

MAREANO Kjemiprogram

Metodebeskrivelse for prøvetaking og analyse av havbunnsedimenter

versjon 28.01.2019

Ansvarlige forfattere: Stepan Boitsov (HI) og Henning Jensen (NGU)

Innhold

1. INNLEDNING.....	2
2. PRØVETAKING	2
2.1 Prøvetakingsutstyr.....	2
2.2 Uttak av prøver fra sedimentkjerner	3
2.3 Uttak av overflateprøver fra bokscorer for nye organiske miljøgifter	7
3. ANALYSER	7
3.1 Preanalyse (frysetørking, XRI, syre-ekstraksjon).....	7
3.2 Kornstørrelsesfordeling, organisk karbon, total svovel og metallanalyser	8
3.3 Hydrokarboner, bromerte flammehemmere og klorerte miljøgifter	9
3.4 Nye organiske miljøgifter	9
4. Kvalitetssikring	10
5. MAREANOs kjemidatabase og data til andre brukere.....	11

Vedlegg 1. Dekkslogg

1. INNLEDNING

I regi av MAREANO gjennomfører Havforskningsinstituttet (HI) og Norges geologiske undersøkelse (NGU) prøvetaking av havbunnsedimenter, og prøvene analyseres for en rekke fysiske og uorganiske-kjemiske parametere samt for noen av de mest aktuelle typer organiske og uorganiske miljøgifter.

Dette metodedokumentet beskriver de metodene som anvendes i prøvetaking på tokt og i analysene av prøvene i forskjellige laboratorier. Dokumentet er et levende dokument som gir en beskrivelse av de gjeldende metodene per dato. Metodedokumentet gjelder sammen med MAREANOs Kjemidatabase som dokumentasjon for Kjemiprogrammet i MAREANO. Begge filer lagres på www.mareano.no/datanedlasting/kjemidata og oppdateres i januar hvert år.

2. PRØVETAKING

Utvelgelse av egnete lokaliteter for prøvetaking på tokt utføres med hjelp av kart fra multi-stråleekkolodd og video, samt informasjon fra grunn seismikk der denne er tilgjengelig. For prøvetaking for kjemiformål fokuseres det på lokaliteter med finkornete sedimenter fordi disse forekommer i stabile sedimentasjonsområder og vanligvis inneholder de høyeste nivåene av miljøgifter.

Innsamling av prøver til Kjemiprogrammet omfatter to hovedtyper av prøver:

1. **overflateprøver** – enkeltprøver av det øvre sedimentlaget på havbunnen som er i kontakt med vannet
2. **kjerneprøver** – sammenhengende kjerner av sedimenter inntil 50 cm under vannets kontakt med havbunnen

2.1 Prøvetakingsutstyr

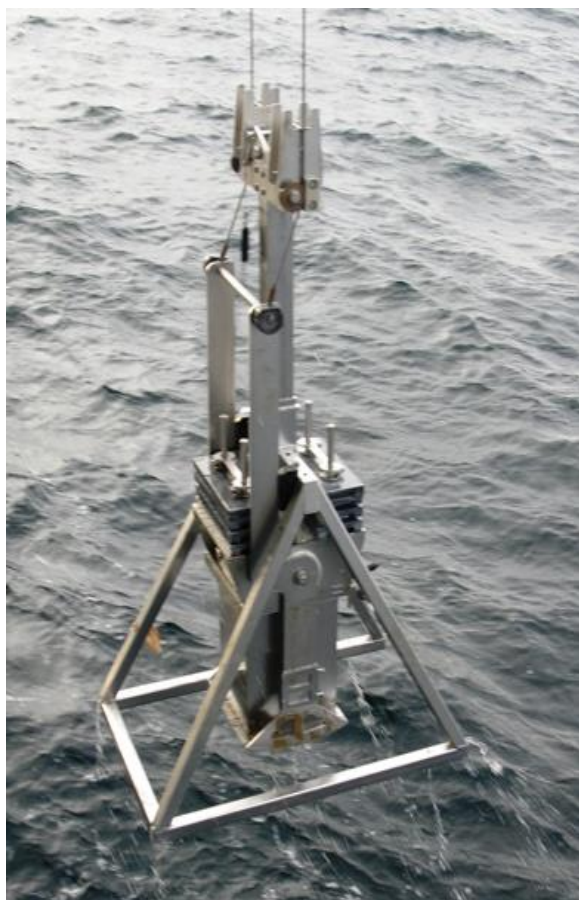
Multicorer benyttes for kjerneprøvetaking og gir 6 sedimentkjerner av opptil ca. 50 cm lengde (figur 1). Alternativt kan bokscorer benyttes for prøvetaking (figur 2), og man får 4 – 6 (noe kortere) kjerner fra bokscoreren. Det er nødvendig med flere kjerner, siden forskjellige analyser krever forskjellig forbehandling av prøvene, og fordi det kreves mye materiale til de forskjellige analysene.



Figur 1. Bildet viser multicorerer på dekk etter prøvetaking. Skissen viser dimensjoner og relativ plassering av 6 kjerner.

I 2006 og 2007 var det brukt en multicorer produsert ved NGU med 100 mm indre diameter på rørene. Fra 2008 er en multicorer fra KC-Danmark (MODEL 73.000) anvendt for prøvetaking. Denne multicorer har rør med 106 mm indre diameter. Figur 1 viser multicoreren på dekk med sedimentkjerner. Multicoreren har i alt 6 rør bestående av transparente PVC glass rør, slik at det er mulig å få 6 sedimentkjerner på en stasjon valgt ut for kjemisk analyse. Som et minimum må det være minst 4 sedimentkjerner for at prøvetakingen på stasjonen kan godkjennes.

Bokscorer (figur 2) anvendes for prøvetakingen dersom multicorer ikke kan brukes. For å få sedimentkjerner fra bokscorer, brukes det multicorer-rør som presses ned i sedimentene, slik at det tas minimum 2 sedimentkjerner. Disse blir så opparbeidet på samme måte som multicorer sedimentkjerner, som beskrevet i neste avsnitt. Det kan fås opptil 6 kjerner fra en bokscorer. Bokscorer anvendes også til prøvetaking for nye organiske miljøgifter (se avsnitt 2.4.)



Figur 2. Bokscorer på vei opp.



Figur 3. Van Veen grabb.



Van Veen grabb (figur 3) anvendes til innsamling av overflateprøver i noen få tilfeller der det ikke er mulig å bruke annet utstyr.

2.2 Uttak av prøver fra sedimentkjerner

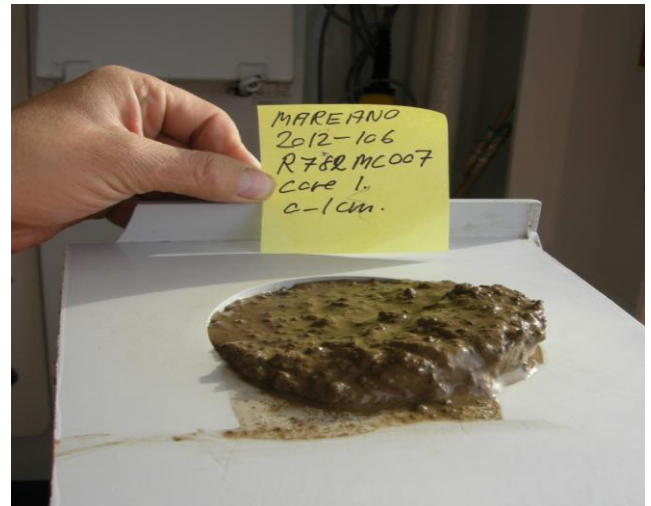
Multicoreren har 6 faste rørposisjoner som er merket 1-6. Disse korresponderer med dekkloggens nummer 1-6. Denne identifikasjonen beholdes gjennom logging, prøvemerkning og rapportering. Hvis man er nødt til å bruke bokscorer i stedet, så er prosedyren den samme, men kjernene blir nummerert vilkårlig.

1. Når multicoreren er kommet opp, gjøres det en vurdering av behovet for flere hiv. Vurderingen gjøres av den ansvarlige geolog/kjemiker som er på vakt. Minstekravet for vellykket prøvetaking er 4 godkjente prøverør (tilsvarende kjernene A, B, E og F nedenfor), men 6 godkjente prøverør er ønskelig der det er

mulig å få til. Dette skal man vurdere fra gang til gang. Hvis årsaken for ufullstendig prøvetaking ser ut til å være feil operering av multicoreren (for høy fart, for tidlig stopp osv.) eller andre tekniske feil, kan man forsøke på nytt, men hvis årsaken kan knyttes til mulige farefaktorer som for eksempel havbunnens tilstand (stein/grus eller grov sand), eller dårlig vær, kan det være aktuelt å avslutte prøvetaking med en gang for å unngå skade på utstyret. Man kan gjøre opp til 3 forsøk (hiv) per stasjon. Den ansvarlige for prøvetaking sjekker resultatene av grabb og evt. bokscorer, før multicorer settes ut. Resultatene av prøvetaking med grabb og bokscorer føres i dekkloggen. Resultatene fra prøvetakingen med disse redskap brukes som beslutningsgrunnlag for om multicoreren skal brukes eller ikke. Dersom bokscorerprøven er av tilfredsstillende kvalitet, skal den bli stående på dekk, slik at det kan tas sedimentkjerner fra bokscorer. Dette gjøres dersom prøvetaking med multicorer er mislykket og stasjonen vurderes som viktig for miljøanalyser.

2. Prøverørene vaskes utvendig mens de er i multicoreren, for å oppnå tilstrekkelig gjennomsyn.
3. Det tas bilde av hvert av multicorerens prøverør med sedimentkjerne og med vann over sedimentene, og med tommestokk fra bunn av rør og rørposisjonsmerking synlig i bildet.
4. Lengder på sedimentkjernene måles og føres i dekkloggen.
5. Prøverør med sedimentkjernene tas ut av multicoreren og håndteres som beskrevet i punktene 6-9 nedenfor. Rækkefølgen av sedimentkjernene er på basis av kvalitet og lengde. Med kvalitet menes det at sedimentkjerne ikke har blitt forstyrret under prøvetakingen og har vannsøyle over sedimentene. Kjernene deles i skiver med et kjerneskillerapparat. Alle relevante opplysninger noteres i en dekklogg som består av flere skjemaer (se vedlegg 1).
 - Kjerne A: lengste kerne velges ut for uorganisk kjemi (TOC, kornstørrelse, metallanalyse), og for eventuell datering ved hjelp av ^{210}Pb og ^{137}Cs , og evt ^{14}C . Denne kjernen skives om bord.
 - Kjerne B: nest-lengste kerne velges ut for organisk kjemi. Slices om bord.
 - Kjerne C: velges ut for XRI og evt. kjerneskaning (gamma og magnetisk susceptibilitet). Forsegles og oppbevares hel med vannsøyle opp til overkanten av prøverøret – oppbevaring skjer i NGUs borkjernelager på Løkken. Røntgen stråling (XRI) anvendes for å studere sedimentære strukturer og bioturbasjon. Denne informasjon er viktig når det skal besluttes hvilke sedimentkjerner som skal analyseres.
 - Kjerne D: velges ut for NGU reserve og slices om bord, med mindre det er behov for å ta denne kjernen til mikroplast-analysen, se avsnitt 2.3.
 - Kjerne E: velges ut for mikroplast-analyse. Forsegles og oppbevares hel (se egen prosedyre for mikroplast-prøvetaking, avsnitt 2.3).
 - Kjerne F: velges ut for mikroplast-analyse. Forsegles og oppbevares hel (se egen prosedyre for mikroplast-prøvetaking, avsnitt 2.3).
6. Håndtering av kjernene A og D (skives til uorganiske analyser):
 - a. Kjernen settes opp på skiveren og måles på nytt. Dette er nødvendig siden en del av sedimentet på bunnen kan bli mistet under overføring av kjernen.
 - b. Den målte lengden føres i prøvetakingsskjema sammen med opplysninger om sedimentets konsistens og andre opplysninger.
 - c. Kjernen sveives forsiktig opp til åpningen av skiveren, slik at overflaten ikke er/blir forstyrret. Øverste sedimentlag, 1 cm tykk, skal komme ut i åpningen.
 - d. Overflaten fotograferes med nummer for tokt, stasjon og rør anføres på gul lapp. (figur 4).
 - e. Kjernen skives i 1,0-cm tykke snitt. Det brukes et plastbrett (ikke metall).
 - f. Sedimentbeskrivelse gjøres og noteres i dekkloggen under skivingen.

Figur 4. Øverste 1 cm av sedimentkjerne stikker opp av kjerneskiverapparat. Overflateprøve for uorganiske analyser.



- g. prøven skyves direkte i en plastpose med lynlås som lukkes med minst mulig luft i posen.
- h. Posene blir merket med bruk av merkelappskriver: Toktnummer (for eksempel MAR2012123, stasjonsnummer (for eksempel R1234), redskap/redskapnummer|kjernenummer (for eksempel MC/BX123c4) og fradyp-tildyp in duplo (9-10cm) og med NGU-unik nummerering av samtlige prøver. Merking av prøvene gjøres på vannfast material og vannfast blekk.
- i. Plastposer med prøvene samles opp i en pappeske merket med toktnummer, stasjonsnummer og redskap/redskapnummer|kjernenummer som så lagres på fryserommet ombord. Der samles alle eskene med prøvene som skal senere tas til NGU. Hvis det er plass legges skivene fra to kjerner i hver eske, og kjernene adskilles med et papir mellom posene til de to kjernene.
- j. Antall prøver noteres i dekkssloggen

7. Håndtering av kjerne C (oppbevares hel):

Kjernen forsegles med plastlokk og grå tape, registreres i prøvetakingsskjema og lagres i loddrett stilling på dekk, sikret mot fall og tilgrising, og så kjølig som mulig. Kjernene må ikke sendes på fryserommet da det kan ødelegge sedimentstrukturer. Det er viktig å ha full vannsøyle over sedimentene for å unngå forstyrrelser, da redusert vannsøyle gir mer turbulens og dermed omrøring av sedimentene spesielt i overflaten, mens en full vannsøyle i høyere grad er med på å stabilisere sedimentene i kjernen. Tokt, stasjon og rørnummer skrives på lokket. Samme prøvemerking som beskrevet i pkt. 6g blir brukt for de hele sedimentkjernene.

8. Håndtering av kjernene E og F (oppbevares hel):

Det skal tas spesielle forbehold ved uttak av prøver til mikroplast-analyse, nærmere beskrevet i avsnitt 2.3. Formålet med spesielle tiltak er å unngå kontaminering av prøven med mikroplast-partikler som kan befinne seg i luften. Dette setter bl.a. krav på bekledningen til prøvetakingen (se avsnitt 2.3), og begrensning på hvem som kan nærme seg prøven under prøveuttaket (færrest mulig personer). Topplokket på kjernen åpnes og kjernen dekkes umiddelbart med forhåndsforberedt aluminium folie. Kjernen tas etterpå ut av multicoreren med hjelp av metallspade på bunnen, og settes i forhåndforberedte plastlokk på topp og bunn. På toppen settes lokket opp på aluminium-folie. Etter det forsegles kjernen med tape, registreres i prøvetakingsskjema og lagres i loddrett stilling på dekk på samme måte som kjerne C (punkt 7). Prøvetaking for mikroplast er nærmere beskrevet i avsnitt 2.3.

9. Håndtering av kjerne B (skives til organiske analyser):

- a. Kjernen settes opp på kjerneskiveren og måles på nytt. Dette er nødvendig siden en del av sedimentet på bunnen kan mistes under overføring av kjernen.
- b. Den målte lengden føres i prøvetakingsskjema sammen med opplysninger om sedimentets konsistens og andre opplysninger.
- c. Kjernen sveises forsiktig opp til åpningen av kjerneskiveren, slik at overflaten ikke er forstyrret. Øverste sedimentlag, 1 cm tykk, skal komme ut i åpningen.
- d. Overflaten fotograferes og nummer for tokt, stasjon og rør anføres på gul lapp.

- e. Kjernen skives i 1,0-cm tykke snitt. Det brukes et metallbrett → ikke plast!
- f. De snittede prøvene pakkes i aluminium folie hver for seg selv. Det anbefales å pakke prøvene så tett og små som mulig i folien, men ikke gjøre det for flatt, siden prøve kan lett komme ut pga. mye væske, særlig i overflateprøvene. Det er viktig å ikke miste noe av prøven.
- g. Et klistremerke (etikett) settes på aluminiumfolien som prøven er pakket i, med følgende opplysninger skrevet med blyant (ikke tusj!) på lappen: multicorer-stasjonsnummer, dato, nummeret til kjernen (1, 2,..5,6), nummeret til snittet (0-1 cm, 1-2 cm, osv.)
- h. Den merkede prøven settes i en liten plastpose. Denne avmerkes ikke.

Figur 5. Øverste 1 cm av sediment-kjerne stikker opp av kjernesliver. Overflate prøve for organiske analyser.



- i. De små plastposene med prøver samles så i en større pose, så mye som det er plass til (ca. 10 stykker). På posen skriver man alle de samme opplysningene som på hver enkel prøve, bortsett fra snittnummer.
 - j. Når posen er full, legger man de neste prøvene i en annen pose.
 - k. Plastposer med prøvene samles opp i en avmerket kasse som så lagres på fryserrommet. Der samles alle kassene med prøvene som skal senere sendes til HI.
 - l. Antall prøver noteres i dekkloggen
10. Ved ankomst til havn sendes kassene med prøver fra kjerne B til HI og eskene med kjernene A (og D) til NGU i frossen tilstand. Alle helkjerner sendes til NGU uten frysing.
11. Ferdig utfylt prøvetakingsskjema arkiveres på NGU mens kopi sendes HI sammen med tilsvarende skjema fra andre stasjoner umiddelbart etter at toktet er avsluttet.

2.3. Prosedyre for prøver til mikroplast analyse – prøvetaking.

2.3.1. Valg av sedimentkjerne til mikroplastanalyse og håndtering

Prøver til mikroplast baseres på bruk av hele forseglete sedimentkjerner E og F fra multicorer, som beskrevet i punkt 8 ovenfor. Dette gjelder dersom samtlige 6 sedimentkjerner i multicoreren kan godkjennes.

Dersom det er kun 5 godkjente sedimentkjerner, vil det være ok om man setter av kjerne D til mikroplast i stedet for slicing.

Er det 4 godkjente sedimentkjerner eller færre må det gjøres en ny prøvetaking med multicorer for å få minimum to sedimentkjerner til mikroplast.

Det er ikke aktuelt å erstatte multicorer med boxcorer for mikroplast formål, pga. risiko for kontaminering.

2.3.2. Hvordan skal de to sedimentkjerner til mikroplast håndteres

Når multicorer kommer opp, gjøres den vanlige sjekk av de 6 rørene for godkjenning/ikke godkjenning. Viktig å få lukket med topp og bunnlokk, dersom disse ikke har lukket skikkelig når multicoreren kommer opp på dekk.

Alufolie skal monteres på toppen av sedimentkjernen før montering av plastlokk. Alufolien må oppbevares på en slik måte at den er minst mulig eksponert for partikler i luft og partikler (pakk inn alufolien i alufolie og ta bare ut folien når det skal brukes for forsegling).

Alufolien tapes på yttersiden av røret. Topplokket (som består av mykplast) monteres. Samme type nummerering som ellers med unik nummer.

All håndtering av sedimentkjerner til mikroplast frem til og med forseglingen må skje i hangaren. Alle lukkede rom må antas å ha luft full av mikropartikler og må derfor anses som mulig kontamineringskilde.

Det er viktig at det går minst mulig tid fra fjerning av multicorer topplokket til alufolien settes på. Dette er pga. mulighet for kontaminering fra partikler i luft og fra tekstiler til de som jobber med sedimentkjernene. Om mulig så la rør stå i multicoreren når dette gjøres, slik at det er minst mulig håndtering og tid før sedimentkjernene til mikroplast er forseglet og satt til side.

Klær: syntetiske stoffer i tekstiler bør unngås. Foretrukne tekstiler er enten bomull eller ull. Fleece klær må unngås. Bruk gjerne vanlig oljehyr selv om dette er plastbasert. Antakelsen er at oljehyr ikke frigir så mye fibre som syntetiske klær som fleece gjør.

2.4 Uttak av overflateprøver fra bokscorer for nye organiske miljøgifter

Til analyse av nye organiske miljøgifter samles det inn egne prøver av overflatesediment. En bokscorer blir tatt på samme lokaliteter som multicorer. Etter fullført prøvetaking, men før bokscoreren er åpnet, blir den tatt til side og skjermet fra all personale om bord unntatt prøvetakeren. Prøvetakeren skal ikke ha vært eksponert til noen form for såpe, kosmetikk og andre materialer som kunne inneholde siloksaner, 24 timer før prøvetaking. Feltblankprøve tilsendt fra NILU blir åpnet ved siden av bokscoreren samtidig som bokscoreren er åpnet (kun ved noen lokaliteter). To overflateprøver (ca. 0-2 cm) blir samlet inn med spade av rustfritt stål og oppbevart i vasket og glødet glass, dekket med aluminium-folie og så lukket med skrulokk på folien. Feltblankprøven er så lukket og plassert sammen med prøvene. Prøvene oppbevares ved -20°C på samme måte som multicorer-prøvene. Ved ankomst til havn sendes kassen med bokscorer-prøvene til NILU i frossen tilstand.

3. ANALYSER

3.1 Preanalyse (frysetørking, XRI, syre-ekstraksjon)

Preanalysen utføres på NGU. Prøver som er skivet om bord blir frysetørket etter ankomst NGU før uttak av prøver til kjemisk analyse. Måling av fuktinnhold blir gjort ved veiing av prøver før og etter frysetørkingen. Den reduserte vekten svarer til mengden vann i prøven. Dermed kan vanninnholdet beregnes som prosent av prøven. Disse data brukes til dateringsanalysene (^{210}Pb og ^{137}Cs analyser).

Røntgeninspeksjon (XRI) av sedimentkjerner utgjør en del av rutinene for utvelgelse av sedimentkjerner for kjemisk analyse og dateringsanalyser. Dette utføres på et Geotek Instrument på NGU. XRI analysene viser først og fremst strukturer i sedimentkjernene og større sedimentære partikler som grus og skjell.

I tilfelle det er et større antall sedimentkjerner til disposisjon enn det som er satt opp for analyse, må det velges ut de beste sedimentkjerner til analyse: Dette gjøres på basis av XRI og sedimentbeskrivelse fra dekklogg og annen tilgjengelig informasjon fra video og grunn seismikk.

3.2 Fordeling av analyser mellom HI og NGU

Analysene på prøvene av havbunnsedimenter som er tatt ut fordeles mellom HI og NGU som følgende:

- Hydrokarboner (PAH og totalt hydrokarbon innhold - THC), PBDE, klorerte miljøgifter (PCB og plantevernmidler) og alkylfenoler (inkludert alkylfenol etoksyler og bisfenol A) analyseres på HI,
 - Nye organiske miljøgifter (PFAS, PFR, siloksaner, klorparafiner) bestilles av HI fra NILU;
- Uorganiske forbindelser (hoved- og sporelementer inkl. tungmetaller og barium) samt sedimentkarakterisering (kornstørrelse, totalt karbon innhold – TC, totalt organisk karbon innhold – TOC, totalt svovel innhold – TS) analyseres på NGU.
 - Analyse av ²¹⁰Pb og ¹³⁷Cs, brukt for datering av sedimentene, bestilles av NGU fra Gamma Dating Centre (GDC) ved København Universitet.
 - Analyse av ¹⁴C, brukt for datering av sedimentene, bestilles av NGU fra ¹⁴CHRONO Centre (14CC) ved Queen's University i Belfast.

3.3 Kornstørrelsesfordeling, organisk karbon, total svovel og metallanalyser

Disse analysene gjennomføres av laboratoriet ved NGU og det brukes akkrediterte metoder.

Klargjøring av prøver til analyser omfatter frysetørking. Vanninnholdet blir registrert for hver prøve. Det tas ut prøvemateriale fra det frysetørkede prøvemateriale til kornstørrelsesanalyse, LECO analyse (TOC, TC og TS), syreekstraksjon og etterfølgende elementanalyse med bruk av ICP-AES og CV-AAS. Oversikt over metodene for uorganisk kjemiske analyser ved NGU er vist i Tabell 1.

Det tilsettes to naturlige standarder for hver 30. prøve til prøveserien for samtlige analyser for å gi bedre sammenligningsgrunnlag for analyseresultatene fra år til år.

Tabell 1. Metodene anvendt på NGU for analyser i forbindelse med MAREANO.

Analysemetode	Målte parametere	Ansvarlig for analyser	Instrument	Metodebeskrivelse	Akkreditering
Frysetørking	fuktinnhold	NGU	Hetosicc Frysetørker type CD 53-1	¹ NGU-SD 7.2.	Nei
Kornstørrelsesanalyse	>2.000 – 0,4 µm > 2.000 µm fremkommet ved gravimetrisk målinger	NGU	Coulter LS 200	¹ NGU SD 5.11.	Ja
LECO	Total karbon (TC), Total organisk karbon (TOC) Total svovel (TS)	NGU	Leco SC 444	¹ NGU SD 2.14 ¹ NGU SD 2.15 ¹ NGU SD 2.16	Ja Ja Ja
Syre ekstraksjon		NGU	CertoClav Sterilizer GmbH Type:CV-EL 18LGS	¹ Ekstraksjon med 7 N HNO ₃ i autoklav i samsvar med Norsk Standard - NS 4770.	Ja
ICP-AES	Cr, Cu, Ni, Zn, Li, Pb, Cd, As og 25 hoved- og sporelementer	NGU	ICP-AES type Perkin Elmer Optima 4300 Dual View	¹ NGU-SD 2.11: ICP-AES -analyse av ekstrakter.	Ja
CV-AAS	Hg	NGU	CETAC M-6000A Hg Analyzer.	¹ NGU-SD 2.13: Atomabsorpsjonsanalyse (CV-AAS) av Hg i ekstrakter	Ja

	²¹⁰ Pb datering, ¹³⁷ Cs analyse. ¹⁴ C datering	Ekstern – GDC Ekstern – 14CC	Kvalitetsdokumentasjon er basert på publiserte artikler i internasjonale tidsskrift.	Nei
Saltmettet løsning for utseparering av lette partikler	Mikroplastanalyse	Ekstern	Nei ²	Nei
Mikroskopi	Identifikasjon av mikroplast partikler	Ekstern	Metoden følger internasjonal veileder for visuell bestemmelse av mikroplast med mikroskop	Nei
Raman spektrometri	Mikroplast identifikasjon av plasttype.	Ekstern	Metoden følger internasjonalt etablerte rutiner for identifikasjon av mikroplast	Nei

¹Detaljerte metodebeskrivelser for de akkrediterte metodene finnes i datavedleggene til rapportene fra NGU (<http://www.mareano.no/resultater/geokjemirapporter>)

² van Cauwenberghe L., Vanreusel A., Mees J. and Janssen C. R., 2013. Microplastic pollution in deep-sea sediments. Environmental Pollution vol. 182, pp. 495 – 499.

3.4 Hydrokarboner, bromerte flammehemmere og klorerte miljøgifter

Disse analysene gjennomføres på HI. Polysykliske aromatiske hydrokarboner (PAH) analyseres i hele sedimentkjerne mens totalt hydrokarbon innhold (THC) analyseres kun i overflateprøver med akkrediterte metoder. Bromerte flammehemmere av type polybromerte difenyletere (PBDE) samt klorerte miljøgifter (PCB og enkelte plantevernmidler) analyseres kun i et utvalg av overflateprøver.

Prøvene tørkes i luften ved romtemperatur. Interne standarder tilsettes prøvene for kvantifisering i tilfellet PAH (7 deutererte PAH av forskjellig mol-vekt), PBDE (PBDE-139 og ¹³C-merket PBDE-209) og klorerte miljøgifter (PCB112) mens THC kvantifiseres med ekstern standard (baseolje-HDF 200). Sedimentet ekstraheres med bruk av ASE (accelerated solvent extraction), behandles med kobber for å fjerne svovel og renses opp på silica fastfaseekstraksjon-kolonner. For analyse av PBDE og PCB foregår ekstra opprensing direkte i ASE-cellen med hjelp av alumina. Etter opprensing tas ekstraktene til analyse beskrevet i Tabell 2. Etter at analysene er ferdige, settes resultatene sammen med resultater fra NGU for å få helhetlig tolkning.

3.5 Nye organiske miljøgifter

Denne gruppen miljøgifter omfatter fem stoffgrupper, hvorav én (alkylfenoler) analyseres på HI og resten analyseres eksternt (NILU). For alkylfenol-analyse følger man samme prøveforberedelse- og ekstraksjonsprosedyre som beskrevet ovenfor, med 6 ¹³C-merkete og deuterium-merkete interne standarder tilsatt. Etter ekstraksjon og kobberbehandling derivatiseres prøvene med pentafluorobenzoyl klorid og tas til analyse beskrevet i Tabell 2.

Tabell 2. Metodene anvendt på HI for analyser i forbindelse med MAREANO.

Analysemetode	Målte parametere	Ansvarlig for analyser	Instrument	Metodebeskrivelse	Akkreditering
GC-MS	PAH (48 forbindelser)	HI	Dionex ASE300; GC HP-6890 med Agilent N-5975 massespektrometer (EI-SIM modus)	HI metode 452 ¹	Ja

GC-FID	Totalt hydrokarbon innhold (THC)	HI	Dionex ASE300; GC HP-6890 med flamme-ionisasjonsdetektor (FID)	HI metode 453 ¹	Ja
GC-MS	Bromerte flammehemmere (26 PBDE forbindelser)	HI	Dionex ASE300; GC HP-6890 med Agilent N-5973 massespektrometer (NCI-SIM modus)	ASE ekstraksjon etterfulgt av SPE-opprensing og GC-MS analyse ¹	Nei
GC-ECD	PCB (10 forbindelser), HCH (3 isomerer), HCB, TNC, DDT (3 forbindelser), dieldrin	HI	Dionex ASE300; GC HP-6890 med mikro-ECD detektor	ASE ekstraksjon etterfulgt av SPE-opprensing og GC-MS analyse ¹	Nei
GC-MS	Alkylfenoler, alkylfenol etoksylater og bisfenol A	HI	Dionex ASE300; GC HP-6890 med Agilent N-5973 massespektrometer (NCI-SIM modus)	ASE ekstraksjon etterfulgt av SPE-opprensing, derivatisering og GC-MS analyse ¹	Nei
Varierte teknikker	PFAS, PFR, siloksaner, klorparafiner	Ekstern – NILU		Nei ²	Nei

¹Detaljerte metodebeskrivelser finnes i rapportene fra HI (<http://www.mareano.no/resultater/geokjemirapporter>)

²PFAS-metoden er detaljert beskrevet i Hanssen et al. 2013. Partition of perfluoroalkyl substances (PFASs) in whole blood and plasma, assessed in maternal and umbilical cord samples from inhabitants of arctic Russia and Uzbekistan. Science of Total Environment 447, 430-437. Andre metoder er kort beskrevet i rapportene fra HI på <http://www.mareano.no/resultater/geokjemirapporter>

4. Kvalitetssikring

Metodene brukt for de uorganisk kjemiske metodene er akkrediterte i henhold til Norsk Akkreditering (NS-4770, NGU-SD 2.11, NGU-SD 2.13, NGU-SD 2.14, NGU-SD 2.15, NGU-SD 2.16 og NGU-SD 5.11). De uorganiske analysene ved NGU og de eksterne dateringsanalysene blir gjennomgått av ansvarlig forsker før rapportering av resultatene. For å sikre at dataene er reproducerbare fra år til år brukes det to naturlige standarder (marine sedimenter fra Trondheimsfjorden og godt egnete jordprøver fra Nordkynn i Finnmark) som settes inn i prøveseriene for samtlige typer analyser for å sikre at de målte konsentrasjonene er sammenliknbare for et sett med prøver fra et år til det neste sett med prøver etterfølgende år. De naturlige standardprøvene settes etter 30 prøver. Med det reduserte antall prøver pr. kjerne til 7 prøver pr. kjerne fra 2017 settes fremover naturlige standardprøver etter 15 – 20 prøver.

Dateringsanalysene vurderes opp mot andre uorganisk geokjemiske data og annen tilgjengelig informasjon (video, grunn seismikk, XRI). De kombinerte data og informasjon gjør det mulig å vurdere kvaliteten av dateringsanalysene.

Kvalitetskontroll for de akkrediterte metodene som brukes på HI utføres etter krav gitt av Norsk Akkreditering (NS-EN ISO/IEC-17025). For ikke-akkrediterte metoder følges de samme prinsippene for kvalitetskontroll som gitt for akkrediterte metoder. Dette innebærer følgende:

- Regelmessig deltakelse i sammenlignende laboratorieprøving (SLP) arrangert av Quasimeme 2 ganger per år for PAH, PBDE og klorerte miljøgifter i sedimenter, og av Setoc 2 ganger per år for THC i sedimenter. Resultatene av SLP-øvelsene skal ikke overskride metodens usikkerhet.
- Regelmessige analyser av NIST-sertifisert referansemateriale (SRM) for utvalgte forbindelser av PAH og klorerte miljøgifter i sediment, med resultatene ført i kontrollkort. Resultatene skal ikke avvike fra sertifisert verdi mer enn metodens måleusikkerhet tilsier.

- Eget internt referansemateriale for kjemilaboratoriet (LRM) – sedimentprøve analysert på nytt for alle rapporterte forbindelser sammen med hver prøveserie eller ved hver ny opparbeiding. Resultatene føres i et kontrollkort og skal over tid ikke avvike fra etablert snittnivå med mer enn 3 standardavvik for hver kjøring.
- Resultatene kontrolleres og eventuelt korrigeres for nivåer i blankprøver som analyseres sammen med prøveseriene.

I tillegg gjennomgås endelige resultater rapportert fra laboratoriet av ansvarlig forsker før rapportering av resultatene.

5. MAREANOs kjemidatabase og data til andre brukere

Resultater fra alle analyser gjennomført på prøver av havbunnsedimenter samlet inn i regi av MAREANO, pluss på tilsvarende prøver samlet inn av HI i 2003-2004 (før MAREANO startet formelt i 2005), er samlet i *Kjemidatabasen*. Denne databasen består av en nedlastbar [Excel-fil](#) som publiseres på MAREANOs webside og oppdateres i januar hvert år. Dataene legges inn og gjøres tilgjengelig i MAREANO sin kjemidatabase i <http://www.mareano.no/datanedlasting/kjemidata>

Kjemidatabasen inneholder et INFO-ark med detaljerte metadata om alle analyser som anvendes i Kjemiprogrammet. Alle kjemidata kan knyttes opp mot spesifikke fagrapporter utarbeidet av enten NGU eller HI.

MAREANO dataene legges inn og gjøres tilgjengelig i MAREANO sin kjemidatabase i <http://www.mareano.no/datanedlasting/kjemidata>. Her er det oversikt over tokt og rapporter, med NGUs og HIs data med geografiske koordinater. Oppdatering gjøres fortløpende, etter at dataene er beskrevet i rapporter.

Utvalgte data leveres til Miljødirektoratets database for forurensingsdata i det marine miljøet www.vannmiljo.no. ²¹⁰Pb-baserte sedimentasjonsratedata leveres til det europeiske datasamarbeidet EMODNET (<https://www.emodnet-geology.eu/>). Tolkede data leveres til de respektive forvaltningsplanene for Barentshavet og Lofoten/Vesterålen/Senja samt Norskehavet og [Miljostatus.no](http://www.miljostatus.no) (<https://www.miljostatus.no/>).

Vedlegg 1. Dekkslogg

Skip/Vessel	G.O. Sars	Tokt/Cruise	MAREANO 2018-109 18.08-05.09
--------------------	-----------	--------------------	------------------------------

Van Veen grab sediment description

Ar/Year YYYY	Mnd/month MM	Dag/day DD	Tid/Time UTC HH:mm	Stasjon/Station (R__ GR__)

Sign. Beskriv.		Sign. digital versjon	
-----------------------	--	------------------------------	--

(Prøvetakings- og) sedimentbeskrivelse/(Sampling and) sediment description:

Foto/Photo

Annet/Other remarks:

Box-corer sediment description

Ar/Year YYYY	Mnd/month MM	Dag/day DD	Tid/Time UTC HH:mm	Stasjon/Station (R__ BX__)

Sign. Beskriv.		Sign. digital versjon	
-----------------------	--	------------------------------	--

(Prøvetaking- og) sedimentbeskrivelse/(Sampling and) sediment description:

Foto/Photo

Annet/Other remarks:

H Jensen/TE Finne2013	Navngi fil/Name file DekksloggR0000XX000.doc; XX=GR/BX/MC, etter siste prøve.
-----------------------	---

Skip/Vessel	G.O. Sars	Tokt/Cruise	MAREANO 2018-109 18.08-05.09
--------------------	-----------	--------------------	------------------------------

NGU multikjerne Dekkslogg

Ar/Year YYYY	Mnd/month MM	Dag/ day DD	Tid/Time UTC HH:mm	Stasjon/Station (R MC)

Sign. Beskriv.		Sign. digital versjon	
-----------------------	--	------------------------------	--

TEKNISKE NOTATER/TECHNICAL NOTES

Posisjon/ Position	01 ∅110mm	02 ∅110mm	03 ∅110mm	04 ∅110mm	05 ∅110mm	06 ∅110mm	NGUnik-nr
Lengde /Length							
Eier/ Owner							
#Skiver/ #slices							

A	NGU Lengste kjerne Snittes hver cm Plast redskap/innpakning	D	NGU Snittes hver cm Plast redskap/innpakning
B	IMR Nest lengste kjerne Snittes hver cm Metall redskap/innpakning	E	NGU Forsegles m full vannsoyle
C	NGU 3.beste kjerne Forsegles m full vannsoyle	F	NGU Forsegles m full vannsoyle

KJERNEBESKRIVELSE – LOG FRA NGU SKIVET KJERNE NR/

(CORE DESCRIPTION – log from NGU sliced core No)

Fra/ From cm	Til/ To cm	Tekstur/Texture	Strukturer/Structures	Farge/colour	Bioturbasjon/ bioturbation	Annet: Lukt, gass, div/ Other: Smell, gas, etc.

Bemerkninger/remarks:

--