysen giver nødvendigvis ikke en nøjagtig kvantificering af forureningen, men har til formål at vurdere relevansen af igangsættelse af kvantitativ analyse. Nogle screeningsanalyser, især de organiske, har en høj præcision, men en mindre nøjagtighed, end specifikke analyser.
- Laboratorieanalyser der foretages for at opnå en tilstrækkelig nøjagtig kvantificering af indholdet af parameteren.

I kapitel 5 redegøres for de grundlæggende principper og krav til analysearbejdet, som er gældende for alle stoffer, dvs. også stoffer som ikke optræder i tabel 2 og bilag 2.

Der vil med tiden blive udarbejdet flere jordkvalitetskriterier samt analysemetoder for disse.

Andre stoffer

Det kan i forbindelse med en forureningsundersøgelse være nødvendigt at undersøge for andre relevante stoffer, end de i tabel 2 og bilag 2 nævnte stoffer, som bør indgå i risikovurderingen.

2.4 Optimering af prøvetagnings- og analysestrategien

Optimering

Optimering af antal prøvetagningspunkter, antal prøver til analyse samt valg af analyseparametre og -metode er nødvendig af hensyn til de økonomiske midler, der er til rådighed til undersøgelser og afværgeforanstaltninger. Men det skal tilstræbes, at der altid udarbejdes en tilstrækkelig beskrivelse af forureningsforholdene i forhold til det definerede formål.

Frihedsgrader

Optimering indebærer, at der tillades flere frihedsgrader ved opstilling af prøvetagnings- og analysestrategi, idet kun de definerede mål for undersøgelsen skal opfyldes. Derved kan unødvendige krav til sikkerheden, for at finde et lille hot spot eller til detaljering af sammensætning, bortfalde.

De mindste krav ved prøvetagning og analyse er, at der skal udtages mindst en prøve og foretages mindst en analyse pr. kendt potentiel kilde, og at alle procedurer skal kvalitetssikres og begrundes i henhold til de aktuelle kvalitetskrav, der er opstillet for den pågældende opgave.

Kvaliteten

Kvaliteten af en forureningsundersøgelse er afhængig af, at alle delaktiviteter gennemføres på et hensigtsmæssigt og tilstrækkeligt højt kvalitetsniveau i alle undersøgelsens faser omfattende målformulering, historik, undersøgelsesplanlægning, feltundersøgelser, analyser og risikovurdering.

I bilag 3 er opstillet et granskningskema, som kan anvendes til kontrol af, at prøvetagnings- og analysestrategien opfylder de kvalitetskrav, der

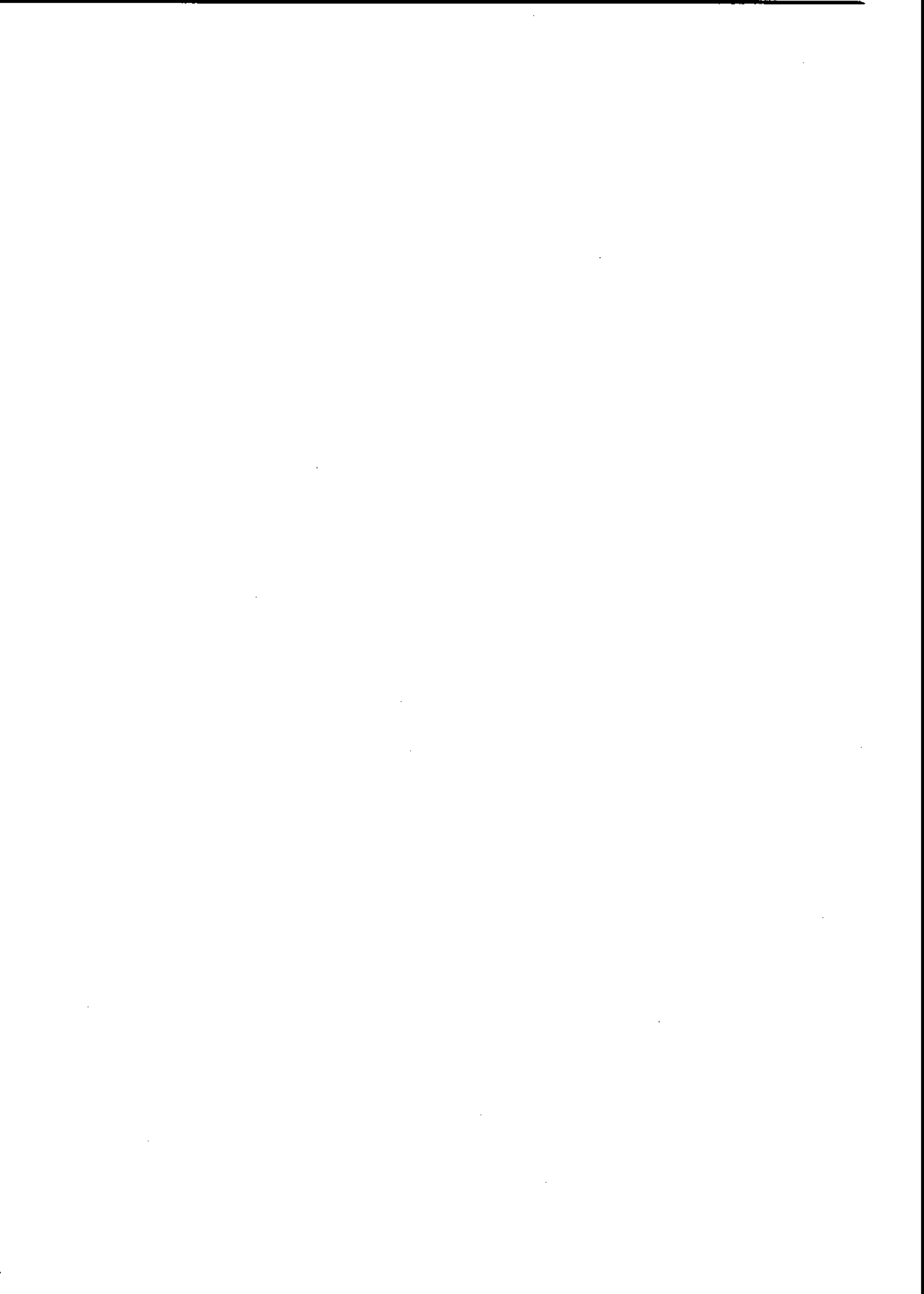
ANALYSEPARAMETRE	FELTMETODER	LABORATORIE SCREENINGSMETODE	LABORATORIE SPECIFIK METODE	
SPORELEMENTER				
Arsen	EDXRF	EDXRF/ICP	AAS-grafitovn/ICP*	
Bly	EDXRF	EDXRF/ICP	AAS-flamme/ICP*	
Cadmium	ingen metode	ICP	AAS-grafitovn/ICP*	
Chrom	EDXRF	EDXRF/ICP	AAS-flamme/ICP*	
Kobber	EDXRF	EDXRF/ICP	AAS-flamme/ICP*	
Kviksølv	ingen anvendelig metode	ICP	AAS-coldvapour/ICP*	
Molybdæn		EDXRF/ICP	AAS-grafit/ICP*	
Nikkel	EDXRF	EDXRF/ICP	AAS-grafit/ICP*	
Zink	EDXRF	EDXRF/ICP	AAS-flamme/ICP*	
CYANIDER	Farve, testrør	ingen metode	ISO/DIS 11262 letflygtigt og total	
OLIEKOMPONENTER				
Benzen	PID/FID Felt-GC Immunoassay Farvereaktion Testrør Fluorimeter	GC/FID-pentan	GC/MS-pentan	
Toluen				
Xylen				
Naphthalen				
Styren			ingen metode	
Benzin			ingen metode	
Terpentin, min			ingen metode	
Diesel/fyringsolie (gasolie)			ingen metode	
KULTJÆRE				
Sum af PAH'er	Immunoassay	indikationer med GC/FID-pentan	GC/MS-toluen/dichlormethan*	
Benzo(a)pyren	ingen metode	ingen metode		
ANDRE AROMATER				
Phenoler	PID/FID	indikationer med GC/FID-pentan	GC/MS-dichlormethan*	
Chlorphenoler	PID/FID			
Pentachlorphenol	PID/FID/Immunoassay			
Nitrophenoler	PID/FID			
VANDOPLØSELIGE				
Acetone	Testrør-farve/PID/FID	GC/MS-toluen	GC/MS-vandig ekstrakt	
Diethylether	PID/FID-testrør			
Isopropanol				
Methyl-tert-butylether MTBE				
Methylisobutylketon MIBK				
DETERGENTER - ANIONISKE				
	ingen metode	DS 237	ingen metode	
DDT + PHTHALATER , inkl. DEHP	ingen metode	indikationer med GC/FID-pentan	GC/MS-dichlormethan	
CHLOREREDE OPLØSNINGSMIDLER				
Vinylchlorid	PID/FID testrør Felt-GC	ingen metode	GC/MS-xylen	
Chloroform		GC/FID-pentan	GC/ECD-pentan	
1,1 og 1,2-dichlorethen		ingen metode	GC/MS-xylen	
Dichlormethan		ingen metode	GC/MS-xylen	
Trichlorethylen		GC/FID-pentan		GC/ECD-pentan
Tetrachlormethan				GC/ECD-pentan
1,1,1-trichlorethan				GC/ECD-pentan
Tetrachlorethylen				GC/ECD-pentan

- * Oplukning skal ske i henhold til DS 259 (se også afsnit 5.5.2 og bilag 2.1)
** Dichlormethan er uønsket som ekstraktionsmiddel og skal erstattes.

Tabel 2 Analysemetoder for jordprøver Se ordforklaring og bilag 2 for forkortelser af analysemetoder.

er stillet i henhold til undersøgelsens formål. Skemaet kan desuden bruges til kontrol af, at procedurer er gennemført og dokumenteret tilfredsstillende, og at rapporten giver en sand beskrivelse af arbejdets udførelse, og eventuelle konsekvenser ved fortolkning af resultaterne.

Rapporten skal desuden kontrolleres med hensyn til overfortolkning af resultater, eller indhold af misvisende eller forkerte oplysninger. Eventuelle usikkerheder eller aspekter, som ikke er afdækket af den valgte prøvetagnings- og analysestrategi, burde kunne identificeres ved læsning af rapporten, uden at der for hver rapport opstilles en liste over alle de forureningsparametre, som ikke er undersøgt. Dette er bedst gjort ved at grundlaget for opstilling af prøvetagnings- og analysestrategi gengives.



3 Prøvetagning

I forbindelse med prøvetagning må det sikres at jordprøven er repræsentativ for de tilstedeværende geologiske forhold og forureningsforhold i det uforstyrrede jordlag. Dette indebærer, at påvirkningen af jordprøvens eventuelle indhold af forurening bør minimeres under prøvetagningen.

Jordprøvens kvalitet kan forringes ved,

- "Krydskontaminering", hvor forurening fra et sted i jordprofilen overføres til et andet sted, hvorved den udtagne prøve ikke længere repræsenterer den faktiske forureningstilstand i det undersøgte jordlag.
- Tab af den/de forurenende komponent(er) på grund af forkert prøvetagningsmetode.
- Manglede omhu ved udførelse af bore- og gravearbejde.

3.1 Bore- og gravemetoder

Udtagning af jordprøver sker i undersøgelsesfasen i reglen fra boringer eller gravninger. I afværgefasen tillige ofte direkte fra gravefronter til dokumentation af restforurening.

Bore- og gravemetoder /1,8/ anvendes til at opnå en forståelse af den rumlige variation af de geologiske og forureningsmæssige forhold. Jordprøver udtages således på systematisk vis for at beskrive de observerede forhold og foretage fysisk - kemiske målinger på profiler, der danner basis for udvælgelsen af prøver til kemisk analyse. Retningslinier for udførelse af borearbejde er angivet i /11/.

Valget af bore- eller gravemetode afhænger af adgangsforhold, forventet boreddybde, geologiske og hydrogeologiske forhold, herunder styrke, stabilitet og homogenitet af aflejringer samt grundvandsforhold.

For at kortlægge profiler og dermed udtage jordprøver kan der anvendes følgende metoder som skitseret i tabel 3.

Håndboring

Håndboreudstyr består af en borestang med håndtag og et boreværktøj /12/, f.eks. pælebor. Håndboring udføres uforet og egner sig derfor bedst til lerede jordarter og kan ikke bruges under vandspejlet. Håndboringer anvendes typisk til dybder på 1 - 2 m, eksempelvis som forboring i områder, hvor der er risiko for beskadigelse af ledningsanlæg o.a. Hvor pladsforhold ikke tillader anvendelse af større boreværktøjer kan håndboring være et nødvendigt alternativ også til større dybder.

Kartering

Kartering foregår ved anvendelse af et karteringsspyd, som er et opslidset spyd med håndtag. Spydet presses eller bankes ned i jorden i dybder på 0,5 - 1 m, og drejes rundt, hvorefter et profil af jorden kan optages som en udfyldning af slidsen. Kartering er velegnet til terrænnær

Boremethode	Dybdemæssige begrænsninger	Fordel	Ulemper
Håndboringer	1 - 2 m uforet	Hurtigt. Mindre risiko for skader på underjordiske installationer Mindre krav til pladsforhold	Svært anvendelig i sandjord eller under grundvandsspejlet
Karteringer	0,5 - 1 m spyd	Hurtigt og nemt til beskrivelse af overfladejordsprofil	Kun små mængder jord kan udtages Svært anvendelig i sandjord
Gravninger	0 - 1,5 m	Overblik over lagfølge og forureningens rumlige variation	Stor mængder opgravet jord til bortskaffelse Ved større gravedybder er der krav til sikring af stabiliteten af udgravningens sider Ved blottægning af større forurenede arealer kan der forekomme særlige arbejdsmiljømæssige gener Risiko for kontaminering af jordlaget
Tør rotationsboringer uforet	0 - 10 m	Hensigtsmæssig til almindelig forekommende stabile jordarter Anvendelse af foring vil ofte være nødvendig under mættede forhold	Tidskrævende ved større boreddybde Ikke egnet i større sandformationer under vandspejlet Risiko for kontaminering
Tør rotationsboringer foret	0 - 10 m	Kan anvendes under vandspejlet og til mindre stabile jordarter Ved tætning langs forerøret undgås kontaminering af de vandførende lag	Tidskrævende ved større boreddybde Omfattende og dyrere arbejdsproces
Slagboringer	0 - > 30 m foret	Egnet til boring under vandspejlet Egnet til filtersætning i sandformationer	Kan ikke anvendes til jordprøvetagning Relativt dyr boremethode

Tabel 3 Bore- og gravemetoder ved jordprøvetagning

kortlægning af forurening, eksempelvis med sporelementer. Kun relativt små mængder jord kan optages med et karteringsspyd.

Gravning

Gravninger foretages i reglen med rendegraver eller anden form for entreprenørmaskine. Håndgravning kan dog anvendes i mindre skala til belysning af detailforhold.

Udgravning med en maskine har den store fordel, at der opnås et overblik over lagfølgen og forureningens rumlige variation langs gravefronten.

Metoden er især anvendelig ved inhomogene forureningsfordelinger, f.eks. lossepladser, eller ved vurdering af geologiske forhold, udfældninger og udsivninger af forureningskomponenter igennem jordlagene.

Gravemetoder har dog dybdemæssige begrænsninger og medfører store mængder opgravet jord, som kan være forurenede. En beslutning om genindbygning/gendeponering eller fjernelse fra området samt reetablering af udgravning kan kræve tid til myndighedsbehandling og ekstra omkostninger, som ikke er ønskelige i undersøgelsesfasen.

Udtagning af prøver fra gravninger kræver, at den benyttede front er frisk blottet.

Tør rotationsboring

Tør rotationsboring udføres i reglen ved anvendelse af en boresnegl (auger) eller borekop.

Tør rotationsboring er generelt anvendelig i de almindeligt forekommende kvartære jordarter i Danmark. Med boreværket monteret på et terrængående køretøj opnås en høj mobilitet, der bevirker en relativ høj effektivitet af borearbejdet. Tør rotationsboring er derfor den mest anvendte boremetode ved almindelige miljøundersøgelser. Boremetoden forudsætter jævnlig tømning af jord fra boreværktøjet, hvorfor boring til større dybde er tidskrævende.

Hvor der er risiko for stabiliteten af borehullet, tilstrømmende grundvand eller hvor der i øvrigt er risiko for krydskontaminering til dybere lag eller prøvemateriale, er det nødvendigt at anvende foring (borerør) under borearbejdet, samt udføre tætning langs borerøret /13/.

En afgørelse af, hvorvidt der skal anvendes foring under borearbejdet vil således være betinget af risikoen for at medvirke til yderligere spredning af forureningen, kvaliteten af prøvematerialet eller eventuelle krav herom fra myndigheder /13/. Anvendelse af foring medfører en mere omfattende arbejdsproces og er dermed noget dyrere.

Med hensigtsmæssig brug af boremetoden, herunder anvendelse af særlig agtpågivenhed overfor krydskontaminering, kan der optages jordprøver, som nok er forstyrrede, men i reglen vil kunne give en god beskrivelse af de geologiske forhold samt en acceptabel prøve kvalitet for de fleste forureningstyper. For stærkt flygtige komponenter (f.eks. klorerede opløsningsmidler) må alternative prøvetagningsmetoder overvejes, f.eks. intakte prøver eller poreluft prøver.

Slagboring m.v.

Slagboring med sandspand kan anvendes til boring under vandspejlet i løse aflejringer af f.eks. sand. Da der tilsættes vand under borearbejdet, vil kvaliteten af jordprøvematerialet være ringe /12/. Metoden anvendes således hensigtsmæssigt med henblik på filtersætning i vandførende lag for efterfølgende analyse af vandprøve eller ved gennemboring til dybereliggende faste aflejringer.

Andre boremetoder som skylleboring og trykluftboring er ikke velegnet til registrering af de gennemborede profiler eller prøvetagning, grundet knusning af det opborede materiale og tilsætning af væske eller trykluft.

Faglig kompetence

Bore- og gravearbejdet bør gennemføres af kompetente personer af hensyn til såvel risikoen for yderligere forureningsspredning som kvaliteten af undersøgelsesresultaterne.

Det er således vigtigt at sikre sig, at den udførende entreprenør stiller mandskab med tilstrækkelig omhu og faglig viden om borearbejde, filtersætning, forsegling og afslutning af boringer til rådighed.

Ydermere må det sikres, at den tilsynsførende har tilstrækkelig faglig indsigt til, successivt under undersøgelsesarbejdet, at tilrette dette på en måde så der ikke opstår unødigt risiko for forureningsspredning og så resultaterne af arbejdet optimeres.

Materiel

Det anvendte boreudstyr og andet materiel skal være egnet til den konkrete opgave, og være i vedligehold og rengjort stand. Herved imødegås bedst muligt uheld, som kan medføre kontaminering under undersøgelsesarbejdet.

Renholdelse

Generelt skal risikoen for krydskontaminering minimeres ved rengøring af boreudstyret før hver boring samt for hvert prøvetagningsinterval.

Rengøringsbehovet afhænger af forureningstypen, f.eks. kræver tungmetallforurening at boret børstes for jord mellem hver prøvetagning. Forureninger med olie, tjære eller opløsningsmidler kan medføre, at der dannes en film på boreudstyret og dermed på overfladen af den opborede jord. Det er derfor vigtigt, at det yderste lag jord afrensnes med omhu før jordprøven udtages. Erfaringsmæssigt vil dette normalt være tilstrækkeligt til at sikre kvaliteten af jordprøven, når der i øvrigt udvises omhu under borearbejdet.

3.2 Udtagning af jordprøver

Prøvetagningsmetode

Ved valg af boremetode og prøvetagningsudstyr er det væsentligt at vurdere, hvilke analyseparametre, der er af interesse, idet der ved længerevarende prøvetagninger kan ske tab af flygtige stoffer. Især for de meget flygtige forureninger er det væsentligt at udtage jordprøven umiddelbart efter optagning af prøvematerialet og udtage prøven direkte til ekstraktionsglasset. Generelt kan man ikke udtage prøver til analyse for flygtige forbindelser i de øverste ca. 10 cm, da dette lag vil være for påvirket af diffusion til at prøverne vil være repræsentative. Dette gælder både opborede prøver og prøver der udtages fra miler. Det anbefales, at intakte prøver optages i lukket beholder i smal dimension, således at jordprøven direkte kan overføres til prøveglas.

Andre undersøgelsesmetoder, som f.eks. poreluft målinger, kan være bedre egnede til disse type forureninger, hvor jordprøvetagningen kan være en nødløsning.

For prøvetagning af poreluft og grundvand henvises til henholdsvis /9/ og /14/.

Jordprøven udtages i reglen som delprøver i forskellig emballage til forskellige typer analyser, f.eks. ekstraktionsglas til analyse for flygtige organiske forbindelser, glas eller poser til sporelement- og tørstofbestemmelse og Rilsan poser eller tilsvarende til PID- målinger. Det må frarådes at benytte syltetøjsglas og tilsvarende emballage til prøver til analyse for flygtige forbindelse, da disse ikke er diffusionstætte. Der må udvises omhu ved prøveudtagningen for at udtage ensartede delprøver, særligt hvor jordlagene eller forureningsfordelingen er inhomogen.

<i>Prøveintervaller</i>	Fra boringer udtages typisk jordprøver fra hver halve meter, dog minimum én fra hvert geotekniske lag til beskrivelse af jordart, feltmålinger (f.eks. PID-måling) samt eventuel kemisk analyse.
<i>Overflade nære prøver</i>	Ved undersøgelser af forureningen i øverste jordlag (0-0,5 m) vil udtagelse af terrænnære prøver være påkrævet. I dette tilfælde bør prøvetagningsintervallet indskrænkes til én blandingsprøve af de øverste 10 cm, og én blandingsprøve fra intervallet fra 0,1-0,5 m. Afhængig af den aktuelle forurening kan hver prøve omfatte 2 -3 delprøver til respektive analyser.
<i>Uintakte jordprøver</i>	Jordprøven tages direkte fra boresnegl eller -kop før den tømmes. For at forhindre krydskontaminering skal det yderste jord afrenses med en ren spatel/ske, hvorefter jordprøven udtages med en spatel/ske eller en lille rørprøvetager /1/, som tømmes direkte i prøveglas. Prøveglasset (100 - 250 ml) kan eventuelt anvendes direkte ved udtagning af jordprøven ved at presse glasset ind i jorden.
<i>Intakte jordprøver</i>	Til særlige analyser, hvor enhver kontakt til atmosfæren eller andre lag er uønsket, kan prøver udtages som intakte prøver ved anvendelse af en rørprøvetager. Indenfor geoteknikken er der således udviklet forskellige typer af prøvetagere, som ved montering på borestangen giver mulighed for udtagning af intakte jordprøver fra bunden af borehullet /1/. Disse metoder giver mulighed for at udtage prøver under fysisk-kemisk intakte forhold, ligesom der er mulighed for at undersøge detaljerede strukturer af betydning for forureningsspredningen.
<i>Prøvemængde</i>	Der skal typisk anvendes ca. 50 g jord til kemisk analyse. Ved udtagning af større mængder jord kan man på laboratoriet udtage delprøver, svarende til den mængde jord, som skal analyseres. Det er nødvendigt at udtage større mængder, hvis der skal foretages tørring eller homogenisering og sigtning af jorden før analyse. Såfremt den udtagne jordprøve skal ekstraheres direkte i prøveglasset, skal der i prøveudtagningen tages højde for dette, således at der udtages en jordmængde på ca. 50 g (se også afsnit 3.4.). Det er derudover nødvendigt at udtage en separat jordprøve til tørstofbestemmelse m.m. Ved at dele jordprøven i to ens delprøver kan der udføres dobbelt bestemmelse af både analysen og ekstraktionsprocessen. For at få en bedre vurdering af forureningsforholdene på området anbefales det dog, at analysere på flere jordprøver fremfor at udføre dobbelt bestemmelser af ekstraktions- eller analysearbejdet. I afsnit 5.4 er der redegjort for fordele og ulemper ved at analysere på blandingsprøver.

3.3 Situationsplan og grave/boreprofiler

Indmåling

Undersøgelser- og prøvetagningspunkter skal altid indmåles som dokumentationen af en miljøundersøgelse. Til lokalisering i planen anbefales det, at anvende UTM-koordinater (Universal Transversal Mercator) eller System 34. System 34 anvendes for alle tekniske kort også i digital form, til at definere undersøgelses- og prøvetagningspunkter, gravefronter m.v.

Terrænkote bør altid opgives i henhold til Dansk Normal Nul, DNN. For Københavns og Frederiksberg Kommune dog Københavns Kommunes eget kotesystem.

Ved at bruge en præcis angivelse af koordinater, kan data indgå i alment anvendelige databaser og GIS (geografiske informations systemer). Hermed kan de opnåede data være til nytte i anden sammenhæng, ligesom prøvetagningspunkter altid kan lokaliseres, også efter terrænreguleringer, nedrivning eller ombygninger.

Feltjournal

Under borearbejdet skal der føres feltjournal med angivelse af:

- Foreløbig jordartsbeskrivelse, forureningsbedømmelse, laggrænser, boreddybde.
- Prøvetagningsdybde og -nr.
- Filtersætning, afpropning, reetablering, vandspejls observationer.

Ved gravninger skal prøvedybde fremgå af tilsvarende journal over afgravning, med skitse over gravefronten.

Grave-/boreprofil

Prøvebeskrivelser og profiltegning bør være i henhold til geotekniske praksis, /11/, og kan med stor fordel registreres elektronisk. Af bore-/graveprofilet skal det med prøvenummer fremgå, hvorfra prøverne er udtaget. De udtagne prøver bør undersøges på et geoteknisk-miljølaboratorium før optegning i bore-/graveprofil. Ud over den geologiske beskrivelse af jordlagene, skal alle forureningsmæssige feltobservationer tilføjes, såsom lugt eller misfarvning, m.v.

Der foretages ikke direkte lugtvurderinger af jordprøverne, da Arbejdstilsynets bekendtgørelse nr. 746 af 28. august 1992 om brug af personlige værnemidler og AT-meddelelse nr. 4.09.1, 1990 om åndedrætsværn også er gældende for prøvebeskrivelsen.

Boreprofiler skal indberettes til GEUS (Danmarks og Grønlands Geologiske Undersøgelser), helst i elektronisk form med angivelse af boringens placering (UTM-koordinater eller tilsvarende). Ved boringer til primært grundvandsmagasin skal der efter nærmere aftale med GEUS indsendes jordprøver, dog ikke hvis jordprøverne er forurenede. Det er boreentreprenørens ansvar at indsende disse prøver. Såfremt der på et afgrænset område er udført flere boringer, er det tilstrækkeligt at indberette boreprofilet fra én repræsentativ boring.

3.4 Emballage, transport og opbevaringstid

Valg af emballage og krav til transport og opbevaringstid er afhængig af den forventede forureningstype, jf. tabel 4.

Generelt bør tidsrummet mellem prøveudtagningen og indleveringen til laboratoriet reduceres til et minimum. Datoen for prøveudtagningen og indleveringen til laboratoriet bør fremgå af undersøgelsesrapporten.

Flygtige/letnedbrydelige stoffer

Til de organiske analyser skal anvendes glasemballage med tætsluttende låg. Ved analyse af flygtige forbindelser anbefales brug af små flasker (100 - 250 ml) evt. med membran, hvor prøver kan ekstraheres direkte i flasken ///. Hermed undgås tab af flygtige forbindelser ved overføring af mindre mængder jord til ekstraktionsflasken på laboratoriet. Ved analyse for olieprodukter m.m., jf. bilag 2.4, er det et krav, at der benyttes ekstraktionsglas e. l. Ekstraktionsflasker skal fyldes med ca. 50 g jord (30 ml). Der anvendes pretarerede glas eller det rensede tomme glas vejes efter brug. Det er derfor mest hensigtsmæssigt, at analyselaboratoriet leverer prøveglas, når det drejer sig om analyse af flygtige forureninger.

Stoftyper	Emballage	Transport og opbevaring	Holdbarhed
Flygtige/nedbrydelige stoffer - Olieprodukter + styren, dog ikke tungolie - Chlorerede opløsningsmidler - Vandblandbare opløsningsmidler	Ekstraktionsglas, dvs. membranglas Redcap/duranglas med teflonlåg	Mørkt og køligt ved 4°C	24 - 48 timer
Nedbrydelige/ustabile stoffer - Phenoler - Kviksølv* - Chrom(VI) - Cyanider	Glas med tæt låg f.eks. membran eller redcap-/duranglas Syltetøjsglas	Mørkt og køligt ved 4°C	24 - 48 timer
Stabile stoffer Sporelementer, Pb, Cr, Cu, Ni, As, Cd, Zn Phthalater Tungolie gl. tjære/asfalt PAH DDT	Syltetøjsglas Rilsanposer	Mørkt og køligt ved 4°C	1 måneder

Tabel 4 Emballage, opbevaring og holdbarhed for forskellige stofgrupper

* Jordprøver til analyse for kviksølv skal dog opbevares i glas med teflonpakning.

Ved anvendelse af syltetøjsglas eller anden glasemballage er der risiko for tab af flygtige komponenter ved diffusion gennem pakningen eller for afsmitning af phthalater eller alkylphenoler fra pakningen (gummiring).

Prøver til analyse for flygtige organiske forureninger (benzin, chlorerede opløsningsmidler, opløsningsmidler) eller nedbrydelige komponenter som phenoler, skal så vidt muligt opbevares mørkt og køligt (helst ved ca. 4°C) både i felten, under transport og under opbevaring i laboratoriet. Prøverne bringes til laboratoriet så hurtigt, som det er praktisk muligt og inden for 24 timer efter prøveudtagningen. Såfremt prøverne ikke er indleveret til laboratoriet samme dag som prøverne er udtaget, bør det fremgå af analyse-/undersøgelserapport e.l. Det bør desuden fremgå, hvilken betydning det vurderes at have for analyseresultatet.

Nedbrydelige/ustabile stoffer

Disse typer stoffer skal analyseres indenfor 24 - 48 timer og opbevares mørkt og køligt. For disse stoffer bør det også fremgå af analyse-

/undersøgelserapport e.l., såfremt prøverne ikke er indleveret til laboratoriet samme dag som prøverne er udtaget.

Stabile stoffer

Ved mindre flygtige og uorganiske forureninger, bl.a. PAH'er og sporelementer, kan der udover glasemballage anvendes Rilsanposer e.l. (Nylon-II), der er diffusionstætte /1/. Plastposer, f.eks. geotekniske poser, kan også anvendes, men disse er ikke diffusionstætte og må ikke bruges til prøver som analyseres for phthalater.

Ved stabile og persistente forureninger med PAH'er, phthalater, og nogle pesticider, f.eks. DDT, kan prøverne om nødvendigt opbevares i op til en måned før analyse, forudsat de opbevares køligt og mørkt.

Prøverne kan også fryses (med risiko for tab af flygtige forbindelser med lavt smeltepunkt) eller jorden kan ekstraheres med ekstraktionsmidlet. Ekstraktet kan opbevares i betydelig længere tid, op til 2 - 3 måneder før den kemiske analyse foretages.

3.5 Arbejdsmiljø

Arbejde i forurenede jord skal udføres i henhold til gældende love og bekendtgørelser, hvor arbejdsmiljøloven /15/ er grundlæggende for tilvejebringelse af et sikkert og sundt arbejdsmiljø. Der henvises desuden til vejledning om oprensning af forurenede lokaliteter /9/. Ligeledes har Arbejdstilsynet udarbejdet en række meddelelser /16 - 18/, som omfatter både en redegørelse for lovgivningen og retningslinier for arbejdet.

Involverede medarbejdere fra bygherre, rådgiver og entreprenør har efter arbejdsmiljølovgivningen et selvstændigt ansvar med hensyn til sikring af arbejdsmiljø.

Entreprenøren er således ansvarlig for at fornødne sundheds- og arbejdsmæssige sikkerhedsforanstaltninger overholdes for entreprenørens egne folk, dennes underentreprenører og andre, som entreprenøren måtte involvere i arbejdet.

Det skal dog understreges at de enkelte underentreprenører har et selvstændigt arbejdsgiveransvar.

Plan for sikkerhed og sundhed

Før arbejdet i forurenede jord påbegyndes, skal Arbejdstilsynet forelægges en skriftlig plan over sikkerhedsforanstaltninger og -procedurer, tidspunkter for arbejdets udførelse og forholdsregler ved ulykkestilfælde, /18/. Denne plan skal foreligge for Arbejdstilsynet senest 1 uge før arbejdets start, således at Arbejdstilsynet har mulighed for at syne pladsen inden start af arbejdet.

Overholdelse af procedurer til sikring af arbejdsmiljøet kræver, at borefolk, rådgivers tilsyn og andre involverede parter er orienteret om risici og instrueret i arbejdsprocedurer og anvendelse af sikkerhedsudstyr, herunder værnemidler.

Sikkerhedsudstyr skal anvendes, hvis der træffes en forurening eller hvis det er specificeret i sikkerhedsplaner. Som minimum bør alle arbejdere

under arbejdet bære en arbejdsdragt (engangs eller vaskbar), arbejds-
handsker, sikkerhedstøvler og -hjelm samt egnet og effektivt
åndedrætsværn alt efter forureningens type.

Bygherren (eller rådgiveren på vegne af bygherre) er forpligtet til at
orientere entreprenøren om forureningsmæssige forhold, som kan få
betydning for sikkerhed og sundhed, og endvidere tilstræbe, at de plan-
lagte aktiviteter ved arbejde i forurenede jord ikke medfører unødvendig
risiko /17/.

4 Feltanalyser

Ved feltanalyser forstås analysemetoder af mindre kompleksitet, som er egnede til anvendelse i felten.

I [19] er der redegjort for metoder til analyse af forurenede jord i felten, og der anvises desuden metoder, som er under udvikling og har potentiale for fremtidig anvendelse.

Anvendelse

Feltanalyser anvendes af økonomiske og tidsmæssige årsager til sikring af et tilstrækkeligt analysegrundlag for lavere omkostninger, således at der udvælges relevante prøver til kemiske (laboratori-) analyser, og der analyseres for relevante parametre.

Fordelen ved anvendelse af feltanalyser er, at der kan foretages en umiddelbar screening af et større antal prøver. Dermed forbedres muligheden for lokalisering eller afgrænsning af en forurening. Feltanalyser anvendes desuden til planlægning af eventuelle supplerende prøvetagningspunkter, mens man er i felten, således at undersøgelsen kan gennemføres i en fase i stedet for flere faser. Feltanalyser udgør et væsentligt led i en prøvetagnings- og analysestrategi. Nye metoder bør overvejes ved opstilling af prøvetagnings- og analysestrategier.

Feltanalyser skal således forbedre analysegrundlaget, ikke gøre det ringere.

Krav til kvalitet

Feltanalyser kan være meget enkle, eller der kan anvendes relativt sofistikeret og dyrt udstyr. I nogle tilfælde kan feltanalyser sammenlignes med laboratorieanalyser.

De enkelte feltanalyser vil ofte ikke være akkrediterede, jf. kap. 7, og kan udføres af personer, som ikke nødvendigvis har en laboratorieuddannelse, idet der ikke stilles store krav til kemisk kendskab ved udførelse af de fleste af metoderne.

Feltanalyser kan derfor være af meget varierende kvalitet, og kvaliteten afgøres ikke af analysemetoden alene, men skal dokumenteres ved krav om kvalitetssikring af analysearbejdet.

Ved anvendelse af feltanalyser er det vigtigt, at sikkerhedsreglerne vedrørende arbejdsmiljø overholdes, samt at kemikalieaffald afleveres til modtagestationer/kommunen.

Feltanalyser kan opdeles i tre hovedtyper:

- Uspecifikke feltmetoder, som kan bruges til at indikere tilstedeværelse af jordforurening.
- Forureningsspecifikke feltmetoder, som indikerer hvilken type jordforurening, der er tale om, og som ofte opgiver koncentrationsintervallet.

- Stofspecifikke feltmetoder, som identificerer stoffet og angiver koncentration af stoffet i det målte medium.

Feltanalyser anvendes primært til indikation af kritiske forureningsniveauer og vil medføre et krav om, at et antal jordprøver analyseres med laboratoriemetoder. De forurenings-/stofspecifikke feltanalyser skal derfor som minimum have en detektionsgrænse, der svarer til de i den konkrete sag gældende acceptkriterier. Feltanalyser kan ikke anvendes til dokumentation af uforurenede tilstand medmindre metoden er stofspecifik og at detektionsgrænsen er 1/10 del af stoffets acceptkriterie. Da feltanalyser sjældent opfylder dette krav, bør et antal jordprøver analyseres ved laboratorieanalyser til dokumentation af uforurenede tilstand.

I bilag 2 er der for en række stoffer opstillet forslag til en feltanalysemetode, hvis en egnet metode findes. I tabel 5 er der opstillet en oversigt over feltmetoder og analyseparametre baseret på /19/. Da der løbende sker udvikling af nye feltmetoder, skal det understreges, at tabellen kun udgøre et udpluk af de anvendelige metoder der findes.

FELTMETODER	ANALYSEPARAMETRE
USPECIFIKKE METODER	
Visuel bedømmelse	Olie, tjære, slagge, cyanider
FID	Chlorerede opløsningsmidler, benzin, phenoler, olie, (tjære)
PID	Chlorerede opløsningsmidler, benzin, phenoler, olie, (tjære)
FORURENINGSSPECIFIKKE METODER	
Immunoassay	Olie, benzin, PAH'er, polychlorerede phenoler, TNT
Infrarødspektroskopi	Olie, benzin, chlorerede opløsningsmidler
Testrør	Benzin, vandblandbare og chlorerede opløsningsmidler, cyanider
Farve reaktion	Benzin, olie, polychlorerede phenoler, (metaller)
Elektrokemisk potentiale *	Olie
Fluorescens målinger (UV) *	Olie, PAH'er
Lyslederteknik *	Olie, benzin, chlorerede opløsningsmidler
STOFSPECIFIKKE METODER	
GC/PID/FID/ECD, Headspace eller ekstraktion af jord	Benzin, olie, chlorerede opløsningsmidler, vandblandbare opløsningsmidler
EDXRF	Sporelementer
Tyndtlags chromatografi *	Olie, tjære, pesticider, polychlorerede phenoler

* Metoder under udvikling

Tabel 5 Feltmetoder og analyseparametre /19/.

4.1 Uspecifikke feltmetoder

Feltobservationer

De mest almindelige uspecifikke feltmetoder er observation i felten af visuel art, såsom misfarvning, fyldmateriale, geologiske aflejringer og lugt.

Der foretages ikke direkte lugtvurderinger af jordprøverne, da Arbejdstilsynets bekendtgørelse nr. 746 af 28. august 1992 om brug af personlige værnemidler og AT-meddelelse nr. 4.09.1, 1990 om åndedrætsværn også er gældende for prøvebeskrivelsen.

PID/FID

Den mest anvendte uspecifikke feltmetode er måling af flygtige stoffer ved brug af en photo ionisations detektor (PID) /20/ eller en flamme ionisations detektor (FID).

Ved disse metoder registrerer et udslag ved indhold af ioniserbare, flygtige stoffer, som afdamper fra en jordprøve. Metoderne er uspecifikke, idet der ikke kan skelnes mellem forskellige stoffer, ej heller kvantitativt, fordi responsen, specielt for PID målinger, er forskellig for forskellige stoffer. Samtidig er der ikke linearitet i udstyrets måleområde. Metoderne er almindeligt udbredt i dag og anvendes sammen med andre oplysninger til at afgrænse konstaterede forureninger med flygtige komponenter, og til at udvælge egnede prøver til kemiske analyser.

I bilag 5 er der givet forslag til et måleskema der kan benyttes ved målinger med PID/FID.

4.2 Forureningsspecifikke feltmetoder

Disse metoder anvendes til at vurdere tilstedeværelsen af visse typer forureninger, ved at der måles en respons for indhold af stoffer i en stofgruppe (ikke for et enkelt stof), f.eks. aromater (farvereaktion eller testrør), eller PAH'er (Immunoassay).

De fleste af disse metoder indebærer, at der med et opløsningsmiddel ekstraheres forureningsstoffer fra jord ved udrystninger over et kortere tidsrum (1 til 10 minutter). Ekstraktet tilsættes oftest et reagens og farvedannelsen måles og omregnes til en koncentration af den pågældende stofgruppe. For nogle metoder måles farvedannelsen ved en visuel bedømmelse i forhold til en farve skala eller farve kort, mens for andre anvendes et spektrofotometer. For IR-metoden måles direkte ekstraktets infrarøde absorption med et spektrofotometer.

Ekstraktionsmidler

De ekstraktionsmidler, som anbefales af leverandørerne til de forskellige feltmetoder, bl.a. til farvetests, er forskellige. De fleste er sundhedsskadelige og kræftfremkaldende (dichlormethan, tetrachlorkulstof), meget brandfarlige (pentan, methanol), eller giftige (methanol). Der frarådes anvendelse af feltmetoder, som anvender dichlormethan eller tetrachlorkulstof og anbefales, at "feltmetoder" udføres i egnede lokaler og af uddannet personale.

Erfaringen fra laboratorieanalysearbejde viser, at ekstraktionsudbyttet afhænger af ekstraktionsmidlet, ekstraktionstiden, jordtypen, forureningssammensætningen, -alderen og -adsorptionen til jorden m.v. Derfor vil feltmetoder i endnu højere grad end laboratorieanalyser indebære en usikkerhed med hensyn til effektiviteten af ekstraktionsfasen. Ved lavere ekstraktionseffektivitet vil der måles mindre forurening end det "sande" indhold i prøven.

Falske positiver/negativer

Nogle feltanalyser give falske positive resultater på grund af interferens med andre stoffer, bl.a. med højt naturligt organisk indhold i jorden. Det er væsentligt at vide, om en feltmetode har en tendens til at vise falske positiver eller falske negativer ved analyse af en jordprøve.

Måle usikkerheden for flere af disse metoder er relativ stor på grund af de ovennævnte usikkerheder samt på grund af de mere enkle målemetoder, som gør sig gældende for de fleste feltmålinger.

4.3 Stofspecifikke metoder

Stofspecifikke metoder er metoder, hvormed specifikke stoffer kan måles og indholdet beregnes i henhold til standardstoffer.

Gaskromatografiske metoder

Ved gaskromatografiske (GC) metoder på headspace (luften over en jordprøve) måles indholdet af flygtige stoffer i en luftprøve, som injiceres i gaskromatografen. Organiske stoffer i luftprøven separeres på en kolonne og detekteres med en detektor, f.eks. PID, FID eller ECD. Stofferne identificeres på basis af deres retentionstider og kan kvantificeres i henhold til standarder. Resultatet er dog en koncentration for stofferne i luftfasen og ikke koncentrationen i jordprøven.

Da luftkoncentrationen er afhængig af jordens indhold af organisk materiale, forureningskomponenter og vand, samt temperaturen, er det ikke umiddelbart muligt at omregne headspace koncentrationen (eller poreluft indhold) til en jordkoncentration. Men en målbar koncentration i headspace indikerer et indhold i jorden, og der kan tages stilling til, om jordprøven skal analyseres for total indhold.

For flygtige forureninger er metoden ret følsom, idet der for nogle stoffer, bl.a. chlorerede opløsningsmidler, kan måles udslag i headspace, som ikke kan detekteres ved ekstraktion og analyse af jordprøven på laboratoriet.

Ekstraktion

Ved ekstraktion af jordfasen og analyse ved hjælp af en Felt-GC med PID/FID eller ECD ligger begrænsningen i effektiviteten af ekstraktionsprocessen og følsomheden af de anvendte detektorer. Som for alle analysemetoder, jf. kapitel 5, skal feltmetoder udføres ved anvendelse af standarder, blindprøver, referenceprøver og kalibrering af udstyr i henhold til en defineret kvalitetssikringsprotokol.

Anvendelse af EDXRF-udstyr i felten foretages på samme måde som i laboratoriet, men detektionsgrænserne er lidt højere end hvad der kan opnås ved laboratorieanalyser. Ældre EDXRF-udstyr kræver en omfattende kalibrering med flere jordtyper med kendt indhold, og har dårligere detektionsgrænser end moderne udstyr med "backscatter" kalibreringsmuligheder (se bilag 2.1)

4.4 Rapportering af feltmetoder

Feltmetoder anvendes ofte af rådgiveren eller entreprenøren og i mindre omfang af analyselaboratorier. Resultaterne af feltanalyser bliver vurde-

ret sammen med andre felt observationer og skal indgå i rapporteringen af de feltmæssige observationer.

For de mere specifikke feltmetoder kan der foreligge et kontrolskema med målinger af standarder, blindprøver (prøver uden indhold af forureningskomponenter) og de prøver der er undersøgt, men ofte er der kun angivet en værdi eller en positiv/negativ påvisning af forurening. For alle feltmetoder skal der herudover foreligge en nøjagtig beskrivelse af fremgangsmåden med henvisning til leverandør information og metodebeskrivelser samt måleprincip.

Fortolkning

Til hjælp ved fortolkning af resultater i forhold til laboratorieanalyser og ved vurdering af forureningsforhold skal det fremgå af beskrivelsen, hvilke parametre der er medtaget i analysen, om resultaterne er kvantitative, niveau-angivende eller kvalitative samt om andre stoffer eller forhold interfererer i analysen.

5 Laboratorieanalyser

Ved laboratorieanalyser forstås analyser udført på et analyselaboratorium, som er akkrediteret til at lave analyser som lever op til en kvalitet, som nærværende vejledning definerer, jf. kapitel 7.

I de følgende afsnit beskrives en række forhold, som er gældende for alle analysearbejder.

5.1 Analyse kvalitet

Ved vurdering af den nødvendige analysekvalitet tages stilling til, om analysen er i stand til følgende:

- At identificere de "sande" forureningskomponenter.
- At kvantificere det "sande" indhold af de identificerede forureningskomponenter (analysens nøjagtighed).
- At detektionsgrænsen er 1/10 af de i den konkrete sag gældende acceptkriterier.
- At metodeusikkerheden (analysens præcision) er acceptabel målt som standardafvigelsen, (typiske 10 -20 %).

Der skal anvendes relevant referencemateriale med certificeret indhold af forureningskomponent(er) (hvis et sådant findes), til dokumentation for, at analysemetoden er i stand til at identificere og kvantificere forureningskomponent(er) i jordprøver.

Laboratorieanalyser klassificeres i to grupper:

- Screeningsanalyser, som anvendes til screening af en række forskellige stoffer.
- Stofspecifikke analyser med lave detektionsgrænser, som giver sikker identifikation af det specifikke stof.

Jo mere specifik en metode for et bestemt stof er, jo større sikkerhed er der for, at analysen har en acceptabel nøjagtighed og præcision. Men en meget specifik metode kan medføre en stor risiko for, at andre stoffer overses.

Screeninger

Som omtalt i kapitel 2 er der behov for at jordprøverne kan screenes for et bredt spektrum af forureningskomponenter. Ved valg af en screeningsanalyse kan der medtages mange stoffer på et kvalitativt niveau.

Ulempen ved screeningsanalyser er, at detektionsgrænserne ofte er højere og ekstraktionsudbyttet for nogle stoffer ofte lavere end ved specifikke metoder. Et lavt ekstraktionsudbytte betyder, at resultaterne

vil være lave i forhold til de "sande" værdier, selv om detektionsgrænsen for analysen er fuldt acceptabel.

En screeningsanalyse kan derfor vælges, hvor forureningsparametrene ikke er kendte, og hvor det er vigtigt at screene for andre stoffer end de umiddelbart forventede i den pågældende sag. Ved fund af forurening kan det efterfølgende vælges at kontrollere et antal prøver med en specifik analysemetode.

En screeningsanalyse skal dog altid have en acceptabel detektionsgrænse for de parametre, som den er beregnet til at måle.

Specifikke analyser

Specifikke analyser med en høj præcision og nøjagtighed giver sikkerhed for en nøjagtig identifikation og kvantificering af enkelte komponenter i en forureningsblanding og anvendes ofte til at vurdere kildestyrkens sammensætning, nedbrydningstilstand, ændringer i forurenings sammensætningen med tiden eller ved transport i jordmiljøet.

Det vil ofte være fordelagtigt at kombinere screeningsanalyser og specifikke analyser samt acceptere en vis usikkerhed i koncentrationsangivelsen ved anvendelse af to forskellige metoder.

Bilag 2

I bilag 2 er der angivet beskrivelser af feltmetoder, screeningsanalyser og specifikke analyser for de i bilagene beskrevne stoffer/stofgrupper. De angivne analysemetoder er udtryk for hvilken metoder, der efter Miljøstyrelsens opfattelse, kan anvendes ved analyse for det/de pågældende stof(fer)/produkt(er), da de lever op til de i denne vejledning angivne kvalitetskrav. Dette er ikke et udtryk for, at der ikke findes andre anvendelige metoder. Miljøstyrelsen foretager løbende udvikling og afprøvning af såvel nye som eksisterende analysemetoder.

5.2 Analyserekvisition

Det første trin i sikring af en tilfredsstillende analysekvalitet er at rekvirenten kommunikerer utvetydige krav om analysearbejdet til analyselaboratoriet.

Rekvisionen bør indeholde:

- En definition af de enkelte stoffer, som skal kvantificeres.
- Detektionsgrænser for analyse af hvert enkelt stof.
- Eventuelt krav til metoden, hvis det er aktuelt, f.eks. at analysen skal være ved masse spektrometri (MS).
- Eventuelle krav til identifikation, vurdering og kvantificering af indhold af blandingsprodukter (olie, tjære, m.v.).
- Eventuelle krav om identifikation af ukendte stoffer.
- Krav om, at laboratoriet skal levere emballage.
- Orientering om antal af prøver og afleveringstidspunkt på laboratoriet.
- Orientering om lokalitetens navn eller identifikationskode, liste over prøve nr. og bestilte analyser.
- Eventuelt krav om leveringstid og rapportering.

- Prisaftale for analysearbejdet, evt. med henvisning til et skriftligt pristilbud.
- Oplysninger om kontaktperson og evt. anvisning på hvem der skal modtage henholdsvis analyseresultaterne og faktura.
- Evt. krav om, at ekstraktet skal gemmes til senere supplerende analyser

Hvis rekvirenten ikke er i stand til eller er i tvivl om hvilke krav, der skal stilles til analysearbejdet, skal rekvirenten indgå i en dialog med analyselaboratoriet om deres forventning til analyseresultaterne og detektionsgrænser. Det kan anbefales, at der indhentes et skriftligt pristilbud for at forhindre misforståelser om analyseydelse og prisen.

Rekvirenten skal overholde aftalen om, hvornår prøverne afleveres, og analyselaboratoriet skal kontakte rekvirenten, hvis rekvisitionen er uklar, hvis prøverne er uegnede til den aftalte analyse, eller hvis resultaterne indikerer anden forurening, som kan kræve yderligere analysetiltag.

5.3 Modtagelse på laboratoriet

Ved modtagelsen på laboratoriet skal prøven registreres med den prøveidentifikation, der er angivet på bestillingslisten og på glasset. Prøven skal herefter mærkes med analyselaboratoriets journalnr.

Analysen skal igangsættes inden for 24 timer efter modtagelse på laboratoriet. Såfremt analysen af en eller anden årsag først igangsættes efter 24 timer skal der ved rapportering tages forbehold for tab af især de flygtige komponenter.

5.4 Forbehandling

Med mindre jordprøven er udtaget i ekstraktionsglas, dvs. hele prøvemængden er udtaget i felten (f.eks. analyse for flygtige forbindelser) eller direkte i spektroskop til EDXRF screeningsanalyse for sporelementer, skal laboratoriet udtage en samlet jordprøve til analyse, ved at udtage 10 - 20 delmængder fra jordprøven i prøveemballagen.

Blanding af jordprøver i henhold til rekvirentens bestilling kan foretages på analyselaboratoriet. Det anbefales, at der ikke blandes flere end 5 delprøver. Blanding af prøver må aldrig anvendes, hvor der skal analyseres for flygtige komponenter, idet der kan ske tab af indholdet, samt hvor der skal analyseres for akut toksiske effekter, idet en blanding kan medføre, at en eventuel forurening vil blive overset.

Ved blanding af prøver bliver resultatet et gennemsnitsindhold af forureningen i jorden i det pågældende område. Hermed mistes informationer om, hvilke prøvetagningspunkter der indeholder høje eller lave koncentrationer. Til gengæld får man en idé om belastningen generelt i prøvetagningsfeltet.

Blandingsprøver kan derfor give et mere realistisk billede af forureningsforholdene i et prøvetagningsfelt end en enkelte prøve, hvor forureningen eventuelt er høj eller lav i forhold til den gennemsnitlige forurening. Analyser af flere enkelte punkter giver det mest realistiske billede.

Udtagning af delprøver

Blanding af prøver

Tørstofbestemmelse

Tørstofbestemmelse (TS) udføres, for at øvrige analyseresultater kan omregnes til et forureningsindhold i mg/kg TS jord. Tørstofbestemmelse udføres på en delprøve. For prøver, der leveres i emballage, hvorfra der analyseres direkte, skal en supplerende prøve i egnet emballage afleveres samtidigt. Da jordkvalitetskriterierne er opgivet i mg/kg TS jord, skal tørstofindholdet i jordprøver altid bestemmes, når analyseresultatet skal sammenholdes med et givent jordkvalitetskriterie.

Til tørstofbestemmelse anvendes metoden angivet i Dansk Standard DS 204, dog med den modifikation, at der anvendes ca. 20 g jordprøve i en digel eller skål af passende størrelse.

Sten og andre genstande

Normalt skal større sten og synlige ikke jordbestanddele udelades, f.eks. plantedele, plastik, metalgenstande og asfalt med mindre andet er aftalt. Da forureningsindholdet omregnes til en koncentration i mg/kg TS jord er det vigtigt, at laboratoriet samtidig kommenterer et eventuelt væsentligt indhold af sten og andre bestanddele, samt om tørstofbestemmelsen er udført på en sorteret eller usorteret prøve.

Homogenisering

For ikke flygtige komponenter kan der opnås en mere repræsentativ analyse ved tørring af prøven og efterfølgende knusning, homogenisering og eventuelt sigtning før udtagning af en delprøve til kemisk analyse.

Vejning

For alle analyser gælder, at indholdet af den målte parameter i jordprøven skal omregnes til en koncentration i jorden, f.eks. mg benzen/kg TS jord. Derfor skal den mængde jord, som analyseres, vejes nøjagtigt. For prøver, som skal ekstraheres direkte fra prøveglas, anvendes pretarerede (for vejede) glas, eller glasset vejes efter analyse og rengøring af glasset.

For prøver, der skal ekstraheres direkte er det ikke vigtigt, at en præcis mængde jord, ca. 50 g, analyseres. Mængden af analyseret jord må dog ikke være så lille at detektionsgrænsen forringes eller så stor, at der ikke kan tilsættes tilstrækkelige ekstraktionsmidler. Laboratoriet skal gøre prøvetageren opmærksom på utilfredsstillende forhold vedrørende leverede prøvemængder samt kommentere afvigelser i analyserapporten, specielt hvis laboratoriet har været nødt til at åbne emballagen og fjerne en del af jordprøven før analyse.

5.5 Ekstraktion

5.5.1 Analyse for olieprodukter og oliekomponenter

For olieprodukter og oliekomponenter gør det sig gældende, at de vejledende jordkvalitetskriterier er fastlagt på baggrund af den i bilag 2.4 angivne screeningsmetode. Det er derfor et ufravigeligt krav, at denne analysemetode benyttes ved undersøgelser for olie- benzin i jord. Metoden er baseret på en pentan ekstraktion over 16 timer efter tilsætning af vand og pyrofosfat. Ekstraktet analyseres efterfølgende med GC/FID.

Analyseresultatet bør følges af en kvalitativ bedømmelse af, om der er tale om eksempelvis friske eller nedbrudte forureninger.

Ekstraktionstid

Analysemetoden for olieprodukter foreskriver, at jordprøven skal udrystes i 16 timer med pentan.

Efter 2 timers ekstraktion vil ekstraktionsudbyttet generelt være ca. 80 - 90 % af udbyttet efter 16 timers ekstraktion. Ved indhold af tunge-/nedbrudte olier i fede lertyper, kan ekstraktionsudbyttet være så lavt som 50 % af udbyttet efter 16 timers ekstraktion. Såfremt laboratoriet af f. eks. tidsmæssige årsager, vælger kun at gennemfører ekstraktionen over 2 timer, skal disse forhold tages i betragtning, når analyseresultatet skal vurderes.

Højere kogende kulbrinter

Den anbefalede analysemetode, og det opstillede jordkvalitetskriterie, har kun gyldighed for kulbrinter med kogepunkt til og med C_{35} , jf. bilag 2.4. For højere kogende kulbrinter er der ikke opstillet jordkvalitetskriterier, og anbefalet en analysemetode. Såfremt der er kendskab til, at der er håndteret produkter, der ikke er omfattet af denne analysemetode, eller der findes indikationer for, at de analyserede jordprøver indeholder et højere kogende olieprodukt, skal der derfor benyttes en analysemetode der kan påvise højere kogende olieprodukter. Da det her opstillede jordkvalitetskriterie, kun har gyldighed for kulbrinter med kogepunkt til og med C_{35} , skal der foretages en konkret vurdering af, om det påviste indhold af det pågældende olieprodukt, udgør en risiko for den nuværende og evt. fremtidige areal anvendelse samt grundvandet. Det er Miljøstyrelsens vurdering, at olieprodukter med kogepunkt i området omkring C_{35} og højere ikke vil udgøre en grundvandstrussel, og risikoen for areal anvendelsen må generelt set anses for begrænset.

Detektionsgrænser

Generelt bør valget af analysemetode søge at sikre, at der opnås en detektionsgrænse, der ligger ca. 10 gange under acceptkriteriet for den givne lokalitet. Den for olieprodukter beskrevne analysemetode, kan ikke leve op til dette krav, for så vidt angår produkter med kogepunktsinterval svarende til C_{25} til C_{35} (f.eks. fuelolie). Miljøstyrelsen har ud fra en samlet vurdering, med hensyn til metodens anvendelighed som screeningsmetode overfor de mest almindelige benzin- og olieprodukter, samt behovet for en standardiseret metode til analyse for disse produkter, valgt at fastholde kravet om at denne metode benyttes ved analyse for benzin- og olieprodukter. Dette på trods af, at ovenstående anbefaling til detektionsgrænser ikke kan overholdes for så vidt angår produkter med kogepunktsinterval svarende til C_{25} til C_{35} .

Mikrobiologisk rensed jord

Der er i vejledningen om acceptkriterier for mikrobiologisk rensed jord /21/ ikke specifikt krav til analysemetoder. Miljøstyrelsen anbefaler dog, at den her angivende analysemetode til bestemmelse af olieprodukter og oliekomponenter, også anvendes i forbindelse med analyse af rensed jord med henblik på at opfylde acceptkriterierne for mikrobiologisk rensed jord.

5.5.2 Øvrige analysemetoder

Organiske stoffer

For de fleste organiske stoffer er den kritiske del af analysen ekstraktionen, hvori stoffet fjernes fra jordmatrixen og opkoncentreres i ekstraktionsmidlet. Der analyseres normalt 50 g jord. Ekstraktionen kan optimeres for udvalgte stoffer ved at vælge et egnet opløsningsmiddel og egnede ekstraktionsbetingelser, f.eks. ekstraktionsapparat, ekstraktions-

tid, tilsætning af hjælpemidler som vand og pyrofosfat, pH-regulering m.m.

Stofferne i ekstraktet kan herefter derivateriseres eller opkoncentreres med henblik på optimering af den efterfølgende gaskromatografiske analyse.

Laboratoriets standardafvigelse ved kvantificering af indholdet i ekstrakterne vil normalt højst være 10 - 20 %, men usikkerhed forårsaget af forskelle i ekstraktionens effektivitet på forskellige jordprøver kendes ikke.

Især for screeningsanalyser kan der forventes en større usikkerhed på ekstraktionseffektiviteten, idet et større antal af forskellige stoffer skal medtages i analysen, og betingelserne dermed ikke er optimale.

Flere andre stoffer vil ekstraheres og måles ved den i bilag 2.4. angivne metode for olieprodukter og oliekomponenter, men med meget forskellige detektionsgrænser og ekstraktionsudbytter. Den "sande" koncentration for stoffer med dårlige ekstraktions egenskaber i pentan kan være op til 5 - 10 gange højere end dokumenteret ved analysen.

En screeningsanalyse for olieprodukter vil derfor hovedsageligt belyse indholdet af olieprodukter, og om der findes høje koncentrationer af andre stoffer.

Det er i dag et problem at finde et ekstraktionsmiddel, som giver et tilstrækkeligt højt udbytte, idet det meste alsidige opløsningsmiddel, dichlormethan, som har været anvendt i mange år, er uønsket, idet det anses for kræftfremkaldende. Pentan er et udmærket ekstraktionsmiddel til olieprodukter og chlorede opløsningsmidler, som er to af de mest almindeligt forekommende forureningskomponenter på forurenede grunde. PAH'er og phthalater ekstraheres derimod mindre godt i pentan, og ekstraktionsudbyttet kan være mindre end 50%.

Sporelementer

Ved analyse af sporelementer i jord med AAS eller ICP skal metaller frigives fra jorden ved at udføre en destruktion eller oplukning af prøven i henhold til DS 259.

Oplukning medfører normalt ikke en stor analyse usikkerhed.

Chrom (VI)

Der findes i dag ikke en entydig metode til bestemmelse af chrom (VI) i jord. Det analyse-mæssige problem med chrom(VI) er, at få det ekstraheret ud af jorden, uden samtidig at få ekstraheret chrom(III) ud. Det opnåede analyseresultat vil derfor være helt afhængig af den anvendte analysemetode, og det vil være vanskeligt at sammenligne analyseresultater opnået ved forskellige analysemetoder.

Der pågår udvikling af en standard analysemetode til bestemmelse af Cr(VI). Metoden bestemmer chrom(VI) som den mængde chrom der kan ekstraheres ud af jorden under basiske forhold.

Cyanider, frit/letflygtigt

Termen "letflygtigt cyanid" betegner den del af det totale cyanid, der kan frigives som hydrogencyanid med en given syre, mens termen "frit cyanid" betegner mængden af hydrogencyanid og frie cyanidioner.

Det toksikologiske acceptkriterie på 10 mg/kg for frit cyanid er baseret på en vurdering af en tolerabel indtagelse af 10 g jord for et barn på 10 kg. Analysen for frit cyanid skal derfor relateres til risikoen for frigivelse af hydrogencyanid i mavesækken ved $\text{pH} < 2$.

Da det i praksis er forbundet med vanskeligheder at analysere for indhold af frit cyanid, er det bestemt, at jordkvalitetskriteriet for frit cyanid konverteres til et jordkvalitetskriterium for letflygtigt cyanid. Det er ligeledes bestemt, at jordkvalitetskriteriet for letflygtigt cyanid fastsættes til det for frit cyanid beregnede.

Bestemmelsen af den letflygtige cyanidfraktion er afhængig af uddrivningsmiljøet. Den i bilag 2.2 forskrevet metode skal derfor anvendes ved bestemmelse af letflygtigt cyanid.

Den i bilag 2.2. angivne analysemetode skal ligeledes benyttes ved bestemmelse af total cyanid.

Metodevalidering

Da ekstraktionsbetingelserne er så vigtige for det "sande" analyseresultat, er der behov for metodevalidering med brug af certificeret eller "standard-forurent" jord.

5.6 Analyseprincipper

Analysebeskrivelser for enkelte stoffer gives i bilag 2, mens de overordnede analyseprincipper for organiske stoffer og sporelementer beskrives i det følgende.

Organiske stoffer

Ekstrakterne af organiske stoffer analyseres ved gaskromatografisk analyse.

Optimering af de gaskromatografiske betingelser inkluderer valg af kolonne, temperatur, temperatur programmering og detektorer, f.eks. PID, FID, ECD, MS, MS/SIM. Forskellige detektorer har forskellige respons for forskellige stoffer. En optimeret analysemetode er specifik for de stoffer, som analysen er optimeret til at analysere, men det er ikke sikkert, at andre stoffer vil detekteres ved analysen.

Sammen med hver analyseserie analyseres en blindprøve bestående af ekstraktionsmiddel (pentan, toluen, vand eller dichlormethan) tilsat intern standard. Derudover analyseres der med jævne mellemrum relevante standardopløsninger (enkeltstoffer, olie, benzin, tjære m.m.).

Ved specifikke analyser anvendes ofte et masse spektrometer til identifikation af forureningskomponenter, hvilket giver en meget mere sikker identifikation end den ved screeningsanalyser anvendte sammenligning af retentionstider for standard og målte stoffer. De gaskromatografiske betingelser kan have stor betydning for at der opnås en ensartet respons for blandingsprodukter som fyringsolie og en

tilstrækkelige separation og respons for enkeltstoffer som f.eks. benzen, toluen og xylener.

Sporelementer

De enkelte sporelementer måles ud fra deres karakteristiske spektrale egenskaber med AAS, ICP eller EDXRF.

Forskellen mellem screeningsanalyser og specifikke analyser er, at screeningsanalyser som ICP og EDXRF automatisk kan programmeres til at måle på et udvalgt antal sporelementer, mens specifikke metoder som AAS kræver indstilling af udstyret for hvert sporelement.

Validering af metoder

Vedrørende validering af analysemetoder henvises til /22/.

5.7 Beregning af resultater

Organiske stoffer

Ved gaskromatografisk (GC) analyse af organiske stoffer identificeres stofferne i henhold til deres retentionstider (tid fra injektion til toppens maksimum), ved at sammenligne disse med retentionstider for standardstoffer. Ligeledes beregnes indholdet af et organisk stof ved at sammenligne stoffets respons (areal eller tophøjde på kromatogrammet) med responsen af en kendt indhold af det samme standardstof, efter korrektion i henhold til responsen fra de relevante interne standarder. Resultatet opgives som differensen mellem en måling og en evt. blindværdi.

Ved anvendelse af en massespektrometer kan der opnås en mere nøjagtig kvantificering, idet interferens fra andre stoffer med samme retentionstider undgås.

I bilag 2 er beregning af resultaterne beskrevet i detaljer, og der henvises især til analysemetoden for olieprodukter.

Hvis der ses bort fra de meget store analyse usikkerheder, som opstår på grund af ekstraktionsprocessen, er de største usikkerheder ved GC-analyse:

- Korrekt identifikation af stoffet. Dette kan forbedres ved anvendelse af en selektiv detektor, f.eks. et massespektrometer.
- Oversete stoffer på grund af sammenfaldende /overlappende stoffer i kromatogrammer.
- Forkert kvantificering af indhold af enkelte stoffer ved høje koncentrationer, især i stofblandinger.
- Detektionsgrænser af enkelte stoffer i stofblandinger

Sporelementer

Kvantificering af indhold af individuelle sporelementer er mindre problematisk, dog kan der opstå interferens. Kvantificeringen kan forbedres ved standardaddition eller additionskalibrering.

Der findes certificeret jord med standardiseret indhold af sporelementer, som skal indgå i kontrolprocedure for analyse af sporelementer.

De største usikkerheder ved måleresultater for sporelementer i jordprøver ligger i, at jordmængden, som analyseres, er lille, og at fordelingen af sporelementer i jorden ofte er uhomogen især i lossepladsfyld. Usikkerheden kan mindskes ved at der analyseres flere enkelte prøver fra prøvetagningsfeltet, eller ved at prøvemængden gøres mere repræsentativ ved tørring af prøven og efterfølgende knusning, homogenisering og eventuelt sigtning før udtagning af en delprøve til kemisk analyse.

5.8 Detektionsgrænser

Der stilles normalt krav om en detektionsgrænse på 1/10 af acceptkriteriet.

Detektionsgrænsen, d , defineres som følger:

Ved tilstedeværelse af en blindværdi

$$d = t_{0,995}(f) \times s_b \times \sqrt{1 + 1/n}$$

Uden tilstedeværelse af en blindværdi

$$d = t_{0,995}(f) \times s$$

hvor $t_{0,995}(f)$, er en statistisk værdi som giver sandsynligheden for at 99,5% af prøver med et indhold svarende til eller større end detektionsgrænsen vil give en respons ved analysen. Der bestemmes over for minimum 6-8 prøver.

s_b er spredningen på blindværdi

f er antal af resultater (minus 1), der indgår i den beregnede værdi

n er antal af blindprøver, der indgår i den enkelte analyseserie samme dag

s er spredningen på en kontrolprøve med en koncentration mindre end 5 gange analyse detektionsgrænsen.

Total standard afvigelse, s_T , bestemmes ud fra resultaterne af et antal kontrolprøvepar /22/.

$$s_T^2 = s_w^2 + s_b^2$$

s_w^2 er estimatet for standardafvigelsen inden for serien og bestemmes ved:

$$s_w^2 = (d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + \dots + d_{10}^2 + \dots + d_n^2) / 2n$$

hvor $d_1, d_2, \dots, d_{10}, \dots, d_n$ er differensen mellem de enkelte prøvepars resultater af i alt n kontrolprøvepar (i alt $2n$ enkeltprøver)

s_b^2 er estimatet for standardafvigelse svarende til variation mellem serierne og bestemmes ved:

$$s_b^2 = \frac{[(m_1 - m_v)^2 + (m_2 - m_v)^2 + (m_3 - m_v)^2 + \dots + (m_{10} - m_v)^2 + \dots + (m_n - m_v)^2]}{(n-1) - 1/2 s_w^2}$$

hvor $m_1, m_2, m_3, \dots, m_{10}, \dots, m_n$ er middelværdierne af de enkelte prøvepar og hvor m_v er middelværdien af i alt $2n$ analyseresultater /23/.

5.9 Rapportering af laboratorieanalyser

Rapporten skal indeholde henvisning til de anvendte analysemetoder og akkreditering, eventuelle bemærkninger om afvigelser fra analysemetoden eller relevante bemærkninger om prøverne eller opståede problemer.

Identiteten af prøverne skal angives og resultaterne for enkelte stoffer eller total indhold af stofgrupper skal opgives, som mg/kg TS.

Udvalgte relevante kromatogrammer af jordprøver, blindprøver samt standarder, bør vedlægges for de organiske parametre. Øvrige kromatogrammer skal kunne rekvireres om nødvendigt.

Detektionsgrænserne og analyseusikkerheden skal fremgå af analyserapporten.

I øvrigt skal rapporteringen opfylde de krav, der er opstillet i DS/EN 45 001.

6 Udvaskningstests

Vurdering iht. grundvand

I /24/ er foreslået, at der skal udføres standardiseret udvaskningstests på jordprøver med henblik på en vurdering af restforureningens betydning for grundvandet.

Disse udvaskningstests skal udføres under standardbetingelser og anvendes i risikovurderinger og ved opstilling af acceptkriterier for acceptabelt indhold af forurening i dybden. I de øverste jordlag er det ofte arealets anvendelse, som er kritisk og bestemmende for acceptkriteriet i topjorden.

Klassificering af jord

Udvaskningstestene skal desuden anvendes ved klassificering af jord i kategorier ved genanvendelse af jord til bygge- og anlægsarbejder /25/.

Der er foreløbigt kun udarbejdet forslag til udvaskningstests for metaller, men på længere sigt kan der forventes yderligere metoder til udvaskning af organiske stoffer. På nuværende tidspunkt findes der ikke kommercielt tilgængelige metoder til vurdering af udvaskningen af organiske stoffer fra jord.

Princippet

I det følgende beskrives princippet ved udvaskning af jordprøver med hensyn til klassificering ved genanvendelse

Udvaskningen udføres normalt på en blandingsprøve, der er udstukket fra flere delprøver fra det jordparti, som ønskes vurderet.

Den neddelte prøve på ca. 5 kg underkastes batchudvaskning i henhold til CEN pr.EN 12457 (1996), procedure C, hvor udvaskningsmediet er 0,001 M calcium chlorid (CaCl_2).

En prøvemængde på ca. 100 g tørstof blandes med udvaskningsmediet i et L/S forhold (forholdet mellem væske og faststof) på 2, dvs. 2 l/kg, i en polyethylenflaske med skruelåg. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt prøve idet det er vigtigt, at jorden, som skal udvaskes, ikke udtørres. Ved analysering efter denne procedure, kan der være problemer med at få væske nok til analysering. Det kan derfor være nødvendigt, at anvende mere end 100 g tørstof (og tilsvarende mere væske).

Flasken roteres i en roteringsbænk ved stuetemperatur, ca. 22 °C, i 6 timer med en roteringshastighed på ca. 10 rpm. Herefter skal indholdet henstå i 15 minutter, således at suspenderede stoffer bundfæles. Eluatet filtreres herefter gennem et 0,45 µm membranfilter ved hjælp af vakuum eller trykfiltrering

Der måles pH og ledningsevne inden eluatet konserveres med salpetersyre (HNO_3) til pH 2. Herefter analyseres der for metaller ved en akkrediteret metode, f.eks. AAS eller ICP, jf. bilag 2. Såfremt udvaskningen af andre stoffer end sporelementer ønskes bestemt, f.eks. salte, skal hele prøven ikke konserveres med salpetersyre.

7 Kvalitetskrav til prøvetagning og analyse

Laboratorieanalyser af jordprøver skal foretages af et akkrediteret laboratorium, der er i stand til at udføre analyserne med de nødvendige detektionsniveauer og målekvaliteter som defineret i bilag 2.

7.1 Akkreditering

DANAK

Akkreditering er en godkendelses- og kontrolordning for laboratorier. Ordningen er baseret på CEN-standarder i serien EN 45000, som beskriver en række generelle krav, laboratorierne skal opfylde. Det er krævet, at laboratorierne skal kontrolleres af et akkrediteringsorgan. Det danske akkrediteringsorgan hedder DANAK og er oprettet under Erhvervsfremme Styrelsen.

Kvalitetsniveau

Akkrediteringsordningen forudsætter, at laboratorierne selv vælger det kvalitetsniveau, de ønsker at lade sig akkreditere til. Derfor er betegnelsen et akkrediteret laboratorium ikke nødvendigvis en garanti for, at et laboratorium kan udføre en bestemt analyseopgave på et bestemt niveau, men alene at det pågældende laboratorium lever op til et, af laboratoriet selv, defineret kvalitetsniveau. En akkreditering indebærer, at der udpeges underskriftberettigede personer på laboratoriet.

En akkreditering er maksimalt gyldig for en 5 års periode.

Laboratorier, der er akkrediteret til at udføre akkrediteret teknisk prøvning af øvrige akkrediteringsorganer, omfattet af EAL's (European Cooperation for Akkreditation of Laboratories) multilaterale eller bilaterale aftaler, anerkendes på linie med laboratorier akkrediteret af DANAK.

Præstationsprøvninger

Akkreditering stiller krav til, at analysemetoderne og prøvetagningsrutinerne er veldefinerede og udføres i henhold til godkendte interne kvalitetskontrolprocedurer, samt at analysemetoderne er dokumenterede i form af præstationsprøvninger og interkalibreringer.

Ved udførelse af præstationsprøvninger kan det dokumenteres, om analyselaboratorierne og referencelaboratorierne (VKI for uorganiske- og samle parametre og DMU for organiske parametre) kan genfinde de tilsatte indhold i de udsendte prøver.

Uakkrediterede analyser

For visse screeningsanalyser eller feltmålinger er det ikke muligt at få analysearbejdet akkrediteret, fordi screeningsanalysen udvikles specielt til den pågældende sag eller omfatter kvalitative og subjektive vurderinger.

Ligeledes er udtagning af jordprøver en subjektiv aktivitet, som afhænger af, hvilke krav der stilles til undersøgelsen.

I tilfælde af, at prøvetagning og analyser udføres som ikke akkrediterede ydelser, skal de være gennemført i henhold til definerede kvalitetskrav, der er dokumenteret ved kvalitetskontrol.

7.2 Kvalitetsmålsætninger

Som redegjort for i kapitel 2, 3, 4 og 5 er kravene til analysekvalitet, prøvetagning og sikkerheden for, at en forurening lokaliseres eller beskrives tilstrækkelig detaljeret, forskellig alt efter undersøgelsens formål.

Det betyder, at en prøvetagnings- og analysestrategi samt de anvendte analysemetoder og parametre kan være tilstrækkelig og leve op til kvalitetskravene ved en type undersøgelse, men være utilstrækkelige eller misvisende ved en anden type undersøgelse.

Ved prøvetagning og analyse skal det dokumenteres, at de kvalitetskrav, som er stillet individuelt for den aktuelle undersøgelsestype, opfyldes. Dette betyder, at disse kvalitetskrav skal fremgå af prøvetagnings- og analysestrategien tillige med en redegørelse for valget af prøvetagningsmetoder, analysemetoder og analyseparametre.

I /23,26/ er det foreslået, at analysekvaliteten skal bedømmes både i forhold til analyselaboratoriets interne kvalitetskontrol i form af standardafvigelser og genfinding samt den eksterne kvalitetskontrol udført i forbindelse med referencelaboratoriernes præstationsprøvninger.

Analysearbejdet skal udføres i henhold til det udførende laboratoriers kvalitetssikringsrutiner og denne dokumentation skal kunne rekvireres. Herudover skal analysearbejdet på alle niveauer så vidt muligt være akkrediteret.

Det vil være ønskeligt at analyselaboratorier rutinemæssigt deltager i interkalibreringer, idet jordanalyser er svære at kontrollere på grund af usikkerhed om den sande værdi i jordprøven.

8 Fortolkning af resultater

Formålet med at udtage og analysere jordprøver er at belyse forureningsgraden i det undersøgte område.

Forurenings "model"

Den historiske redegørelse og erfaringer fra lignende sager tillader at der opstilles en "model" for den "forventede forureningsfordeling" i jordlagene, som kan eftervises ved hjælp af en prøvetagnings- og analysestrategi. Denne model opstilles ved at definere forskellige prøvetagningsfelter, hvor der kan forventes sammenhængende eller ensartede forureninger, eller felter, som defineres på basis af sårbarhed af den nuværende eller fremtidig arealanvendelse.

Resultaterne skal danne beslutningsgrundlag for de videre aktiviteter, hvorfor det er væsentligt om resultaterne opfylder de kvalitetskrav, som er opstillet for undersøgelsen.

De analytiske data fremskaffet ved udførelse af en prøvetagnings- og analysestrategi skal fortolkes i forhold til andre informationer om geologi, jordkemi, den dybdemæssige og horisontale fordeling af forureningskomponenter, de potentielle forureningskilder og forureningens forventede alder.

Resultaterne fra hver enkelte prøvetagningsfelt skal vurderes sammenhængende, men kan også anvendes ved den overordnede vurdering af hele undersøgelsesområdet.

"Uventede" resultater

Uoverensstemmelser mellem feltmålinger og kemiske analyser, enkelte afvigende punkter eller "uventede" resultater skal vurderes kritisk. Der skal tages stilling til, om "forureningsmodellen" skal revideres eller om resultatet må vurderes som ikke repræsentativt for prøvetagningsfeltet. Det er farligt at antage, at der er tale om en fejlmåling, hvis resultatet ikke er i overensstemmelsen med "forureningsmodellen", idet det er endnu vigtigere at "uventede forureninger" ikke overses.

Ved vurdering af resultaterne og i risikovurderingen skal der tages stilling til konsekvensen af enkelte høje uforklarlige målinger /27/. Hvis resultatet har væsentlige konsekvenser for den senere anvendelse af området skal der udtages yderligere prøver.

Kendskab til forureningskemi /28/ kan ofte hjælpe med at afklare om et resultat kan være sandsynligt f.eks. kan fund af et enkelt stof, hvor det normalt ved denne type kilde forventes at finde et blandingsprodukt, indikere et fejlresultat.

Acceptkriterier

Det er væsentligt at være opmærksom på, at jordkvalitetskriterier er vejledende og må ikke ukritisk anvendes som faste cut-off værdier. Mindre overskridelser af jordkvalitetskriterierne i et mindre jordvolumen kan være uden sundhedsmæssig betydning. Jordkvalitetskriterier /29/ er baseret på en vurdering af de enkelte stoffers akut toksiske effekter ved indtagelse af jord eller kroniske effekter ved længere varende daglig kontakt. De skal derfor relateres til eksponeringsvejene og den risiko der

er forbundet med det enkelte stof og det aktuelle forurenede jordlag. Hvis målinger viser en stor variation i koncentrationer, skal det vurderes, hvorvidt enkelte høje koncentrationer eller gennemsnitskoncentrationer er kritiske i den pågældende sag.

Forurening, som ligger i dybden er mindre kritiske end forurening i topjord, idet kontakt til forurening er begrænset til utilsigtet opblanding i forbindelse med eventuelle gravearbejder.

Forurening som kun udgør en brøkdel af det totale areal, er mindre kritisk, hvis risikoen er forbundet med længerevarende kontakt, f.eks. PAH-forureninger.

Prøvetagningen og analysearbejdet skal fremskaffe en viden om variationen af jordkoncentrationer og omfang af overskridelser, således at disse værdier kan behandles i risikovurderingen /9/.

Overskridelser

Da prøvetagning og analysearbejde for jord indebærer en række usikkerheder, er en måling ikke tilstrækkeligt til, at vurdere om acceptkriteriet er overskredet. Hvis en måling viser en stor overskridelse, f.eks. mindst to gange acceptkriteriet, skal der vurderes om det pågældende område er tilstrækkeligt belyst. En høj måling kan også indikere et ukendt hotspot. Hvis der er udtaget og analyseret et tilstrækkeligt antal prøver i det pågældende område, til at afklare om der kan være andre hotspots tilstede, kan målingen indgå i en gennemsnitsbetragtning for det pågældende prøvetagningsfelt.

Usikkerheder vedrørende nøjagtighed eller identifikation ved anvendelse af screeningsanalyse bør håndteres i en risikovurdering eller ved anvendelse af specifikke analyser i de situationer, hvor en nøjagtig identifikation og kvantificering af forureningen er væsentlig for det videre forløb i en sag.

Ved overskridelse af et givent jordkvalitetskriterie, bør der derfor, med baggrund i den opstillede prøvetagnings- og analysestrategi, altid gennemføres en konkret vurdering af, hvorvidt denne overskridelse nødvendiggør afværgeforanstaltninger.

Kritiske spørgsmål

Følgende kritiske spørgsmål kan stilles for de 5 opstillede vurderingspunkter:

- Jord, som ønskes vurderet forureningsmæssigt, men som forventes at være ren (uforurenet).

Har analyserne indikeret tegn på en forurening?

Er prøvetagningstætheden tilstrækkelig ?

- Arealer eller punktkilder, som ønskes vurderet i forhold til grundvandet og recipienter.

Er forureningen signifikant i henhold til udvaskningspotentialet (udvaskningstests) ?

Er der analyseret for vandopløselige stoffer ?

Er der analyseret på vandprøver ?

Er der risiko for ukendte hotspots ?

- Arealer eller punktkilder, som ønskes vurderet i forhold til egnethed til specificeret anvendelse

Er prøverne udtaget fra relevante prøvedybder ?

Er der undersøgt for sundhedsmæssige kritiske parametre ?

Er prøvetagningstætheden tilstrækkelig ?

- Arealer eller punktkilder, som ønskes kategoriseret i forhold til definerede acceptkriterier.

Er acceptkriterierne overholdt i alle punkter?

Er der tegn på en forurening, som ikke er afgrænset ?

- Jord som skal opgraves og bortskaffes, som ønskes kategoriseret i forhold til definerede acceptkriterier.

Er prøverne repræsentative for jordmængden og er der udtaget tilstrækkelige prøver?

Kan jorden, som skal opgraves, opdeles i læs med forskellige forureningsniveauer med henblik på forskellige deponeringsmuligheder ?

Er der analyseret for relevante parametre med henblik på anvisning til deponering eller rensning ?

9 Referencer

- /1/ Jordprøvetagning på forurenede grunde - Strategier, metoder og håndtering. Lossepladsprojektet. Udredningsrapport U8. April 1991.
- /2/ Generel branchevejledning for forurenede jord. Vejledning fra Miljøstyrelsen. nr. 3 1992.
- /3/ Standard for prøveudtagning og analyse af olieindhold i jord. Oliebranchens Miljøpulje. 25. marts 1996.
- /4/ Forurenede og rensede jord på Sjælland og Lolland - Falster. Vejledning i håndtering og bortskaffelse. Udgivet af Amterne på Sjælland og Lolland - Falster samt Frederiksberg og Københavns kommuner. Februar 1997.
- /5/ Nordic guidelines for chemical analysis of contaminated Soil samples. Draft Sintef. Oslo November 1995.
- /6/ Data quality objectives for Remedial Response Activities. Development Process. EPA/540/G-87/003. United States Environmental Protection Agency, 1987.
- /7/ Data Quality Objectives for Remedial Response Activities. Example Scenario: RI/FS Activities at a Site with Contaminated Soils and Groundwater. EPA/540/G-87/004. United States Environmental Protection Agency, 1987.
- /8/ ISOTTC 190 /SC2N n78 version 8. Soil Quality -Sampling- Part 5. Guidance on the procedure for the investigation of urban and industrial sites with regard to soil contamination. October 1996.
- /9/ Oprydning af forurenede lokaliteter. Vejledning fra Miljøstyrelsen. 1998.
- /10/ Zirschky, J.H. & Gilbert, R.O. Detecting hot spots at hazardous waste sites. Chemical Engineering, 97-100. 1984.
- /11/ Dansk Geoteknisk Forening. Vejledning i Ingeniør geologisk prøvebeskrivelse. Larsen, G., Frederiksen, J., Villumsen, A., Fredericia, J., Gravesen, P., Foged, N., Knudsen, B. og Baumann, J. Dansk Geoteknisk Forening 1995.
- /12/ Dansk Geoteknisk Forening. Markundersøgelingsmetoder mekaniske. Hvam T. dgf Bulletin 5, september 1990.
- /13/ Baumann, J. Kvalitetsboringer. Geologisk Nyt, 4, 14 - 16, 1996.
- /14/ Grundvandsprøvetagning og feltmålinger. Lossepladsprojektet. Udredningsrapport U3. April 1989.

- /15/ Arbejdsministeriet. Lov nr. 184 af 22. marts 1995 om arbejdsmiljø 1995
- /16/ Arbejdstilsynet. Meddelelse nr. 4.04.16. om arbejde i jord forurennet med sundhedsskadelige kemikalier, maj 1990.
- /17/ Arbejdstilsynet bekendtgørelse nr. 501 om projekterendes og rådgiveres pligter m.v. 5/10-78. 1978.
- /18/ Arbejdstilsynet bekendtgørelse nr. 1017 om indretning af byggepladser og lignende arbejdssteder efter arbejdsmiljøloven. 15/12-93. 1993.
- /19/ Feltmetoder til forurennet jord. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. nr. 18. 1995.
- /20/ Anvendelse af photoionisationsdetektor ved undersøgelse af jordforurening. Lossepladsprojektet. Udredningsrapport U5 december 1989.
- /21/ Vejledning fra Miljøstyrelsen nr. 8 1992. Acceptkriterier for mikrobiologisk rensed jord
- /22/ Håndbog i metodevalidering for miljølaboratorier. VKI. 29. december 1994.
- /23/ Miljøstyrelsen. Udkast til bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer m.v. af 7. november 1996.
- /24/ Betænkning fra Miljøstyrelsen. nr.1 1996. Forurennet jord og uorganiske rest produkter.1996.
- /25/ Udkast til Bekendtgørelse om genanvendelse af restprodukter og jord til bygge- og anlægsarbejder. 1998
- /26/ Arbejdsrapport fra Miljøstyrelsen nr. 28, 1996. Baggrund for at opstille og kontrollere krav til analysekvalitet for miljøanalyser. Del I Kemiske vandanalyser.
- /27/ Samarbejde mellem laboratoriet og dets brugere. Christensen, H. ATV-møde. Jordanalyser. 25. september 1991.
- /28/ Kemiske stoffers opførsel i jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 20 1996.
- /29/ Toksikologiske kvalitetskriterier i jord og drikkevand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12 1995.

10 Stikord

AAS-coldvapour	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorption <u>S</u> pektrometri med coldvapour teknik, også kaldet CVAAS. Grundstoffet afdampes før der ledes i et argon gas strøm til lyskilden. Metoden er mere følsom end flamme teknik og anvendes til måling af kviksølv og arsen . Se FAAS og bilag 2.1.
AAS-flamme	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorption <u>S</u> pektrometri med flamme teknik. Se FAAS og bilag 2.1.
AAS-grafit	<u>A</u> tom <u>A</u> bsorption <u>S</u> pektrometri med grafitovnsteknik, også kaldet <u>E</u> lektro <u>T</u> ermisk <u>A</u> tom <u>A</u> bsorption <u>S</u> pektrometri (ETAAS). Grundstoffet atomiseres ved hurtig opvarmning til 3000 °C i et grafitrør. Metoden er mere følsom end flamme teknik. Se FAAS og bilag 2.1.
Acceptkriteriet	Ved betegnelsen acceptkriteriet forstås alle form for kriterier f.eks. en toksikologisk grænseværdi, et jordkvalitetskriterie, et afskæringskriterium, et afværgekriterium aftalt med den pågældende miljømyndighed m.v.
Akkreditering	Akkreditering er en godkendelses- og kontrolordning for laboratorier. Se kapitel 7.
Analysestrategi	En prøvetagnings- og analysestrategi for jord definerer, hvor og hvordan jordprøverne udtages, samt hvor mange og hvilke kemiske analyser, der skal udføres. Se kapitel 2.1
BaP	Benzo(a)pyren er en PAH forbindelse med kræftfremkaldende egenskaber. Se bilag 2.9.
Blandingsprøver	Ved blanding af prøver bliver resultatet et gennemsnitsindhold af forureningen i jorden i det pågældende område. Det anbefales, at der ikke blandes flere end 5 delprøver. Blandings prøver må aldrig anvendes i tilfælde, hvor der skal analyseres for flygtige komponenter, idet indholdet vil reduceres. Se side 10 og 34.
BTEX	Samlet betegnelse for <u>B</u> enzen, <u>T</u> oluen, <u>E</u> thylbenzen, og <u>X</u> ylener. Disse stoffer findes i tjære og olieprodukter, især benzin. Se bilag 2.4.
Derivatisere	Ændring af et kemisk stof (kemikalie) ved kemisk reaktion med et andet kemisk stof. Ved derivatiseringen kan et stof der vanskeligt lader sig analysere, blive lettere at analysere. Se side 34.
Detektionsgrænse	Ved meget lave koncentrationer er der behov for en beskrivelse dels af sandsynligheden for at angive en værdi for prøver uden indhold (falske positive resultater) og dels sandsynligheden for at en prøve med et lille indhold angives som ikke målt (falske negative resultater) /26/. Flere beregningsmetode har været defineret i forskellige regi. I afsnit 5.8 anvendes Miljøstyrelsens definition /26/. Se side 39.
Detergenter	Stoffer med overfladeaktive egenskaber, f.eks. vaskemidler, sæber. Se bilag 2.8.
DS	Dansk standard.
ECD	<u>E</u> lectron <u>C</u> apture <u>D</u> etektor. Et måleudstyr, som især er følsomt over for halogen (chlor-, fluor- og bromholdige) kulbrinter. Anvendes normalt som detektor ved gaskromatografiske (GC) analyser, som forkortes til GC-ECD. Se bilag 2. 5 og GC.

EDXRF	<u>E</u> n <u>e</u> r <u>g</u> i <u>D</u> isp <u>e</u> r <u>s</u> iv (<u>X</u> ray) <u>R</u> øntgen <u>F</u> luorescens. En multi-elementteknik velegnet til screening af sporelementer. Anvendes både i laboratoriet og i felten. Se bilag 2.1.
Falske negative	Se detektionsgrænse. Se side 39.
Falske positive	Se detektionsgrænse. Se side 39.
Feltmetoder	Ved feltmetoder/-analyser forstås enkle analyser af mindre kompleksitet, som er egnede til anvendelse i felten. Mange feltmetoder anvendes dog ikke i felten, men i geotekniske-/miljølaboratorier. Feltanalyser/metoder er typisk mindre præcise og nøjagtige og giver en mindre specifik respons, men er billigere og hurtigere end laboratorieanalyserne. Se Kapitel 3 og bilag 2.
FID	<u>F</u> lamme <u>I</u> onisations <u>D</u> etektor. Et måleudstyr, som giver respons for alle stoffer indeholdende carbon (kulstof). Responsen er nær proportionalt med kulstofmængden. Detektoren kan anvendes som feltudstyr til måling af flygtige organiske stoffer i poreluft/headspace, men anvendes desuden som detektor ved gaskromatografiske (GC) analyser, som forkortes til GC-FID. Se i øvrigt bilag 2.4 og GC.
Fluorimeter	Feltudstyr til at måle olie/tjæreindhold i jorden. Se bilag 2.4
FAAS	<u>F</u> lamme <u>A</u> tom <u>A</u> bsorptions <u>S</u> pektrometri. En teknik til måling af enkeltgrundstoffer ved høje grundstoffer. Måleprincippet er at grundstofferne frigøres til atomer, som absorberer lys fra et lyskilde. Den absorberede lysmængde registreres af spektrometret, og grundstoffets koncentration i prøveopløsningen kan bestemmes ved sammenligning med kendte standardopløsninger. Metallerne skal dog først ekstraheres fra jorden ved syreoplukning. Se Bilag 2.1
GC	Gaskromatografi er en separationsteknik, der som andre former for kromatografi er baseret på adskillelse af stofblandinger til enkeltkomponenter. Ved gaskromatografi adskilles stoffer fordelt mellem en mobil fase, som er en gasart (gaskromatografi), og en stationær fase på kolonne. Når de adskilte komponenter elueres fra kolonnen, skal de detekteres af en detektor (se FID og ECD). Deres retentionstid (den tid det tager før de enkelte stoffer er transporteret gennem kolonnen) på kolonnen anvendes til at identificere, hvilket stof der er tale om, og sammenligne med retentionstider for standardstoffer på samme kolonne under samme chromatografiske betingelser. Signalet fra detektoren afbildes som en funktion af retentionstiden i form af et kromatogram, hvor hver enkelt top kan relateres til et stof eller eventuel flere stoffer med samme chromatografiske egenskaber). Intensiteten af signalet (responsen) sammenlignes med responsen for kendte koncentrationer af standardstoffer, og koncentrationen i prøven kan herefter beregnes. Se bilag 2.4.
GC-ECD	Se GC og ECD.
GC-ECD-pentan	GC-ECD efter ekstraktion med pentan. Se GC, ECD og bilag 2.5.
GC-FID	Se GC og FID
GC-FID-pentan	GC-FID efter ekstraktion med pentan. Se GC, FID og bilag 2.4.
GC-MS	Se GC og MS
GC-MS-toluen	GC-MS efter ekstraktion med toluen. Se GC, MS og bilag 2.9.
GC-MS-vandig	GC-MS efter ekstraktion med vand. Se GC, MS og bilag 2.6.
GC-MS-xylen	GC-MS efter ekstraktion med xylen. Se GC, MS og bilag 2.5.

ICP	<u>I</u> nduktivt (<u>C</u> oupled) <u>P</u> lasma. Et teknik hvor grundstoffer exciteres med efterfølgende emission af lys karakteristisk for det enkelte grundstof. Emission kan måles ved <u>A</u> tom <u>E</u> missions <u>S</u> pektrometri (AES) eller ved <u>M</u> asse <u>S</u> pektrometri (MS). Til sporelementanalyse anvendes normalt ICP-AES, som er velegnet til screening for flere grundstoffer i samme analysegang.
ICP-AES	Se ICP
Immunoassay	Se bilag 2.4 og 2.9
MS	Massespektrometri er en metode, hvor et stof bliver ioniseret (spaltet) på en for stoffet karakteristisk måde og ionerne efterfølgende adskilles. Den relative intensitet af de enkelte ionmasser kaldes et massespektrum og er karakteristisk for stoffet. Ved at sammenkobler en gaskromatograf med et massespektrometer (GC-MS) som detektor fås en langt mere sikker identifikation af stoffet end ved sammenligning af retentionstider. Se bilag 2.4, GC, MS-Scan og MS-SIM.
MS-Scan	<u>M</u> asse <u>S</u> pektrometri i <u>S</u> can mode. Ved GC-MS analyse kan der optages massespektre med typisk ét sekunds interval, således at alle stoffer, som ankommer til detektoren i henhold til deres respektive retentionstider, får deres massespektre optaget (GC-MS-Scan). Disse massespektre kan genereres som et totalionstrømskromatogram, hvor summen af alle signaler kan afbildes som en funktion af retentionstiden på samme måde som et kromatogram genereret ved en GC-FID analyse. Se GC, MS og MS-SIM
MS-SIM	<u>M</u> asse <u>S</u> pektrometri med <u>S</u> electe <i>d</i> <u>I</u> on <u>M</u> onitoring. Ved GC-MS analyse kan der opnås en større følsomhed (lavere detektionsgrænser) ved på forhånd at definere hvilke ioner man vil analysere for. Kun stoffer, som spaltes til disse ioner, vil detekteres ved GC-MS-SIM. Se GC, MS, MS-Scan og bilag 2.5
Nøjagtighed	Nøjagtigheden angiver graden af overensstemmelse mellem én målt værdi for en given egenskab/stof og den sande værdi /26/.
PAH	Polycykliske aromatiske kulbrinter, bl.a. phenanthren, Benzo(a)pyren, som indgår i tjære og olie.
PID	<u>P</u> hoto <u>I</u> onisations <u>D</u> etektor - et måleudstyr til måling af flygtige kulbrinter. Dog modtages ikke alle flygtige stoffer bl.a. give 1,1,1-trichlorethan ingen respons. Anvendes både som feltudstyr og i forbindelse med gaskromatografiske (GC) analyser.
Præcision	Præcisionen angiver, i hvilken grad der er overensstemmelse mellem gentagne målinger på hver delprøve /26/.
Prøvetagningsfelt	Punkt eller område hvor der forventes sammenhængende eller ensartede forureningforhold. Prøvetagningsfeltet kan f.eks. være en nedgravet olietank (punkt) eller et oplag af trykimprægneret træ (område). Se også kapitel 2.1.
Prøvetagningsgitter	Systematisk placering af et givent antal prøvetagningspunkter (net) i et prøvetagningsfelt. Benyttes til at fastslå forureningsfordelingen i et eventuelt forurennet område. Kan endvidere benyttes til at identificere ukendte hotspots af en given størrelse. Sikkerheden hvormed et hotspot kan identificeres er afhængig af prøvetagningsgitterets tæthed. Se også prøvetagningsfelt, analysestrategi og kapitel 2.1.

Prøvetagningstrategi	Se analysestrategi. Se Kapitel 2.
Retentionstider	Se GC og MS.
SM	Standard Methods for the examination of water and waste water. American Public Health Association.
TNT	Trinitrotoluen.

Prøvetagnings- og analysestrategier

I bilag 1 beskrives forskellige niveauer for prøvetagningstæthed, og efterfølgende er der givet eksempler på forskellige prøvetagnings- og analysestrategier. Det skal understreges, at der er tale om eksempler, og at der vil være tilfælde, hvor det vil være nødvendigt med en større sikkerhed (højere niveauer), eller tilfælde, hvor der kan accepteres en lavere sikkerhed (lavere niveauer) end de i eksemplerne anvendte.

For hvert eksempel er der angivet en estimeret pris for, hvad den pågældende undersøgelse vil koste at gennemføre. Priserne er alene medtaget for at kunne sammenligne de enkelte analysestrategier, og er ikke udtryk for, hvad Miljøstyrelsen mener, at en given undersøgelse bør koste.

Generel overvejelse om antal af prøvetagningspunkter og analyser

Prøvetagningsfelt

På grundlag af den historiske redegørelse og kendskab til forureningsforhold defineres prøvetagningsfelter, hvor der kan forventes sammenhængende eller eventuelt ensartede forureningsforhold.

Kendte kilder

Der defineres mindst et prøvetagningsfelt, for hver kendt potentiel forureningskilde, der enten kan være

- en afgrænset og veldefineret punktkilde f.eks. en olietank,
- eller en diffuse kilde som f.eks. forureningsbelastning langs motorveje eller forurening i topjord som følge af oplagring af imprægneret træ.

Et prøvetagningsfelt kan være arealets overflade, bunden af en afgravning, en gravefront eller jord til deponering.

Disse prøvetagningsfelter "*forventes forurenede*".

Desuden kan der defineres prøvetagningsfelter, som "*forventes at være uforurenede*".

Hovedparten af prøver udtages fra prøvetagningsfelter, som "forventes forurenede", eller som er særligt sårbare over for forurening.

Afgrænsning

Hvis den historiske redegørelse har *lokaliseret potentielle forureningskilder* placeres prøvetagningspunkter omkring disse med henblik på at *afgrænse* evt. forurening, respektivt godtgøre, at kilden ikke giver anledning til forurening.

Sårbare arealer

Hvis den historiske redegørelse er mangelfuld, kan *prøvetagningsfelter* defineres på basis af *sårbarhed* af den nuværende eller fremtidig arealanvendelse, f.eks. et felt til en køkkenhave eller en legeplads.

Ukendte kilder

Hvis der er behov for *lokalisering af ukendte hotspots*, (f.eks. hvor der er kendskab til en potentiel forureningskilde, men jordforureningen ikke er lokaliseret eller afgrænset), kan der defineres et *prøvetagningsgitter* (et net) over hele området.

Prøvetagningsgitter

Prøvetagningstæthed * og diameter af et ukendt hotspot	Antal prøvetagningspunkter* på et areal på 400 m ² til lokalisering af et ukendt hotspot med en sandsynlighed på:		
	80%	90%	99%
Niveau 1 Grov screening (5-10 prøvetagningspunkter) Hotspot på 10 m	4	6	7
Niveau 2 Lav prøvetagningstæthed (10-25 prøvetagningspunkter) Hotspot på 7,5 m	7	10	13
Niveau 3 Mellem prøvetagningstæthed (25-50 prøvetagningspunkter) Hotspot på 5 m	17	23	30
Niveau 4 Høj prøvetagningstæthed (50-100 prøvetagningspunkter) Hotspot på 2,5 m	67	92	118

* Antal af prøvetagningspunkter på et areal på 400 m², dvs. prøvetagningstætheden er beregnet ud fra afstanden mellem gitterpunkterne i et kvadratisk gitter. Det kvadratiske gitter er defineret udefra en beregning af sandsynligheden for at finde et hotspot af en defineret diameter. jf. Jordprøvetagning på forurenede grunde. Lossepladsprojektet, U8, 1991.

Tabel 1 Antal af prøvetagningspunkter til lokalisering af ukendte hotspots

Antal af prøvetagningspunkter I tabel 1 er der defineret *fire niveauer* for prøvetagningstæthed til *lokalisering af ukendte hotspots* i et prøvetagningsfelt.

Hotspots er områder med kraftig forurening som følge af eksisterende eller tidligere forureningskilder. Tabellen illustrerer den nødvendige prøvetagningstæthed, der, ud fra en sandsynlighed på henholdsvis 80, 90 og 99%, skal til, for at lokalisere ukendte hotspots af forskellige størrelser.

Jordprøver i dybden

I tabel 1 er defineret antal af prøvetagningspunkter i det horisontale plan. For hver punkt skal der desuden tages et antal jordprøver fra relevante dybder i jordprofilet. Såfremt det forudsættes at et evt. hotspot er kasseformet med en sidelængde på 7,5 m, vil dette betyde, at der på niveau 2, skal udtages en prøve for hver 7,5 m i hvert prøvetagningspunkt, for at lokalisere hotspot'et med 90% sandsynlighed. Denne forureningsfordeling forekommer sjældent. Det er derfor nødvendigt at øge antallet af prøvetagningspunkter i dybden for at opnå den nødvendige sikkerhed for at lokalisere et hotspot. Som udgangspunkt bør der ved niveau 3 og 4 udtages én prøve for hver 0,5 m, dog minimum én prøve fra hvert geotekniske lag. Ved niveau 1 og 2 kan prøvetagningsintervallet i dybden øges afhængigt af undersøgelsesformålet.

Små hotspots

Ukendte hotspots på mindre end 2,5 m. i diameter i et stort prøvetagningsfelt er urealistisk at lokalisere ud fra en økonomisk betragtning. I tilfælde, hvor det kan være aktuelt, må undersøgelsen blive koncentreret om områder, der er særligt sårbare overfor en forurening, dvs. prøvetagningsfeltet skal indskrænkes.

Punktmålinger

Ved anvendelse af en mindre antal prøvetagningspunkter end vist i tabel 1 er der tale om isolerede punktmålinger, som har begrænset værdi ved vurdering af, hvorvidt et areal er forurennet, medmindre punkterne anvendes til kontrol af en luftbåren forurening, f.eks. langs en stærkt trafikeret vej, eller stikprøver til karakterisering af en lokaliseret forureningskilde. I disse tilfælde forventes der erfaringsmæssigt en fordeling af en eventuel forurening efter et bestemt mønster. Et mindre antal prøvetagningspunkter end de i niveau 1 angivne, vil derfor kunne accepteres i sådanne tilfælde. Såfremt analyseresultaterne ikke stemmer overens med den forventede forureningsfordeling, må undersøgelsen udvides med flere prøvetagningspunkter.

I de følgende afsnit beskrives forudsætninger ved anvendelse af niveau 1 - 4 prøvetagningstætheder til at lokalisere ukendt hotspots eller afgrænse en forurening.

Niveau 1. Grov orientering

Prøvetagningspunkter:

5 - 10 pr. 400 m² (areal 20 x 20 m)

Som udgangspunkt udtages der jordprøver for hver halve meter, dog minimum en fra hvert geotekniske lag, til relevante dybder i hvert prøvetagningspunkt, heraf udvælges mindst 5 - 10 prøver til analyse. Afhængigt af undersøgelsesformålet kan prøvetagningsintervallet øges.

Anvendelse:

Niveau 1 prøvetagning kan anvendes ved vurdering af den eventuelle tilstedeværelse af en uventet og meget stor forurening.

Niveau 1 prøvetagning kan også anvendes til, at belyse den luftbårne belastning eller baggrundsniveau i jord, såfremt der kræves stor sikkerhed for en korrekt beskrivelse af forureningsfordelingen i det pågældende område.

Forudsætninger:

Forudsætningen for anvendelse af et lavt prøveantal er, at der ikke forventes punktkilder jvf. den historiske redegørelse, og at der kan accepteres, at jordforureninger af mindre omfang ikke vil lokaliseres, dvs. ufølsom anvendelse.

Prøveantallet tillader en 80 - 99 % sandsynlighed for at finde en symmetrisk forurening med diameter på 6 - 12 m.

Antallet af laboratorieanalyser kan reduceres ved at der analyseres på blandingsprøver af 2 - 10 delprøver, men blanding af prøverne øger risiko for, at en forurening overses, og skal kun bruges hvis et området skal vurderes med hensyn til den gennemsnitlige belastning med stabile forureningskomponenter, f.eks. bly eller PAH'er. Hvis der er risiko for flygtig forurening, f.eks.

opløsningsmidler eller benzin, skal prøverne ikke blandes, og der skal anvendes feltmetoder (f.eks. PID eller FID) til at screene alle prøver.

Antallet af laboratorieanalyser kan også reduceres, ved anvendelse af feltmetoder til at screene jordprøver for forurening.

Ved konstatering af en forurening vil det være nødvendigt, at foretage en yderligere afgrænsning ved hjælp af flere prøvetagningspunkter, samt udtagning og analyse af flere prøver.

Niveau 2. Lav prøvetagningstæthed

Prøvetagningspunkter: 10 - 25 pr. 400 m².

Som udgangspunkt udtages der jordprøver for hver halve meter, dog minimum en fra hvert geotekniske lag, til relevante dybder i hvert prøvetagningspunkt, heraf udvælges mindste 10 - 25 prøver til analyse. Afhængigt af undersøgelsesformålet kan prøvetagningsintervallet øges, og antallet af prøver udvalgt til analyser reduceres tilsvarende.

Anvendelse: Niveau 2 prøvetagning anvendes til at lokalisere større sammenhængende forureninger i et prøvetagningsfelt, hvor der er kendskab til en potentielle forureningskilde.

Forudsætninger: Forudsætningen for anvendelse af niveau 2 prøvetagning er, at der ikke er behov for en større detaljering af forureningsfordelingen ved kilden, eller afgrænsning af forureningen på afstand fra kilden. Prøvetagningspunkterne skal placeres, hvor placeringen af den potentielle forureningskilde/hotspot er mest sandsynlig.

Prøveantallet tillader en 80 % sandsynlighed for at finde en symmetrisk forurening med diameter på 4-6 m og en 99 % sandsynlighed for at finde en symmetrisk forurening med diameter på 5-9 m.

Antallet af laboratorieanalyser kan reduceres ved, at der analyseres på blandingsprøver, men blanding skal kun foretages, hvis den er fordelagtig i henhold til undersøgelsesformål og den endelige risikovurdering. Kendskab til de potentielle forurenende aktiviteter og forureningskomponenter vil også have betydning for, hvorvidt prøver med fordel kan blandes. F.eks. en forventning til en overfladebelastning med tungmetaller ved en tidligere imprægneringsanstalt.

Prøverne skal ikke blandes, hvis der forventes punktkilder eller flygtig forurening, f.eks. opløsningsmidler eller benzin.

Antallet af laboratorieanalyser kan desuden reduceres ved anvendelse af feltmetoder til at screene jordprøver for forureninger.

Efter lokalisering af forurening kan der tages flere prøver tæt omkring kilden.

Niveau 3. Mellem prøvetagningstæthed

Prøvetagningspunkter:

25 - 50 pr. 400 m²

Der udtages jordprøver som minimum for hver halve meter, dog minimum en fra hvert geotekniske lag, til relevante dybder i hvert prøvetagningspunkt, heraf udvælges mindste 25 - 50 prøver til analyse.

Anvendelse:

Niveau 3 prøvetagning anvendes til at vurdere, hvorvidt jorden er forurenet og i hvilken grad.

Niveau 3 prøvetagning kan anvendes i situationer, hvor punktkilder er lokaliseret, og detaljering af forureningsspredning og afgrænsning af forurening ønskes. Dette vil typiske være tilfældet for supplerende undersøgelser eller ved afværgeprojekter.

Niveau 3 prøvetagning kan anvendes ved vurdering af forureningsgrad i jord, som skal opgraves eller er opgravet.

Forudsætning:

Prøveantallet tillader en 80 % sandsynlighed for at finde en symmetrisk forurening med diameter på 3 - 4 m og en 99 % sandsynlighed for at finde en symmetrisk forurening med diameter på 4 - 5 m.

Antallet af laboratorieanalyser kan med fordel reduceres, ved anvendelse af velegnede feltmetoder til at screene jordprøver for forurening, og dermed afgrænse forureningsudstrækningen og optimere udvælgelse af prøver, som sendes til analyse. Antallet af laboratorieanalyser kan også reduceres ved, at der analyseres på blandingsprøver, hvis jordens gennemsnitlige forureningsbelastning på et sårbart areal skal undersøges. F.eks. en køkkenhave der skal undersøges med hensyn til blybelastning fra trafikken eller spredning af metalholdigt støv fra forurenende industrier.

Jordprøverne skal ikke blandes, hvis der er risiko for flygtig forurening f.eks. opløsningsmidler eller benzin.

For jord der skal opgraves, eller for opgravet jord skal der ofte analyseres ca. 1 prøve pr. 30 tons, dvs. 1 prøve pr. 16 m³ jord. Hver prøve kan med fordel være blandet fra 5 delprøver, medmindre forureningen er flygtigt (f.eks. benzin eller chlorerede/alifatiske opløsningsmidler). For et areal på 400m² vil dette medføre krav om analyse af 24 prøver fra den øverste meter jord, som eventuel kan være blandingsprøver fra flere dybder.

Jord som skal opgraves, skal vurderes med hensyn til de videre foranstaltninger, f.eks. gendponering, genanvendelse eller bortskaffelse til godkendt og anvist deponi.

Ved prøvetagningen skal man dog være opmærksom på muligheden for at sortere jord i forskellige forureningspartier, f.eks. "forurenet" fyldjord og "uforurenet" intakt jord samt i henhold til geotekniske egenskaber.

Niveau 4 Høj prøvetagningstæthed

Prøvetagningspunkter: 50 - 100 pr. 400 m²

Der udtages jordprøver som minimum for hver halve meter, dog minimum en fra hvert geotekniske lag, til relevante dybder i hvert prøvetagningspunkt. Heraf udvælges mindst 50 - 100 prøver til analyse.

Anvendelse: Niveau 4 prøvetagning anvendes til at karakterisere forureningsforhold i områder, hvor der stilles krav til sikkerhed og detaljering af forureningsforhold, f.eks. ved afgrænsning af en forurening. Niveau 4 prøvetagning vil normalt blive anvendt på mindre prøvetagningsfelter, dvs. på mindre arealer.

Forudsætning: Ved anvendelse til afgrænsning eller karakterisering af jordforurening skal der anvendes enkeltprøver.

Prøveantallet tillader en 80 % sandsynlighed for at finde en symmetrisk forurening med diameter på 1 - 2m, og en 99 % sandsynlighed for at finde en symmetrisk forurening med diameter på 2 m.

Eksempler på prøvetagningstæthed for forskellige analysestrategier

I det følgende angives eksempler på prøvetagningstæthed for forskellige analysestrategier. For hver eksempel er opstillet en sammenligningspris baseret på oversigtspriser for analyser og feltarbejdet (1998 prisniveau).

EKSEMPEL 1:

Strategi for jord, som ønskes vurderet forureningsmæssigt, men som forventes at være rent (uforurenet).

En parcelhusgrund (875 m ²) undersøges for spredt overfladeforurening med olieftungmetaller				
Prøvetagningsfelt	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Have (meget følsom anvendelse) 25 x 18 m (700 m ²)	Anvendes ikke på et følsomt areal	17 punkter 68 jordprøver	(45-80 punkter kan anvendes)	Anvendes ikke på så stort et område
Byggefelt til parcelhus (ikke følsom)	2 punkter 8 jordprøver	(4-9 punkter kan anvendes)	Anvendes ikke på et ikke følsomt areal	Anvendes ikke på et ikke følsomt areal

Uegnet ved det pågældende eksempel

Kan anvendes. Antal punkter afhængig af krav til sikkerhed og detaljering.

Undersøgellesformål: Der skal vurderes, om et område på 875 m² kan anvendes uden sundhedsmæssig og miljømæssig risiko ved en fremtidig arealanvendelse som parcelhusgrunden.

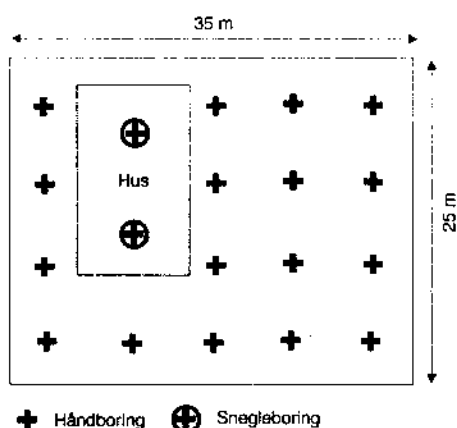
Historiske redegørelse: Intet kendskab til forurenede aktiviteter eller kilder. Der er dog foretaget terrænreguleringer i området for 40 - 50 år siden, og det forventes at den øverste 0,5 - 1 m jord består af fyld. Årsagen til undersøgelsen er, at området har været tilknyttet en industrivirksomhed i perioden, hvor der er foretaget terrænregulering.

Forureningsmodel:

Eventuel forurening forventes deponeret i fyldlaget, ellers som en overfladeforurening. "Sandsynlige" forureningskomponenter forventes at være olieprodukter inkl. tungolie og tungmetaller.

Strategi:

Området opdeles i to felter som følger:



Areal	25 x 18 m (700 m ²)
Forurening	Spredt overfladeforurening med olie og tungmetaller
Anvendelse	Meget følsom
Prøvetagning: Niveau 2	17 punkter til ca. 1 m 's dybde
Bore-/graveteknik	Håndbor til intakt lag, prøver 0,1, 0,25, 0,5 og 1,0 m u.t.
Antal af jordprøver	ca. 68 jordprøver
Feltobservation	Geologiske beskrivelser af fyldlag
Feltanalyser	PID/FID/Fluorimeter på alle jordprøver PAH testkit (1 + 5 mg/kg) på 12 prøver (evt. blandingsprøver af 3 delprøver). Fem sæt fra topjord (0,1 m) og syv sæt fra fyldlaget (0,25 - 0,5)
Laboratorieanalyser	EDXRF (Pb, Cu, Cr, Zn, As) på 15 prøver, 5 fra topjord (0,1 m) og 10 fra fyld (0,25 - 0,5). GC/FID-olieprodukter 2 prøver vælges på basis af feltanalyser og -observationer. GC/MS-SIM-PAH 1 prøve til kontrol af PAH-testkit. FAAS 1 prøve til kontrol af meste kritiske metal (bly?). Tørstofbestemmelse på de laboratorie-analyserede jordprøver.

Areal	Byggefelt til parcelhus 15 x 10 m (150 m ²)
Forurening	Spredt overflade forurening med olie og tungmetaller
Anvendelse	Ikke følsom (dog kontrol af flygtige forureninger og geoteknik)
Prøvetagning: Niveau 1	2 punkter til 2 - 3 m 's dybde
Bore-/graveteknik	snegl til 3 - 4 m prøver 0,25, 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5 og 3 m 's dybde
Antal af jordprøver	ca. 14 jordprøver
Feltobservation	Geologiske beskrivelser af fyldlag
Feltanalyser	PID/FID/Fluorimeter på alle jordprøver
Laboratorieanalyser	GC/FID olieprodukter på 1 prøve som vælges på basis af feltanalyser og -observationer. Tørstofbestemmelse på jordprøven.

Bemærkninger

Undersøgelse af et fyldlag kræver at der udtages en del prøver ned til det intakte lag, idet en evt. forurening vil være inhomogen fordelt. Flere prøver vil blive nødvendigt, hvis der er stærke indicier/mistanker til deponering af forurennet affald.

Sammenligningspris for analyseomkostninger: 40 kr./m²

EKSEMPEL 2:

Arealer eller punktkilder, som ønskes vurderet i forhold til grundvand og recipienter.

En muligt forurenet industrigrund (7500 m ²) undersøges for hotspots med olie og chlorerede opløsningsmidler				
Provetagningsfelt	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Område med olietank 8 x 8 (64 m ²)	Anvendes ikke til lokaliserings af kilder	(2-4 punkter kan anvendes)	5 punkter 50 jordprøver	Anvendes ikke på et ikke følsomt areal
Område med chlorerede opløsningsmidler 25 x 20 (500 m ²)	Anvendes ikke til lokaliserings af kilder	12 punkter 130 jordprøver	(28-33 punkter kan anvendes)	Anvendes ikke på et ikke følsomt areal
Område uden kilder, 90 x 76 (6900 m ²)	Anvendes ikke			

Uegnet ved det pågældende eksempel

Kan anvendes. Antal punkter afhængig af krav til sikkerhed og detaljering.

Undersøgelserformål:

Der skal vurderes, om en muligt forurenet industrigrund på 7500 m² udgør en risiko for grundvand og recipienter, og afværgetiltag overfor en eventuel jordforurening skal vurderes.

Historiske redegørelse:

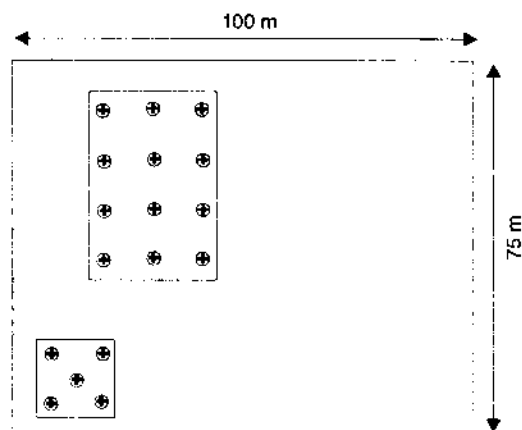
Der er 2 olietanke på grunden. Herudover er der kendskab til et område, hvor der har været anvendt chlorerede opløsningsmidler. Geologien består af sand ned til 15 m u.t. med indslag af moræneler. Grundvandsspejlet ligger i 10 m's dybde.

Forureningsmodel:

Eventuel forurening kan forventes i området, der har været anvendt til oplag af chlorerede opløsningsmidler. Olietanke er lokaliseret og derfor kan evt. forurening kontrolleres ved at placere et antal boringer (5) omkring kilden. Disse to typer forureningen kan forventes at spredes vertikalt mod grundvandet. "Sandsynlige" forureningskomponenter forventes at være fyringsolie og trichlorethylen.

Strategi:

Området opdeles i tre felter som følger:



⊗ Snegleboring/poreluftmålinger

Område med olietanke:

Areal:
Prøvetagning: Niveau 3
Forurening
Anvendelse

8 x 8 m (64 m²)
5 punkter til 4 - 5 m's dybde
Forureningen med fyringsolie i 1 - 5 m's dybde
Ikke følsom (supplement til grundvandsundersøgelser m.h.p. oprydning)

Bore-/graveteknik	5 Snegleboringer med foringsrør til 5 m (poreluftsondering kan overvejes til optimering af snegleboringer), prøver hver halve meter. Det anbefales, at den ene snegleboring bores til 12 - 13 m og filtersættes, med henblik på at vurdere evt. forurening af grundvandet.
Antal af jordprøver	ca. 50 jordprøver
Feltobservation	Geologiske beskrivelser af jordlag
Feltanalyser:	PID/FID/Fluorimeter på alle jordprøver
Laboratorieanalyser:	GC/FID -olieprodukter + tørstofbestemmelse ca. 1- 2 prøver

Område med chlorerede opløsningsmidler

Areal	25 x 16 m (400 m ²)
Forurening	Overfladespild med chlorerede opløsningsmidler som kan nedsive til grundvand og fortsætter i dybden. Chlorerede opløsningsmidler er tungere end vand.
Anvendelse	Ikke følsom (supplement til grundvandsundersøgelser m.h.p. oprydning)
Prøvetagning: Niveau 2	12-16 poreluftsonderinger til 1-5 m. Herefter placeres 6 snegleboringer til 4-5 m's dybde.
Bore-/graveteknik	Foret snegleboringer til 4 - 5 m. Prøver 0,25, 0,5 og hver halve meter
Antal af jordprøver	ca. 130 jordprøver
Feltobservation	Geologiske beskrivelser af jordlag
Feltanalyser:	PID/FID på alle jordprøver. Felt-GC til poreluftsonderinger
Laboratorieanalyser:	GC/ECD chlorerede opl. + tørstofbestemmelse ca. 2- 3 prøver

Områder uden kilder

Areal	90 x 78 m (7036 m ²)
Forurening	Ingen information om kilder
Anvendelse	Ikke følsom (supplement til grundvandsundersøgelser m.h.p. oprydning)
Prøvetagning:	Ingen prøvetagning.

Bemærkning:

Der skal yderligere foretages en grundvandsundersøgelse med flere boringer til grundvandet, idet en jordforureningsundersøgelse alene ikke med sikkerhed kan afklare, om der er sket forurening, som nedsiver til grundvandet. Undersøgelingsstrategien skal således omfatte både grundvand og jordforurening. Til kortlægning af en jordforurening med flygtige forbindelser som chlorerede opløsningsmidler, vil man altid anbefale en indledende poreluftsondering til at optimere placeringen af snegleboringer. Såfremt denne poreluftsondering ikke påviser forurening med chlorerede opløsningsmidler i jordlagene, bør det overvejes, om der er yderligere behov for jordundersøgelser. Yderligere undersøgelser bør derefter koncentreres med henblik på, at kortlægge en eventuel grundvandsforurening.

Sammenligningspris for analyseomkostninger inkl. hele område: 7 kr./m²

Sammenligningspris for analyseomkostninger for undersøgt område: 113 kr./m²

EKSEMPEL 3:

Arealer eller punktkilder, som ønskes vurderet i forhold til egnethed til specificeret anvendelse.

Et forurennet område (2500 m ²), der skal vurderes m.h.t. anvendelse til kontorbyggeri				
Prøvetagningsfelt	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Akkumulatoroplæg 5 x 5 (25 m ²)	Anvendes ikke, feltet er for lille	Anvendes ikke, feltet er for lille	(2-3 punkter kan anvendes)	4 punkter 24 jordprøver
Olieoplæg 5 x 5 (25 m ²)	Anvendes ikke, feltet er for lille	Anvendes ikke, feltet er for lille	(2-3 punkter kan anvendes)	4 punkter 28 jordprøver
Resterende område 40 x 50 (2000 m ²)	25 punkter 80 jordprøver	(25-125 punkter kan anvendes)	anvendes ikke på et ikke følsomt areal	anvendes ikke på et ikke følsomt areal

Uegnet ved det pågældende eksempel.

Kan anvendes. Antal punkter afhængig af krav til sikkerhed og detaljering.

Undersøgelingsformål:

Der skal vurderes om et forurennet område på 2500 m², anvendt af en produkthandelvirksomhed, kan anvendes uden sundhedsmæssig og miljømæssig risiko ved en fremtidig arealanvendelse som kontorbyggeri.

Historiske redegørelse:

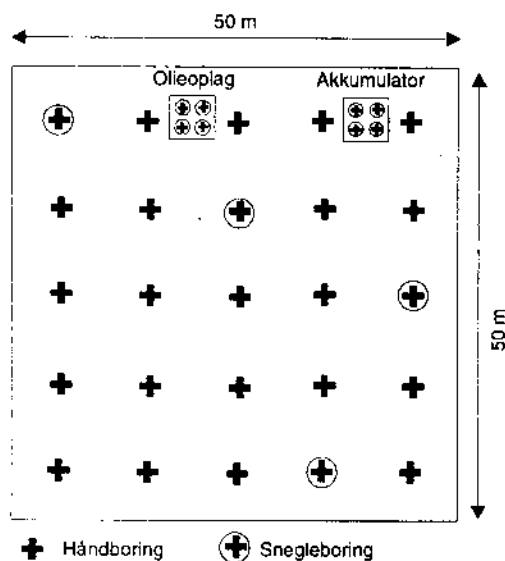
Der er kendskab til oplag af olieprodukter og akkumulatorer. Geologien består af moræneler ned til 10 m u.t.

Forureningsmodel:

Eventuel forurening kan forventes i områder, der har været benyttet til oplag af akkumulatorer eller olie. Herudover kan der forventes forurening fra olie og akkumulatorsyre over hele området som en overfladebelastning.

Strategi:

Området opdeles i tre felter som følger:



Akkumulator oplæg:

Areal

5 x 5 m (25 m²)

Forurening

Overfladespild med akkumulatorsyre, som vil medføre bly i topjord og eventuel i dybden. Svovlsyre vil evt. blive neutraliseret af kalk i jorden.

Anvendelse

Noget følsom (ved fremtidig anvendelse og under byggeprojekt ikke mindst ved evt. bortgravning af jord)

Prøvetagning: Niveau 4

4 punkter til 2 m's dybde

Bore-/graveteknik
 Udtagning af jordprøver
 Antal af jordprøver
 Feltobservation
 Feltanalyser:
 Laboratorieanalyser

Håndbor/snegl uden foring til 2 m
 0,1, 0,25, 0,5 og hver halve meter
 ca. 24 jordprøver
 Geologiske beskrivelser af jordlag
 PID/FID på alle jordprøver
 FAAS, Bly + tørstofbestemmelse på 8 prøver fra 0,1, 0,25 og 0,5 m
 Yderligere analyser af bly hvis bly konstateres.

Olie oplag:
 5 x 5 m (25 m²)
 Forurening
 Anvendelse
 Prøvetagning: Niveau 4
 Bore-/graveteknik
 Udtagning af jordprøver
 Antal af jordprøver
 Feltobservation
 Feltanalyser:
 Laboratorieanalyser

Overfladespild med motorolie.
 Noget følsom (ved fremtidig anvendelse og under byggeprojekt ikke mindste ved evt. bortgravning af jord)
 4 punkter til 3 m 's dybde
 Snegl uden foring til 3 m
 0,25, 0,5 og hver halve meter
 ca. 28 jordprøver
 Geologiske beskrivelser af fyldlag
 PID/FID/Fluorimeter på alle jordprøver
 PAH testkit (5 + 50 mg/kg) på 4 prøver fra 0,25 m.
 GC/FID olieprodukter, ca. 3 prøver som udvælges på basis af visuel og PID/FID/Fluorimeter udslag
 GC/MS-SIM-PAH 1 prøve til kontrol af PAH-testkit/Fluorimeter.
 Tørstofbestemmelse på alle laboratorieanalyser

Resterende område
 40 x 50 m (2000 m²)
 Forurening
 Anvendelse
 Prøvetagning: Niveau 1
 Bore-/graveteknik
 Udtagning af jordprøver
 Antal af jordprøver
 Feltobservation
 Feltanalyser
 Laboratorieanalyser

Overfladespild med motorolie eller akkumulatorsyre.
 Noget følsom (ved fremtidig anvendelse og under byggeprojekt ikke mindste ved evt. bortgravning af jord)
 25 punkter til 2 - 4 m 's dybde
 5 sneglboringer til 4 m, 20 håndbor til 1 m.
 0,25, 0,5, hver halve meter
 ca. 80 jordprøver
 Geologiske beskrivelser af jordlag
 PID/FID/Fluorimeter på alle jordprøver
 PAH testkit (5 + 50 mg/kg) på 8 blandingsprøver (af 3 delprøver) fra 0,25 m.
 GC/FID- olieprodukter ca. 5 prøver udvalgt på basis af PID/FID/Fluorimeter udslag
 FAAS-Bly ca. 5 blandingsprøver (af 3 delprøver) fra 0,25 m.
 GC/MS-SIM-PAH 1 blandingsprøve til kontrol af PAH-testkit/Fluorimeter.
 Tørstofbestemmelse på alle prøver til laboratorieanalyse.

Bemærkning:

I området med olieoplag bør der yderligere foretages en grundvandsundersøgelse med boringer til grundvandet, idet en jordforureningsundersøgelse alene ikke med sikkerhed kan afklare, om der er sket forurening, som nedsiver til grundvandet. Undersøgelingsstrategien skal således omfatte både grundvand og jordforurening. Såfremt der som feltmetode benyttes Fluorimeter med "PAH-filter", og der ikke findes indikationer for indhold af PAH'er, kan behovet for videre analyser for PAH'er reduceres til GC/MS-SIM-PAH til kontrol af Fluorimeter. Dette vil reducere nedenstående sammenligningspris med ca. 2 kr/m².

Sammenligningspris for analyseomkostninger: 30 kr./m²

EKSEMPEL 4:

Arealer eller punktkilder, som ønskes kategoriseret i forhold til definerede acceptkriterier.

Vurdering af restforurening i bunden af en udgravning (60 m ²) efter fjernelse af benzinfurening				
Prøvetagningsfelt	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Bunden 12 x 12 x 8 (60 m ²)	Anvendes ikke til dokumentation af uforurenet tilstand	Anvendes ikke til dokumentation af uforurenet tilstand	8 punkter 8 jordprøver	Anvendes ikke på et ikke følsomt areal
Gravefronter 12 x 12 x 8 x 1,5 (60 m ²)	Anvendes ikke til dokumentation af uforurenet tilstand	Anvendes ikke til dokumentation af uforurenet tilstand	8 punkter 8 jordprøver	Anvendes ikke på et ikke følsomt areal

Uegnet ved det pågældende eksempel

Kan anvendes. Antal punkter afhængig af krav til sikkerhed og detaljering.

Undersøgelserformål:

Der skal vurderes om en eventuel restforurening i bunden af en udgravning efter oprydning af en benzinfurening overholder acceptkriterier. Området skal ikke registreres efter oprydning.

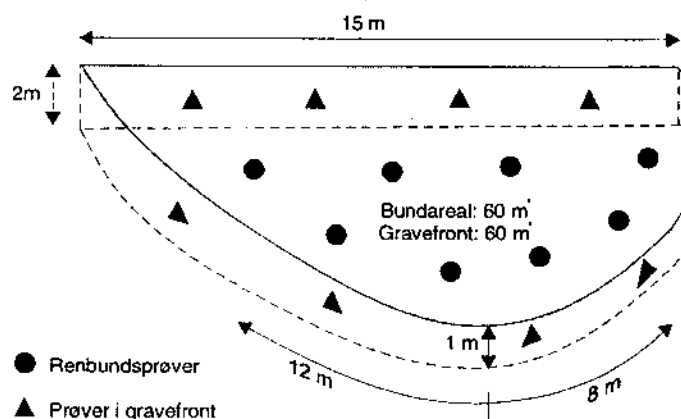
Historiske redegørelse:

En tidligere tankstation. Den tidligere undersøgelse har identificeret og afgrænset en benzinfurening, som er bort gravet under nærværende afværgeprojekt. Geologien består af moræneler ned til 10 m u.t.

Forureningsmodel:

Eventuel overset benzinfurening kan være tilstede i bunden eller i gravefronter.

Strategi: Området opdeles i to felter som følger:



Areal

Forurening

Anvendelse

Prøvetagning: Niveau 4

Udtagning af jordprøver

Antal af jordprøver

Feltobservation

Feltanalyser:

Laboratorieanalyse

Bunden af udgravning

15 m x 12 m x 8 m (60 m²)

Restforurening med benzin.

Følsom (grunden skal være uforurenet efter oprydning)

6 - 10 punkter i 0,1 - 0,2 m's dybde udvælges på basis af feltanalyser.

Intakt jordprøvetager 0,1 - 0,2 m ned i intakt jordlag

6 - 10 jordprøver

Geologiske beskrivelser af jordlag

PID/FID/Fluorimeter på alle jordprøver

GC/FID- olieprodukter- kvantificering af BTEX + tørstofbestemmelse på 1-2 af de mest forurenede prøver

Areal	Gravefronter 15 m x 12 m x 8 m x 1,5 m (60 m ²)
Forurening	Restforurening med benzin.
Anvendelse	Følsom (grunden skal være uforurenet efter oprydning)
Prøvetagning: Niveau 4	6 - 10 punkter i 0,1 - 0,2 m's dybde langs gravefronten på basis af feltanalyser.
Udtagning af jordprøver	Intakt jordprøvetager 0,1 - 0,2 m ned i intakt jordlag
Antal af jordprøver	6 - 10 jordprøver
Feltobservation	Geologiske beskrivelser af jordlag
Feltanalyser:	PID/FID/Fluorimeter på alle jordprøver
Laboratorieanalyse	GC/FID- olieprodukter- kvantificering af BTEX + tørstofbestemmelse på ca. 4 af de mest forurenede prøver

Bemærkning:

Såfremt der ved den indledende forureningsundersøgelse alene er fundet benzin/olie i de analyserede jordprøver, og der i kortlægningen af bund og gravefronter og screeningen af de udtagne jordprøver ikke er fundet indikationer for indhold af olie-/benzinkomponenter, kan antallet af laboratorieanalyser reduceres til 1, der skal dokumentere feltanalyserne. Dette vil reducere nedenstående sammenligningspris med ca. 35 kr./m².

Sammenligningspris til analyseomkostninger: 155 kr./m²

EKSEMPEL 5a:

Arealer eller punktkilder, som ønskes kategoriseret i forhold til definerede acceptkriterier.

Vurdering af et område (400 m ²) belastet af en luftbåren blyforurening				
Prøvetagningsfelt	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Område 20 x 20 (400 m ²)	4 punkter 8 jordprøver	(10-25 punkter kan anvendes)	Anvendes ikke på så stort et område	Anvendes ikke på så stort et område

Uegnet ved det pågældende eksempel

Kan anvendes. Antal punkter afhængig af krav til sikkerhed og detaljering.

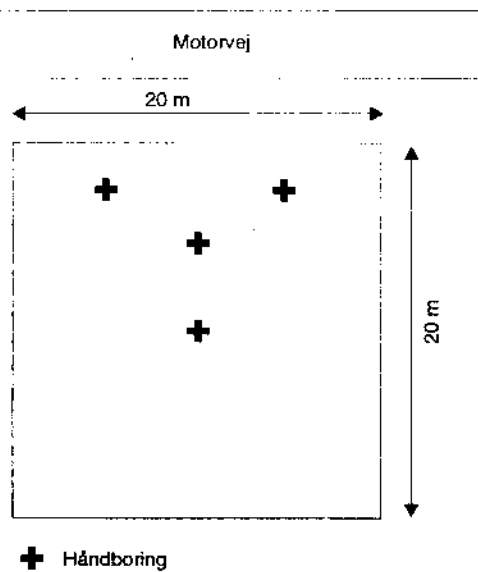
Undersøelsesformål: Det skal vurderes, om et areal er belastet med en luftbåren forurening med bly forårsaget af en nærliggende motorvej.

Historiske redegørelse: Området har ingen historik vedrørende forurenede aktiviteter.

Forureningsmodel: Der kan forventes en luftbåren belastning med bly i topjod.

Strategi:

Området betragtes som et felt:



Areal
Forurening
Anvendelse
Prøvetagning: Niveau 1
Udtagning af jordprøver
Antal af jordprøver
Feltobservation
Laboratorieanalyse

Hele området
20 m x 20 m (400 m²)
Luftbåren belastning i topjord med bly.
Meget følsom (boliggrund)
4 punkter i 0,05 - 0,2 m 's dybde
Intakt jordprøvetager 0,05 - 0,2 m ned i intakt jordlag
8 jordprøver
Geologiske beskrivelser af jordlag
FAAS-bly + tørstofbestemmelse på ca. 8 prøver

Sammenligningspris til analyseomkostninger uden PAH'er: 13 kr./m²

PAH-belastning
Ved udvidelse af undersøgelsen til en vurdering af PAH belastning ved hjælp af Fluorimeter med PAH-filter samt 1 laboratorieanalyse vil prisen stige med 2.500 kr.

Sammenligningspris til analyseomkostninger inkl. PAH: 19 kr./m²

EKSEMPEL 5b:
Arealer eller punktkilder, som ønskes kategoriseret i forhold til definerede acceptkriterier.

Vurdering af et område (400 m ²) belastet af en luftbåren blyforurening				
Prøvetagningsfelt	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Område 1 km x 40 m	Anvendes ikke på så stort et område	Anvendes ikke på så stort et område	Anvendes ikke på så stort et område	Anvendes ikke på så stort et område

Uegnet ved det pågældende eksempel

Kan anvendes. Antal punkter afhængig af krav til sikkerhed og detaljering.

Undersøelsesformål:

Det skal vurderes, om et område på en 1 km 's strækning langs motorvejen er belastet med en luftbåren forurening med bly (PAH'er).

Historiske redegørelse:

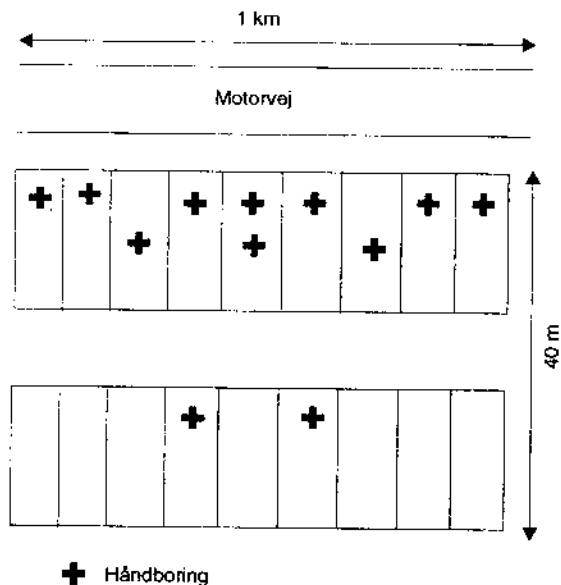
Området har ingen historik vedrørende forurenede aktiviteter.

Forureningsmodel:

Der kan forventes en luftbåren belastning med bly og evt. PAH i topjord.

Strategi:

Området med flere matrikler betragtes som et felt:



Areal
Forurening
Anvendelse
Prøvetagning:
Udtagning af jordprøver
Antal af jordprøver
Feltobservation
Laboratorieanalyse

Hele område

1 km x 40 m (40.000 m²)
Diffuse belastning i topjord med bly.
Meget følsom (boliggrund)
12 punkter i 0,05 - 0,2 m 's dybde
Intakt jordprøvetager 0,05 - 0,2 m ned i intakt jordlag
24 jordprøver
Geologiske beskrivelser af jordlag
FAAS-bly på ca. 24 prøver

Sammenligningspris til analyseomkostninger uden PAH'er: 25 øre/m²

PAH-belastning

Ved udvidelse af undersøgelsen til en vurdering af PAH belastning ved hjælp af måling med Fluorimeter med PAH-filter på ca. 24 jordprøver samt 1 laboratorieanalyse vil prisen stige med 4.000 kr.

Sammenligningspris til analyseomkostninger inkl. PAH: 35 øre/m²

Eksempel 6:
Jord, som skal opgraves og ønskes kategoriseret i forhold til definerede acceptkriterier.

Vurdering af, om anlægsjord (540 tons), der skal opgraves, må deponeres som fyldjord				
Prøvetagningsfelt	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Område 15 x 20 x 1 (300 m ² / 540 tons)	Anvendes ikke til dokumentation af forureningsforhold	(8-19 punkter kan anvendes)	20 punkter 60 jordprøver	Anvendes ikke på så stort et område

Uegnet ved det pågældende eksempel

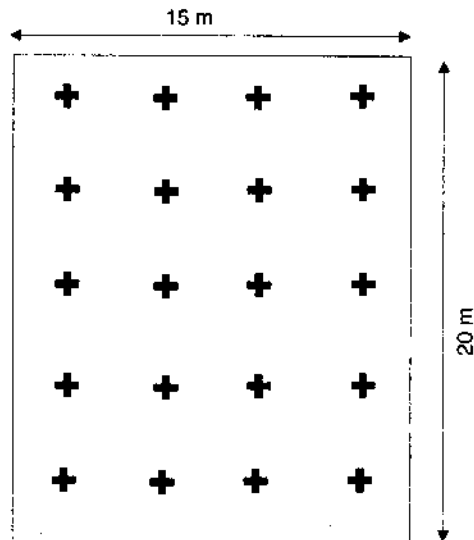
Kan anvendes. Antal punkter afhængig af krav til sikkerhed og detaljering.

Undersøgelsesformål: Der skal vurderes, om jord som skal opgraves i forbindelse med et anlægsprojekt, må genanvendes eller deponeres som fyldjord. Der skal opgraves fra et område (15 x 20 x 1 m) svarende til 540 tons.

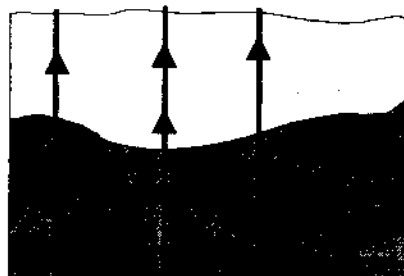
Historiske redegørelse: Der er ingen kendskab til forureningskilder. Der forventes at jorden i den øverste 0,5 - 1 m består af fyldjord.

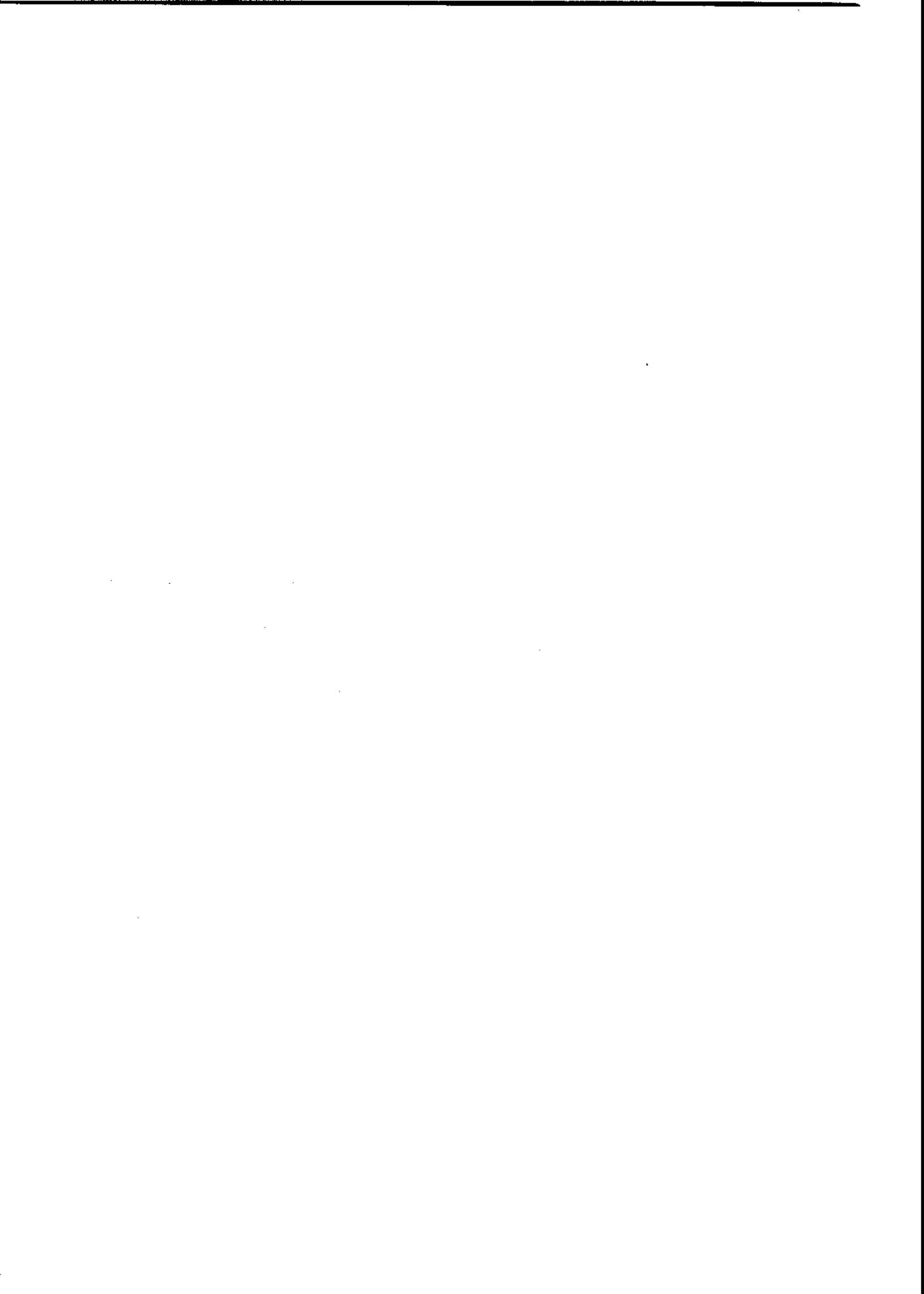
Forureningsmodel: Evt. forurening kan forventes i fyldjord. "Sandsynlige" forureningskomponenter kan være olie, PAH og tungmetaller. Det intakte jordlag forventes at være uforurenede.

Strategi: Området opdeles vertikalt i to felter: fyldjord og intaktjord



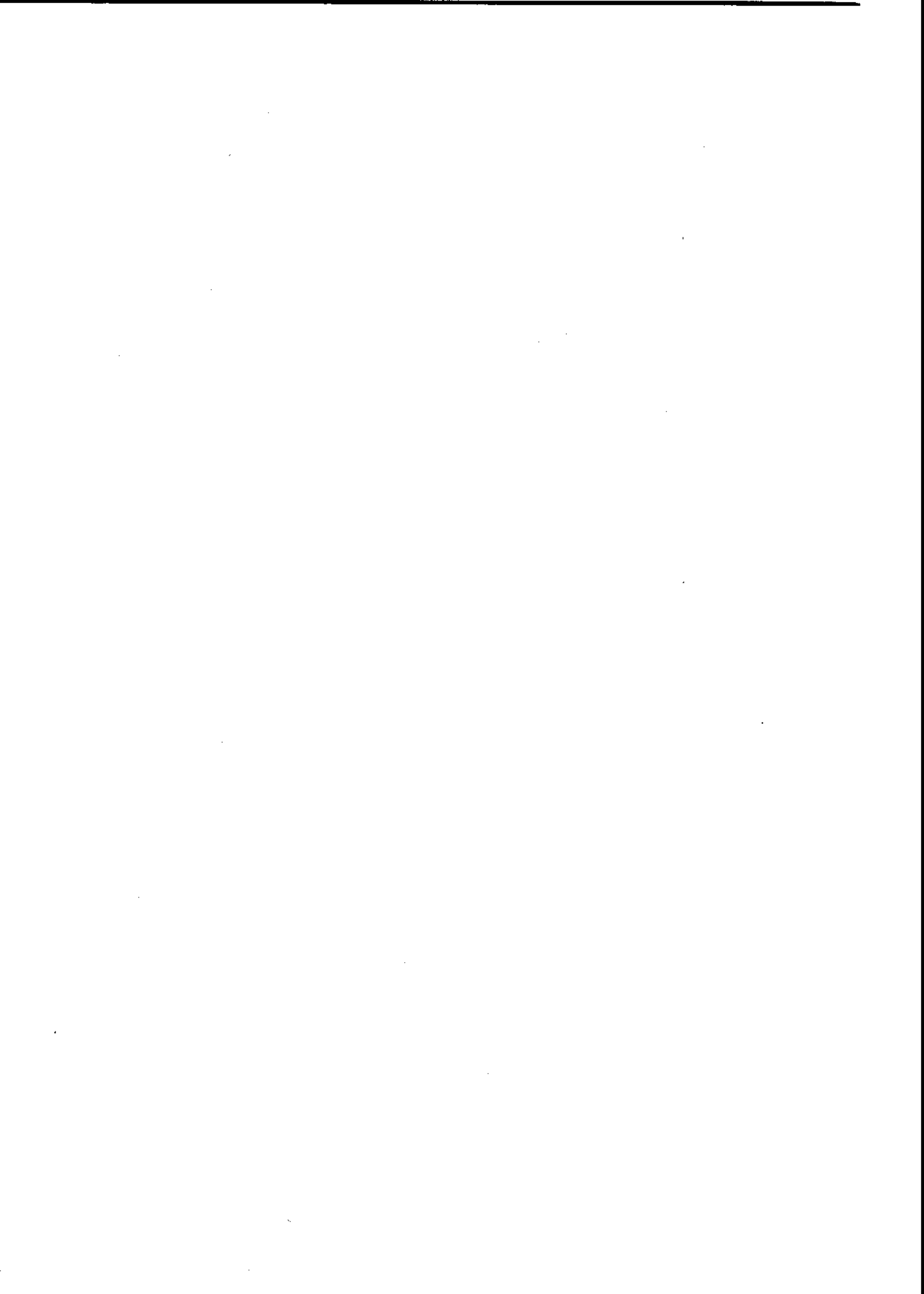
+ Håndboring
 ▲ Prøve til analyse





Analysemetoder

- 2.1 SPORELEMENTER
- 2.2 CYANIDER
- 2.3 DETERGENTER, ANIONISKE
- 2.4 OLIEPRODUKTER + STYREN
- 2.5 CHLOREREDE OPLØSNINGSMIDLER
- 2.6 VANDBLANDBARE OPLØSNINGSMIDLER
- 2.7 PHENOLER inkl. CHLOR- OG NITROPHENOLER
- 2.8 PHTHALATER + DDT
- 2.9 PAH (Polycycliske aromatiske hydrocarboner)



2.1

ORIENTERING - SPORELEMENTER

Analysemetoder for sporelementer omfatter metoder for arsen (As), bly (Pb), cadmium (Cd), chrom (Cr), kobber (Cu), kviksølv (Hg), molybdæn (Mo), nikkel (Ni), og zink (Zn).

KRITISKE KONCENTRATIONER - SPORELEMENTER

	Baggrund ¹	Jordkvalitetskriterie		Forekomst og fordeling i jord ^{1,5}
		Toksikologisk ¹	Økotoxikologisk ^{2,3}	
mg/kg TS				
ARSEN	2-6	20	2	Jordforureninger kan være forårsaget af træimpregneringsmidler, forbrændingsrester, affald fra gammel medicinproduktion og glasforarbejdning. Arsen (III) under anaerobe forhold er mere mobile end arsen (V). Arsen (V) får dog øget mobilitet under sur og basisk forhold.
BLY Landbrug indre by Københavns-kommune	10-40 100-500 110	40	30	Jordforureninger kan være forårsaget af organiske blyadditiver fra benzin, af uorganisk bly fra akkumulatører, pigmenter og husholdningsaffald. Bly er ofte den mest kritiske forureningskomponent, men optræder sjældent alene. Bly er kun mobil ved lavt pH, f.eks. fra akkumulatorvæske.
CADMIUM	0,03-0,5	0,5	0,3	Jordforureninger kan være forårsaget af pigmenter, industrier med antikorrosionsprocesser, elektro galvanisering og fremstilling af batterier og elektroniske komponenter. Cadmium er mest mobil ved lavt pH.
CHROM Chrom total Chrom (VI) Chrom (III)	1,3-23	500 20 -	2 50	Chrom findes overalt i naturen, mest som chrom(III). Chrom(VI) skyldes oftest menneskeskabte forureninger, f.eks. træimpregneringsmidler, garverier, forchromningsanstalter, malinger og forbrændingsrester. Chrom (VI) under aerobe forhold er mere mobil end chrom (III).
KOBBER	13	500	30	Jordforureninger kan være forårsaget af træimpregneringsmidler, forbrænding af ledninger, sprøjtemidler, tagbelægninger og vandledninger.
KVIKSØLV	0,04-0,12	1	0,1	Metallisk kviksølv blev tidligere anvendt i termometre og barometre. Anvendes i dag i reduceret omfang til visse typer elektriske kontakter og til dentale amalgamfyldninger. Kviksølvsalte anvendes i elektrolytiske processer, på laboratorier, som fungicider (korn bejdsning) og i maling. Metallisk kviksølv kan fordampe. Kviksølv er meget lidt mobil i jord. Under anaerobe forhold kan kviksølvforbindelser omdannes til mere mobile methylerede forbindelser.
MOLYBDÆN	0,1	5		Molybdæn findes i betydelige mængder i flyveaske fra kraftvarmeværker, i slam, som katalysator inden for kemiske industri, i reagenser og pigmenter. Molybdæn kan være til stede i form af let vandopløselige salte, hvilke er mobile.
NIKKEL	0,1 - 50	30	10	Jordforureninger kan være forårsaget af overfladebehandling, akkumulatører, elektroniske komponenter og diffus belastning ved afbrænding af olie. Mobiliteten af nikkel falder ved højt pH.
ZINK	10-300	500	100	Jordforureninger kan være forårsaget af husholdningsaffald, pigmenter og overfladebehandling af metaller. Under anaerobe forhold er mobiliteten af zink stærkt begrænset og under aerobe forhold vil mobiliteten af zinksalte falde ved højt pH.

PRØVETAGNING - SPORELEMENTER

Prøvetagningsudstyr	Udstyret skal være rengjort, ske af PP/PE eller rørprøvetager er en fordel; men ikke et krav. PVC og polystyren må ikke anvendes ⁹
Prøveemballage	PE eller Riisan poser, glasemballage ⁷ , dog kun glas ved kviksølv.
Transport og opbevaring af prøver	Ingen specielle betingelser.
Holdbarhed	Ubegrænset, dog max. 14 dage for kviksølv
Udtagning af delprøver	Der skal udtages den mængde jord, som er nødvendig for analyse af stoffet og for en eventuel tørstofbestemmelse. Delprøven skal være repræsentativ for prøven. Indholdet i prøven løsnes og fordeles jævnt ved bearbejdning af posen eller ved omrøring i glasset. Jord udtages mindst 10 forskellige steder i pose eller glas og blandes til en delprøve. En mere repræsentativ jordprøve kan fremstilles ved tørring ved 40 ° C, knusning, sortering med en 2 mm si, og homogenisering af en større jordmængde. Disse former for forbehandling skal kun anvendes, hvis det er nødvendigt og passende i forhold til prøvetagningsstrategien. Sten større end 5 - 10 mm eller andre ikke jordbestanddele som metal- eller plantedele fjernes, men noteres i analysereport. Hvis mere end 10% af prøven skønnes at bestå af sten, skal mængden afvejes og opgives. Slagge eller anden forurening som tjære eller asfaltklumper fjernes ikke.

ANALYSEMETODER - SPORELEMENTER

Feltteknik	EDXRF (Energidispersiv røntgenfluorescens spektrometri)
Screeningsteknik	EDXRF (Energidispersiv røntgenfluorescens spektrometri) Oplukning efter DC 259: 1982 og analyse ved ICP (Induktiv-koblet-plasma-atomemissionsspektrometri)
Specifik teknik	Oplukning efter DC 259: 1982 og analyse ved AAS (Atomadsorption) eller ICP

Disse metoder er nærmere beskrevet i de følgende skemaer:

FELTTEKNIK, EDXRF - SPORELEMENTER

(Energidispersiv røntgenfluorescens spektrometri)^{8,9,10}

Anvendelsesområde	Felt EDXRF er en metode, som anvendes til at få en orientering om, hvorvidt jorden er forurenet med almindeligt forekommende metaller og hvor stor en variation, der kan forventes over undersøgelsesområdet.					
Princip	Overfladen af jordprøven beskydes med røntgenstråler fra en svag radioaktiv kilde og intensiteten af røntgenemissionsspektret måles med et spektrometer, som viser de karakteristiske toppe fra grundstoffer i prøven. Princippet er det samme som for EDXRF-screeningsmetoden, men laboratoriestyr vil normalt være af bedre kvalitet og der opnås derfor lavere detektionsgrænser end feltudstyr.					
Forbehandling	Målinger foretages ofte uden forbehandling af jordprøven. Tørring og homogenisering til mindre end 0,1 mm kan give et mere repræsentativt resultat for den udtagne jordprøve, men vanskeliggør feltteknikken.					
Analyse	Der anvendes mobilt udstyr. Analysen udføres på en mindre jordmængde, som overføres til en målekop. Ved analysen måles sporelementindholdet på jordoverfladen og metoden er derfor følsom overfor inhomogen forurening i jorden.					
Beregning af resultater	Resultatet kan beregnes ud fra fundamentale parametre (back-scatter metoder) eller i henhold til en kalibrering med en referencjord indeholdende kendte mængder sporelementer.					
Kalibrering	Intensiteten af emissionen påvirkes af koncentrationen af andre elementer i prøven. Derfor skal ældre feltudstyr kalibreres med flere referencjordprøver. For nyere udstyr anvendes matematiske metoder (back-scatter metoder) til håndtering af matrix effekter. Udstyret skal kontrolleres med certificeret jord med kendt indhold af sporelementer.					
Detektionsgrænser	Detektionsgrænser er afhængige af måleudstyr og kalibreringsmetoder (back-scatter metoder, kalibrering med referencjord) ¹¹ .					
	Arsen	0 - 25 mg/kg	Chrom	70 - 160 mg/kg	Molybdæn	~ 50 mg/kg
	Bly	10 - 30 mg/kg	Kobber	15 - 50 mg/kg	Nikkel	20 - 80 mg/kg
	Cadmium	~ 30 mg/kg	Kviksølv	~ 30 mg/kg	Zink	15 - 80 mg/kg
Interferens	Høje indhold af sporelementer kan interferere med hinanden, f.eks. kan arsen påvirke bly, og kobber påvirke zink osv.					
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg, men kan omregnes til mg/kg TS, hvis tørstofindholdet af en delprøve er kendt. Ved et typisk tørstofindhold på 5 - 30% vil koncentrationerne i mg/kg TS være ca. 5 - 40% højere end i mg/kg våd vægt.					
Bemærkninger	Metoden måler totalindhold inklusiv indholdet i mineraler på prøvens overflade. For inhomogene forureningsfordelinger, som typisk findes i lossepladsfyld, vil der ofte opstå relativt stor forskel mellem forskellige delprøver. Ved kontrolmålinger med andre teknikker vil der ligeledes opstå forskel i resultaterne pga. inhomogeniteten. Fordelen ved metoden er, at flere metaller kan måles samtidigt. Detektionsgrænsen for Hg, Mo og Cd er for høj, hvorfor disse metaller kun konstateres ved massive forureninger.					

SCREENINGSTEKNIK, EDXRF - SPORELEMENTER (Energidispersiv røntgen fluorescens spektrometri)

Anvendelsesområde	Laboratorie-EDXRF kan bruges til at analysere prøver for indholdet af de fleste sporelementer samtidigt.																		
Princip	Teknikken udføres på faste prøver og måler indholdet af sporelement i prøven inklusiv jordens mineraler. Overfladen af jordprøven beskydes med røntgenstråler fra en svag radioaktiv kilde. Disse stråler exciterer grundstofferne i en jordprøve, som herefter selv udsender "sekundære" røntgenstråler (fluorescens) med en for de enkelte grundstoffer karakteristisk energi. Intensiteten af røntgenemissionsspektret måles med et spektrometer, som viser de karakteristiske toppe fra grundstoffer i prøven ^{10,11} .																		
Forbehandling	Målinger foretages ofte uden forbehandling af jordprøven. Tørring og homogenisering til mindre end 0,1 mm kan give et mere repræsentativt resultat for den udtagne jordprøve, men er tidskrævende og ofte uden betydning i forhold til den usikkerhed, som er tilknyttet resultatet på grund af inhomogenitet i prøvetagningsfeltet.																		
Analyse	Der anvendes laboratorieudstyr. Analysen måler sporelementindholdet på jordoverfladen og er derfor følsom overfor inhomogen fordeling i jorden ved gentagne målinger på en jordprøve.																		
Beregning af resultater	Resultatet kan beregnes ud fra fundamentale parametre (back-scatter metoder) eller i henhold til en kalibrering med jordprøver med kendt indhold af sporelementer.																		
Kalibrering	Intensiteten af emissionen påvirkes af koncentrationen af andre elementer i prøven og derfor anvendes matematiske metoder (back-scatter metoder) til at håndtere matrix effekter ¹ . Kalibrering skal kontrolleres med certificeret jord.																		
Detektionsgrænser	Detektionsgrænser er afhængige af prøvematerialet, måleudstyr og kalibreringsmetoder ^{10,11} . <table border="1" style="margin-left: 20px;"> <tr> <td>Arsen</td> <td>10 mg/kg</td> <td>Chrom</td> <td>10 mg/kg</td> <td>Molybdæn</td> <td>~ 50 mg/kg</td> </tr> <tr> <td>Bly</td> <td>5 mg/kg</td> <td>Kobber</td> <td>5 mg/kg</td> <td>Nikkel</td> <td>5 mg/kg</td> </tr> <tr> <td>Cadmium</td> <td>~ 30 mg/kg</td> <td>Kviksølv</td> <td>~ 30 mg/kg</td> <td>Zink</td> <td>5 mg/kg</td> </tr> </table>	Arsen	10 mg/kg	Chrom	10 mg/kg	Molybdæn	~ 50 mg/kg	Bly	5 mg/kg	Kobber	5 mg/kg	Nikkel	5 mg/kg	Cadmium	~ 30 mg/kg	Kviksølv	~ 30 mg/kg	Zink	5 mg/kg
Arsen	10 mg/kg	Chrom	10 mg/kg	Molybdæn	~ 50 mg/kg														
Bly	5 mg/kg	Kobber	5 mg/kg	Nikkel	5 mg/kg														
Cadmium	~ 30 mg/kg	Kviksølv	~ 30 mg/kg	Zink	5 mg/kg														
Interferens	Høje indhold af metaller kan interferere med hinanden, f.eks. kan arsen påvirke bly, kobber påvirke zink osv.																		
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg eller mg/kg TS, hvis tørstofindholdet er bestemt. Ved et typisk tørstofindhold på 5 - 30% vil koncentrationerne i mg/kg TS være ca. 5 - 40 % højere end i mg/kg våd vægt.																		
Bemærkninger	Metoden måler totalindholdet inklusiv indholdet i mineraler på prøvens overflade. For inhomogene forureningsfordelinger, som typisk findes i lossepladsfyld, vil der ofte opstå relativ stor forskel mellem delprøver og ved kontrolmålinger med andre teknikker. Flere sporelementer kan måles samtidigt. Detektionsgrænsen for Hg, Mo og Cd er for høj, hvorfor disse metaller kun konstateres ved massive forureninger. P, S, Cl og bromid kan også måles.																		

SCREENINGSTEKNIK/KVANTITATIV TEKNIK, ICP SPORELEMENTER (Induktiv-koblet-plasma-atomemissionsspektrometri)

Anvendelsesområde	ICP-analyser kan anvendes til at screene, om jordprøver indeholder en række på forhånd udvalgte sporelementer.
Princip	Teknikken udføres på et væskeekstrakt, som forstøves i plasmaen (gas; argon), hvor en del af atomerne eller molekylerne er ioniserede. I plasmaen er temperaturen 5000 - 6000 °C og de fleste grundstoffer vil under disse betingelser exciteres med efterfølgende emission af lys, karakteristisk for det enkelte grundstof. Intensiteten af det udsendte lys registreres af et spektrometer, og grundstoffets koncentration i prøveopløsningen kan beregnes i henhold til en kendt standard. Ved ICP-MS foretages kvantificering af sporelementer ved massespektrometri.
Forbehandling	Ekstraktion udføres i henhold til Dansk Standard DS 259: 1982, se kvantitativ metode AAS.
Analyse	Ekstraktet måles ved analyse ved ICP-AES med de anbefalede bølglængder for de udvalgte metaller. Der kan anvendes seriefortynding og standard-additionsteknik til undersøgelse og afhjælpning af interferenseffekt. Anvendelse af højt opløselig optik og ultrasonisk nebulizer giver lavere detektionsgrænser. Som intern standard kan anvendes scandium eller yttrium. Ved anvendelse af ICP-MS opnås den laveste detektionsgrænse.
Beregning af resultater	Resultatet beregnes i forhold til standard opløsninger. Der skal anvendes baggrundskorrektion.
Kalibrering	Målinger skal kontrolleres ved ekstraktion af certificeret jord med kendt indhold af bly.

Detektionsgrænser	Detektionsgrænsen ved ekstraktion efter DS 259: 1982.					
	Arsen	2 - 5 mg/kg	Chrom	0,5 mg/kg	Molybdæn	0,5 mg/kg
	Bly	1 - 5 mg/kg	Kobber	0,5 mg/kg	Nikkel	0,5 mg/kg
	Cadmium	0,1 - 0,4 g/kg	Kviksølv	5 mg/kg	Zink	0,5 mg/kg
Interferens	Aluminium kan interferere ved bestemmelse af bly ved ICP-AES. Ved anvendelse af ICP-MS skal der tages højde for en del interferenser, der kan forekomme afhængigt af udstyr.					
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Såfremt analysen ikke er udført på tørret prøve, skal der udføres tørstofbestemmelse på en særskilt jordprøve i henhold til DS204, med den modifikation, at der udtages 10-20 g prøve.					
Bemærkninger	ICP-AES er meget velegnet til screening af jordprøver for sporelementer og kan anvendes til kvantificering af flere elementer. ICP-MS er normalt en dyrere analyse at udføre, men detektionsgrænserne er for de fleste elementer lavere end ICP-AES. Det er et krav, at detektionsgrænsen for kvantificering skal være 1/10 af acceptkriteriet.					

KVANTITATIV TEKNIK, ATOMABSORPTION AAS - SPORELEMENTER

Anvendelsesområde	Flamme, grafit og coldvapour AAS anvendes til analyse af indholdet af et udvalgte sporelementer i jordprøver afhængig af koncentrationen og element. Kviksølv bestemmes ved coldvapour AAS. For øvrige elementer opnås en lavere detektionsgrænse ved grafitovn teknik end ved anvendelse af flamme AAS. Flamme AAS kan med fordel anvendes til at screene et større antal ekstrakter for udvælgelse af enkeltprøver til analyse i de tilfælde hvor det kun drejer sig om enkelte interessante elementer. Der kan blot screenes et element af gangen.					
Princip	Teknikken udføres på et væskeekstrakt, som førstevæs, indsprøjtes i en flamme eller et grafitrør, hvor prøven atomiseres. Når de frigjorte atomer af et givet grundstof passerer lysstrålen, udsendt fra lampen, absorberes lys af en karakteristisk bølgelængde. Den absorberede lysmængde registreres af spektrofotometret, og grundstoffets koncentration i prøveopløsningen kan beregnes i henhold til en kendt standard.					
Forbehandling	Ekstraktion udføres i henhold til Dansk Standard DS 259: 1982. Måling foretages efter destruktion af ca. 1-2 g prøve med 20 ml halvkonzentreret salpetersyre ved opvarmning i en autoklave til 200 kPa (120°C) i 30 minutter. Hvis prøven har et højt organisk indhold, kan det tilrådes at lade prøven stå med syre i den lukkede destruktionsbeholder nogle timer eller natten over før opvarmning. Destruktionsresten filtreres, fortyndes med vand og analyseres. Ved denne metode er det ikke muligt at analysere for Chrom(VI). En analysemetode til bestemmelse af Cr(VI) i jord er under udvikling.					
Analyse	Analysen foretages ved flamme, grafitovn eller coldvapour AAS ved de anbefalede bølgelængder for de udvalgte metaller. Der skal anvendes en metode hvis detektionsgrænse for analyse af opukkede prøver er maksimalt 1/10 af acceptkriteriet. For kviksølv skal anvendes AAS med coldvapour teknik.					
Beregning af resultater	Resultatet beregnes i henhold til en kalibrering med standardopløsninger.					
Kalibrering	Der kalibreres med standardopløsninger. Der skal udføres genfindingsforsøg med certificeret jord.					
Detektionsgrænser	Detektionsgrænsen er ved anvendelse af flammeteknik efter ekstraktion i henhold til DS 259. Ved grafitovnsteknikker er detektionsgrænsen en faktor 10 til 40 mindre (se tallene i parentes). For kviksølv skal anvendes coldvapour AAS.					
	Arsen	10 (0,1) mg/kg	Chrom	1 (0,03) mg/kg	Molybdæn	10 (0,05) mg/kg
	Bly	1 (0,05) mg/kg	Kobber	0,5 (0,05) mg/kg	Nikkel	1 (0,1) mg/kg
	Cadmium	0,4 (0,01) mg/kg	Kviksølv	0,02 mg/kg	Zink	0,5 mg/kg
Interferens						
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Såfremt analysen ikke er udført på tørret prøve, skal der udføres tørstofbestemmelse på en særskilt jordprøve i henhold til DS204, med den modifikation, at der udtages ca. 20 g prøve.					
Bemærkninger	Det er et krav, at detektionsgrænsen er 1/10 af acceptkriteriet, d.v.s. at en række sporelementer kan analyseres med flammeteknikker, undtagen arsen, cadmium, kviksølv, molybdæn og nikkel. Lavere detektionsgrænser kan opnås ved måling med atomabsorptionsspektrometri med grafitovnsteknik. Se i øvrigt /6/. Ved flamme AAS opnås samme resultat med nogenlunde samme detektionsgrænser som ved ICP-teknikker. Flamme AAS er mere økonomisk, hvis der kun skal måles for et eller to sporelementer.					

REFERENCER - SPORELEMENTER

- 1 Toksikologiske kvalitetskriterier for jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12, 1995.
- 2 Økotoxikologiske jordkvalitetskriterier. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 13, 1995.
- 3 Soil Quality Criteria for Selected Compounds. Arbejdsrapport fra Miljøstyrelsen. Nr. 13, 1995.
- 4 Miljøstyrelsens bekendtgørelse nr. 823 af 16. september 1996 om anvendelse af affaldsprodukter til jordbrugsformål.
- 5 Kemiske stoffers opførelse i jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 20, 1996.
- 6 Nordic guideline for chemical analysis of contaminated soil samples. Draft report. Sintef, Oslo. November 1995.
- 7 Jordprøvetagning på forurenede grunde - Strategier, metoder og håndtering. Lossepladsprojektet. Udredningsrapport U8. April 1991.
- 8 Feltmetoder til forurenede jord. Projekt om jord og grundvand fra miljøstyrelsen. Nr. 18, 1995.
- 9 Metalmålinger i felten - fordele og begrænsninger. Hedehus, P. Vestergaard, C. ATV-møde. Vintermøde om grundvandsforurening, 8.-9. marts 1994.
- 10 Metalanalyse i felten. Kirkegaard, C., Vendelboe, N. & Pedersen, J. ATV-møde. Vintermøde om grundvandsforurening, 5.-6. marts 1991.
- 11 Uorganiske analyser. Screeningsanalyser og måletekniker. Bernth, N. & Vestergaard, J. ATV-møde Jordanalyser, 25. september 1991.



ORIENTERING - CYANIDER

Analysemetoder for cyanider omfatter analyser for let flygtigt cyanid og total cyanid.

KRITISKE KONCENTRATIONER - CYANIDER

	Jordkvalitets- kriterie	luft kvalitetskriterie ^{1,2}	Forekomst og fordeling i jord ^{1,4}
	Toksikologisk ¹		
	mg/kg TS jord	mg/m ³ luft	
CYANIDER, let flygtigt cyanid total cyanid	10 500	0,06*	<p>Cyanidforbindelser er almindeligt forekommende stoffer i miljøet, forårsaget af menneskelig aktivitet.</p> <p>De største bidrag til luften kommer fra udstødningsgasser fra biler. Herudover findes cyanider i cigaretrøg og emission fra kemisk industri f.eks. stålværker, gasværker, olieaffinerier, overfladebehandling, forbrændingsanlæg m.v.</p> <p>Hovedkilder til jordforureninger er gasværker i form af brugt myremalm, som indeholder jerncyanidkomplekser og galvaniseringsanstalter i form af kalium- og natriumsalte. Vejsalt er tilsat kaliumferrocyanid som antikumpningsmiddel, hvilket kan udvaskes til jorden og grundvandet.</p> <p>Cyanider kan også forekomme naturligt i miljøet i små mængder, f. eks. i planter, frugter, nødder, bær og bønner - ofte i form af glykogenglykosider. Ved plantedød vil glykosider hydrolyses til hydrogencyanid.</p> <p>Myremalm er et jernoxidholdigt organisk materiale, som blev anvendt til fjernelse af svovlbrinte og hydrogencyanid fra bygas. Brugt myremalm har en stærk blå farve på grund af dannelse af komplekse dobbelte jernsalte (berlinerblåt).</p> <p>Cyanidforbindelser kan opdeles i følgende grupper:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Fri cyanid, hydrogencyanid og frie cyanider (NaCN, KCN) - Let flygtigt cyanid, som er den del af det totale cyanid, der frigives som hydrogencyanid ved behandling med syrer. - Total cyanid, som er alt det tilstedeværende cyanid. <p>Hydrogencyanid er en gas som er vandopløselig og nedbrydelig. Fri cyanid har en akut toksisk virkning på mennesker.</p> <p>Omdannelse af de tungt opløselige komplekse dobbelte jernsalte til hexacyanoferrationer og videre omdannelse til hydrogencyanid er en meget langsom proces.</p>

* Luftkriteriet er fastsat på baggrund af lugtgrænsen for de pågældende stoffer

PRØVETAGNING - CYANIDER

Prøvetagningsudstyr	Udstyret skal være rengjort og lavet af rustfrit stål eller PE (mureske eller rørprøvetager).
Prøveemballage	Rilsen poser, glasemballage ⁵ .
Transport og opbevaring	Mørkt og køligt (helst mindre end 4 °C).
Holdbarhed	Max. 48 timer.
Udtagning af delprøver	Den mængde jord, som er nødvendig for analyse af stoffet og for en eventuel tørstofbestemmelse, skal udtages. Delprøven skal være repræsentativ for prøven. Indholdet i prøven løsnes og fordeles jævnt ved bearbejdning af posen eller ved omrøring i glasset. Jord udtages mindst 10 forskellige steder i pose eller glas og blandes til en delprøve.

ANALYSEMETODER - CYANIDER

Feltteknik	Visuel bedømmelse Testrør, se vandblandbare opløsningsmidler
Specifik teknik	Letflygtigt cyanid Total cyanid

De i ovenstående skema anførte analysemetoder beskrives nærmere i de efterfølgende skemaer.

SPECIFIK TEKNIK - LETFLYGTIG CYANID

Anvendelsesområde	Analysen kan anvendes til bestemmelse af letflygtig cyanid.
Princip	ISO/DIS 11 262 skal følges, da resultaterne er metode afhængige. Cyanid ekstraheres fra jord ved uddrivning fra en vandig opløsning ved luftgennembobling og opvarmning. Zinkklorid tilsættes for at hindre frigørelse af komplekse cyanider, og pH indstilles til 4 med saltsyre eller natriumhydroxid samt buffer. Den frigjorte cyanid opsamles i en natriumhydroxidopløsning, og kvantificeres ved fotometri (ved 0,5 - 50 mg/kg) eller ved titrering med sølvnitrat (ved over 12,5 mg/kg).
Forbehandling	ISO/DIS 11 262 følges nøje med hensyn til reagenser, udstyr og øvrig fremgangsmåde. 10 g jord afvejes, opslømmes i vand og overføres til uddrivningsapparatet. Der indstilles til pH 4 med saltsyre eller natriumhydroxid, hvorefter der tilsættes zinkklorid og buffer iht. ISO/DIS 11 262. Prøven opvarmes og uddrives ved luft gennembobling under vakuum i 1 time med opsamling af cyanid i 40 ml 1N natriumhydroxidopløsning.
Analyse	Natriumhydroxidopløsningen fortyndes til 50 ml med vand. Cyanidindholdet kvantificeres ved fotometri ved 600 nm (ved 0,5 - 50 mg/kg) med chloramin-T og farvereagenseme 1,3-dimethylbarbitursyre og 4-pyridincarboxylsyre iht. ISO/DIS 11 262. Ved højere koncentrationer (over 12,5 mg/kg) kan cyanidindholdet bestemmes ved titrering med frisk fremstillet sølvnitrat titreringsopløsning.
Beregning af resultater	Formler for beregning er angivet i ISO/DIS 11 262. Cyanidindholdet i natriumhydroxidopløsningen beregnes ud fra kalibreringskurve (fotometrisk bestemmelse), eller sølvnitrats molaritet og titreringsvolumenet (titrimetriske metode). Der korrigeres for blindværdi bestemt ved uddrivning af 10 ml vand. Cyanidindholdet omregnes til en koncentration i jordprøven, og omregnes til mg/kg TS.
Kalibrering	Ved den fotometriske metode fastlægges en 5-punkts standardkurve iht. ISO/DIS 11 262. Ved den titrimetriske metode bestemmes molaritet af sølvnitrat stamopløsning ved afvejning, og stamopløsningens molariteten kontrolleres ved titrering af natriumchlorid mindst hver 14. dag.
Detektionsgrænser	Detektionsgrænse for letflygtig cyanid er ned til 0,5 mg/kg.
Interferens	Højt indhold af sulfid kan interferere ved den fotometriske bestemmelse.
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation at der udtages ca. 20 g jord.
Bemærkninger	Thiocyanider bestemmes ikke. Efter uddrivning af letflygtig cyanid kan der bestemmes komplekse cyanid på den samme jordprøve ved at følge nedenstående procedure for total cyanid, dog uden indhold af ekstra vand. Total cyanid er summen af letflygtig og kompleks cyanid.

SPECIFIK TEKNIK - TOTAL CYANID

Anvendelsesområde	Analysen kan anvendes til bestemmelse af total cyanid.
Princip	ISO/DIS 11 262 følges, da resultaterne er metode afhængige. Cyanid ekstraheres fra jord fra en vandig opløsning. Der tilsættes kobber(II)sulfat, tin(II)chlorid og phosphorsyre. Cyanid uddrives ved luftgennembobling og opvarmning. Den frigjorte cyanid opsamles i en natriumhydroxidopløsning, og kvantificeres ved fotometri (ved 0,5 - 50 mg/kg) eller ved titrimetri (ved over 12,5 mg/kg).
Forbehandling	ISO/DIS 11 262 følges nøje med hensyn til reagenser, udstyr og øvrig fremgangsmåde. 10 g jord afvejes, opslømmes i vand og overføres til uddrivningsapparatet. Der tilsættes kobber(II)sulfat, tin(II)chlorid og phosphorsyre iht. ISO/DIS 11 262. Prøven opvarmes og uddrives ved luft gennembobling under vakuum i 2 timer med opsamling af cyanid i 40 ml 1N natriumhydroxidopløsning.
Analyse	Natriumhydroxidopløsningen fortyndes til 50 ml med vand. Cyanidindholdet kvantificeres ved fotometri ved 600 nm (ved 0,5 - 50 mg/kg) med chloramin-T og farvereagenseme 1,3-dimethylbarbitursyre og 4-pyridincarboxylsyre iht. ISO/DIS 11 262. Ved højere koncentrationer (over 12,5 mg/kg) kan cyanidindholdet bestemmes ved titrering med frisk fremstillet sølvnitrat titreringsopløsning.
Beregning af resultater	Formler for beregning er angivet i ISO/DIS 11 262. Cyanidindholdet i natriumhydroxidopløsningen beregnes ud fra kalibreringskurve (fotometrisk bestemmelse), eller sølvnitrats molaritet og titreringsvolumenet (titrimetriske metode). Der korrigeres for blindværdi bestemt ved uddrivning af 10 ml vand. Cyanidindholdet omregnes til en koncentration i jordprøven, og omregnes til mg/kg TS.
Kalibrering	Ved den fotometriske metode fastlægges en 5-punkts standardkurve iht. ISO/DIS 11 262. Ved den titrimetriske metode bestemmes molaritet af sølvnitrat stamopløsning ved afvejning, og stamopløsningens molariteten kontrolleres ved titrering af natriumchlorid mindst hver 14. dag.
Detektionsgrænser	Detektionsgrænser for total cyanid er ned til 0,5 mg/kg TS.
Interferens	Højt indhold af sulfid kan interferere med den fotometriske bestemmelse.
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation at der udtages ca. 20 g jord.
Bemærkninger	

REFERENCER - CYANIDER

- 1 Toksikologiske kvalitetskriterier for jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12. 1995.
- 2 Orientering fra Miljøstyrelsen. nr. 15. B-værdier, 1996
- 3 Toxicological Profile for cyanid. Agency for Toxic Substances and Disease Registry U.S. Public Health Service ATSDR/TP-88/12, Oak Ridge National Laboratory, 1989.
- 4 Kemiske stoffers opførsel i jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 20. 1996.
- 5 Jordprøvetagning på forurenede grunde - Strategier, metoder og håndtering. Lossepladsprojektet. Udredningsrapport U8. April 1991.
- 6 ISO/DIS 11262 . ISO/TC 190/SC 3 Draft Soil Quality - Determination of cyanid. 1997.

2.3

ORIENTERING - DETERGENTER, ANIONISKE

Analysemetoder omfatter analyser for anioniske detergenter.

KRITISKE KONCENTRATIONER - DETERGENTER

	Jordkvalitetskriterie		Forekomst og fordeling i jord ⁴
	Toksikologisk	Økotoxikologiske ²	
mg/kg TS jord			
DETERGENTER anioniske	1500	5	Anioniske detergenter består af lineare alkylbenzensulfonater (LAS), alkylolaminsulfonater (AOS) og alkylsulfater (AS). Stofferne er ikke naturligt forekommende, men finder udbredt anvendelse i alle former for rengøringsmiddel, vaskepulvere, opvaskemidler samt i midler til personlig pleje. Forurening findes hovedsagelig i det akvatiske miljø som følger af udledning af spikdevand. Stofferne er let nedbrydelige under aerobe forhold.

PRØVETAGNING - DETERGENTER

Prøvetagningsudstyr	Udstyret skal være rengjort og lavet af rustfrit stål eller PE (muraske eller rørprøvetager).
Prøveemballage	Pålsan poser, glasemballage.
Transport og opbevaring	Mørkt og køligt (helst mindre end 4 °C).
Holdbarhed	Max. 48 timer.
Udtagning af delprøver	Der skal udtages den mængde jord, som er nødvendig for analyse af stoffet og for en eventuel tørstofbestemmelse. Delprøven skal være repræsentativ for prøven. Indholdet i prøven løsnes og fordeles jævnt ved bearbejdning af posen eller ved omrøring i glasset. Jord udtages mindst 10 forskellige steder i pose eller glas og blandes til en delprøve.

ANALYSEMETODER - DETERGENTER

Feltteknik	-
Screeningsteknik	DS 237 - Anioniske overfladeaktive stoffer
Specifik teknik	-

Der findes for nærværende ingen egnede felt eller specifik metoder, som kan anvendes til analyse af jord. En screenings analysemetode for anioniske overfladeaktive stoffer er beskrevet nedenunder.

SCREENINGSTEKNIK, ANIONISKE OVERFLADEAKTIVE STOFFER - DETERGENTER

Anvendelsesområde	Analysen kan bruges til bestemmelse af anioniske detergenter.
Princip	Anioniske overfladeaktive stoffer giver med methylenblåt, en blå farvet forbindelse, der ekstraheres med chloroform. Absorbansen måles ved bølglængden 652 nm. Indholdet af anioniske overfladeaktive stoffer opgives som den mængde af natriumlaurylsulfat, som vil give samme absorbans, som målt i prøven.
Forbehandling	En passende mængde jord (ca. 1 - 10 g) afvejes. Jorden opslemmes i ca. 100 ml vand og rystes på rysteapparatet i ca. 1 time. Den vandige ekstrakt skal fortyndes, således at indholdet af anioniske detergenter i ekstrakten er mellem 20 og 80 µg.
Analyse	Analysen udføres herefter i henhold til DS 237.
Beregning af resultater	Indholdet af anioniske detergenter i prøven beregnes ved aflæsning af standardkurven for natriumlaurylsulfat og omregning i henhold til jordmængden og fortynding af ekstrakten.
Kalibrering	Der fastlægges en standardkurve for natriumlaurylsulfat med mindst 5 punkter iht. DS 237.
Detektionsgrænser	Detektionsgrænsen for detergenter er ca. 2 · 10 mg/kg TS.
Interferens	Mange stoffer interfererer med analyse, idet der er mange stoffer, der med methylenblåt danner komplekser, bl.a. organiske sulfater, phosphater og phenoler, eller danner ionpar, f. eks. uorganiske cyanater, chlorider, nitrater. Interferenser fører almindeligvis til for høje resultater.
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation at der udtages ca. 20 g jord.
Bemærkninger	Metoden er ikke specifik for detergenter og interferenser fører ofte til overestimering af indholdet. Da acceptkriteriet er på 1500 mg/kg vil det sjældent være detergenter i jorden, som er den kritiske parameter, og det vil oftest være mere relevant at analysere på vandprøver end på jord.

REFERENCER - DETERGENTER

- 1 Toksikologiske kvalitetskriterier for jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12. 1995.
- 2 Økotoksikologiske jordkvalitetskriterier. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 13, 1995.
- 3 Miljøstyrelsens bekendtgørelse nr. 823 af 16. september 1996 om anvendelse af affaldsprodukter til jordbrugsformål.

2.4

ORIENTERING - OLIEPRODUKTER + STYREN

Analysemetoder for olieprodukter omfatter analyser for benzin, petroleum, terpentin, diesel, fyringsolie, fuelolie, smørelolie samt enkeltstoffer som benzen, toluen, xylener inkl. ethylbenzen, styren og naphthalen. For analyse af Methyl-tert-butylether (MTBE), se vandblandbare opløsningsmidler. For analyse af 1,2-dichlorethan og 1,2-dicbromethan se chlorerede opløsningsmidler.

KRITISKE KONCENTRATIONER - OLIEPRODUKTER + STYREN

	Jordkvalitetskriterie		Luftkvalitetskriterie ^{1,3}	Forekomst og fordeling i jord ^{4,5}
	Toksikologisk ¹	Mikrobiologisk renses jord ²		
	mg/kg TS jord		mg/m ³ luft	
BENZIN* heraf:	25	25	0,03 ¹	Et brændstof med kogepunktsinterval fra 20-200 °C, som indeholder kulbrinter fra C ₆ -C ₁₂ . Identifikation af benzinprodukter er normalt uproblematisk, med mindre benzinen er nedbrudt/forvitret. Benzin indeholder benzen, toluen, ethylbenzen og xylener (BTEX) med indhold af benzen på 1-5% w/w. Indholdet af benzen er sænket til under 1% . Blyholdig benzin har været anvendt i Danmark indtil midt i 1980'erne, hvorefter blyfri benzin anvendes i stigende grad. Blyholdig benzin indeholder tillige en række additiver hvoraf 1,2-dibromethan og 1,2-dichlorethan er vurderet at være de mest kritiske. Blyfri benzin har et højere indhold af BTEX samt indeholder methyl-tert-butylether (MTBE). Benzin er mobil i jordlagene og vil bevæge sig igennem de permeable lag indtil den tilbageholdes af impermeable lag som ler eller silt eller ved vandspejlet. BTEX i benzin er vandopløselig og nedbrydelig og vil udvaskes til grundvandet. Benzin er dog hovedsagelig uopløselig i vand og danner en fri fase oven på vandspejlet. Benzin er let flygtig og vil afdampe til atmosfæren.
Benzen	1,5	0,1	0,000125 ³	
1,2-dibromethan	0,02	-	-	
1,2-dichlorethan	1,4	-	-	
MTBE	500	-	0,03 ³	
BTEX*	10	0,5	-	
TERPENTIN mineralsk ¹ heraf:	25	(50) ²	0,03 ¹	Et opløsningsmiddel med kogepunktsinterval fra 150-200 °C, som indeholder kulbrinter fra C ₆ -C ₁₂ . Indholdet af aromatiske kulbrinter (hovedsagelig C ₉ -aromater) kan variere fra 0-20%. Identifikation af petroleum, terpentin, jet fuel eller andre alifatiske opløsningsmidler kan være svær, idet produkterne har overlappende kogepunktsintervaller og alle er destillationsprodukter af råolie. Et smalt eller bredt kogepunktsinterval kan indikere, om der er tale om et opløsningsmiddel eller et brændstof. Terpentin vil bevæge sig i jorden ligesom benzin.
BTEX*	10	0,5	-	
PETROLEUM* heraf:	25	(50) ²	0,03 ¹	Kulbrinteblending med kogepunktsinterval fra 180-300 °C, ideholdene kulbrinter fra C ₆ -C ₁₀ . Består af næsten 100% alifatiske kulbrinter (n-, iso- og cycloalkaner) eller 80-95% alifatiske og 5-20% aromatiske kulbrinter. Benævnelser petroleum anvendes både om brændstofprodukter og opløsningsmiddelprodukter. Identifikation af petroleum, terpentin, jet fuel eller andre alifatiske opløsningsmidler kan være svær, idet produkterne har overlappende kogepunktsintervaller og alle er destillationsprodukter af råolie. Et smalt eller bredt kogepunktsinterval kan indikere, om der er tale om et opløsningsmiddel eller et brændstof. Petroleum vil bevæge sig i jorden ligesom benzin.
BTEX*	10	0,5	-	
GASOLIE* total kulbrinter	100 ²	50 ²	0,03 ¹ 0,1 ¹	Gasolier (diesel og let fyringsolie) har samme kogepunktsinterval: 170-380 °C, og dermed kan de ikke skelnes ved analyse. De indeholder hovedsageligt kulbrinter fra C ₁₀ -C ₂₈ . Dieselolie er tilsat additiver for at forbedre brændstofværdien. Let fyringsolie er også en "fuelolie", idet det er beregnet til produktion af energi, men skal ikke forveksles med tung fyringsolie, som ofte kaldes fuelolie. Gasolier findes i forbindelse med jordforurening på mange typer industrigrunde, idet mange industrier har olietanke. Dieselolie bevæger sig i jorden som benzin. Diesel/fyringsolie er hovedsagelig uopløselig i vand og danner en fri fase oven på vandspejlet. Ved højere koncentrationer er olieforurening synlig som en oliefilm på jorden.
heraf:				
Benzen	1,5	0,1	0,000125 ³	
BTEX	10	0,5	-	
sum af PAH ⁴	1,5	5 ²	-	
Heraf:				
Benz(a)pyren	0,1	0,1	-	
Dibenz(a,h)anthracen	0,1	-	-	
BENZEN	1,5	0,1	0,000125 ³	Benzen er en aromatisk forbindelse, som findes sammen med andre monoaromatiske stoffer (BTEX) i benzin og i mindre grad i de andre let flygtige olieprodukter samt i små mængder i diesel/fyringsolier. Stoffet er let flygtigt og afdamper til atmosfæren, men er også vandopløseligt og kan udvaskes til grundvandet. Det nedbrydes relativt let under aerobe og anaerobe forhold. I ældre forureninger vil indholdet af benzen og de andre aromater i BTEX-summen være lavt eller helt væk.

TOLUEN	(indgår i sum af BTEX på 10)	(indgår i sum af BTEX på 0,5)	0,4	Toluen er ligeledes en aromatisk forbindelse, som har de samme egenskaber som benzen og de andre monoaromater og indgår i BTEX-summen.
XYLENER	(indgår i sum af BTEX på 10)	(indgår i sum af BTEX på 0,5)	0,1*	Xylenere (inklusive ethylbenzen) er aromatiske forbindelser, som har de samme egenskaber som de andre monoaromater og indgår i BTEX-summen.
STYREN	40	-	0,1*	Styren findes naturligt i små mængder i frugter, grøntsager og nødder. Desuden anvendes den som plastmonomer i industrien.
NAPHTHALEN	1	-	0,04*	Naphthalen er en 2-ringet aromatisk forbindelse, som er relativ flygtig og vandopløselig. Desuden kan stoffet nedbrydes under aerobe forhold.

- Kriterium ikke fastlagt

a For definition se "Screeningsteknik: GC/FID - olieprodukter + Styren".

b Sum af benzen, toluen, ethylbenzen og xylenere.

c Sum af kulbrinter i intervallet fra C₉ - C₁₅.

d Sum af Fluoranthén, Benz(b+j+k)fluoranthén, Benz(a)pyren, Dibenz(a,h)anthracen og indeno(1,2,3-cd)pyren. Se også Bilag 2.9, PAH'er.

e Antal PAH'er ikke defineret

f Lugt baseret kriterium for indhold af C₉ - C₁₂-aromater. Indhold af totalkulbrinter må ikke overskride 0,1 mg/m³

g Toksikologisk baseret kriterium

h Lugt baseret kriterium

PRØVETAGNING - OLIEPRODUKTER + STYREN

Prøvetagningsudstyr	Udstyret skal være rengjort og lavet af rustfrit stål eller PE (mureske eller røprøvetager).
Prøveemballage	Jordprøven skal udtages i et glas med membran e.l. med tæt låg (duran, redcap glas m.v.), hvor hele den udtagne jordprøve ekstraheres direkte i glasset. Der fyldes kun lidt jord (ca. 50 g) i glasset for at sikre, at der er plads til både vandtilsætning og ekstraktionsmiddel. Glassene kan med fordel, være tilsat den nødvendige mængde vand før prøveudtagningen. Når prøven ekstraheres direkte i prøveglasset, skal der udtages en parallel prøve med samme prøvenr. Til bestemmelse af tørstofindholdet. Hertil kan anvendes enhver tæt emballage. Analysen kan ikke udføres som akkrediteret, hvis der ikke er udtaget i membranglas e.l.
Transport og opbevaring	Mærkt og køllet (helst mindre end 4 °C)
Holdbarhed	Max. 48 timer dog max. 24 timer for flygtige stoffer.
Udtagning af delprøver	Der analyseres direkte på jordmængden i prøveglasset. For jordprøver udtaget i andre emballager, skal der udtages delprøver fra emballagen med risiko for tab af flygtige komponenter. Dette skal bemærkes af analyselaboratoriet i analyserapporten. Normalt skal der ikke laves blandingsprøver af jord, som analyseres for olieprodukter.

ANALYSEMETODER - OLIEPRODUKTER + STYREN

Feltteknik	PID, FID Immunoassay Fluorimeter
Screeningsteknik	GC/FID pentan ekstrakt
Specifik teknik	GC/MS/SIM pentan ekstrakt

De i ovenstående skema anførte analysemetoder beskrives nærmere i de efterfølgende skemaer.

FELTTEKNIK: IMMUNOASSAY^{6,7} - OLIEPRODUKTER

Anvendelsesområde	Anvendes til vurdering af om jord er forurenet med olieprodukter.
Princip	Metoden er baseret på Immunoassay teknologi og er specifik for olieprodukter. Olieprodukter ekstraheres fra jorden, og ekstraktet tilsættes reagenser bl.a. antistoffer/enzymer, som reagerer med farve, hvis prøven <u>ikke</u> indeholder oliekomponenter over en forudbestilt koncentration. Normalt bestilles 2 eller 3 testniveauer, f.eks. 50 og 500 mg/kg, men testniveauer kan bestilles efter behov.
Forbehandling	Ca. 10 g jord ekstraheres med methanol og analyseres med Immunoassay teknikken.
Analyse	Se princip. Til at måle farvedannelse anvendes et spektrofotometer, hvor farveintensiteten sammenlignes med en standard, som svarer til testniveauet.
Beregning af resultater	Resultatet opgives som mere eller mindre end testniveauet.
Detektionsgrænser	Minimums detektionsgrænsen er 10 - 15 mg/kg.

Interferens	Chlorerede opløsningsmidler, MTBE og humussyrer giver ingen interferens.
Rapportering	Resultatet opgives som mere eller mindre end testniveauerne, f.eks. mere end 50 mg/kg men mindre end 500 mg/kg.
Bemærkninger	Farvedannelsen sker hovedsagelig for xylen eller 2-3-ringede aromater, men både benzin og dieselolie giver en tilstrækkelig respons. Kræver kemisk uddannet personel og indendørs faciliteter.

FELTTEKNIK: FLUORIMETER^{8,9} - OLIE/TJÆREPRODUKTER

Anvendelsesområde	Anvendes til vurdering af om jord er forurenet med olie- eller tjæreprodukter.
Princip	Metoden er baseret på fluorescens princippet. Når organiske stoffer, især aromatiske forbindelser (f.eks. benzen, PAH) og i mindre grad dobbelt bindinger og carbonylgrupper (f.eks. ketoner), bestråles kortvarigt med UV-lys, afgives energi i form af fluorescens. Andre organiske stoffer bl.a. andre oliestoffer som alkaner (parafiner) og uforurenet jord har en meget lav naturlig fluorescens.
Forbehandling	Ingen
Analyse	Der vægges et filter for dieselolie eller tjære. Fluorimeteret placeres ovenpå en jævn, ensartet jordoverflade og resultatet aflæses. Der skal foretages målinger af baggrundsfluorescens på flere prøver af uforurenet jord af samme beskaffenhed som den forurenede jordprøve, der skal analyseres.
Beregning af resultater	Ud fra kalibreringskurve kan resultatet omregnes til mg/kg jord.
Detektionsgrænser	Minimums detektionsgrænsen er 10 - 15 mg/kg.
Interferens	Det er vigtigt at kontrollere baggrunds niveau for jordtyper med et højt naturligt organisk indhold.
Rapportering	Resultatet opgives som fluorescens måleresultatet samt resultatet for baggrunds jordprøver. Ved angivelse af olie- eller tjæreindhold i mg/kg skal opgives, om der er anvendt leverandørs standard kalibrering eller om der er beregnet på basis af prøver med kendt indhold af olie/tjære.
Bemærkninger	Metoden kan især anvendes til at screene jordflader til at finde områder med maksimum koncentrationer.

FELTTEKNIK: PID/FID^{7,10} - OLIEPRODUKTER + STYREN

Anvendelsesområde	Anvendes til vurdering af tilstedeværelse af flygtige forbindelser i poreluften eller i headspace over en jordprøve. Udslag ses for alle chlorerede opløsningsmidler, for benzin og petroleum, terpentin og i mindre grad for dieselolie og tjære. Forvitret (ældre) olie eller tjæreforureninger giver sjældent respons.
Princip	PID-målinger: Headspace luften over jordprøven suges ind i et ionkammer med ultraviolet lampe, hvorved stoffer i headspace ioniseres. Ionene opsamlles på en elektrode og signalet forstærkes. Responsen er afhængig af ioniseringspotentialt af stoffet og der kan ikke skelnes mellem enkeltstoffer. Ved blandingforureninger kan forureningsniveauet ikke skelnes. Responsen er ligeledes afhængig af ioniseringspotentialt af UV-lampen, typiske 10,2 eller 11,7 eV. FID-målinger: Stofferne i headspace ioniseres af en flamme og responsen er mere lineær i forhold til koncentration end ved PID-målinger. Metoden kan ikke skelne mellem enkeltstoffer, men giver respons for de fleste flygtige stoffer.
Kalibrering	PID eller FID udstyr kalibreres i forhold til en kendt kalibreringsgas (ofte isobutyl) således, at udslag for forskellige prøver kan sammenlignes indbyrdes.
Interferens	PID-målinger er følsomme overfor høj luftfugtighed.
Detektionsgrænser	Detektionsgrænsen er meget afhængig af hvilke stof og hvilke jordart der er tale om, men generelt kan der detekteres PID udslag for jordkoncentrationer ned til 0,02 mg/kg for chlorerede opløsningsmidler, omkring 1 - 10 mg/kg for benzin eller terpentin og omkring 20 - 100 mg/kg for dieselolie.
Rapportering	Resultatet opgives som et PID eller FID udslag i forhold til kalibrering med en kendt koncentration af f. eks. 100 ppm isobutyl i kvælstof (kalibreringsgas).
Bemærkninger	Kan bruges i feltet eller på et geoteknik- eller miljølaboratorium.

SCREENINGSTEKNIK: GC/FID¹¹ - OLIEPRODUKTER + STYREN

Anvendelsesområde	Analysen kan bruges til bestemmelse af pentanekstraherbare olieprodukter i jordprøver. Metoden dækker karakteristiske enkeltkomponenter som benzen, toluen, ethylbenzen, xylen, styren og naphthalen samt olieprodukter som benzin, diesel/fyringsolie, fuelolie, samt visse smøreløse. Der måles kulbrinter svarende til et n-alkan interval fra C ₆ - C ₂₀ , dvs. et kogepunktsinterval fra ca. 70 °C til 490 °C.
Princip	Ca. 50 g jord i membranglas tilsættes (gennem membranen) 20 ml pentan med intern standard og 20 ml opløsning af natriumpyrophosphat (0,05 M) i vand. Prøven ekstraheres i 16 timer på et rysteapparat. Pentanekstraktet analyseres ved kapillar-gaschromatografi med flammeionisationsdetektor (GC/FID). Kvantificering foretages ved at sammenligne prøvens chromatografiske arealer efter pentantoppen med tilsvarende arealer fra specifikke produkter og enkeltstoffer. Der henvises desuden til 11/.

Forbehandling	<p>Prøven i membranglas vejes, og mængden af prøven bestemmes. Der anvendes pretarerede glas eller det rene tomme glas vejes efter brug. Hele prøvemængden (40 - 60 g) tages i arbejde. Ved mindre mængde skal der anvendes forholdsvis mindre mængde pentan af hensyn til detektionsgrænserne. Ved større mængder jord skal glasset åbnes og den overskydende jord fjernes. Disse forhold skal oplyses i analyserapporten. Hvis der ikke anvendes membranglas, skal dette ligeledes oplyses ved rapportering, idet glasset åbnes kortvarigt ved tilsætning af pentan m.v. Ved anvendelse af anden emballage som medfører, at der skal udtages delprøver, som overføres til ekstraktionsglasset, skal der desuden i analyserapporten bemærkes, at der er risiko for tab af flygtige forbindelser under prøvehåndteringen. Disse forhold medfører at analysen ikke kan gennemføres som akkrediteret. Gennem membranen tilsættes 20 ml pentan og 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) i vand. For en nærmere beskrivelse af forbehandling og ekstraktion henvises til /11/</p> <p>Efter 2 timers ekstraktion vil ekstraktionsudbyttet generelt være ca. 80 - 90 % af udbyttet efter 16 timers ekstraktion. Ved indhold af tungere/nedbrudte olier i fede lertyper, kan ekstraktionsudbyttet være så lavt som 50 % af udbyttet efter 16 timers ekstraktion. Såfremt laboratoriet af f. eks. tidsmæssige årsager, vælger kun at gennemføre ekstraktionen over 2 timer, skal disse forhold tages i betragtning, når analyseresultatet skal vurderes.</p>
Analyse	1 - 5 µl af ekstraktet analyseres ved en GC/FID-analyse. For en nærmere beskrivelse af analysebetingelserne henvises til /11/.
Beregning af resultater ¹⁾	Resultaterne beregnes i henhold til de i /11/ anviste retningslinier.
Kalibrering	Der udføres kalibrering i henhold til de i /11/ anviste retningslinier. Til identifikation af andre forureningskomponenter skal metoden være indkørt med standarder PAH'er (se metoden for PAH), phthalater (se metoden for phthalater), trichlorethylen og tetrachlorethylen, m.v.
Detektionsgrænser	Detektionsgrænser for let flygtige enkeltkomponenter som BTEX er 0,05-0,2 mg/kg. Detektionsgrænsen for produkter er ca. 1 mg/kg for benzin, 5 mg/kg for dieselolie og 25 mg/kg for tung olie.
Interferens	Højt indhold af andre ekstraherbare stoffer vil interferere og medføre problemer med at identificere og kvantificere tilstedeværelsen af enkeltstoffer, blandt andet BTEX, styren og naphthalen.
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation at der udtages ca. 20 g jord.
Bemærkninger	Metoden anvendes til bestemmelse af olieprodukter i jordprøver. Hvis en mere sikker bestemmelse af BTEX, styren eller naphthalen indholdet er nødvendig, skal der udføres en GC/MS/SIM analyse. Metoden kan også belyse om prøven indeholder større mængder tjære, PAH'er, og phthalater. Ekstraktionsudbyttet for disse stoffer er lavere end det, der kan opnås ved ekstraktion med toluen eller dichlormethan eller ved ekstraktion over et længere tidsinterval, og derfor er det "sande" indhold sandsynligvis højere end beregnet i henhold til denne metode. Når referencejord for disse stoffer er udviklet, kan udbyttet ved denne metode sammenlignes med en specifik metode for PAH eller phthalater, og en korrektionsfaktor beregnes, således at indholdet af disse stoffer kan skønnes. Såfremt der findes indikation af tilstedeværelse af andre komponenter/produkter end olie-/benzin komponenter/produkter, skal der foretages en selvstændig analyse for disse komponenter/produkter. Indholdet af trichlorethylen og tetrachlorethylen kan måles ved denne metode, idet ekstraktionsmetoden er velegnet. Derimod kan der opnås endnu lavere detektionsgrænser ved at anvende GC/ECD eller GC/MS teknikker.

SPECIFIK TEKNIK: GC/MS SCAN OG SIM - OLIEPRODUKTER + STYREN

Anvendelsesområde	Identifikation og kvantificering af enkeltkomponenter som benzen, toluen, ethylbenzen, xylol, styren og naphthalen. Identifikation af andre stoffer f.eks. om kulbrinte indholdet kan tilskrives olieforurening eller noget andet.
Princip	Jordprøven ekstraheres som for GC/FID pentan ekstraherbare stoffer i 2 timer. Pentanekstraktet analyseres ved kapillargaschromatografi med massespektrometer i scan mode eller selected ion monitoring mode, hvor indholdet af enkeltstoffer kvantificeres efter deres respons i forhold til respons for kendte standarder. Ekstraktet fra GC/FID pentan ekstraherbare stoffer kan uden videre anvendes til denne analysemetode.
Forbehandling	Som for GC/FID for pentan ekstraherbare stoffer.
Analyse	Ekstrakten analyseres ved en GC/MS-analyse. Der anvendes en egnet kapillarkolonne. Analyseme udføres som enkeltbestemmelser. Ved hver analyserunde skal der desuden køres blindprøver og standarder.
Beregning af resultater	Stofferne identificeres ved deres retentionstid i forhold til standarder og relativ "abundance" for udvalgte karakteristiske masser (m/z). Der kvantificeres i henhold til karakteristiske ioner og ved anvendelse af intern standard efter kalibrering med eksterne standarder.
Kalibrering	Den interne standard anvendes som en kvalitetskontrol af retentionstider og injektionsteknik samt til at korrigere for eventuelle tab under prøvebehandling, herunder tab af ekstraktionsmiddel ved fordampning. Det er forudsat, at koncentrationen af den interne standard er præcis den samme i standarden som i prøven og blind. Ved indkøring af metoden fastlægges en standardkurve med mindst 5 punkter til at afgøre linearitetsområdet. Ved daglig brug af instrumentet verificeres kalibreringen med 2 standarder: en i den lave ende og en midt i området.
Detektionsgrænser	Detektionsgrænsen er ca. 0,002 - 0,02 mg/kg for enkeltstoffer.
Interferens	

Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation at der udtages ca. 20 g jord.
Bemærkninger	

REFERENCER - OLIEPRODUKTER + STYREN

- 1 Toksikologiske kvalitetskriterier for jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12. 1995.
- 2 Miljøstyrelsens vejledning nr.8 1992 om acceptkriterier for mikrobiologisk rensed jord.
- 3 Orientering fra Miljøstyrelsen. nr. 15. B-værdier, 1996
- 4 Kemiske stoffers opførsel i jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 20. 1996.
- 5 Benzin- og dieselolieforurenede grunde. Miljøstyrelsen. Miljøprojekt nr. 223, 1993.
- 6 A rapid and sensitive Immunoassay for the detection of gasoline and diesel fuel in contaminated soil. *Journal of soil contamination*, (3), 227- 237, 1992.
- 7 Feltmetoder til forurenede jord. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 18. 1995.
- 8 Soil-Scan A/S. Discover-fluorimeter. A fluorimeter for detection of gasoline, oil and tar in soils.
- 9 Fluorimeter - Nyt redskab til felten. Ramsay, L.ATV. Vintermøde om Grundvandsforurening. 307- 317, 11-12. marts 1997
- 10 Anvendelse af photoionisationsdetektor ved undersøgelse af jordforurening. Lossepladsprojekt. Udredningsrapport U5, december 1989.
- 11 Bestemmelse af olie i jord. Gaskromatografisk metode juli 1998. Miljøstyrelsens Referencelaboratorium VKI.
- 12 ISO TR 11042 Soil Quality- Determination of Mineral oil Content- Method by infrared Spectrometry and Gas Chromatographic Method. Technical report. 01.06.1994



2.5

ORIENTERING - CHLOREREDE OPLØSNINGSMIDLER

Chlorerede opløsningsmidler omfatter dichlormethan, chloroform, tetrachlormethan, 1,1,1-trichlorethan, 1,1-dichlorethen, 1,2-dichlorethen, trichlorethylen og tetrachlorethylen. Derudover kan de angivne metoder også benyttes til analyse for benzinadditiverne 1,2-dibromethan og 1,2-dichlorethan.

KRITISKE KONCENTRATIONER - CHLOREREDE OPLØSNINGSMIDLER

	Jordkvalitets- kriterium	Luftkvalitetskri- terier ²	Forekomst og fordeling i jord ^{1,3}
	Toksikologisk ¹		Alle stoffer er tungere end vand, vandopløselige og flygtige
	mg/kg TS jord	mg/m ³ luft	
DICHLORMETHAN , methylchlorid, DCM	8	0,02*	Dichlormethan anvendes som opløsningsmiddel i den kemiske industri, plastindustrien, som affædningsmiddel og som ekstraktionsmiddel ved mange organiske analyser. DCM er nedbrydelig under anaerobe og aerobe forhold.
CHLOROFORM Trichlormethan, TCM	50	0,02	Chloroform anvendes til produktion af CFC-forbindelser til køleskabe, samt som opløsningsmiddel. Det kan desuden dannes ved reaktion af chlor eller hypochlorit med organisk materiale. TCM er naturligt forekommende i små mængder. Det nedbrydes under anaerobe forhold.
TETRACHLORMETHAN Tetrachlorkulstof, TeCM	5	0,005	Tetrachlormethan anvendes hovedsagelig til produktion af CFC-forbindelser og skal fases ud i Danmark fra 1. januar 1995, idet det nedbryder ozonlaget. TeCM er persistent under aerobe forhold.
1,1,1 TRICHLORETHAN 1,1,1,-TCA	200	0,5	1,1,1-trichlorethan anvendes som affædningsmiddel og som opløsningsmiddel bl.a. i lim, maling, lak, skrivemaskine korrektionslak og aerosoler. Nedbrydes i jorden under anaerobe forhold til 1,1-dichlorethan, 1,1-dichlorethylen og chlorethan.
VINYLCHLORID chlorethylen, VC	0,4	0,002*	Vinylchlorid anvendes til produktion af PVC-plast og blandingspolymerer. Vinylchlorid er et almindeligt forekommende nedbrydningsprodukt ved den anaerobe nedbrydning af trichlorethylen og tetrachlorethylen. Det nedbrydes under både anaerobe og aerobe forhold.
1,1 -DICHLORETHEN Dichlorethylen, 1,1-DCE	5	0,01	1,1-dichlorethylen er et nedbrydningsprodukt af trichlorethylen og tetrachlorethylen.
1,2-DICHLORETHEN cis-1,2-dichlorethylen, trans-1,2-dichlorethylen c1,2-DCE, t1,2-DCE	85	0,4	1,2-dichlorethen optræder i form af to isomerer trans og cis. De er nedbrydningsprodukter af trichlorethylen og tetrachlorethylen.
TRICHLORETHYLEN TCE	5*	0,04*	Trichlorethylen anvendes som affædningsmiddel i metalindustrien, som rensesvæske ved tøjrensning og som opløsningsmiddel for en lang række stoffer og produkter. Det nedbrydes under anaerobe forhold til dichlorethylener og vinylchlorid.
TETRACHLORETHYLEN TeCE	5	0,01*	Tetrachlorethylen har været anvendt som affædningsmiddel i metalindustrien og bruges i dag i tekstil- og renserivirksomheder som rensmiddel samt som opløsningsmiddel. Det nedbrydes under anaerobe forhold til trichlorethylen og videre til dichlorethylener og vinylchlorid.

* For stoffer, hvor alene den samlede dosis og dermed gennemsnitskoncentrationen af stoffet er afgørende for en effekt (f.eks. kræftfremkaldende stoffer) sættes B-værdien til 40 gange grænseværdien².

PRØVETAGNING - CHLOREREDE OPLØSNINGSMIDLER

Prøvetagningsudstyr	Udstyret skal være rengjort og lavet af rustfrit stål eller PE (mureske eller rørprøvetager).
Prøveemballage	Jordprøven skal udtages i et glas med membran eller tæt låg (duran, redcap glas m.v.), hvor hele den udtagne jordprøve analyseres. Der fyldes kun lidt jord (ca. 50 g) i glasset for at sikre, at der er plads til både vandtilsætning og ekstraktionsmiddel. Tilsætning af vand kan med fordel ske før prøveudtagningen. Når prøven ekstraheres direkte i prøve glasset, skal der udtages en parallel prøve med samme prøvenr. til bestemmelse af tørstofindholdet. Hertil kan anvendes enhver tæt emballage.
Transport og opbevaring	Mærkt og køligt (helst mindre end 4°C).
Holdbarhed	Max. 24 timer.
Udtagning af delprøver	Der analyseres direkte på jordmængden i prøveglasset. For jordprøver udtaget i andre emballager, skal der udtages delprøver fra emballagen med risiko for tab af flygtige komponenter. Der bør ikke laves blandingsprøver af jord, som analyseres for chlorerede opløsningsmidler, idet de er meget flygtige.

ANALYSEMETODER - CHLOREREDE OPLØSNINGSMIDLER

Feltteknik	PID, FID, se olieprodukter Farvetest
Screeningsteknik	se GC/FID pentan ekstrakt for olieprodukter
Specifik teknik	GC/ECD pentan ekstrakt GC/MS xylene ekstrakt GC/MS/SIM pentan/xylene ekstrakt

Disse analysemetoder beskrives nærmere i de efterfølgende skemaer.

FELTTEKNIK, FARVE TEST⁴ - CHLOREREDE OPLØSNINGSMIDLER

Anvendelsesområde	En uspecifik metode som anvendes til vurdering af om jord er mættet med chlorerede opløsningsmidler (eller olieprodukter).
Princip	Jorden tilsættes et hydrofobisk farvestof, som reagerer med organiske faser, såsom olieprodukter eller chlorerede opløsningsmidler som film på jordpartikler.
Analyse	Ca. 20 g jord i en 50 ml polypropylen flaske tilsættes ca. 2 mg reagent Sudan IV. Der tilsættes 20 ml vand og rystes i 10 sekunder. Ved tilstedeværelse af organisk "produkt" farves flasken og dennes indhold rødt.
Detektionsgrænser	Afhængig af opløseligheden af det organiske "produkt". Dvs. ca. 50 mg organisk "produkt" pr. kg jord.
Interferens	Reagerer over for både olieprodukter og chlorerede opløsningsmidler.
Rapportering	Resultatet opgives som tilstedeværelse af fri organisk fase.
Bemærkninger	Sudan IV er en irritant og indeholder muligvis mutagene stoffer, hvorfor det skal behandles og opbevares på forsvarlig vis. Hudkontakt skal undgås. Ved feltbrug kan der forberedes feltflasker tilsat Sudan IV, således at kun tilsætning af jord og vand skal foretages i feltet. Brugte flasker skal behandles som kemikalieaffald.

SPECIFIK TEKNIK, GC/ECD-PENTANEKSTRAKT - CHLOR. OPLØSNINGSMIDLER

Anvendelsesområde	Analysen bruges til bestemmelse af chlorerede opløsningsmidler i jordprøver. Metoden dækker chloroform, tetrachlormethan, 1,1,1-trichlorethan, trichlorethylen og tetrachlorethylen. Analysen kan <u>ikke</u> anvendes til bestemmelse af de lette dichlorethylener eller vinylchlorid som skal ekstraheres med xylene og analyseres med GC/MS.
Princip	Ca. 50 g jord i membranglas tilsættes (gennem membranen) 20 ml pentan med intern standard og 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) i vand. Prøven ekstraheres i minimum 2 timer på et rysteapparat. Pentanekstraktet analyseres ved kapillar-gaschromatografi med electron capture detektor (GC/ECD). Kvantificering foretages ved at sammenligne prøvens chromatografiske arealer efter pentantoppen med tilsvarende arealer for standardstoffer.
Forbehandling	Prøven i membranglas vejes, og mængden af prøven bestemmes. Der anvendes præpareret glas eller det rene tomme glas vejes efter brug. Hele prøvemængden (40 - 60 g) tages i arbejde. Ved mindre mængde skal der anvendes forholdsvis mindre mængde pentan af hensyn til detektionsgrænserne. Ved større mængder jord skal glasset åbnes og den overskydende jord fjernes. Disse forhold skal oplyses i analyserapporten. Hvis der ikke anvendes membranglas skal dette ligeledes oplyses ved rapportering, idet glasset åbnes kortvarigt ved tilsætning af pentan m.v. Ved anvendelse af anden emballage som medfører, at der skal udtages delprøver, som overføres til ekstraktionsglasset, skal der desuden i analyserapporten bemærkes, at der er risiko for tab af flygtige forbindelser under prøvehåndteringen. Gennem membranen tilsættes 20 ml pentan og 20 ml opløsning af natrium pyrofosfat (0,05 M) i vand. Ekstraktionsmidlet skal være tilsat en intern standard f.eks. chlorfluorobenzen. Såfremt der opstår problemer med for stort tryk i glasset, kan der gennem membranen tilsættes så meget pentan, at der er fri fase tilstede, hvorefter glasset åbnes og de øvrige

	<p>mængder tilsættes. Ved anvendelse af 250 ml membranglas reduceres problemet med overtryk. Glasset rystes voldsomt i hånden, således at der opstår en ensartet suspension.</p> <p>Glasset rystes langs centeraksen på rysteapparat i 2 timer. Rysteapparatet skal kunne ryste svarende til minimum 7 cm slaglængde og 150 slag/min.</p> <p>Ekstraktionen udføres ved stuetemperatur indenfor 24 timer efter modtagelse på laboratoriet. Hvis nødvendigt, kan ekstraktet centrifuges før GC-analysen.</p>			
Analyse	<p>1 - 5 µl af ekstraktet analyseres ved en GC/ECD-analyse. Der anvendes velegnet kapillarkolonne og gaskromatografiske betingelser således, at der kan opnås tilstrækkelig separation og respons for de enkelte chlorerede opløsningsmidler. Analyserne udføres som enkeltbestemmelser. Ved hver analyserunde skal der desuden køres blindprøver (pentan tilsat intern standard og ekstrakter af ren jord behandlet som prøverne), og standarder opløst i pentan tilsat intern standard. Der skal undgås afsmittingsproblemer fra især tungtkogende forbindelser, ved at kontrollere afsmittning efter prøver med stort indhold og ved at planlægge analysegangen i henhold til oplysninger om potentielle forureningsgrader (PID/FID-målinger på headspace, ekstraktets farve m.v.)</p>			
Eksempel på egnede gaskromatografiske betingelser	Gas kromatograf:	HP 5890	Injektor:	Splitless, 200° C
	Injektion:	1 µl, splitless,	Detektor:	ECD, 250° C
	Kolonne:	HP-5, 25 m, 0,2 mm ID, 0,33 µm film	Temp. program:	35° C i 2 min, 5° C/min til 110° C,
Beregning af resultater	<p>Chlorerede forbindelser identificeres ved deres retentionstid i forhold til standarder. Der kvantificeres i henhold til standardopløsninger. Velopløste toppe integreres efter valley to valley princippet. Areal af prøver og standarder fratrækkes areal fra blind.</p> $C_p = (A_p \times C_s \times H/A_{s,p}) \times (v/m) \times F/TS$ <p>hvor H, hældning på standardkurve = $C_s \times A_{s,p}/A_p \times C_{s,p}$</p> <p>$C_p$ er koncentration i prøven i mg/kg TS A_p er det integrerede areal for ekstrakt af prøven A_s er det integrerede areal af standarden $A_{s,p}$ er det integrerede areal for den relevante interne standard i ekstraktet af prøven (valley to valley) $A_{s,p}$ er det integrerede areal for den relevante interne standard i standarden (valley to valley) C_s er koncentration i mg/l af standard $C_{s,p}$ er koncentration i mg/l af intern standard $C_{s,p}$ er koncentration i mg/l af intern standard i standarden v er volumen af pentan i ml anvendt til at ekstrahere prøven m er vægt i g af prøven, som ekstraheres TS er tørstofindhold i kg/kg F er evt. fortynding</p>			
Kalibrering	<p>Den interne standard anvendes som en kvalitetskontrol af retentionstider og injektionsteknik samt til at korrigere for eventuelle tab under prøvebehandlingen, herunder tab af ekstraktionsmiddel ved fordampning. Det er forudsat, at koncentrationen af den interne standard er præcis den samme i standarden som i prøven og blind.</p> <p>Ved indkøring af metoden fastlægges en standardkurve med mindst 5 punkter til at afgøre line aritetsområdet. Ved daglig brug af instrumentet verificeres kalibreringen med 2 standarder: en i den lave ende og en midt i området.</p> <p>Til kvantificering af de 5 chlorerede forbindelser anvendes standardopløsninger af disse stoffer.</p>			
Detektionsgrænser	<p>Detektionsgrænser for chlorerede forbindelser er 0,001 - 0,05 mg/kg.</p>			
Interferens	-			
Rapportering	<p>Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation at der udtages ca. 20 g jord..</p>			
Bemærkninger	<p>Metoden anvendes til bestemmelse af chlorerede opløsningsmidler i jordprøver eksklusiv nedbrydningsprodukter af tri- og tetrachlorethylen. Hvis disse stoffer skal bestemmes, skal der ekstraheres med xylene og analyseres med GC/MS. Hvis der er krav om en mere sikker identifikation af de chlorerede forbindelse eller som et alternativ til GC/ECD, kan analysen udføres som en GC/MS analyse.</p>			

SPECIFIK TEKNIK, GC/MS-XYLENEKSTRAKT - CHLOR. OPLØSNINGSMIDLER

Anvendelsesområde	Analysen bruges til bestemmelse af 1,1-dichlorethylen, cis 1,2-dichlorethylen, trans 1,2-dichlorethylen og vinylchlorid.		
Princip	Ca. 50 g jord i membranglas tilsættes (gennem membranen) 20 ml xylene med intern standard og 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) i vand. Prøven ekstraheres i minimum 2 timer på et rysteapparat. Xylene ekstraktet analyseres ved kapillar-gaschromatografi med massespektrometer detektor (GC/MS-SIM). Kvantificering forstages ved at sammenligne prøvens chromatografiske arealer med tilsvarende arealer for standardstoffer.		
Forbehandling	Se betingelser under GC/ECD- pentanekstrakt.		
Analyse	1 - 5 µl af ekstraktet analyseres ved GC/MS i SIM mode (selected ion monitoring). Der anvendes velegnet kapillarkolonne og gaskromatografiske betingelser således, at der kan opnås tilstrækkelig separation og respons for de enkelte chlorerede opløsningsmidler. Analyseme udføres som enkeltbestemmelser. Se i øvrigt betingelser under GC/ECD pentanekstrakt.		
Eksempel på egnede gaskromatografiske betingelser	Gas kromatograf:	HP 5890	Injektor: Splitless, 200° C
	Injektion:	1 µl, split,	Detektor: MS i scan mode
	Kolonnen:	HP-5, 25 m, 0,2 mm ID, 0,33 µm film	Temp. program: 50° C i 1 min, 10° C/min til 110°C, 20° C/min til 250°C
Beregning af resultater	Chlorerede forbindelser identificeres ved deres retentionstid i forhold til standarder og relativ "abundance" for udvalgte karakteristiske masser (m/z). Der kvantificeres i henhold til karakteristiske ioner og ved anvendelse af intern standard efter kalibrering med ekstern standarder.		
Kalibrering	Den interne standard anvendes som en kvalitetskontrol af retentionstider og injektionsteknik samt til at korrigere for eventuelle tab under prøvebehandling, herunder tab af ekstraktionsmiddel ved fordamning. Det er forudsat, at koncentrationen af den interne standard er præcis den samme i standarden som i prøven og blind. Ved indkøring af metoden fastlægges en standardkurve med mindst 5 punkter til at afgøre linearitetsområdet. Ved daglig brug af instrumentet verificeres kalibreringen med 2 standarder; en i den lave ende og en midt i området. Til kvantificering af de 4 chlorerede forbindelser anvendes standardopløsninger af disse stoffer.		
Detektionsgrænser	Detektionsgrænser for dichlorethylener og vinylchlorid er 0,001 - 0,5 mg/kg.		
Interferens	-		
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, dog med den modifikation at der udtages ca. 20 g jord..		
Bemærkninger	Metoden anvendes til bestemmelse af nedbrydningsprodukter af tri- og tetrachlorethylen. Hvis andre chlorerede forbindelser skal bestemmes, skal der ekstraheres med pentan og analyseres med GC/ECD.		

REFERENCER - CHLOREREDE OPLØSNINGSMIDLER

- 1 Toksikologiske kvalitetskriterier for jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12. 1995.
- 2 Orientering fra Miljøstyrelsen. nr. 15. B-værdier, 1996
- 3 Kemiske stoffers opførsel i jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 20 1996.
- 4 Evaluation of visual methods to detect NAPL in soil and water. Cohen, R.M., Bryda, A. P, Shaw, S.T. and Spalding, C.P. Ground water monitoring Review. 132 - 142, Fall 1992.

2.6

ORIENTERING - VANDBLANDBARE OPLØSNINGSMIDLER

Vandblandbare opløsningsmidler omfatter acetone, butylacetater, diethylether, isopropanol, methyl-tert-butylether og methylisobutylketoner.

KRITISKE KONCENTRATIONER - VANDBLANDBARE OPLØSNINGSMIDLER

	Jordkvalitets- kriterie	Luftkvalitets- kriterie ^{1*}	Forekomst og fordeling i jord ¹
	Toksikologisk ¹		Alle stoffer er mobile i jord, blandbare i vand og flygtige
	mg/kg TS jord	mg/m ³ luft	
ACETONE	8.000	0,4*	Acetone dannes naturligt i mennesker som et omdannelsesprodukt. Acetone er meget anvendt som opløsningsmiddel i farve-lak industri, metalindustri, den grafiske industri samt på laboratorier.
BUTYLACETATER n-butylacetat isobutylacetat	3.000	0,1 n-b*	Både n-butylacetat og isobutylacetat forekommer naturligt i små mængder i forskellige frugter. De anvendes som opløsningsmidler i farve-lak- og kosmetik-industrien; ved fremstilling af tekstiler, kunstigt læder og plastik samt som aromastoffer i fødevarer og parfumer.
DIETHYLETHER	25.000	1*	Diethylether anvendes som opløsningsmiddel og ekstraktionsmiddel for olier, farvestoffer og polymerer. Desuden findes den i blyfri benzin.
ISOPROPANOL	4.500	1*	Isopropanol forekommer i naturen som et produkt af mikrobiel nedbrydning af organisk affald. Det anvendes som opløsningsmiddel, i medicinsk produktion, i produkter til personlig pleje og som aromastof i drikkevarer.
METHYL-tert-BUTYLETHER MTBE	500	0,03*	MTBE anvendes som tilsætningsstof til benzin til at øge oktantal. Da MTBE har en høje vandopløselighed og ringe nedbrydelighed kan der være risiko for udvaskning til grundvandet. MTBE er desuden flygtige og vil afdampe fra jorden til atmosfæren.
METHYLISOBUTYLKETON MIBK	250	0,2*	Sporkoncentrationer af MIBK kan forekomme i frugt, kaffe og øl. MIBK benyttes som opløsningsmiddel i lak, femis og blæk samt i aromastof.

* Lugt baseret kriterium.

PRØVETAGNING - VANDBLANDBARE OPLØSNINGSMIDLER

Prøvetagningsudstyr	Udstyret skal være rengjort og lavet af rustfrit stål eller PE (mureske eller rørprøvetager).
Prøveemballage	Jordprøven skal udtages i et glas med membran, hvor hele den udtagne jordprøve analyseres. Der fyldes kun lidt jord (ca. 50 g svarende til 25 - 30 ml) i glasset for at sikre, at der er plads til ekstraktionsmiddel. Når prøven ekstraheres direkte i prøveglasset, skal der udtages en parallel prøve med samme prøver, til bestemmelse af tørstofindholdet. Hertil kan anvendes enhver tæt emballage.
Transport og opbevaring	Mærkt og køligt (helst mindre end 4°C).
Holdbarhed	Max. 24 timer.
Udtagning af delprøver	Der analyseres direkte på jordmængden i prøveglasset. For jordprøver udtaget i anden emballage, skal der udtages delprøver fra emballagen med risiko for tab af flygtige komponenter. Der bør ikke laves blandingsprøver af jord, som analyseres for vandblandbare opløsningsmidler, idet disse er meget flygtige.

ANALYSEMETODER - VANDBLANDBARE OPLØSNINGSMIDLER

Feltteknik:	PID, FID, se analyser for olieprodukter Testrør
Screeningsteknik:	GC/FID-vandig ekstrakt
Specifik teknik:	GC/MS/SIM-vandig ekstrakt

Disse analysemetoder beskrives nærmere i de efterfølgende skemaer.

FELTTEKNIK, TESTRØR^{2,3,4} - VANDBLANDBARE OPLØSNINGSMIDLER

Anvendelsesområde	En stofspecifik metode som anvendes til vurdering af høje koncentrationer af opløsningsmidler i luften, f.eks. Acetone, diethylether, alkoholer/ketoner ² . Testrør anvendes i forbindelse med arbejdsmiljømålinger, men kan med fordel bruges til kontrol af poreluft eller headspace over en jordprøve.
Princip	Metoden er baseret på visuel vurdering af farve, dannet via kemisk reaktion mellem måleparameteren og et indikatorstof i testrøret.
Analyse	Efter henstand ved stuetemperatur suges luften fra prøvebeholderens headspace igennem et testrør ved hjælp af en håndpumpe. Resultatet aflæses ved at sammenligne rørets farve med et farvekort eller ved aflæsning af længden af rørets farveændring.
Detektionsgrænser	Afhængig af den valgte rørtype. Generelt høje detektionsgrænser, ofte væsentligt højere end luftkriterier. Resultatet kan ikke relateres til en jordkoncentration.
Interferens	-
Rapportering	Resultatet opgives som tilstedeværelse af høje mængder af det pågældende opløsningsmiddel eller en gruppe af stoffer f.eks. ether.
Bemærkninger	Anvendelsen er nem og uden problemer.

SCREENINGSTEKNIK, GC/FID - VANDIG EKSTRAKT VANDBLANDBARE OPLØSNINGSMIDLER

Anvendelsesområde	Analysen anvendes til bestemmelse af vandblandbare opløsningsmidler i jordprøver. Metoden dækker acetone, butylacetater, diethylether, isopropanol, methyl-tert-butylether og methylisobutylketoner.
Princip	Ca. 50 g jord i membranglas tilsættes (gennem membranen) 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) i vand tilsat intern standard. Prøven ekstraheres i minimum 2 timer på et rysteapparat. Det vandige ekstrakt analyseres ved gaskromatografi med flammeionisationsdetektor (GC/FID). Kvantificering foretages ved at sammenligne prøvens chromatografiske arealer med tilsvarende arealer for standardstoffer.
Forbehandling	<p>Prøven i membranglas vejes, og mængden af prøven bestemmes. Der anvendes pretarerede glas eller det rene tomme glas vejes efter brug. Hele prøvemængden (40 - 60 g) tages i arbejde. Ved mindre mængde jord skal der anvendes forholdsvis mindre mængde vand af hensyn til detektionsgrænserne. Ved større mængde jord skal glasset åbnes og den overskydende jord fjernes. Disse forhold skal oplyses i analyserapporten. Hvis der ikke anvendes membranglas, skal dette ligeledes oplyses ved rapportering, idet glasset åbnes kortvarigt ved tilsætning af vandet. Ved anvendelse af anden emballage som medfører, at der skal udtages delprøver, som overføres til ekstraktionsglasset, skal der desuden i analyserapporten bemærkes, at der er risiko for tab af flygtige forbindelser under prøvehåndteringen.</p> <p>Gennem membranen tilsættes 20 ml opløsning af natrium pyrofosfat (0,05 M) i vand. Ekstraktionsmidlet skal være tilsat en intern standard. Glasset rystes voldsomt i hånden, således at der opstår en ensartet suspension.</p> <p>Glasset rystes langs centeraksen på rysteapparat i minimum 2 timer. Rysteapparatet skal kunne ryste svarende til minimum 7 cm slaglængde og 150 slag/min.</p> <p>Ekstraktionen udføres ved stuetemperatur indenfor 24 timer efter modtagelse på laboratoriet. Hvis nødvendigt, kan ekstraktet centrifuges før GC-analysen.</p>
Analyse	1 - 5 µl af ekstraktet analyseres ved en GC/FID-analyse. Der anvendes velegnet kapillar - eller pakket kolonne og gaskromatografiske betingelser således, at der kan opnås tilstrækkelig separation og respons for de enkelte vandblandbare opløsningsmidler. Analyserne udføres som enkeltbestemmelser. Ved hver analyserunde skal der desuden køres blindprøver (opløsning af natrium pyrofosfat (0,05 M) tilsat intern standard og ekstrakter af ren jord behandlet som prøverne), og standardopløsninger tilsat intern standard.
Beregning af resultater	<p>De vandblandbare opløsningsmidler identificeres ved deres retentionstid i forhold til standarder. Der kvantificeres i henhold til standardopløsninger. Velopløste toppe integreres efter valley to valley princippet. Areal af prøver og standarder fratrækkes areal fra blind.</p> $C_p = (A_p \times C_s \times H/A_{sp}) \times (v/m) \times F/TS$ <p>hvor H, højden på standardkurve = $C_s \times A_{sp}/A_p \times C_{st}$</p> <p>$C_p$ er koncentration i prøven i mg/kg TS</p> <p>A_p er det integrerede areal for ekstrakt af prøven</p> <p>A_s er det integrerede areal af standarden</p> <p>A_{sp} er det integrerede areal for den relevante interne standard i ekstraktet af prøven (valley to valley)</p> <p>A_{st} er det integrerede areal for den relevante interne standard i standarden (valley to valley)</p> <p>C_{st} er koncentration i mg/l af standard</p> <p>C_s er koncentration i mg/l af intern standarden</p> <p>C_{st} er koncentration i mg/l af intern standard i standard</p> <p>v er volumen af pentan i ml anvendt til at ekstrahere prøven</p> <p>m er vægt i g af prøven, som ekstraheres</p> <p>TS er tørstofindhold i kg/kg</p> <p>F er evt. fortynding</p>

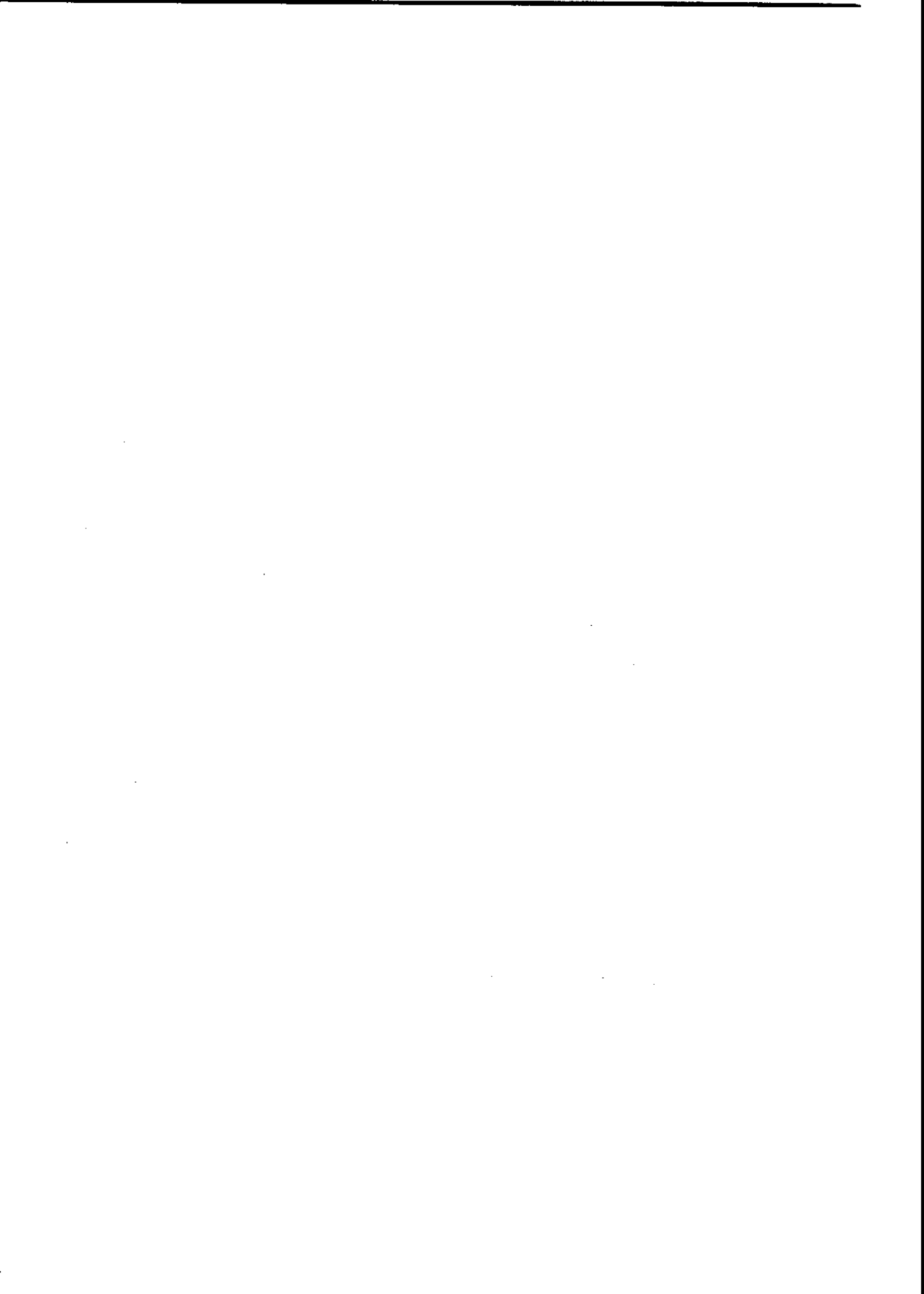
Kalibrering	Den interne standard anvendes som en kvalitetskontrol af retentionsstider og injektionsteknik samt til at korrigere for eventuelle tab under prøvebehandlingen, herunder tab af ekstraktionsmiddel ved fordampning. Det er forudsat, at koncentrationen af den interne standard er præcis den samme i standarden som i prøven og blind. Ved indkøring af metoden fastlægges en standardkurve med mindst 5 punkter til at afgøre lineareitetsområdet. Ved daglig brug af instrumentet verificeres kalibreringen med 2 standarder: en i den lave ende og en midt i området. Til kvantificering af de 6 vandblandbare opløsningsmidler anvendes standardopløsninger af disse stoffer.
Detektionsgrænser	Detektionsgrænser for vandblandbare opløsningsmidler er 0,1 - 10 mg/kg.
Interferens	-
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation, at der udtages ca. 20 g jord.
Bemærkninger	Hvis der er krav om en mere sikker identifikation af de vandblandbare opløsningsmidler eller ukendte toppe i FID kromatogrammet skal identificeres, kan analysen udføres som en GC/MS analyse.

SPECIFIK TEKNIK, GC/MS - VANDIG EKSTRAKT VANDBLANDBARE OPLØSNINGSMIDLER

Anvendelsesområde	Analysen anvendes til bestemmelse af vandblandbare opløsningsmidler i jordprøver. Metoden dækker acetone, butylacetater, diethylether, isopropanol, methyl-tert-butylether og methylisobutylketoner.
Princip	Ca. 50 g jord i membranglas tilsættes (gennem membranen) 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) i vand tilsat intern standard. Prøven ekstraheres i minimum 2 timer på et rysteapparat. Det vandige ekstrakt analyseres ved kapillar gaskromatografi med massespektrometri (GC/MS). Kvantificering foretages ved at sammenligne prøvens chromatografiske arealer med tilsvarende arealer for standardstoffer.
Forbehandling	Se betingelser under GC/FID - vandig ekstrakt.
Analyse	1 - 5 µl af ekstraktet analyseres ved GC/MS i Scan eller SIM mode (selected ion monitoring). Der anvendes velegnet kapillarkolonne og gaskromatografiske betingelser således, at der kan opnås tilstrækkelig separation og respons for de enkelte vandblandbare opløsningsmidler. Analyseme udføres som enkeltbestemmelser. Se i øvrigt betingelser under GC/FID-vandig ekstrakt.
Beregning af resultater	Vandblandbare opløsningsmidler identificeres ved deres retentionsstid i forhold til standarder og relativ "abundance" for udvalgte karakteristiske masser (m/z). Der kvantificeres i henhold til karakteristiske ioner og ved anvendelse af intern standard efter kalibrering med eksterne standarder.
Kalibrering	Den interne standard anvendes som en kvalitetskontrol af retentionsstider og injektionsteknik samt til at korrigere for eventuelle tab under prøvebehandlingen, herunder tab af ekstraktionsmiddel ved fordampning. Det er forudsat, at koncentrationen af den interne standard er præcis den samme i standarden som i prøven og blind. Ved indkøring af metoden fastlægges en standardkurve med mindst 5 punkter til at afgøre linearitetsområdet. Ved daglig brug af instrumentet verificeres kalibreringen med 2 standarder: en i den lave ende og en midt i området. Til kvantificering af vandblandbare opløsningsmidler anvendes standardopløsninger af disse stoffer.
Detektionsgrænser	Detektionsgrænser for vandblandbare opløsningsmidler er 0,1 - 0,5 mg/kg.
Interferenser	-
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation, at der udtages ca. 20 g jord..
Bemærkninger	GC/MS-SIM anvendes til bestemmelse af acetone, butylacetater, diethylether, isopropanol, methyl-tert-butylether og methylisobutylketoner. Ved at anvende GC/MS i scan mode kan der screenes for andre vandopløselige stoffer. For ethere og ketoner kan lavere detektionsgrænser opnås ved at opkoncentrere det vandige ekstrakt ved at ekstrahere med dichlormethan.

REFERENCER - VANDBLANDBARE OPLØSNINGSMIDLER

- 1 Toksikologiske kvalitetskriterier for jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12. 1995.
- 2 Feltmetoder til forurennet jord. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen, Nr. 18 1995.
- 3 Dräger. Prøverørshåndbog. 8. udgave.1992.
- 4 ArSiMa. Gastests med prøverør.
- 5 Orientering fra Miljøstyrelsen. nr. 15. B-værdier, 1996



2.7

ORIENTERING - PHENOLER

Analysemetoder for phenoler omfatter phenol, methylphenoler, dimethylphenoler, chlorphenoler, di-, tri-, tetra- og pentachlorphenoler, samt nitrophenoler, dinitrophenoler og trinitrophenoler.

KRITISKE KONCENTRATIONER- PHENOLER

	Jordkvalitets- kriterie	Luftkvalitets- kriterie ²	Forekomst og fordeling i jord ^{1,3}
	Toksikologisk ¹		Alle stoffer er vandopløselige og mobile.
	mg/kg TS jord	mg/m ³ luft	
PHENOLER Sum af Phenol, Methylphenoler (cresoler), Dimethylphenoler (xylener).	70	0,0001* 0,02* 0,0001* 0,001*	Phenoler findes i tjære og creosot. Phenoler anvendes i industrien til produktion af kunstharpsiks, plast og bekæmpelsesmidler. Phenol er let nedbrydelig under aerobe forhold men nedbrydeligheden falder for methyl- og dimethylphenoler.
CHLORPHENOLER Sum af chlorphenoler, dichlorphenoler, trichlorphenoler og tetrachlorphenoler. Pentachlorphenol, PCP	3 0,15	0,00002** 0,000001*	Chlorphenoler anvendes som udgangsstof ved syntese af farvestoffer, konserveringsmidler, desinfektionsmidler og bekæmpelsesmidler. Chlorphenoler kan indeholde små mængder af dibenzodioxiner og benzofuraner som urenheder fra produktionen. Pentachlorphenol anvendes primært som træimpregneringsmiddel og som konserveringsmiddel.
NITROPHENOLER Mononitrophenoler Dinitrophenoler trinitrophenoler	125 10 30	0,005***	Mononitrophenoler anvendes ved syntese af farvestoffer, fungicider samt insekticider. Stoffene er nedbrydelige. Dinitrophenoler anvendes ved syntese af farvestoffer, trækonservingsmidler, fremkaldervæske, sprængstoffer, insekticider og som pH-indikator. Stoffene er nedbrydelige. 2,4,6-trinitrophenol anvendes hovedsagelig til sprængstoffer. Det anvendes endvidere til farvestoffer og til fremstilling af batterier, tændstikker m.m.

* Lugtbaseret kriterium

** Toksikologisk baseret kriterium.

*** Sum af nitrophenoler. Toksikologisk baseret kriterium.

PRØVETAGNING - PHENOLER

Prøvetagningsudstyr	Udstyret skal være rengjort og lavet af rustfrit stål eller PE (mureske eller rørprøvetager).
Prøveemballage	Jordprøven skal udtages i et glas med teflonlåg eller i syltetøjsglas ¹ . Membranglas (duran, redcap glas m.v.), hvor hele den udtagne jordprøve analyseres kan dog anvendes med fordel. I tilfælde af at prøver udtages i membranglas, skal der kun fyldes lidt jord (ca. 50 g) i glasset for at sikre, at der er plads til både vandtilsætning og ekstraktionsmiddel. Når prøven ekstraheres direkte i prøveglasset, skal der udtages en parallel prøve med samme prøvenr. til bestemmelse af tørstofindholdet. Hertil kan anvendes enhver tæt emballage.
Transport og opbevaring	Mærkt og køligt (helst mindre end 4 °C).
Holdbarhed	Max. 48 timer.
Udtagning af delprøver	Der analyseres direkte på jordmængden i glasset. For jordprøver udtaget i anden emballage, skal der udtages delprøver fra emballagen som skal være repræsentativ for prøven. Indholdet i prøven løsnes og fordeles jævnt ved bearbejdning af posen eller ved omrøring i glasset. Jord udtages mindst 10 forskellige steder i pose eller glas og blandes til en delprøve, med risiko for tab af flygtige komponenter. Normalt bør der ikke laves blandingsprøver af forskellige jordprøver, til analyse for phenoler, idet de er delvis flygtige.

ANALYSEMETODER - PHENOLER

Feltteknik	PID, FID, Se olieprodukter Immunoassay for PCP
Screeningsteknik	-
Specifik teknik	GC/MS-dichlormethan ekstrakt

Disse analysemetoder beskrives nærmere i de efterfølgende skemaer.

FELTTEKNIK: IMMUNOASSAY⁵ -PENTACHLORPHENOL

Anvendelsesområde	Anvendes til vurdering af om jord er forurenet med pentachlorphenol.
Princip	Metoden er baseret på Immunoassay teknologi og er specifik for pentachlorphenol. Pentachlorphenol ekstraheres fra jorden, og ekstrakten tilsættes reagenser bl.a. antistoffer/enzymer, som reagerer med farve, hvis prøven ikke indeholder pentachlorphenol over en forudbestilt koncentration. Normalt bestilles 2 eller 3 testniveauer, f.eks. 1 og 10 mg/kg, men testniveauer kan bestilles efter behov.
Forbehandling	Ca. 10 g jord ekstraheres med methanol og analyseres med Immunoassay teknikken.
Analyse	Se princip. Til at måle farvedannelse anvendes et spektrofotometer, hvor farveintensiteten sammenlignes med en standard, som svarer til testniveauet.
Beregning af resultater	Resultatet opgives som mere eller mindre end testniveauet.
Detektionsgrænser	Minimums detektionsgrænsen er 0,5 mg/kg.
Interferens	Interferens fra chlorerede benzener, olie og tjære er begrænset.
Rapportering	Resultatet opgives som mere eller mindre end testniveauerne, f.eks. mere end 1 mg/kg, men mindre end 10 mg/kg.
Bemærkninger	Kræver kemisk uddannet personale og indendørs faciliteter.

SPECIFIK TEKNIK, GC/MS-DICHLORMETHANEKSTRAKT - PHENOLER

Anvendelsesområde	Analysen bruges til bestemmelse af phenoler inkl. chlorphenoler og nitrophenoler.			
Princip	Ca. 50 g jord tilsættes 20 ml dichlormethan med intern standard og 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) i vand. Prøven ekstraheres i minimum 2 timer på et rysteapparat. Dichlormethan ekstrakten analyseres ved kapillar-gaschromatografi med massespektrometer som detektor (GC/MS-SIM). Kvantificering foretages ved at sammenligne prøvens chromatografiske arealer med tilsvarende arealer for standardstoffer.			
Forbehandling	<p>Prøven i prøve glasset vejes, og mængden af prøven bestemmes. Der anvendes pretarerede glas eller det rene tomme glas vejes efter brug. Hele prøvemængden (40 - 60 g) tages i arbejde. Ved mindre mængde skal der anvendes forholdsvis mindre mængde dichlormethan af hensyn til detektionsgrænserne. Ved større mængde jord skal glasset åbnes og den overskydende jord fjernes. Disse forhold skal oplyses i analyserapporten. Hvis der ikke anvendes membranglas skal dette ligeledes oplyses ved rapportering, idet glasset åbnes kortvarigt ved tilsætning af dichlormethan m.v. Ved anvendelse af anden emballage som medfører, at der skal udtages delprøver, som overføres til ekstraktionsglasset, skal der desuden i analyserapporten bemærkes, at der er risiko for tab af flygtige forbindelser under prøvehåndteringen. Jordprøven tilsættes 20 ml dichlormethan og 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) samt 5 ml 4N saltsyre. Ekstraktionsmidlet skal være tilsat en intern standard f.eks. dibromphenol og hexachlorbenzen. Glasset rystes voldsomt i hånden, således at der opstår en ensartet suspension.</p> <p>Glasset rystes langs centeraksen på rysteapparat i minimum 2 timer. Rysteapparatet skal kunne ryste svarende til minimum 7 cm slaglængde og 150 slag/min.</p> <p>Ekstraktionen udføres ved stuetemperatur indenfor 24 timer efter modtagelse på laboratoriet. Hvis nødvendigt, kan ekstraktet centrifugeres før GC-analysen. Dichlormethanekstrakt analyseres ved kapillar-gaschromatografi med Electron Capture Detektor (ECD). Kvantificering foretages ved at sammenligne prøvens chromatografiske arealer med tilsvarende arealer for standardstoffer.</p>			
Analyse	1 - 5 µl af ekstrakten analyseres ved GC/MS i SIM mode (selected ion monitoring). Der anvendes velegnet kapillarkolonne og gaskromatografiske betingelser således, at der kan opnås tilstrækkelig separation og respons for de enkelte chlorerede opløsningsmidler. Analyse udføres som enkeltbestemmelser. Ved hver analyserunde skal der desuden køres blindprøver (dichlormethan tilsat intern standard og ekstrakter af ren jord behandlet som prøverne), og standarder opløst i dichlormethan tilsat interne standarder. Der skal undgås afsmitningsproblemer fra især tungtliggende forbindelser, ved at kontrollere afsmitning efter prøver med stort indhold og ved at planlægge analysegangen i henhold til oplysninger om potentielle forureningsgrader.			
Eksempel på egnede gaskromatografiske betingelser	Gas kromatograf:	HP 5890	Injektor:	Splitless, 250 °C
	Injektion:	1 µl, split,	Detektor:	MS i scan mode
	Kolonne:	HP-5, 25 m, 0,2 mm ID, 0,33 µm film	Temp. program:	40 °C i 1 min, 15 °C/min til 280 °C.
Beregning af resultater	Phenoler identificeres ved deres retentionstid i forhold til standarder og relativ "abundance" for udvalgte karakteristiske masser (m/z). Der kvantificeres i henhold til karakteristiske ioner og ved anvendelse af intern standard efter kalibrering med eksterne standarder.			
Kalibrering	Den interne standard anvendes som en kvalitetskontrol af retentionstider og injektionsteknik samt til at korrigere for eventuelle tab under prøvebehandling, herunder tab af ekstraktionsmiddel ved fordampning. Det er forudsat, at koncentrationen af den interne standard er præcis den samme i standarden som i prøven og blind. Ved indkøring af metoden fastlægges en standardkurve med mindst 5 punkter til at afgøre linearitetsområdet. Ved daglig brug af instrumentet verificeres kalibreringen med 2 standarder; en i den lave ende og en midt i området. Til kvantificering af de mange isomerer af methyl-, chlor- og nitrophenoler anvendes standardopløsninger af disse stoffer.			

Detektionsgrænser	Detektionsgrænsen for phenoler, chlorphenoler og nitrophenoler er 0,1 mg/kg.
Interferenser	-
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation, at der udtages ca. 20 g jord.
Bemærkninger	Metoden anvendes til bestemmelse af phenoler, men flere af isomerene elueres med sammen retentionstid. Der stilles krav til at der ved indkøring af metoden fås en afklaring af disse problemer. Phenoler kan desuden analyseres ved en GC/ECD metode, i hvilket fald de ikke chlorerede phenoler skal derivatiseres f.eks. Med pentafluorbenzylbromid (PFBC). En analysemetode til chlorphenoler i jord findes i ⁶ .

REFERENCER - PHENOLER

- 1 Toksikologiske kvalitetskriterier for jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12. 1995.
- 2 Orientering fra Miljøstyrelsen. nr. 15. B-værdier, 1996
- 3 Kemiske stoffers opførelse i jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen Nr. 20 1996.
- 4 Jordprøvetagning på forurenede grunde - strategier, metoder og håndtering. Lossepladsprojektet. Udredningsrapport U8, april 1991.
- 5 Feltmetoder til forurenede jord. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen, Nr. 18. 1995.
- 6 Nordic Guideline for chemical Analysis of contaminated soil samples, Nordtest-prosjekt 1143-93. chapter 5. Analysis of chlorophenols, 1997.



2.8

ORIENTERING - PHTHALATER + DDT

Analysemetoder for phthalater + DDT omfatter analyser for 12 phthalater inklusiv DEHP (di(2-ethylhexyl)phthalat) og DDT (*p,p'*-dichlordiphenyltrichlorethan eller 1,1,1,-trichlor-2,2,-bis (4-chlorphenyl)ethan).

KRITISKE KONCENTRATIONER - PHTHALATER + DDT

	Jordkvalitetskriterie		Forekomst og fordeling i jord ¹⁴
	Toksikologisk ¹	Økotoksikologiske ²	
	mg/kg TS jord		
PHTHALATER heraf: DEHP og sum af andre phthalater [*]	25 250	1 2,5	Phthalater er ikke naturlige forekommende og anvendes som plastblødgørere. Forureningen stammer hovedsageligt fra bortskaffelse af phthalatholdige materialer f.eks. ved forbrænding eller ved deponering på lossepladser. Der er fundet høje koncentrationer af phthalater i slam fra rensningsanlæg. Phthalater forventes ikke at være mobile i jordlagene. Derfor vil forureningen typisk ligge i fyldeaget, hvis deponeret i affald, eller i topjord fra støv eller atmosfæren. Hvis forureningskilden forventes at være luftbåren kan der med fordel blandes flere prøver fra et sammenhængende prøvetagningsfelt.
DDT	1	-	DDT har tidligere været anvendt over alt som insekticid. Forureningen med DDT findes i jord og søsediment som følge af stoffets anvendelse som rodbehandlingsmiddel i forbindelse med plantering af nåletræer. DDT nedbrydes meget langsom og ophobes i fødekædens led. DDT har en meget ringe vandopløselighed og en lav damptryk, derfor er stoffet ikke mobile, men forbliver bundet til jorden

- * For en definition af "andre phthalater" henvises til analyseskemaet vedrørende specifik teknik
- Kriterium ikke fastlagt

PRØVETAGNING - PHTHALATER+DDT

Prøvetagningsudstyr	Udstyret skal være rengjort og lavet af rustfrit stål eller PE (mureske eller rørprøvetager).
Prøveemballage	Jordprøven skal udtages i et glas med tæt låg, eventuelt med membran (duran, redcap glas m.v.), hvor hele den udtagne jordprøve analyseres. Der fyldes kun lidt jord (ca. 50 g) i glasset for at sikre, at der er plads til både vandtilsætning og ekstraktionsmiddel. Tilsætning af vand kan med fordel gøres før prøveudtagning. Når prøven ekstraheres direkte i prøveglasset, skal der udtages en parallel prøve med samme prøvenr. til bestemmelse af tørstofindholdet. Hertil kan anvendes enhver tæt emballage.
Transport og opbevaring	Mærkt og køligt (helst mindre end 4 °C)
Holdbarhed	Max. 1 måned.
Udtagning af delprøver	Der analyseres direkte på jordmængden i prøveglasset. For jordprøver udtaget i andre emballager, skal der udtages delprøver fra emballagen. Ved forberedelsen af blandingsprøver eller ved udtagning af delprøver fra en større jordmængden udtages jord fra mindste 10 forskellige steder i glasset efter oprøring eller en grov homogenisering/sining. Sten større end 5 - 10 mm eller andre ikke jordbestanddele som metal- eller plantedele medtages ikke i delprøven, men evt. indhold noteres i analyserapporten. Hvis mere end 10% af prøven skønnes at bestå af sten, skal mængden afvejes og opgives. Slagge eller anden forurening som tjære, eller asfalt klumper medtages i den repræsentative delprøve.

ANALYSEMETODER - PHTHALATER + DDT

Feltteknik	
Screeningsteknik	se GC/FID-Pentane ekstrakt olieprodukter for indikation af phthalatindhold
Specifik teknik	GC/MS/SIM-DICHLORMETHAN EKSTRAKT

De i ovenstående skema anførte analysemetoder beskrives nærmere i de efterfølgende skemaer.

SPECIFIK TEKNIK: GC/MS SCAN OG SIM

Anvendelsesområde	Identifikation og kvantificering af 12 udvalgte phthalater og DDT.																										
Princip	Ca. 50 g jord i tæt glas tilsættes 20 ml dichlormethan med intern standard og 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) i vand. Prøven ekstraheres i 16 timer på et rysteapparat. Dichlormethan ekstraktet analyseres ved kapillar-gaschromatografi med massespektrometer detektor (GC/MS-SIM). Kvantificering foretages ved at sammenligne prøvens chromatografiske arealer med tilsvarende arealer for standardstoffer.																										
Forbehandling	<p>Prøven i glasset vejes, og mængden af prøven bestemmes. Der anvendes prætarede glas eller det rene tomme glas vejes efter brug. Hele prøvemængden (40 - 60 g) tages i arbejde. Ved mindre mængde skal der anvendes forholdsvis mindre mængde dichlormethan af hensyn til detektionsgrænse. Ved større mængde jord skal glasset åbnes og den overskydende jord fjernes.</p> <p>Der tilsættes 20 ml dichlormethan og 20 ml opløsning af natrium pyrofosfat (0,05 M) i vand. Ekstraktionsmidlet skal være tilsat en intern standard f.eks. orthoterphenyl eller n-triacontan.</p> <p>Glasset rystes voldsomt i hånden, således at der opstår en ensartet suspension.</p> <p>Glasset rystes langs centeraksen på rysteapparat i 16 timer. Rysteapparatet skal kunne ryste svarende til minimum 7 cm slaglængde og 150 slag/min.</p> <p>Ekstraktionen udføres ved stuetemperatur indenfor 1 måned efter modtagelse på laboratoriet. Hvis nødvendigt, kan ekstraktet centrifuges før GC-analysen.</p>																										
Analyse	<p>Ekstrakten analyseres ved en GC/MS-analyse.</p> <p>Der anvendes en egnet kapillarkolonne. Analyserne udføres som enkeltbestemmelser.</p> <p>Ved hver analyserunde skal der desuden køres blindprøver og standarder.</p>																										
Eksempel på egnede gaskromatografiske betingelser	Gas kromatograf:	HP 5890	Injektor: splitless, 250° C																								
	Injektion:	1 µl, split,	Detektor: MS i scan mode																								
	Kolonne:	HP-5, 25 m, 0,2 mm ID, 0,33 µm film	Temp. program: 40° C i 1 min, 15° C/min til 280°C,																								
Beregning af resultater	Stofferne identificeres ved deres retentionstid i forhold til standarder og relativ abundance for udvalgte karakteristiske masser (m/z). Der kvantificeres i henhold til karakteristisk ion og ved anvendelse af intern standard efter kalibrering med eksterne standarder.																										
Kalibrering	<p>Den interne standard anvendes som en kvalitetskontrol af retentionstider og injektionsteknik samt til at korrigere for eventuelle tab under prøvebehandling, herunder tab af ekstraktionsmiddel ved fordampning. Det er forudsat, at koncentrationen af den interne standard er præcis den samme i standarden som i prøven og blind.</p> <p>Ved indkøring af metoden fastlægges en standardkurve med mindst 5 punkter til at afgøre linearitetsområdet. Ved daglig brug af instrumentet verificeres kalibreringen med 2 standarder: en i den lave ende og en midt i området.</p> <p>Til kvantificering af phthalater anvendes 12 standard stoffer:</p> <table border="0"> <tr> <td>DEHP</td> <td>di(2-ethylhexyl)phthalat</td> <td>BBP</td> <td>butyl benzylphthalat</td> </tr> <tr> <td>DAP</td> <td>diallylphthalat</td> <td>DBP</td> <td>di-n-butylphthalat</td> </tr> <tr> <td>DIBP</td> <td>di-iso-butylphthalat</td> <td>DEP</td> <td>diethylphthalat</td> </tr> <tr> <td>DIDP</td> <td>di-iso-decylphthalat</td> <td>DMP</td> <td>dimethylphthalat</td> </tr> <tr> <td>DNP</td> <td>di-n-nonylphthalat</td> <td>DINP</td> <td>di-iso-nonylphthalat</td> </tr> <tr> <td>DOP</td> <td>di-n-octylphthalat</td> <td>DIOP</td> <td>di-iso-octylphthalat</td> </tr> </table>			DEHP	di(2-ethylhexyl)phthalat	BBP	butyl benzylphthalat	DAP	diallylphthalat	DBP	di-n-butylphthalat	DIBP	di-iso-butylphthalat	DEP	diethylphthalat	DIDP	di-iso-decylphthalat	DMP	dimethylphthalat	DNP	di-n-nonylphthalat	DINP	di-iso-nonylphthalat	DOP	di-n-octylphthalat	DIOP	di-iso-octylphthalat
DEHP	di(2-ethylhexyl)phthalat	BBP	butyl benzylphthalat																								
DAP	diallylphthalat	DBP	di-n-butylphthalat																								
DIBP	di-iso-butylphthalat	DEP	diethylphthalat																								
DIDP	di-iso-decylphthalat	DMP	dimethylphthalat																								
DNP	di-n-nonylphthalat	DINP	di-iso-nonylphthalat																								
DOP	di-n-octylphthalat	DIOP	di-iso-octylphthalat																								
Detektionsgrænser	Detektionsgrænsen er ca. 0,1 - 0,2 mg/kg for enkeltstoffer.																										
Interferens	-																										
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation at der udtages ca. 20 g jord.																										
Bemærkninger																											

REFERENCER - PHTHALATER

- 1 Toksikologiske kvalitetskriterier for jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12. 1995.
- 2 Soil Quality Criteria for Selected Compounds. Arbejdsrapport fra Miljøstyrelsen nr. 87 1997
- 3 Toxicological evaluation and limit values for DEHP and Phthalates, other than DEHP. Environmental review, nr. 6 1996, Miljøstyrelsen.
- 4 Massestrømsanalyse for phthalater. Miljøprojekt nr. 320, 1996, Miljøstyrelsen. Kemiske stoffers opførsel i jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 20. 1996.



2.9

ORIENTERING - PAH (POLYCYCLISKE AROMATISKE HYDROCARBONER)

Analysemetoder for PAH omfatter analyser for 7 PAH'er inklusiv benzo(a)pyren.

KRITISKE KONCENTRATIONER - PAH

	Jordkvalitetskriterie		Forekomst og fordeling i jord ¹																
	Toksi-kologisk ¹	Mikrobiologisk rensset jord ²																	
	mg/kg TS jord																		
PAH Sum af: Fluoranthen benz(b+j+k)fluoranthen Benz(a)pyren Dibenz(a,h)anthracen Indeno(1,2,3-cd)pyren	1,5	5*	<p>PAH findes i forbindelse med tjære- og asfaltforurening samt i tung olie. PAH frigives ved forbrænding, og findes dermed som en diffus forurening i topjord. PAH er ikke mobilt i jordlagene. Derfor vil forureningen typisk ligge i fyldlaget, ved affaldsdeponering eller i topjord ved forurening fra støv eller atmosfæren. Hvis forureningskilden forventes at være luftbåren, kan der med fordel blandes flere prøver fra et sammenhængende prøvetagningsfelt.</p> <p>De mest almindelig undersøgte PAH'er er kultjære PAH'er som følger:</p> <table border="0"> <tr> <td>Acenaphthen</td> <td>Acenaphthylen</td> </tr> <tr> <td>Anthracen</td> <td>Benz(a)anthracen</td> </tr> <tr> <td>Benz(b)fluoranthen</td> <td>Benz(k)fluoranthen</td> </tr> <tr> <td>Benz(a)pyren</td> <td>Benz-g,h,i-perylen</td> </tr> <tr> <td>Chrysen</td> <td>Dibenzo(a,h)anthracen</td> </tr> <tr> <td>Fluoranthen</td> <td>Fluoren</td> </tr> <tr> <td>Indeno(1,2,3-cd)pyren</td> <td>Phenanthren</td> </tr> <tr> <td>Pyren</td> <td></td> </tr> </table> <p>I dieselolie findes desuden en række andre dominerende PAH'er, bl.a. methyleerede phenanthrener og pyrener /6/. Indholdet af Benz(a)pyren og Dibenz(a,h)anthracen vil ofte udgøre de mest kritiske parametre.</p>	Acenaphthen	Acenaphthylen	Anthracen	Benz(a)anthracen	Benz(b)fluoranthen	Benz(k)fluoranthen	Benz(a)pyren	Benz-g,h,i-perylen	Chrysen	Dibenzo(a,h)anthracen	Fluoranthen	Fluoren	Indeno(1,2,3-cd)pyren	Phenanthren	Pyren	
Acenaphthen	Acenaphthylen																		
Anthracen	Benz(a)anthracen																		
Benz(b)fluoranthen	Benz(k)fluoranthen																		
Benz(a)pyren	Benz-g,h,i-perylen																		
Chrysen	Dibenzo(a,h)anthracen																		
Fluoranthen	Fluoren																		
Indeno(1,2,3-cd)pyren	Phenanthren																		
Pyren																			
Heraf dog: Benz(a)pyren Dibenz(a,h)anthracen	0,1 0,1	0,1																	

* Hvilke PAH'er der skal måles for er ikke defineret.

PRØVETAGNING - PAH

Prøvetagningsudstyr	Udstyret skal være rengjort og lavet af rustfrit stål eller PE (mureske eller rørprøvetager).
Prøveemballage	Jordprøven skal udtages i et glas med tæt låg, eventuelt med membran (duran, redcap glas m.v.), hvor hele den udtagne jordprøve analyseres. Der fyldes kun lidt jord (ca. 50 g) i glasset for at sikre, at der er plads til både vandtilsætning og ekstraktionsmiddel. Når prøven ekstraheres direkte i prøveglasset, skal der udtages en parallel prøve med samme prøver. til bestemmelse af tørstofindholdet. Hertil kan anvendes enhver tæt emballage.
Transport og opbevaring	Mærkt og køligt (helst mindre end 4 °C).
Holdbarhed	Max. 1 måned.
Udtagning af delprøver	Der analyseres direkte på jordmængden i prøveglasset. For jordprøver udtaget i anden emballage, skal der udtages delprøver fra emballagen. Ved forberedelse af blandingsprøver eller ved udtagning af delprøver fra en større jordmængde udtages jord fra mindste 10 forskellige steder i glasset efter omrøring eller en grov homogenisering/signering. Sten større end 5 - 10 mm eller andre ikke jordbestanddele som metal- eller plantedele medtages ikke i delprøven, men evt. indhold noteres i analyserapporten. Hvis mere end 10% af prøven skønnes at bestå af sten, skal mængden afvejes og opgives. Slagger eller anden forurening som tjære-, eller asfaltklumper medtages i den repræsentative delprøve.

ANALYSEMETODER - PAH

Feltteknik	IMMUNOASSAY FLUORIMETER, se feltmetoder for olieprodukter
Screeningsteknik	Se GC/FID-PENTANEKSTRAKT OLIEPRODUKTER for indikation af PAH indhold i prøven
Specifik teknik	GC/MS/SIM-TOLUEN EKSTRAKT

De i ovenstående skema anførte analysemetoder beskrives nærmere i de efterfølgende skemaer.

FELTTEKNIK: IMMUNOASSAY⁵ - PAH

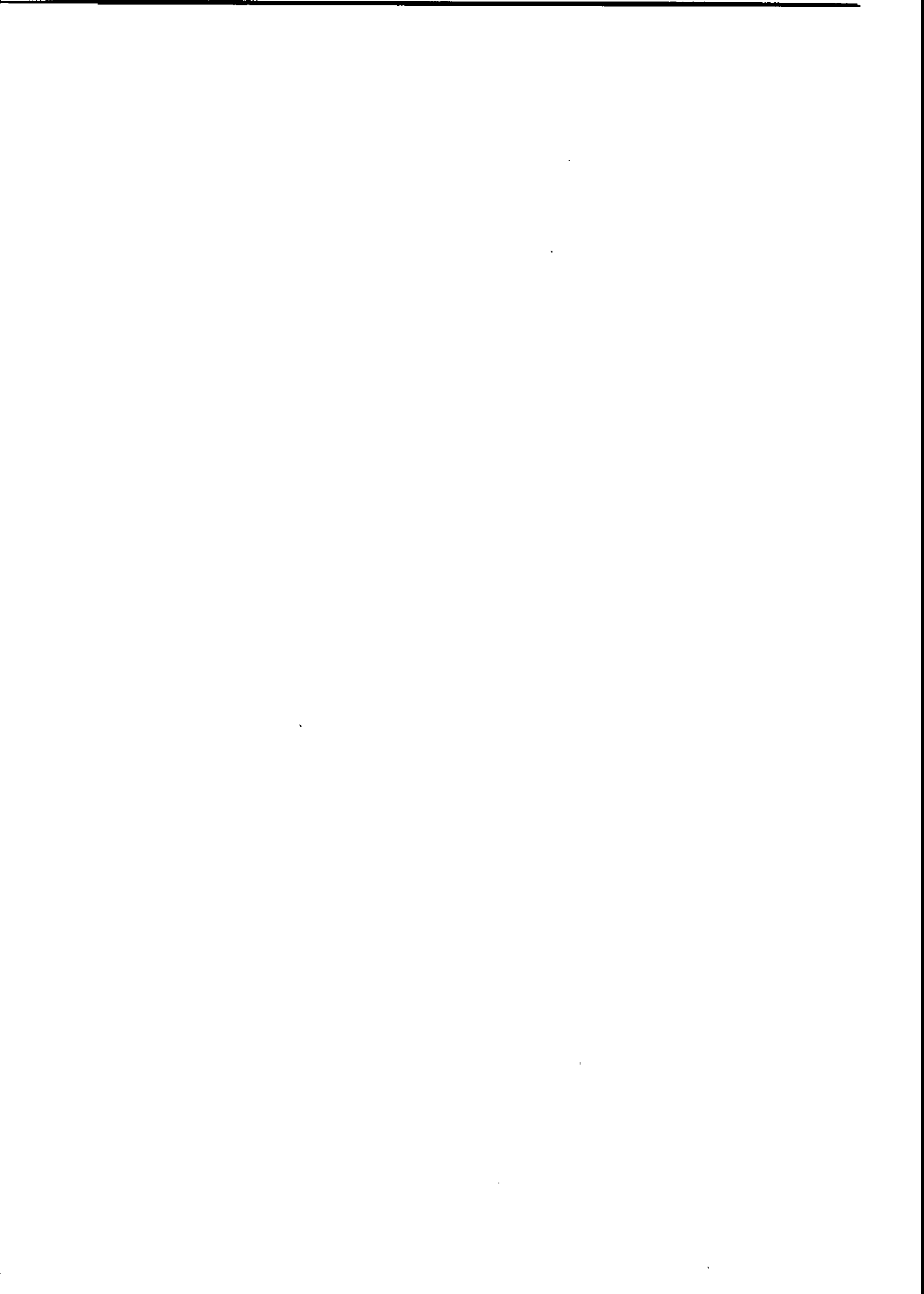
Anvendelsesområde	Anvendes til vurdering af om jord er forurenet med PAH.
Princip	Metoden er baseret på Immunoassay teknologi og er specifik for PAH. PAH ekstraheres fra jorden, og ekstraktet tilsættes reagenser bl.a. antistoffer/enzymer, som reagerer med farve, hvis prøven ikke indeholder PAH over en forudbestemt koncentration. Normalt bestilles 2 eller 3 testniveauer, f.eks. 1, 5 og 50 mg/kg, men testniveauer kan bestilles efter behov.
Forbehandling	Ca. 10 g jord ekstraheres med methanol og analyseres med Immunoassay teknikken.
Analyse	Se princip. Til at måle farvedannelse anvendes et spektrofotometer, hvor farveintensiteten sammenlignes med en standard, som svarer til testniveauet.
Beregning af resultater	Resultatet opgives som mere eller mindre end testniveauet.
Detektionsgrænser	Minimums detektionsgrænsen er ca. 1 mg/kg.
Interferens	interferens fra BTEX og pentachlorophenol er minimale.
Rapportering	Resultatet opgives som mere eller mindre end testniveauerne, f.eks. mere end 50 mg/kg men mindre end 5 mg/kg.
Bemærkninger	Farvedannelsen sker hovedsagelig for de 3-4 ringede aromater. Kræver kemisk uddannet personale og indendørs faciliteter.

SPECIFIK TEKNIK: GC/MS SCAN OG SIM - TOLUENEKSTRAKT - PAH

Anvendelsesområde	Identifikation og kvantificering af 15 PAH.		
Princip	Ca. 50 g jord i tæt glas tilsættes 20 ml toluen med intern standard og 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) i vand. Prøven ekstraheres i 16 timer på et rysteapparat. Toluen ekstrakten analyseres ved kapillar-gaschromatografi med massespektrometer detektor (GC/MS-SIM). Kvantificering foretages ved at sammenligne prøvens chromatografiske arealer med tilsvarende arealer for standardstoffer.		
Forbehandling	Prøven i glasset vejes, og mængden af prøven bestemmes. Der anvendes pretarerede glas eller det rene tomme glas vejes efter brug. Hele prøvemængden (40 - 60 g) tages i arbejde. Ved mindre mængde skal der anvendes forholdsvis mindre mængde toluen af hensyn til detektionsgrænserne. Ved større mængde jord skal glasset åbnes og den overskydende jord fjernes. Der tilsættes 20 ml toluen og 20 ml opløsning af natriumpyrofosfat (0,05 M) i vand. Ekstraktionsmidlet skal være tilsat en intern standard f.eks. orthoterphenyl eller n-triacontan. Glasset rystes voldsomt i hånden, således at der opstår en ensartet suspension. Glasset rystes langs centeraksen på rysteapparat i 2 timer. Rysteapparatet skal kunne ryste svarende til minimum 7 cm slaglængde og 150 slag/min. Ekstraktionen udføres ved stuetemperatur indenfor 1 måned efter modtagelse på laboratoriet. Hvis nødvendigt, kan ekstrakten centrifuges før GC-analysen.		
Analyse	Ekstrakten analyseres ved en GC/MS-analyse. Der anvendes en egnet kapillarkolonne. Analyserne udføres som enkeltbestemmelser. Ved hver analyserunde skal der desuden køres blindprøver og standarder.		
Eksempel på egnede gaskromatografiske betingelser	Gas kromatograf: Injektion: Kolonne:	HP 5890 1 µl, split, HP-5, 25 m, 0,2 mm ID, 0,33 µm film	Injektor: Detektor: Temp. program:
			Splitless, 250 °C MS i scan mode 40 °C i 1 min, 15 °C/min til 280 °C.
Beregning af resultater	Stofferne identificeres ved deres retentionstid i forhold til standarder og relativ abundance for udvalgte karakteristiske masser (m/z). Der kvantificeres i henhold til karakteristiske ioner og ved anvendelse af intern standard efter kalibrering med eksterne standarder.		
Kalibrering	Den interne standard anvendes som en kvalitetskontrol af retentionstider og injektionsteknik samt til at korrigere for eventuelle tab under prøvebehandling, herunder tab af ekstraktionsmiddel ved fordampning. Det er forudsat, at koncentrationen af den interne standard er præcis den samme i standarden som i prøven og blind. Ved indkøring af metoden fastlægges en standardkurve med mindst 5 punkter til at afgøre linearitetsområdet. Ved daglig brug af instrumentet verificeres kalibreringen med 2 standarder: en i den lave ende og en midt i området. Til kvantificering af PAH anvendes følgende standarder: Fluoranthren Benz(k)fluoranthren Dibenz(a,h)anthracen Benz(b)fluoranthren Benz(a)pyren Indeno(1,2,3-cd)pyren		
Detektionsgrænser	Detektionsgrænsen er ca. 0,01 - 0,1 mg/kg for enkeltstoffer.		
Interferens	-		
Rapportering	Resultatet opgives i mg/kg TS. Tørstofbestemmelsen udføres på en særskilt jordprøve i henhold til DS 204, med den modifikation, at der udtages ca. 20 g jord.		
Bemærkninger			

REFERENCER - PAH

- 1 Toksikologiske kvalitetskriterier for jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 12. 1995.
- 2 Økotoxikologiske jordkvalitetskriterier. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 13, 1995.
- 3 Miljøstyrelsens bekendtgørelse nr. 823 af 16. september 1996 om anvendelse af affaldsprodukter til jordbrugsformål.
- 4 Kemiske stoffers opførsel i jord og grundvand. Projekt om jord og grundvand fra Miljøstyrelsen. Nr. 20. 1996.
- 5 A rapid, On-site Screening Test for Polynuclear Aromatic Hydrocarbons in Soil. McDonald, P.P., Almond, R.E., Mapes, J.P. & Friedman, S.B. Journal of AOAC International, vol 77 (2), 466- 472, 1994.
- 6 Nordic Guidline for Chemical Analysis of Contaminated Soil Samples. NORDTEST-prosjekt 1143-93. SINTEF Oslo, januar 1996.



Granskning af prøvetagnings- og analysestrategi

- Granskning* En formel, dokumenteret, dækkende og systematisk gennemgang som har til formål at dokumentere at prøvetagnings- og analysestrategien opfylder specificerede og underforståede krav i henhold til undersøgelsens formål, samt identificerer problemer og belyser andre evt. bedre løsninger.
- Granskningen (verifikationen) gennemføres i mindst fem faser således:
- Fase 1 - Strategien* Kontrol af prøvetagnings- og analysestrategien *før opstart af feltaktiviteter.*
- Fase 2 - Feltaktiviteter* Gennemgang af resultater fra feltaktiviteter; prøvetagning (boretækning, boreprofiler endelig placering af boringer), feltmålinger, observationer og beslutningsgrundlag med henblik på valg af prøver til kemisk analyse.
- Disse resultater og beslutningsgrundlag skal indgå i den endelige rapportering eller skal kunne rekvireres af klienten eller miljømyndighederne.
- Under granskning skal beslutningsgrundlag vurderes i henhold til granskningens kontrolpunkter og ovennævnte prøvetagnings- og analysestrategi i fase 1.
- Fase 3 - Analysebestilling* Kontrol af, om analysebestillingen hos analyselaboratoriet er i overensstemmelse med fase 1 og fase 2.
- Fase 4 - Analyseresultater* Kontrol af, om analyseresultater er i overensstemmelse med bestillingen i fase 3.
- Fase 5 - Rapportering* Kontrol af, om de relevante afsnit i undersøgelsesrapporten indeholder tilstrækkelige detaljer vedrørende prøvetagning og analysearbejdet, således at strategier, resultater og konklusioner (inklusive begrænsning og mangler) står klart.

GRANSKNING AF PRØVETAGNINGS- OG ANALYSESTRATEGI

Sagsnavn: _____ Sags nr.: _____
Udarbejdet af: _____ Kontrol af: _____ Dato: _____
Dokumentgrundlag: _____

FASE 1 - STRATEGIEN

KONTROLPUNKTER

- 1.1 - Undersøgellesformål*
- Er kravene til forureningsundersøgelsen defineret, herunder omfang, begrænsninger, sikkerhed for lokalisering og detaljeringsgrad?
 - Er undersøgelsen gennemført i henhold til et myndigheds godkendt undersøgelsesprogram eller -oplæg?
- 1.2 - Baggrund og historik*
- Er der indhentet tilstrækkelige og relevante historiske oplysninger om lokaliteten, inkl. kort materiale og lokalisering af potentielle kilde?
 - Er undersøgelsesområdet entydig afgrænset?
 - Er der tidligere udført undersøgelser på lokaliteten eller i området?
 - Er der indhentet information om geo-/hydrogeologiske forhold?
 - Er lokalitetens aktuelle arealanvendelse og eventuelle ønsker om fremtidige arealanvendelse beskrevet?
 - Er potentielle forureningskomponenter identificeret?
 - Er der taget stilling til den forventelige fordeling af forurening i jordlagene samt til nedbrydningsprodukter, fri fase, udvaskning m.v.?
- 1.3 Prøvetagning*
- Er området opdelt i prøvetagningsfelter iht. forureningskilder eller sårbare områder som skal vurderes i risikovurdering?
 - Er der tilstrækkeligt prøvetagningspunkter omkring kendte kilder og er der taget højde for spredning ved placering af disse?
 - Er der overvejet gitterlængder m.h.t. ukendt forurening?
 - Er boringer/grave ført til tilstrækkelig dybde?
 - Er den planlagte boreteknik tilstrækkelig?
 - Er der planlagt at der udtages en tilstrækkelig antal af prøver fra relevante dybder og geologisk aflejringer?
- 1.4 Felt- og kemiske analyser*
- Er der planlagt anvendte feltmetoder til at bedømme prøverne?
 - Er der planlagt tilstrækkelige prøver til relevante kemiske analyser?
 - Er der planlagt hvilke specifikke parametre, der skal måles og til hvilke detektionsgrænser?

GRANSKNING AF PRØVETAGNINGS- OG ANALYSESTRATEGI

Sagsnavn: _____ Sags nr.: _____
Udarbejdet af: _____ Kontrol af: _____ Dato: _____
Dokumentgrundlag: _____

- Er der vurderet om prøverne skal screenes for andre evt. ukendte forureninger?
- Er der truffet aftalte med analyselaboratoriet om analyseydelser og prøvetagning?

GRANSKNING AF PRØVETAGNINGS- OG ANALYSESTRATEGI

Sagsnavn: _____ Sags nr.: _____
Udarbejdet af: _____ Kontrol af: _____ Dato: _____
Dokumentgrundlag: _____

FASE 2 - FELTAKTIVITETER (KONTROLPUNKTER)

- 2.1 - Prøvetagningspunkter*
- Er prøvetagningspunkter placeret iht. strategi jvf. fase 1 og er denne placering tilstrækkelig?
 - Er der udført flere prøvetagningspunkter eller er prøvetagningspunkterne flyttet?
 - Er prøvetagningspunkterne indmålt på et kort og nivelleret?
- 2.2 - Prøvetagning*
- Er den anvendte boreteknik acceptabel?
 - Er de forurenede områder afgrænset?
 - Er der udarbejdet en markjournal?
 - Er jordprøverne udtaget med omhu?
 - Er der anvendt emballage leveret af analyselaboratorium?
 - Er jordprøverne beskrevet geologisk og forureningsmæssigt?
 - Er der udført feltanalyser i felten eller på laboratoriet?
 - Er der vedlagt metodebeskrivelse og resultatskema for feltanalyserne?
 - Er der udtaget del jordmængder til de forskellig emballage for forskellige typer analyser (tørstof, flygtige stoffer, PAH'er m.v.)?

GRANSKNING AF PRØVETAGNINGS- OG ANALYSESTRATEGI

Sagsnavn: _____ Sags nr.: _____
Udarbejdet af: _____ Kontrol af: _____ Dato: _____
Dokumentgrundlag: _____

FASE 3 - ANALYSEREKVISITION (KONTROLPUNKTER)

3.1 - Valg af prøver

- Er antal af prøver udvalgt til kemisk analyse tilstrækkeligt for at kunne dokumentere forureningsforholdet?
- Er der redegjort for hvilke kriterier, der ligger til grund for udvælgelse af prøver til kemisk analyse?
- Er analyseparametrene hensigtsmæssige i forhold til de arealet anvendte stofgrupper og eventuelle nedbrydningsprodukter?
- Er information fra feltmetoder anvendt til at bekræfte/udvide valg af analyseparametre?
- Er der udvalgte et antal prøver til at bekræfte forureningsforhold iht. resultater fra feltmålinger?
- Skal nogle af jordprøverne "screenes" for flere forureningsstoffer?

3.2 - Opbevaring og transport

- Er de rigtige emballager (evt. leveret af analyselaboratoriet) anvendt ved prøvetagning?
- Er jordprøverne forsynet med lokalitetsnavn/prøvenr. og dato?
- Er jordprøverne afleveret indenfor 24 timer efter prøvetagning og er der lavet aftale med laboratoriet at deres arbejde skal påbegyndes inden for 24 timer (flygtige, ustabile forureninger)?
- Er prøverne opbevaret køligt og mørkt indtil aflevering?

3.3 - Rekvisition af analyser

- Fremgår det klart af analyserekvisition hvilke stoffer, der skal kvantificeres og om prøverne skal screenes for andre stoffer?
- Fremgår det klart af analyserekvisitionen, hvilke detektionsgrænser, der ønskes (1/10 af acceptkriteriet)?
- Er der aftalt pris, rapporteringsfrist, evt. krav til rapportering med analyselaboratoriet?
- Er der taget stilling til om analysekvaliteten er tilstrækkelig iht. krav om stofidentifikation, kvantificering, genfindelse, standardafvigelse, akkreditering, metode, dokumentation og vurdering af overholdelse af acceptkriteriet?

GRANSKNING AF PRØVETAGNINGS- OG ANALYSESTRATEGI

Sagsnavn: _____ Sags nr.: _____
Udarbejdet af: _____ Kontrol af: _____ Dato: _____
Dokumentgrundlag: _____

FASE 4 - ANALYSERESULTATER (KONTROLPUNKTER)

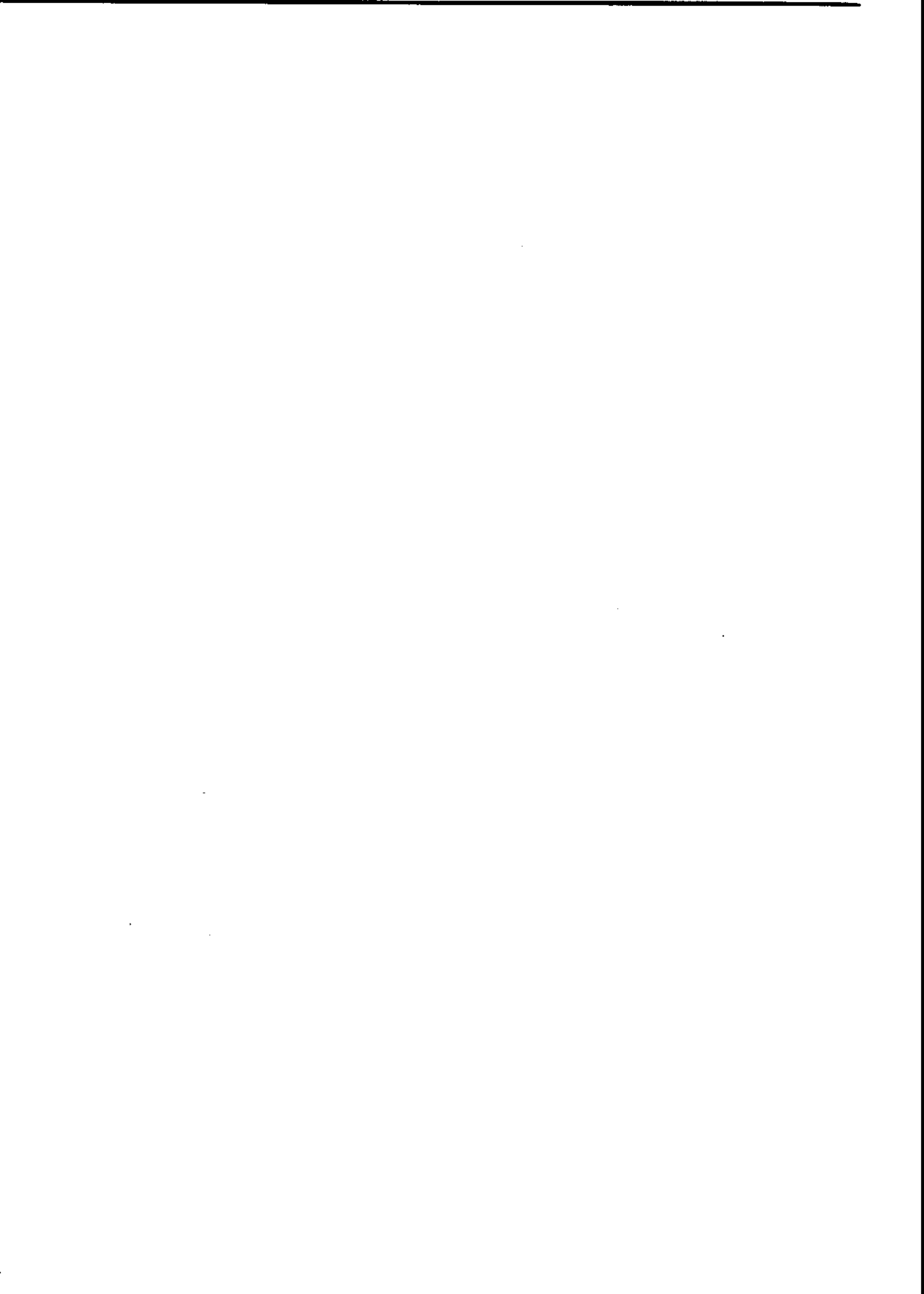
- 4.1 - Kontrol af analysearbejde Er analysearbejdet udført i overensstemmelse med analyserekvisektion mht. kvantificering af specifikke parametre, screeningsanalyse, detektionsgrænse?
- Er lokalitetsnavn, prøvenr., metodebeskrivelse (evt. standardafvigelse, genfindelse), kromatogrammer af prøver, blind og standard angivet i analyserapporten?
- Er resultater/rapport fremsendt indenfor tidsfristen?
- Er fakturaen i overensstemmelse med det udførte arbejde?

GRANSKNING AF PRØVETAGNINGS- OG ANALYSESTRATEGI

Sagsnavn: _____ Sags nr.: _____
Udarbejdet af: _____ Kontrol af: _____ Dato: _____
Dokumentgrundlag: _____

FASE 5 - RAPPORTERING (KONTROLPUNKTER)

- 5.1 - Generelt*
- Fremstår prøvetagnings- og analyseafsnit samt bilag på en tilfredsstillende måde?
 - Er informationen korrekt og uden misvisende beskrivelser?
 - Er der kort med boreplacering og borejournaler?
 - Er feltmetoder rapporteret tilfredsstillende?
 - Er analyseresultater og feltmetoder i overensstemmelse?
- 5.2 - Forureningsforhold*
- Er der foretaget en vurdering af forureningsforhold for hvert prøvetagningsfelt, både sammensætning og udbredelse med inddragelse af alle formationer fra prøvetagning og analysearbejde?
 - Er forureningen afgrænset/lokaliseret?
 - Er forurenings sammensætningen identificeret?
 - Kan forureningsfordelingen relateres til de kendte forureningskilder?
 - Er forureningsforholdet afklaret, eller skal der foretages supplerende undersøgelser?
- 5.3 - Risikovurdering*
- Er information om forureningsforhold i de enkelte prøvetagningsfelter anvendt korrekt og optimalt i en risikovurdering?
 - Er forureningskilde og spredning herfra belyst og vurderet?
- 5.4 - Konklusioner*
- Er rapportens konklusioner i overensstemmelse med de aktuelle forureningsforhold?
 - Har prøvetagning og analysearbejde tilvejebragt et tilstrækkeligt grundlag for beslutning om lokalitetens fremtid, herunder supplerende undersøgelser, deponering af jord m.v.?
 - Er der henvist til alle relevante myndighedskrav og normer i forbindelse med fortolkning af analyseresultater?

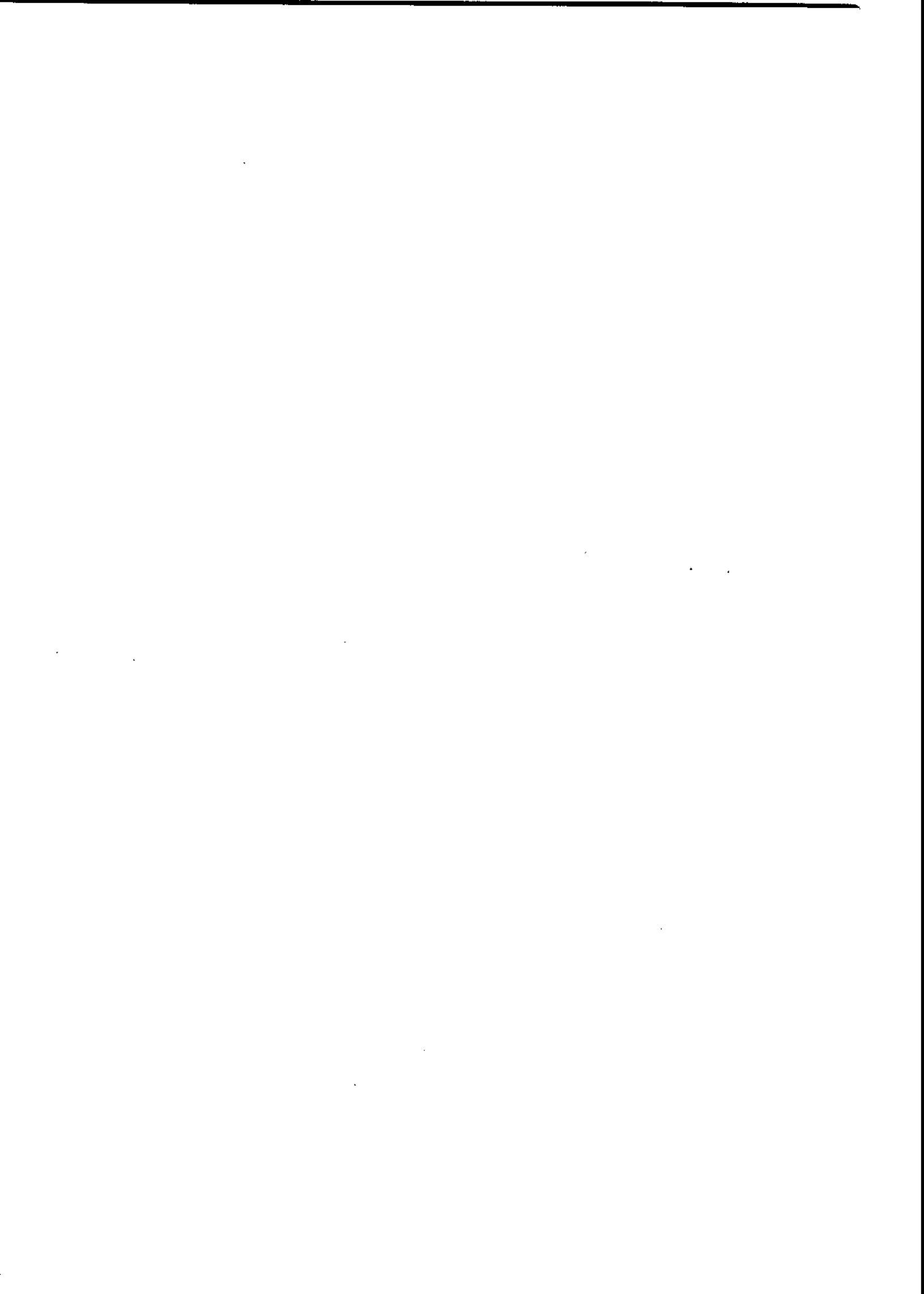


Analyseparametre

I bilag 4 opstilles en liste over forventelige analyseparametre baseret på "Forurenet og rensed jord på Sjælland og Lolland - Falster. Vejledning i håndtering og bortskaffelse", udgivet af Amterne på Sjælland og Lolland - Falster samt Frederiksberg og Københavns kommuner. Februar 1997.

Virksomhedstype	Analyseparametre
Akkumulator/tørelementer	Sporelementer; Pb, Cr, Ni, Cd og As
Asfalt/tjærevirksomhed	Phenoler PAH Olie inkl. BTEX
Farve/lakindustri	Chlorerede opl. midler Sporelementer; As, Cr, Cu, Cd, Pb, Zn, Sn Phthalater
Garverier	Chlorerede opl. midler, Sporelementer; As, Cr, Cu, Ni, Cd, Pb, Zn
Gasværker	Phenoler PAH Olie inkl. BTEX Cyanid og svovl
Galvanisering	Chlorerede opl. midler Sporelementer; As, Cr, Cu, Cd, Pb, Zn Cyanid
Glasuld/glasfiber	Phenoler
Industriakering/overfladebehandling	Chlorerede opl. midler Olie Vandblandbare opl. midler
Kemisk råstofindustri	Chlorerede opl. midler Olie Vandblandbare opl. midler Sporelementer (afhængig af industrien)
Korn- og foderstofindustri	Sporelementer; Hg
Limfabrikker	Olie Vandblandbare opl. midler
Medicinalvarefabrikker	Chlorerede opl. midler Olie Vandblandbare opl. midler
Metalstøberier/jern- og stålværker	Chlorerede opl. midler Olie inkl. BTEX Phenoler Sporelementer; Cr, Cu, Cd, Pb, Zn, Ni, Mo

Virksomhedstype	Analyseparametre
Olie/benzinanlæg (servicestationer)	Olie/benzin inkl. BTEX og additiver (MTBE, 1,2-dichlorethan og 1,2-dibromethan) Sporelementer; Pb
Olie/benzinoplæg, raffinaderier	Olie/benzin inkl. BTEX og additiver (MTBE, 1,2-dichlorethan og 1,2-dibromethan) Sporelementer; Pb
Pesticidproduktion	Chlorerede opl. midler Olie Vandblandbare opl. midler Pesticider Sporelementer; As, Hg, Cr, Cu
Plastindustri	Olie Vandblandbare opl. midler Phthalater Sporelementer; Pb, Cd
Renserier	Chlorerede opl. midler Olie Vandblandbare opl. midler
Skibsværfter	Chlorerede opl. midler Olie PAH Vandblandbare opl. midler
Skrothandlere	Olie Sporelementer; Cr, Cu, Cd, Pb, Ni
Tekstilvarefabrikker og imprægneringsvirksomheder	Chlorerede opl. midler Olie Vandblandbare opl. midler Phenoler inkl. Pentachlorphenol Sporelementer; Cr, Cd, Ni
Træimprægnering	Sporelementer; As, Cr, Cu, Sn Fluor PAH Phenoler inkl. pentachlorphenol
Trykkerier	Chlorerede opl. midler Olie Vandblandbare opl. midler Sporelementer; Cr, Ni, Cu, Hg, Pb
Vulkaniseringsanstalter	Chlorerede opl. midler Olie Vandblandbare opl. midler



Registreringsblad

Udgiver: Miljø- og Energiministeriet. Miljøstyrelsen
Strandgade 29, 1401 København K
telefon 32660100 telefax 32660479 <http://www.mst.dk>

Serietitel, nr.: Vejledning fra Miljøstyrelsen, 13/1998

Udgivelsesår: 1998

Titel:
Prøvetagning og analyse af jord

Undertitel:

Forfatter(e):

Udførende institution(er):
NIRAS

Resumé:
Vejledningen indeholder generelle retningslinier for prøvetagning og analyse af jord. Der er for de forskellige stoffer og stofgrupper beskrevet prøvetagningsteknikker og analysemetoder. Der er opstillet en række minimumskrav til disse prøvetagnings- og analysemetoder samt defineret en række standardanalysemetoder, der skal anvendes i forbindelse med forureningsundersøgelser.

Emneord:
jord; analysemetoder; prøvetagning; standarder; jordkvalitet; kvalitetskriterier; kvalitetskrav; feltmetoder

Andre oplysninger:

Md./år for redaktionens afslutning: 1998

Sideantal: 126 **Format:** A4

Oplag: 900

ISBN: 87-7909-142-3 **ISSN:** 0108-6375

Tryk: Saloprint

Pris (inkl. moms): 115 kr.

Kan købes i: Miljøbutikken, Læderstræde 1-3, 1201 København K
telefon 33379292 telefax 33927690 e-post milbut@si.dk

Må citeres med kildeangivelse

Trykt på 100% genbrugspapir **Cyclus**

Prøvetagning og analyse af jord

Vejledningen indeholder generelle retningslinier for prøvetagning og analyse af jord. Der er for de forskellige stoffer og stofgrupper beskrevet prøvetagningsteknikker og analysemetoder. Der er opstillet en række minimumskrav til disse prøvetagnings- og analysemetoder samt defineret en række standardanalysemetoder, der skal anvendes i forbindelse med forureningsundersøgelser.

Pris kr. 115,- (inkl. 25% moms)

ISSN nr. 0108-6375

ISBN nr. 87-7909-142-3

Kan købes i Miljøbutikken

Telefon: 33 37 92 92 · Fax: 33 92 76 90 · e-mail: milbut@si.dk

Miljø- og Energiministeriet **Miljøstyrelsen**

Strandgade 29 · 1401 København K · Telefon 32 66 01 00