

# Mareano Kjemiprogram

## Metodebeskrivelse for prøvetaking og analyse av havbunnsedimenter

Forfattet av Henning Jensen (NGU), Ana Banica (NGU), Stepan Boitsov (HI)

*Versjon datert 12.06.2024*

## Innhold

1	INNLEDNING .....	5
2	PRØVETAKING.....	5
2.1	Utvelgelse av prøvetakingspunktene.....	5
2.2	Prøvetakingsutstyr .....	5
2.3	Rutiner for loggføring og prøvemerking .....	9
2.3.1	Logging .....	9
2.3.2	Merking av prøver til analyser.....	9
2.4	Kriterier for godkjenning av prøvetaking .....	11
2.5	Uttak av prøver fra sedimentkjerner .....	11
2.5.1	Håndtering av sedimentkjerne A (uorganiske analyser) .....	12
2.5.2	Håndtering av sedimentkjerne B (organiske analyser).....	14
2.5.3	Håndtering av sedimentkjerne C (XRI) .....	14
2.5.4	Håndtering av sedimentkjernene E og F (analyse av mikroplast) .....	15
2.6	Uttak av overflateprøver fra bokscorer for nye organiske miljøgifter.....	15
2.7	Prøvehåndtering ved ankomst til havn .....	16
2.8	Uttak til mikroplastanalyser .....	16
2.9	Rutiner for arkivering av prøvematerialet .....	18
3	ANALYSER OG DATATOLKING .....	18
3.1	Samarbeid og ansvarsdeling .....	18
3.2	XRI .....	19
3.3	Kornstørrelsesfordeling, organisk og totalt karbon, total svovel og uorganiske forbindelser 19	
3.3.1	Klargjøring til analyse .....	19
3.3.2	Prøveforbehandling og analyse .....	19
3.4	Analyse av mikroplast .....	20
3.4.1	Prøveopparbeiding .....	20
3.4.2	Metode for kvalitativ og kvantitativ analyse (μFTIR, Pyr-GC/MS).....	20
3.5	Hydrokarboner, bromerte flammehemmere og klorerte miljøgifter .....	21
3.6	Nye organiske miljøgifter .....	21
4	KVALITETSSIKRING .....	22
4.1	Rutiner ved NGU .....	22
4.2	Rutiner ved HI .....	23
5	TILGJENGELIGGJØRING AV DATA.....	24
6	Vedlegg 1: Dekkslogg .....	25
7	Vedlegg 2: Metoder for mikroplastanalyser i perioden 2016-2023 .....	27

## Oversikt over figurer

Figur 1: Arbeidsflyt for Mareano Kjemiprogrammet. ....	5
Figur 2: Multicorer på vei inn etter prøvetaking tatt på tokt mai – juni 2021, stasjon R2669 fra ytre Vestfjorden. Kilde: NGU/Mareano. ....	6
Figur 3. Multicorer på dekk etter prøvetaking og merking av rørene. Kilde: NGU/Mareano. ....	7
Figur 4: (a) Bokscorer på vei opp. (b) Overflateprøve tatt med bokscorer. Kilde: NGU/Mareano.....	7
Figur 5: (a) Van Veen grabb. (b) Grabb-prøve fra stasjon R1257. Kilde: NGU/Mareano.....	8
Figur 6: Skisse som viser dimensjoner og relativ plassering (posisjoner) av kjerner på MC. For nærmere beskrivelse mht. anvendelsesområde se Tabell 1. ....	8
Figur 7: Eksempel på prøvemerking. Bildet viser opplysninger som følger med prøven samt merking etter registrering ved NGUs laboratorium. Kilde: NGU, ref. analyseoppdrag 2022.0114. ....	10
Figur 8: Eksempel på prøvemerking. Bildet viser opplysninger som følger med prøven. Kilde: HI. ....	10
Figur 9: Merking og måling av lengde på sedimentkjerner. Kilde: NGU/Mareano.....	12
Figur 10: Kjerner klar for skiving/slicing. Kilde: NGU/Mareano.....	13
Figur 11: Overflateprøve for uorganiske analyser. Kilde: NGU/Mareano. ....	13
Figur 12: Overflateprøve for organiske analyser. Øverste 1 cm av sedimentkjerner stikker opp av kjerneskiver. Kilde: Mareano tokt 2008/ NGU/Mareano. ....	14
Figur 13: Blankprøver til langtids eksponering og glass forberedt til prøvetaking. Kilde: NGU. ....	17
Figur 14: Overflateprøve til MP-analyse. Kilde: NGU. ....	18

## Oversikt over tabeller

Tabell 1: Merking av sedimentkjerner etter bruksområdet. For beskrivelse av posisjon se Figur 6. Merking gjelder for både MC og BC. ....	9
Tabell 2. Metoder for karakterisering av sedimenter, analyse av uorganiske grunnstoffer og miljøgifter samt mikroplastanalyse i MAREANO kjemiprogrammet. Ansvarlig for gjennomføring av analyseprogrammet: NGU. ....	19
Tabell 3: Metoder for analyse av organiske miljøgifter i MAREANO kjemiprogrammet. Ansvarlig for gjennomføring av analyseprogrammet: HI. ....	21

**Tabell med forkortelser benyttet i rapporten (i alfabetisk rekkefølge).**

Forkortelse (i alfabetisk rekkefølge)	Forklaring
ATR-FTIR	<u>Attenuated Total Reflectance</u> Fourier Transform Infrared Spectroscopy
BC	Boksprøvetaker (bokscorer)
CV-AAS	Atomabsorpsjonsanalyse av kvikksølv (Hg) med kalddampeteknikk (CV-AAS) (EN: Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry)
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
GR	Van Veen grabb
ICP-OES	Induktivt koblet plasma optisk emisjonspektrometri (EN: Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry)
LLQ	Nedre kvantifiseringsgrense (EN: Lower Limit of Quantification)
LPS	Laser partikkelteller (EN: Laser Particle Size analysis)
MC	Multikjerneprøvetaker (multicorer)
MP	Mikroplast
Pyr-GC/MS	Pyrolyse gas kromatografi/massespektrometri
SBR	Styren-butadien gummi (EN: Styrene-Butadiene Rubber)
TC	Totalt karbon
TOC	Totalt organisk karbon
TS	Total svovel
vekt%	Vektprosent
XRI	Røntgen inspeksjon (EN: X-Ray Imaging)

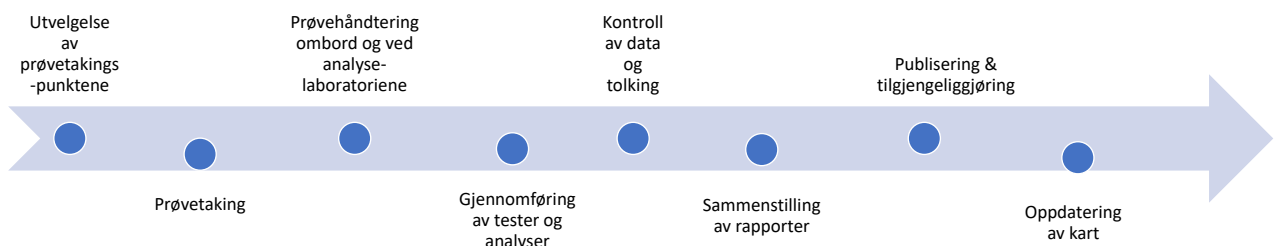
## 1 INNLEDNING

Havforskningsinstituttet (HI) og Norges geologiske undersøkelse (NGU) foretar prøvetaking av havbunnssedimenter på årlige tokt organisert som del av Mareano Kjemiprogrammet. Ansvaret for analyser, tolkning og publisering deles mellom disse instituttene. Kort oppsummert arbeidsflyt vises i Figur 1.

Prøvene analyseres for en rekke fysiske egenskaper og grunnstoffer samt for noen av de mest aktuelle typer organiske og uorganiske miljøgifter og mikroplast (MP). Resultatene publiseres i faglige rapporter og data tilgjengeliggjøres i databaser og kart på [www.mareano.no](http://www.mareano.no) og eksterne databaser som [www.vannmiljo.no](http://www.vannmiljo.no).

I dette metodedokumentet beskrives prosedyrene for prøvetaking, rutinene for prøvehåndtering, metodene for testing og analyser, samt rutinene for publisering og tilgjengeliggjøring av resultatene og tolkningsrapportene. Dokumentet revideres og ajourføres årlig slik at dette til enhver tid gir en beskrivelse av gjeldende prosedyrer og metoder.

Metodedokumentet gjelder sammen med Mareanos kjemidatabase, MarChem, som dokumentasjon for arbeidet i Mareano Kjemiprogrammet. Disse er tilgjengelige på <https://mareano.no/kart-og-data/kjemidata> Mer om tilgjengeliggjøring av data i kap. 5.



Figur 1: Arbeidsflyt for Mareano Kjemiprogrammet.

## 2 PRØVETAKING

### 2.1 Utvelgelse av prøvetakingspunktene

Utvelgelse av egnete lokaliteter for prøvetaking på tokt utføres med hjelp av kart fra multi-stråleekkolodd og video, samt informasjon fra grunnseismikk 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 Mareano 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 ca. 50 cm, under vannets kontakt med havbunnen

### 2.2 Prøvetakingsutstyr

Følgende redskap er tilgjengelige for prøvetaking:

- Multikjerneprøvetaker (multicorer, MC) med fastmonterte rør i plast (4 stk) og stål (2 stk)
- Boksprøvetaker (bokscorer, BC)
- Van Veen grabb (GR)

Prøvetaking utføres med sikte på å ivareta prøveintegritet og tilfredsstillende kvalitetskontrollkravene ved metodene for testing og analyse. I tillegg er det viktig at det hentes tilstrekkelig prøvemateriale for å kunne gjennomføre planlagte tester og analyser. Rutinene for prøvebehandling tar høyde for eventuelle kontamineringskilder og er nærmere omtalt i kap. 2.5.

Bildet i Figur 2 illustrerer multicorer (MC) på vei inn etter prøvetaking. MC (detaljert bilde i Figur 3), er foretrukket redskap for prøvetaking av sedimentkjerner. Hvis prøvetaking med MC ikke er mulig, benyttes bokscorer (BC) (Figur 4). Med MC er det mulig å hente 6 sedimentkjerner av opptil ca. 50 cm lengde, mens med BC kan man få mellom 4 til 6 kjerner. BC benyttes også for prøvetaking til analyse av nye organiske miljøgifter (kap. 2.6). Grabb (GR, Figur 5) er et alternativt prøvetakingsutstyr dersom hverken MC eller BC kan benyttes.

Rutinene for prøvetaking med ulike prøvetakingsutstyr presenteres nærmere nedenfor.

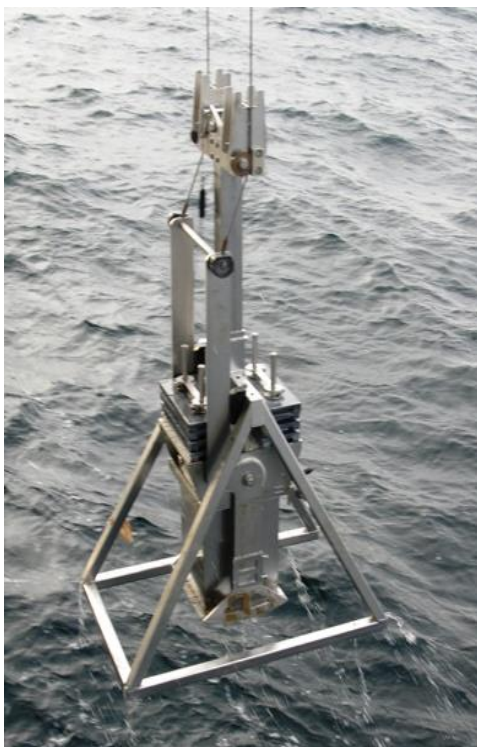


**Figur 2: Multicorerer på vei inn etter prøvetaking tatt på tokt mai – juni 2021, stasjon R2669 fra ytre Vestfjorden. Kilde: NGU/Mareano.**

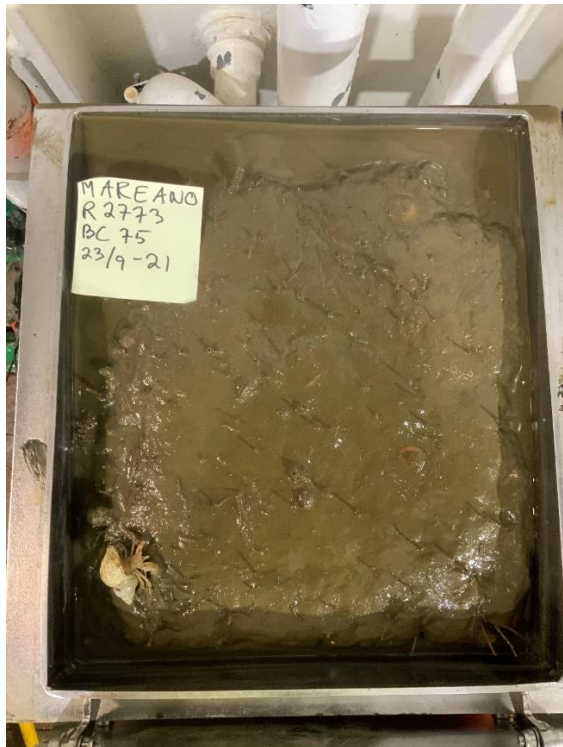




Figur 3. Multicorerer på dekk etter prøvetaking og merking av rørene. Kilde: NGU/Mareano.

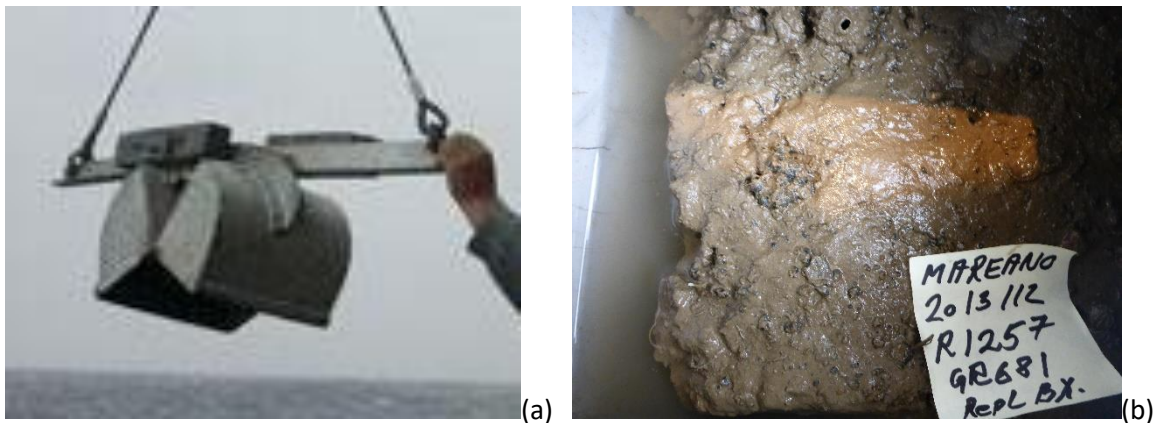


(a)



(b)

Figur 4: (a) Bokscorerer på vei opp. (b) Overflateprøve tatt med bokscorer. Kilde: NGU/Mareano.



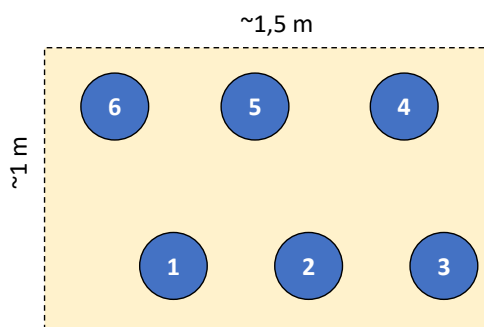
Figur 5: (a) Van Veen grabb. (b) Grabb-prøve fra stasjon R1257. Kilde: NGU/Mareano.

### Multicorer (MC)

På toktene i 2006 og 2007 var det brukt en MC produsert ved NGU med 100 mm indre diameter på rørene. Fra 2008 benyttes en MC fra KC-Danmark (MODEL 73.000) (Figur 3). Denne MC har 6 rør med 106 mm indre diameter (110 mm ytre diameter), slik at det er mulig å få 6 sedimentkjerner i et hiv. Posisjonene på MC, merket fra 1 til 6, tilsvarer dekkloggens nummer 1-6 i skjema for dekklogg i Vedlegg 1: Dekkslogg:

- 4 transparente PVC-rør plassert på posisjonene 1, 3, 4 og 6 i Figur 6
- 2 rør i stål (siden 2020), plassert på posisjonene 2 og 5 i Figur 6

Tabell 1 gir en oppsummering av rutinen for rørmerking, utvelgelseskriterier, bruksområdet og ansvarsdeling mellom NGU og HI. Eksempel på rørmerking vises i Figur 3. Sedimentkjernene i PVC-rør merkes etter bruksområdet med bokstav fra A til D; utvelgelseskriteriene er beskrevet i Tabell 1. Sedimentkjernene i stålrør merkes med bokstavene E og F.



Figur 6: Skisse som viser dimensjoner og relativ plassering (posisjoner) av kjerner på MC. For nærmere beskrivelse mht. anvendelsesområde se Tabell 1.

### Bokscorer (BC)

BC (Figur 4) anvendes for:

- prøvetaking av sedimentkjerner dersom det ikke er mulig å bruke MC. For å få sedimentkjerner fra BC, brukes det MC-rør som presses ned i sedimentene, slik at det tas minimum 2 sedimentkjerner. Disse blir så merket og opparbeidet på samme måte som MC sedimentkjerner, som beskrevet i Tabell 1 og kap. 2.5. Det kan fås opptil 6 kjerner fra en BC. Bokscoreren, en KC Denmark modell 80.100, tar prøver på et 0,1 m<sup>2</sup> areal (34,5 cm × 29 cm) og kan ta inntil 40 cm tykke sedimentprøver.



- prøvetaking for nye organiske miljøgifter i overflateprøver (se kap. 2.6).

### **Van Veen grabb (GR)**

Van Veen grabb (Figur 5) anvendes til innsamling av overflateprøver i noen få tilfeller der det ikke er mulig å bruke annet redskap. Det anvendes 0,1 m<sup>2</sup> van Veen grabb på havdyp mindre enn 500 m, og 0,25 m<sup>2</sup> van Veen grabb på havdyp større enn 500 m.

**Tabell 1: Merking av sedimentkjerner etter bruksområdet. For beskrivelse av posisjon se Figur 6. Merking gjelder for både MC og BC.**

Merking	Utvelgelses-kriteriet	Rør	Posisjon v/MC	Bruksområde	Forbehandling	Eier
<b>Kjerne A</b>	lengste kjerne	PVC	1; 3; 4; 6	uorganisk kjemi, sediment-karakteristikk inkl. kornstørrelse, datering ved hjelp av <sup>210</sup> Pb og <sup>137</sup> Cs, og evt. <sup>14</sup> C	Skives om bord og fryses v/-20° C. Frysetørkes ved ankomst ved laboratoriet	NGU
<b>Kjerne B</b>	nest-lengste kjerne	PVC	1; 3; 4; 6	organisk kjemi	skives om bord og fryses v/-20° C. Lufttørkes ved ankomst til laboratoriet.	HI
<b>Kjerne C</b>		PVC	1; 3; 4; 6	XRI og evt. kjerneskanning (gamma og magnetisk susceptibilitet)	Forsegles og oppbevares hel med vannsøyle opp til overkanten av prøverøret. Kjernen brukes til røntgenanalyser v/NGU	NGU
<b>Kjerne D</b>	den korteste kjernen	PVC	1; 3; 4; 6	NGU reserve / forkastes (se kommentar)	Denne kjerne blir normalt ikke brukt - se i kap. 2.4	NGU
<b>Kjerne E</b>		Stål	2; 5	mikroplast-analyse	Forsegles og oppbevares hel (se i kap. 2.5.4)	NGU
<b>Kjerne F</b>		Stål	2; 5	mikroplast-analyse	Forsegles og oppbevares hel (se i kap. 2.5.4)	NGU

## 2.3 Rutiner for loggføring og prøvemerking

### 2.3.1 Logging

Alle relevante opplysninger noteres i dekklogg, som består av flere skjemaer for MC, BC og GR. Eksempler på utfylte skjemaer fra tidligere tokt vises i Vedlegg 1: Dekkslogg. Denne identifikasjonen beholdes gjennom logging, prøvemerking og rapportering. Ved bruk av bokscorer gjelder samme prosedyre for merking, men nummerering av kjernene følger ikke samme opplegg som for multicorer med nummer.

Rutiner for arkivering av dekklogg er beskrevet i kap. 2.7.

### 2.3.2 Merking av prøver til analyser

#### **NGU**

Opplysninger som alltid følger med prøvene, er:

- Prosjektnavn
- Toktnummer (format ååååNNN, hvor NNN er løpenr. for tokt. Eksempel MARENO 2022708 i Figur 7)
- Stasjonsnummer (for eksempel R2969 i Figur 7)
- Redskap/løpenummer fra skipslogg/kjernennummer (for eksempel MC05 Core A i Figur 7)



**Figur 7: Eksempel på prøvemerking. Bildet viser opplysninger som følger med prøven samt merking etter registrering ved NGUs laboratorium. Kilde: NGU, ref. analyseoppdrag 2022.0114.**

## HI

Opplysninger som alltid følger med prøvene, er:

- Prosjektnavn
- Fartøynavn og toktnummer (format AAAååååNNN, hvor AAA er forkortelse for fartøynavn, åååå er årstallet, og NNN er løpenr. for tokt. Eksempel GOS2022708 i Figur 8)
- Stasjonsnummer (for eksempel R2940 i Figur 8).
- Redskap/løpenummer fra skipslogg/kjernennummer (for eksempel MC03 sed.kj. B i Figur 8)
- Kjernesnitt (0-1 cm eller 0-2 cm for overflateprøver, osv.)
- Dato for prøvetaking



**Figur 8: Eksempel på prøvemerking. Bildet viser opplysninger som følger med prøven. Kilde: HI.**

Avhengig av prøvetype og krav ved prøveeier (NGU eller HI) kan det være aktuelt med å inkludere ekstra opplysninger. Disse er spesifisert i kap. 2.5.

## 2.4 Kriterier for godkjenning av prøvetaking

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 bokscorer-prøven 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.

Når multicoreren er kommet opp, vurderes tilstanden for de 6 rørene og behovet for flere hiv. Vurderingen gjøres av den ansvarlige geolog/kjemiker som er på vakt. Viktig å få lukket topp og bunnlokk, dersom disse ikke har lukket skikkelig når multicoreren kommer opp på dekk.

Minstekravet for vellykket prøvetaking er 4 godkjente prøverør (tilsvarende kjernene A, B, C, og E i Tabell 1). Det er ikke aktuelt å erstatte multicorer med boxcorer for mikroplast formål, pga. risiko for kontaminering.

Rekkefølgen A-B-C-D av sedimentkjernene i PVC-rør er på basis av kvalitet og lengde, og hvor samtlige 4 sedimentkjerner er godkjente (uforstyrrede sedimentert og med vannsøyle over sedimentene).

Ved godkjenning av stålrørene benyttes følgende kriterier: (1) det er vann helt til toppen av røret og (2) bunnlokk har lukket skikkelig under røret.

Ved ufullstendig prøvetaking settes ut MC for ny prøvetaking. 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. Dette skal man vurdere fra gang til gang. Man kan gjøre opp til 3 forsøk (hiv) per stasjon.

## 2.5 Uttak av prøver fra sedimentkjerner

- Prøverørene vaskes utvendig mens de er i multicoreren, for å oppnå tilstrekkelig gjennomsyn og for å unngå søl under slicing av sedimentkjernen.
- Lengder på sedimentkjernene måles og føres i dekkloggen (se Vedlegg 1: Dekkslogg).
- Basert på lengdemåling, tildeles hver kjerne en posisjon i rekkefølgen fra A til F, og midlertidige merkelapper med stasjons- og redskapsnummer, toktnummer, dato, og rekkefølgenummer A-F settes på kjernene.
- Det tas bilde av hvert av multicorerens prøverør med sedimentkjerne og med vann over sedimentene, og med merkelappen og tommestokk fra bunn av rør og rørposisjonsmerking synlig i bildet, som vist i Figur 9.
- Prøverør med sedimentkjernene tas ut av multicoreren og håndteres som beskrevet i kap. 2.5.1 - 2.5.3 nedenfor.

Under prøveuttak kan det oppstå prøvekontaminering fra:

- Utstyr til splitting
- Rekvizita til merking og pakking av prøver
- Omgivelser
- Klær
- Hud- og hårpleie produkter

Det er spesielle forbehold å ta hensyn til ved uttak av prøver til mikroplast-analyse og nye organiske miljøgifter, for å unngå kontaminering fra omgivelsen. Disse er nærmere beskrevet i hhv. kap. 2.5.4 og 2.6.



Figur 9: Merking og måling av lengde på sedimentkjerne. Kilde: NGU/Mareano.

### 2.5.1 Håndtering av sedimentkjerne A (uorganiske analyser)

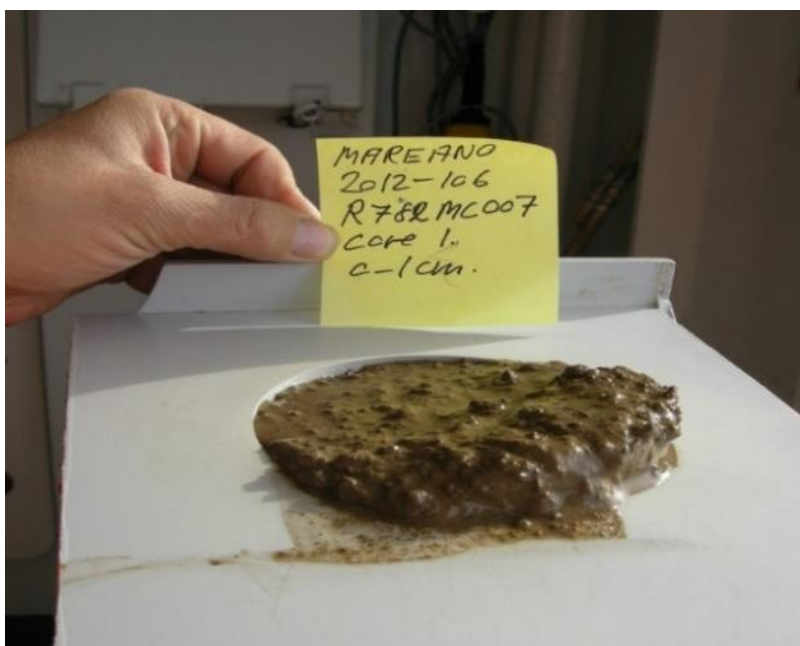
Sedimentkjerne A skives for uorganiske analyser iht. følgende prosedyre:

- a) Kjernen settes opp på stampelet for utskyving
- 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 anført på gul lapp. (Figur 10).
- e) Kjernen skives i 1,0-cm tykke snitt. Det brukes Brett i plast, ikke metall!
- f) Sedimentene beskrives og notatene føres i deksloggen under skivingen.
- g) Prøven skyves direkte i en plastpose med lynlås som lukkes med minst mulig luft i posen.
- h) Merking av prøveposene gjøres med etiketter bestående av vannfast material og vannfast blekk i printeren. Følgende informasjon føres på posene (se Figur 7):
  - toktnummer
  - stasjonsnummer
  - redskap | redskapnummer | kjernenummer
  - «fra dyp»-«til dyp» in duplo (9-10cm)
  - NGU-unik nummerering av samtlige prøver.
- i) Plastposer med prøvene samles opp i en pappeske/en eske.

- j) Merking av pappesken følger samme prinsipp som ved merking av prøvene. Følgende informasjon føres på eskene:
- toktnummer
  - stasjonsnummer
  - redskap | redskapnummer | kjernenummer
- k) Pappeskene lagres på fryserom 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.
- l) Antall prøver føres i dekkloggen



Figur 10: Kjerne klar for skiving/slicing. Kilde: NGU/Mareano.



Figur 11: Overflateprøve for uorganiske analyser. Kilde: NGU/Mareano.



## 2.5.2 Håndtering av sedimentkjerne B (organiske analyser)

Sedimentkjerne B skives for organiske analyser iht. følgende prosedyre:

- a) Kjernen settes opp på stempelet for utskyving.
- b) Kjernen sveises forsiktig opp til åpningen av kjerneskiveren, slik at overflaten ikke er forstyrret. Øverste sedimentlag, 1 cm tykk, skal komme ut i åpningen.
- c) Overflaten fotograferes med nummer for tokt, stasjon og rør anført på gul lapp. (Figur 10).
- d) Kjernen skives i 1,0-cm tykke snitt. Det brukes brett i metall, ikke plast!
- e) 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 lett kan komme ut pga. mye væske, særlig i overflateprøvene. Det er viktig å ikke miste noe av prøven.
- f) Et klistremerke (etikett) settes på aluminiumfolien som prøven er pakket i. På etiketten noteres opplysninger om (se Figur 8):
  - prosjektnavn
  - fartøynavn og toktnummer
  - stasjonsnummer og redskapsnummer
  - dato
  - nummeret til kjernen (B)
  - nummeret til snittet («fra dyp»-«til dyp», for eksempel, 0-1 cm, 1-2 cm, osv.)
- g) Den merkede prøven settes i en liten plastpose. Denne avmerkes ikke.
- h) 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 kjernenummer og snittnummer.
- i) Når posen er full, legger man de neste prøvene i en annen pose.
- j) Plastposer med prøvene samles opp i en avmerket kasse som så lagres på fryserommet. Der samles alle kassene med prøvene som skal senere sendes til HI. Kassene merkes med «MAREANO-Miljøkjemi», toktnummeret, og kontaktopplysninger på HIs Kjemilaboratoriet.
- k) Antall prøver noteres i deksloggen



**Figur 12: Overflateprøve for organiske analyser. Øverste 1 cm av sedimentkjerne stikker opp av kjerneskiver. Kilde: Mareano tokt 2008/ NGU/Mareano.**

## 2.5.3 Håndtering av sedimentkjerne C (XRI)

Sedimentkjerne C oppbevares hel. Dette forsegles, merkes og oppbevares iht. prosedyren nedenfor:

- Kjernen forsegles med plastlokk og grå tape og registreres i prøvetakingskjema
- Kjernen 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 struktur i sedimentet

- 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.
- Merking av sedimentkjerner følger samme prinsipp som ved prøvemerking, beskrevet i kap. 2.5.1. Følgende informasjon skrives på lokket:
  - toktnummer
  - stasjonsnummer
  - kjernenummer

#### 2.5.4 Håndtering av sedimentkjernene E og F (analyse av mikroplast)

Sedimentkjernene E og F samles i rustfrie stålrør og oppbevares hele. Det er spesielle forbehold å ta hensyn til ved uttak av prøver til mikroplast-analyse for å unngå kontaminering av prøven med mikroplast-partikler som kan befinne seg i luften. Dette setter bl.a. krav til bekledningen under prøvetakingen, og begrensning på hvem som kan nærme seg prøven under prøveuttaket (færrest mulig personer).

- Det er viktig at det går minst mulig tid fra fjerning av multicorer-topplokket til lokket 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 oljehyre og sikkerhetshjelm, selv om dette er plastbasert. Antakelsen er at oljehyr ikke frigir så mye fibre som syntetiske klær som eksempelvis fleece og nylonstoffer gjør.

Følgende protokoll benyttes:

- Topplokket på kjernen åpnes og kjernen dekkes umiddelbart med forhåndsforberedt plastlokk.
- Kjernen tas etterpå ut av multicoreren med hjelp av metallspade på bunnen, og settes i forhåndsforberedte plastlokk på topp og bunn.
- Kjernen forsegles deretter med svart tape, registreres i prøvetakingskjema og lagres i loddrett stilling på dekk på samme måte som kjerne C (kap. 2.5.3).

All håndtering av sedimentkjerner til mikroplast frem til og med forseglingen må skje i hangaren eller på dekk hvor multicoreren blir plassert etter prøvetakingen. Alle lukkede rom må antas å ha luft full av mikropartikler og må derfor anses som mulig kontamineringskilde.

#### 2.6 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.

For å fange opp eventuelle kontamineringskilder under prøvetaking benyttes feltblankprøver. Testen er stikkprøvebasert, som i praksis betyr det gjøres ved et utvalg av stasjoner. Feltblankprøvene leveres av analyselaboratoriet (NILU) og oppbevares kjølig ved 2 - 4°C. Feltblankprøven behandles lik prøvene, dvs. at dette åpnes ved siden av bokscoreren samtidig som bokscoreren åpnes og eksponeres til omgivelsene like lenge som prøven, og blir senere lagret på frys sammen med prøvene.

Det er spesielle forbehold å ta hensyn til og tilrettelegge for før bokscoreren åpnes:

- Boksen fra bokscoreren tas til side og skjermes fra all personale om bord unntatt prøvetakeren. Boksen holdes lukket helt fram til prøveuttaket begynner.

- Prøvetakeren skal ikke ha vært eksponert til noen form for såpe, kosmetikk og andre materialer som kunne inneholde siloksaner, 24 timer før prøvetaking.

Framgangen for prøvetaking:

- Beholderen med feltblankprøven plasseres ved siden av boksen og åpnes like før boksen.
- Boksen åpnes og vannet fjernes fra overflaten med hjelp av gummislange med glasspipette satt inn i den ene enden, slik at kun glassdelen kommer i kontakt med vannet.
- Overflaten i boksen fotograferes sammen med nummer for tokt, stasjons- og redskapsnummer anført på gul lapp.
- Tre overflateprøver (ca. 0-2 cm) samles inn med spade av rustfritt stål og oppbevares i vasket og glødet glass, dekket med aluminium-folie, deretter med skrulokk.
- Beholderen med feltblankprøven lukkes og plasseres sammen med prøvene.
- Prøvene merkes A, B, og C, i tillegg til de andre opplysningene i likhet med andre kjemiprøver som vist i Figur 8, mens feltblankprøven beholder sin opprinnelige markering fra NILU og merkes videre med prosjektnavn, toktnummer, stasjonsnummer og dato for prøveuttaket.

Etter fullført prøvetaking:

- I prøvetakingsloggen noteres det om det ble brukt feltblankprøve og i så fall hvilket nummer. Dette må gjøres etter avsluttet prøvetaking for å unngå kontaminering.
- Prøvene oppbevares ved -20°C på samme måte som MC-prøvene.
- Stålspaden vaskes med sjøvann etter fullført prøvetaking

## 2.7 Prøvehåndtering ved ankomst til havn

Ved ankomst til havn:

- Kassene med prøver fra sedimentkjerne A sendes til NGU i frossen tilstand.
- Kassene med prøver fra sedimentkjerne B samt overflateprøvene C fra bokscorer sendes til HI i frossen tilstand.
- Kassen med overflateprøvene A, B fra bokscorer og feltblankprøvene sendes til NILU i frossen tilstand (eventuelt til HI hvis dette vurderes som mer hensiktsmessig).
- Alle helkjerner (C, E og F) sendes til NGU i stående posisjon uten frysing.

Ferdig utfylt prøvetakings skjema (dekklogg) arkiveres på NGU og kopi sendes HI sammen med tilsvarende skjema fra andre stasjoner umiddelbart etter at toktet er avsluttet.

## 2.8 Uttak til mikroplastanalyser

Uttak av prøver til mikroplastanalyse foretas ved NGU. For å minimere kontaminering under prøvetaking benyttes dedikert areal ved laboratoriet, hvor adgangen er kun tillatt prøvetakingspersonalet. For andre forsiktighetsregler se kap. 2.5.4.

Prøvene består av 2 cm tykke sediment skiver som overføres i glass med lokk og aluminiumfolie.

Blank under prøvetaking tas ut på stikkbasis. Blank fra prøvetaking består av et tomt glass fylt med renvann, som følger med som ukjent prøve under prøvetaking. Glasset eksponeres for omgivelsene, oppbevares og behandles på samme måte som de andre prøvene under uttaket. Følgende type blank sendes til analyselaboratoriet:

- Blank for prøvetaking av 1 prøve (korttidseksponering): minst 1 prøve
- Blank for prøvetaking av prøver fra en hel kjerne e.l. (langtidseksponering): 1 prøve for hver prøvetakingsdag
- Blankprøve som består av et tomt glass

I Figur 13 vises glass med blankprøver.

#### Utstyr

- Prøvetakingsutstyret i kap. 2.5.1, men med skive i metall
- Prøveglass med viddhals og lokk i metal, diameter ca. 10 cm; 400 – 500 ml volum

#### Dag 1: Rengjøring av prøveglass

- Glass og lokk skylles med: kaldt kranvann; etanol; renavn (type 1 eller 2, er ikke kritisk); (filtrert) blanding av etanol og renavn (1:1). NB! Rengjøring foretas i et område med minst mulig trafikk; glassene og lokkene eksponeres så lite som mulig til omgivelsene. Glassene tørkes ikke før bruk.

#### Dag 2: Romforberedelse og tilrettelegging

- Rengjøring av laboratorietarealet: veggene, himling og ventilasjonsrørene spyles med vann
- Montering av prøvetakingsutstyr; dette plasseres i rommet slik at eksponering til luftsirkulasjon blir minimalt
- Kjernene hentes fra kjølerom
- Rekvisita: Al-folie, etiketter (kan skrives ut i forkant), tusjpenn som tåler vann
- Forberedes glass for blankprøver
- Forberedes kamera for å ta bilder under prøvetaking

#### Dag 3: Prøvetaking

- Det fjernes teipen rundt bunnlokket og bunnlokket fjernes
- Kjernen settes opp på stempelet og sveises forsiktig opp til åpningen av kjerne skiveren, slik at overflaten ikke blir forstyrret
- Når det øverste sedimentlag kommer til synet sveives forsiktig opp til man får en skive 2 cm tykk
- Overflaten fotograferes med nummer for tokt, stasjon og rør anført på gul lapp. (Figur 14).
- Kjernen skives i 2,0-cm tykke snitt. Prøvematerialet overføres til glass som dekkes med Al-folie og lokk. Det brukes brett i metall!
- Klær: det benyttes klær i bomull eller ull, og utenpå brukes det oljehyre.



Figur 13: Blankprøver til langtidseksponering og glass forberedt til prøvetaking. Kilde: NGU.



Figur 14: Overflateprøve til MP-analyse. Kilde: NGU.

## 2.9 Rutiner for arkivering av prøvematerialet

Restmateriale fra kjerne A og C (se Tabell 1) arkiveres i NGUs borekjernelager på Løkken utenfor Trondheim.

## 3 ANALYSER OG DATATOLKING

### 3.1 Samarbeid og ansvarsdeling

Ansvaret for gjennomføring av analysene på prøvene av havbunnsedimenter som er tatt ut fordeles mellom HI og NGU som følgende:

- Røntgeninspeksjon (XRI) utføres på NGU
- Kornfordelingsanalyse, uorganiske forbindelser (hoved- og sporelementer inkl. tungmetaller og barium) samt totalt karbon innhold – TC, totalt organisk karbon innhold – TOC, totalt svovel innhold – TS) analyseres på NGU. For eventuelle avvik se kap. 3.3
- Mikroplastanalysene: Felles NGU/HI gjennomgang av prøver til mikroplastanalyse og valg av hvilke kjerner hvor det tas ut prøver fra hele kjerner. Prøvesplitting foretas av NGU, analysene gjennomføres ved HI, datatolkning gjøres av NGU i samarbeid med HI
- Analyse av  $^{210}\text{Pb}$  og  $^{137}\text{Cs}$ , brukt for datering av sedimentene, bestilles av NGU fra Gamma Dating Centre (GDC) ved København Universitet.
- Analyse av  $^{14}\text{C}$ , brukt for datering av sedimentene, bestilles av NGU fra  $^{14}\text{CHRONO}$  Centre (14CC) ved Queen's University i Belfast.
- Hydrokarboner (PAH og totalt hydrokarbon innhold – THC), PBDE, klorerte miljøgifter (PCB og plantevernmidler), alkylfenoler (inkludert alkylfenol etoksylder og bisfenol A) og PFAS analyseres på HI
- Nye organiske miljøgifter (PFR, siloksaner, klorparafiner, dekloraner) bestilles av HI fra NILU;

For oversikt over metoder som NGU og HI har ansvar for henvises til hhv. Tabell 2 og Tabell 3.



## 3.2 XRI

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, spor av gravende bunnlevende dyr (bioturbasjon) 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, sedimentbeskrivelse fra dekklogg, lengde på sedimentkjerner og annen tilgjengelig informasjon fra video og grunnseismikk.

## 3.3 Kornstørrelsesfordeling, organisk og totalt karbon, total svovel og uorganiske forbindelser

### 3.3.1 Klargjøring til analyse

Klargjøring av prøver til analyser omfatter frysetørking. 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 ( $^{210}\text{Pb}$  og  $^{137}\text{Cs}$  analyser).

### 3.3.2 Prøveforbehandling og analyse

Metodene for prøveforbehandling og analyse er beskrevet i Tabell 2. Disse analysene gjennomføres av laboratoriet ved NGU og det brukes akkrediterte metoder.

Det tas ut prøvemateriale fra det frysetørkede prøvemateriale til kornstørrelsesanalyse, LECO analyse (TOC, TC og TS) og elementanalyse med bruk av ICP-OES og CV-AAS. Det tilsettes to/tre naturlige standarder for hver 30. prøve til prøveserien for samtlige analyser for å gi bedre sammenligningsgrunnlag for analyseresultatene fra år til år. Rutinene for kvalitetskontroll er beskrevet i kap. 4.1.

Prøveopparbeiding til elementanalyse ved ICP-OES og CV-AAS består av oppslutning i 7 M  $\text{HNO}_3$  iht. prosedyren i NS-4770. Dette er en partiell oppslutningsmetode, som er godt egnet for miljøkartlegging av metallkationer.

**Tabell 2. Metoder for karakterisering av sedimenter, analyse av uorganiske grunnstoffer og miljøgifter samt mikroplastanalyse i MAREANO kjemiprogrammet. Ansvarlig for gjennomføring av analyseprogrammet: NGU.**

Analysemetode	Målte parametere	Ansvarlig lab	Forbehandlingsmetode, utstyr og analyseinstrumenter	Ref. analysemetode	Akkreditert metode TEST020 <sup>1)</sup>
Frysetørking	Fuktinnhold	NGU	Frysetørker Labconco FreeZone 6L med FreeZone Bulk Tray Dryer (-55°C) Akkreditert vekt	LABdok_P01	Ja
LECO	Totalt karbon (TC)	NGU	LECO SC-632	LABdok_G03	Ja
	Totalt organisk karbon (TOC)		Syrebehandling (varmeplate og varmeovn kontrollert etter akkreditert metode) LECO SC-632	LABdok_G04	Ja

Analysemetode	Målte parametere	Ansvarlig lab	Forbehandlingsmetode, utstyr og analyseinstrumenter	Ref. analysemetode	Akkreditert metode TEST020 <sup>1)</sup>
	Total svovel (TS)		LECO SC-632	LABdok_G05	Ja
Kornstørrelsesanalyse <sup>2)</sup>	Kornfordelingsanalyse basert på våtsikting	NGU	Sikter & akkreditert vekt	-	Nei
	Kornfordelingsanalyse basert på LPS	Analyse: Universitet i Tromsø <sup>2)</sup> Rapportering: NGU	Desintegrering (Ultralydbad USCt-300 (VWR)) Beckman Coulter LS 13320	LABdok_K01	Nei <sup>2)</sup>
ICP-OES	As, Cd, Cr, Cu, Ni, Zn, Li, Ba og 25 hoved- og sporelementer	NGU	Oppslutning i 7 M HNO <sub>3</sub> i autoklav iht. NS-4770 (Certoclave CV-EL 18LGS) Agilent 5110 VDV	LABdok_P03 LABdok_G09	Ja
CV-AAS	Hg	NGU	Oppslutning i 7 M HNO <sub>3</sub> i autoklav iht. NS-4770 (Certoclave CV-EL 18LGS) Teledyne Leeman Labs QuickTrace® M-7600	LABdok_P03 LABdok_G10	Ja
XRI	bilde	NGU	Geotek X-ray core imaging system (MSCL-XCT, SN 165) med tilhørende programvare	Metoden kan benyttes for helkjerner (0°-45°-90°) og halvkjerner (0°).	Nei
Datering	<sup>210</sup> Pb	Ekstern: Gamma Dating Center, Danmark	Canberra ultralow-background Ge-detector	Kvalitetsdokumentasjon er basert på publiserte artikler i internasjonale tidsskrift.	Nei
	<sup>137</sup> Cs				
	<sup>14</sup> C datering				
Mikroplast-analyse	Kvalitativ og kvantitativanalyse	Prøvetaking: NGU Analyse: HI	Saltmettet løsning for utseparering av lette partikler – se kap. 3.4	Se kap. 3.4	Nei

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

<sup>2)</sup> For prøvene fra 2023-toktene benyttes et eksternt laboratorium, som følger samme analysemetode som NGU.

## 3.4 Analyse av mikroplast

### 3.4.1 Prøveopparbeiding

Homogenisert prøve (100-200 g våtvekt) tilsettes en saltløsning (ZnCl<sub>2</sub>/CaCl<sub>2</sub>) og fordeles i en sedimentseparator (NGI Bauta Microplastic-Sediment Separator, BMSS 2.0) overnatt. Den øverste delen av løsningen tas ut til filtrering. Partiklene filtreres først gjennom en 315 µm stålsikt, så gjennom et 45 µm stålfiler. Partikler som fanges på filteret gjennomgår to-trinns kjemisk oppslutning, urea-NaOH etterfulgt av 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> og NaOH, for å fjerne/reducere naturlig forekommende organiske materialer. Prøven overføres så til analysefiltre.

### 3.4.2 Metode for kvalitativ og kvantitativanalyse (µFTIR, Pyr-GC/MS)

Partikler som fanges opp på 315 µm-sikten tas til analyse med stereomikroskopi og ATR-FTIR. Resterende prøven overført til analysefiltrene som beskrevet ovenfor tas til QCL-µIR mikroskopi på SperoQT 340. Nær monokromatisk lys benyttes. Et kjemisk bilde samles med FPA-detektor i romtemperatur. Bølgelengdsområde: 950-1900 cm<sup>-1</sup> (ved bruk av PTFE-filer som analysefilter). oppløsning: Hver piksel har en utstrekning på 4 µm. Dataanalysen benytter et egenprodusert

analyseverktøy for klassifisering og størrelsesanalyse basert på maskinlæring. Databaser for klassifiseringer av plasttyper utvides kontinuerlig. Resultater rapporteres som antall partikler per kg sediment (våtvekt) per identifisert plasttype.

Pyrolyse (Frontier, Laboratories; Fukushima Japan) koblet til GCMS (Q exactive, Thermo Scientific, MA, USA) benyttes til å identifisere og kvantifisere mikroplast. Etter analyse med QCL- $\mu$ IR, overføres prøven til et glassfilter. Prøven varmes opp til høy temperatur uten tilstedeværelsen av oksygen, og mikroplastpartikler brytes ned til mindre komponenter som deretter separeres ved hjelp av GC og identifiseres ved hjelp av MS. Resultater rapporteres som  $\mu$ g per kg sediment (våtvekt).

### 3.5 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  $^{13}\text{C}$ -merket PBDE-209) og klorerte miljøgifter (10  $^{13}\text{C}$ -merkete forbindelser) 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 3. Etter at analysene er ferdige, settes resultatene sammen med resultater fra NGU for å få helhetlig tolkning.

### 3.6 Nye organiske miljøgifter

Denne gruppen miljøgifter omfatter seks stoffgrupper, hvorav to (alkylfenoler og PFAS) analyseres på HI og resten analyseres eksternt (NILU). For alkylfenol-analyse følger man samme prøveforberedelse- og ekstraksjonsprosedyre som beskrevet ovenfor, med 6  $^{13}\text{C}$ -merkete og deuterium-merkete interne standarder tilsatt. Etter ekstraksjon og kobberbehandling derivatiseres prøvene med pentafluorobenzoyl klorid og tas til analyse beskrevet i Tabell 3. For PFAS, tilsettes lufttørkede prøver 18  $^{13}\text{C}$ -merkete interne standarder og ekstraheres med maursyre og asetronitril på ultralydbad. Ekstraksjon gjentas med ammoniumhydroksid i asetronitril. Etter sentrifugering, renses prøven opp med fastfaseekstraksjon (Envi-Carb) og analyseres som beskrevet i Tabell 3.

**Tabell 3: Metoder for analyse av organiske miljøgifter i MAREANO kjemiprogrammet. Ansvarlig for gjennomføring av analyseprogrammet: HI.**

Analysemetode	Målte parametere	Ansvarlig lab	Instrument	Metodebeskrivelse	Akkreditert metode
GC-MS	PAH (49 forbindelser)	HI	Dionex ASE300; GC HP-6890 med Agilent N-5975 massespektrometer (EI-SIM modus)	HI metode 452 <sup>1</sup>	Ja
GC-FID	Totalt hydrokarbon innhold (THC)	HI	Dionex ASE300; GC HP-6890 med flammehemmerionisasjonsdetektor (FID)	HI metode 453 <sup>1</sup>	Ja
GC-MS	Bromerte flammehemmere (26 PBDE forbindelser)	HI	Dionex ASE300; GC HP-6890 med Agilent N-5973	ASE ekstraksjon etterfulgt av SPE-	Nei

Analysemetode	Målte parametere	Ansvarlig lab	Instrument	Metodebeskrivelse	Akkreditert metode
			massespektrometer (NCI-SIM modus)	opprensing og GC-MS analyse <sup>1</sup>	
GC-ECD	PCB (10 forbindelser), HCH (3 isomerer), HCB, TNC, DDT (3 forbindelser)	HI	Dionex ASE300; GC HP-6890 med mikro-ECD detektor	ASE ekstraksjon etterfulgt av SPE-opprensing og GC-MS analyse <sup>1</sup>	Nei
GC-MS	Alkylfenoler, alkylfenol etoksylder og bisfenol A	HI	Dionex ASE300; GC HP-7890 med Agilent 7010 trippel-quadrupol massespektrometer	ASE ekstraksjon etterfulgt av SPE-opprensing, derivatisering og GC-MS/MS analyse <sup>1</sup>	Nei
UHP LC-MS/MS ESI	PFAS (27 analytter)	HI	Agilent 1290 HPLC med Agilent 6495 trippel-quadrupol massespektrometer med electrospray ionization (ESI) interface og iFunnel ionisering	Ultralyd ekstraksjon etterfulgt av SPE-opprensing og HPLC-MS/MS analyse	Nei
Varierte teknikker	PFR, siloksaner, dekloraner, klorparafiner	Ekstern – NILU		Nei <sup>2</sup>	Nei

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

<sup>2</sup> Metodene er kort beskrevet i rapportene fra HI på <http://www.mareano.no/resultater/geokjemirapporter>

## 4 KVALITETSSIKRING

### 4.1 Rutiner ved NGU

Kvalitetskontroll for de akkrediterte metodene som brukes på NGU utføres etter krav gitt av Norsk Akkreditering (**NS-EN ISO/IEC-17025**). Metodene brukt for de uorganisk kjemiske metodene som er akkreditert i henhold til Norsk Akkreditering er: LABdok\_P03; LABdok\_G03; LABdok\_G04; LABdok\_G05; LABdok\_G09 og LABdok\_K01. Metode for Hg-analyse v/CV-AAS er ikke akkreditert per dagens dato. For ikke-akkrediterte metoder følges de samme prinsippene for kvalitetskontroll som gitt for akkrediterte metoder:

- Bruk av blankprøver og sertifiserte referanse materialer til kontroll av analyseprosessen
- Bruk av hus-standarder
- Deltakelse i sammenlignende laboratorieprøvinger (SLP)
- Sammenlikning med andre laboratorier som benytter liknende analysemetoder
- Sjekk av mulige kontaminasjonskilder ved bruk av blankprøver som følger hele analyseprosessen sammen med ukjente prøver.
- Reanalyse av prøver

For å sikre at dataene er reproducerbare fra år til år brukes det to/tre 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.

Ved etablering av nye hus-standarder sikres tilstrekkelig dokumentasjon fra valideringsarbeidet, samt god overlapp mellom gamle og nye standarder, som kjøres parallelt i en periode. Siden 2023 kjøres parallelt følgende hus-standarder:

- Hynne og Hynne-2023 (sediment fra Trondheimsfjorden)
- Tana (rød tanaskifer fra Tana, Finmark)
- Minn (jord fra Nordkyn, Finnmark)
- N-std (sediment fra Baretshavet)

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.

De uorganiske analysene ved NGU og de eksterne dateringsanalysene blir gjennomgått av ansvarlig forsker før rapportering av resultatene i årlige fagrapporter (<https://mareano.no/resultater/geokjemirapporter>).

Ved prøvetaking av prøvene til mikroplastanalyse tas hensyn til forholdsreglene i kap. 2.8. Blankprøver følger med for å avdekke evt. kontaminering ved både langtids- og korttidseksponering.

## 4.2 Rutiner ved HI

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 for PAH, PBDE, klorerte miljøgifter og PFAS i sedimenter, og av Setoc 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.

Mikroplast-metoden følger høye kvalitetskrav, med fokus på kontamineringskontroll.

Tetthetsseparasjon utføres på egen lokale utstyr med luftfiltreringsapparat (*Dustbox*<sup>®</sup>).

Mikroskopi/IR-analyser utføres på rentrom (Havforskningsinstituttets mikroplastlaboratorium), med luftovertrykk, sluse, HEPA-filtrert luft, vaskerutiner og streng tilgangskontroll.

Opparbeidelsesmetoden ble validert med gjenvinningsforsøk utført av to personer på replikater for forskjellige plasttyper og partikkelstørrelser. Deltakelse i SLP organisert av Quasimeme gjennomføres når tilgjengelig.



## 5 TILGJENGELIGGJØRING AV DATA

### **mareano.no**

Dataene legges inn og gjøres tilgjengelig i MAREANO sin kjemidatabase, MarChem, på <https://mareano.no/kart-og-data/kjemidata>. Den inneholder også oversikt over tokt og fagrapporter fra NGU og HI, som er videre tilgjengelige på <https://www.mareano.no/resultater/geokjemirapporter>. Geografiske koordinater følger med prøvepunktene. Oppdatering gjøres fortløpende, etter at dataene er beskrevet i rapporter. [Databasen tillater nedlastning av data i xls- eller csv-format og](#) inkluderer alle analyser gjennomført på prøver av havbunnsedimenter samlet inn i regi av MAREANO, pluss data på tilsvarende prøver samlet inn av HI i 2003-2004, dvs. før MAREANO startet formelt i 2005, og data fra prosjektet Marine Grunnkart i Kystsonen

Databasen inneholder også et ark med laboratorieparametere om alle analyser som anvendes i Kjemiprogrammet. Alle kjemidata kan knyttes opp mot spesifikke fagrapporter utarbeidet av enten NGU eller HI.

Data blir anvendt i rapportering av miljøstatus for de norske havområdene gjennom bidrag til Overvåkingsgruppens arbeid. De norske havområdene er delt inn i tre regioner: Barentshavet med Lofoten, Vesterålen og Senja; Norskehavet; og Nordsjøen med Skagerrak.

### **Miljødirektoratets database**

Utvalgte data leveres til Miljødirektoratets database for forurensingsdata i det marine miljøet [www.vannmiljo.no](http://www.vannmiljo.no).

### **EMODNET**

<sup>210</sup>Pb-baserte sedimentasjonsratedata leveres til det europeiske datasamarbeidet EMODNET (<https://www.emodnet-geology.eu/>).

### **Andre distribusjonskanaler**

Tolkede data leveres til de respektive forvaltningsplanene for Barentshavet, Lofoten/Vesterålen/Senja samt Norskehavet, Nordsjøen og Miljøstatus.no (<https://www.miljostatus.no/>).

I tillegg er det henvendelser fra forskere som ønsker tilgang til data og invitasjoner til å delta i forskningsprosjekter (for eksempel NFR finansierte CLIMESEAFOOD – 2022-2026 <https://www.hi.no/hi/nyheter/2022/januar/skal-finne-ut-om-klimaendringar-kan-paverke-framtidas-sjomat>).

## 6 Vedlegg 1: Dekkslogg

<b>Skip/Vessel</b>	G.O. Sars	<b>Tokt/Cruise</b>	MAREANO 2023105 30.mars-12.apr.
--------------------	-----------	--------------------	---------------------------------

### Van Veen grab sediment description

År/Year YYYY	Mnd/month MM	Dag/day DD	Tid/Time UTC HH:mm	Stasjon/Station (R GR )
<b>2019</b>	<b>04</b>	<b>10</b>	14:05	<b>R1965 GR18-22</b>

<b>Sign. Beskriv.</b>	R. Bøe	<b>Sign. digital versjon</b>	Frank J.
-----------------------	--------	------------------------------	----------

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

Sandy mud 0-20 cm

**Foto/Photo:**  
100-0967

**Annet/Other remarks:**

No geograb at this station. Samples taken from bio/chemical equipment.  
Hand sample from biograbb (GR18-22)

### Box-corer sediment description

År/Year YYYY	Mnd/month MM	Dag/ day DD	Tid/Time UTC HH:mm	Stasjon/Station (R BC )
<b>2019</b>	<b>04</b>	<b>10</b>	c. 17:00	<b>R1965 BC02</b>

<b>Sign. Beskriv.</b>	Frank J.	<b>Sign. digital versjon</b>	Frank J.
-----------------------	----------	------------------------------	----------

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

**Foto/Photo:**

**Annet/Other remarks:**

Sample in bag for analysis 0-5 cm

H Jensen/TE Finne2013	<b>Navngi fil/Name file</b> DekksloggR0000XX000.doc; XX=GR BC MC etter siste prøve.
-----------------------	---

<b>Skip/Vessel</b>	G.O. Sars	<b>Tokt/Cruise</b>	MAREANO 2023105 30.mars-12.apr.
--------------------	-----------	--------------------	---------------------------------

**NGU multikjerne Dekkslogg**

År/Year YYYY	Mnd/month MM	Dag/ day DD	Tid/Time UTC HH:mm	Stasjon/Station (R MC )
<b>2019</b>	<b>04</b>	<b>10</b>	18:02	<b>R1965 MC02</b>

<b>Sign. Beskriv.</b>	Frank J.	<b>Sign. digital versjon</b>	Frank J.
-----------------------	----------	------------------------------	----------

**TEKNISKE NOTATER/TECHNICAL NOTES**

Posisjon/ Position	01 [110mm]	02 stålrør [110mm]	03 [110mm]	04 [110mm]	05 stålrør [110mm]	06 [110mm]	NGUnik-nr
<b>Lengde /Length</b>	40 cm	38 cm	36 cm	36 cm	36 cm	38 cm	
<b>Eier/ Owner</b>	A – NGU	B - IMR	C - NGU	E - NGU	F - NGU	D - NGU	
<b>#Skiver/ #slices</b>	38	37	Forsegles	Forsegles	Forsegles	Forsegles	
	Slices NGU NGU-nr. 139101 - 139139	Slices IMR	Lagres NGU NGU- nr.139146	Mikroplast NGU-nr. 139144	Mikroplast NGU-nr. 139145	Lagres NGU NGU-nr. 139147	

<b>A</b>	NGU Lengste kjerne skives hver cm. Plast redskap/innpakning	<b>D</b>	NGU Tømmes om C er godkjent
<b>B</b>	IMR Nest lengste kjerne skives hver cm. Metall redskap/innpakning	<b>E</b>	NGU Forsegles m/full vannsøyle. Stålrør (mikroplast)
<b>C</b>	NGU 3. beste kjerne forsegles m/full vannsøyle	<b>F</b>	NGU Tømmes om E er godkjent. Stålrør (mikroplast)

**KJERNEBESKRIVELSE – LOGG 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.
0	10	Massive sM		Brown/Olive grey	Some	none
10	20	Denser	Some black mottles	Olive grey	Some	None
20	30	Denser, less water content	Black mottles	Olive grey	Some	None
30	37	sM	Black mottles	Olive grey	Some	sulfur

**Bemerkninger/remarks:**

Photos: 01\_CSC\_91xx to 39\_CSC\_91xx

H Jensen/TE Finne2013	Navngi fil/Name file_DekksloggR0000XX000.doc; XX=GR BC MC etter siste prøve.
-----------------------	--

## 7 Vedlegg 2: Metoder for mikroplastanalyser i perioden 2016-2023

Toktnummer	Ref. NGU-rapport	Analyse-laboratoriet	Prøvetaking	Metode for prøvehomogenisering og separasjon av MP	Nedre filterstørrelse	Analyse
10 prøver fra forskjellige tokt 2012 - 2015	2017.043	GhEnToxLab, Belgia	3 cm sediment skiver fra MC PVC rør	30 % hydrogenperoksid i 24 t a) Filtrert de-ionisert vann og sediment i vol. forhold 4:1, sentrifugert 5 minutt v. 3500 omdr. pr. minutt b) Filtrering i $\mu\text{m}$ Whatman filter c) Separering i NaI løsning ( $1.6 \text{ g/cm}^3$ ) a – c gjentas		Mikroskopanalyse (binokulært m. 10-20 $\times$ forstørrelse). Antall og form og største dimensjon registreres.
2018109, 2019103	2019.027	NGI	2 cm sediment skiver fra MC PVC rør	ZnCl <sub>2</sub> -CaCl <sub>2</sub> ( $1,52 \text{ g/cm}^3$ ) i bauta mikroplast sediment separator (BMSS) Fjerning av organisk material: urea, thiourea og NaOH, heretter 30 % H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .	45 $\mu\text{m}$	Mikroskopi og FT-IR
2020104 2020110	2021.028	NGI	2 cm sediment skiver fra MC stålrør	ZnCl <sub>2</sub> -CaCl <sub>2</sub> ( $1,52 \text{ g/cm}^3$ ) i bauta mikroplast sediment separator (BMSS) Fjerning av organisk material: urea, thiourea og NaOH, heretter 30 % H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	45 $\mu\text{m}$	Mikroskopi og FT-IR
2021103 2021104 2021115	2022.023	NIVA Eurofins	2 cm sediment skiver fra MC stålrør	Frysetørrking NaI $1.5 - 1.6 \text{ g/cm}^3$ i Erlenmeyer kolbe	53 $\mu\text{m}$	Stereomikroskop $\mu\text{FT-IR}$ -analyse Pyr-GC/MS: analyserer for en rekke polymerer
2022708 2022846 2022118	2023.020	NORCE	2 cm sediment skiver fra MC stålrør	Tørking v. 80°C ZnCl <sub>2</sub> $1.7 \text{ g/cm}^3$ 10 – 300 $\mu\text{m}$ : enzymatisk og kjemisk rensing	10 $\mu\text{m}$	ATR-FTIR: 300 $\mu\text{m}$ – 5 mm $\mu\text{FT-IR}$ Pyr-GC/MS: SBR