

BESTEMMELSE AF OLIE/FEDT I VAND

LITTERATURUNDERSØGELSE

Bo Lindhardt

VKI

1995-08-30/SAA

1. INDLEDNING

På nuværende tidspunkt er den officielle metode til bestemmelse af olie/fedt i vand DS/R 208 (gravimetri)¹ eller DS/R 209 (IR)². Der er et ønske om, at disse metoder erstattes af andre metoder af følgende grunde:

- Begge metoder foreskriver anvendelsen af tetrachlormethan til ekstraktion. På en række laboratorier er dette erstattet af Freon 113 (trichlortrifluorethan). Begge stoffer er omfattet af Montreal Konventionen og vil kun kunne anvendes på dispensation efter 1.1.1995³.
- Den senest afholdte interkalibrering, hvor bestemmelsen af olie indgik (1993), viste, at den generelle analysekvalitet for de gravimetriske bestemmelser var uacceptabel, samt at de to metoder gav forskellige resultater⁴.
- I dag anvendes en modificeret version af DS/R 209 til at kontrollere indholdet af opløste eller emulgerede kulbrinter og mineralolieindholdet i drikkevand for at få en tilstrækkelig lav detektionsgrænse.
- Indholdet af olie i vand og jord bestemmes ofte ved anvendelse af gaschromatografi (GC). Detektionsgrænsen for indholdet af "totalkulbrinter" ved GC-metoderne er mellem 10-50 µg/l, hvilket ikke er tilstrækkeligt set i forhold til drikkevandskvalitetskravet for olie, der er 10 µg/l. Hvor prøver både er analyseret ved DS/R 209 og GC-metode, er der i flere tilfælde set en ringe overensstemmelse mellem resultaterne af de to metoder.

2. PRINCIPPET I DS/R 208 OG DS/R 209

Olie/fedt-analyse er en samleparametre for en lang række forskellige stoffer, der har det til fælles, at de er mere opløselige i et organiske opløsningsmiddel end i vand. De to forskrifter inddeler stofferne i to grupper: upolære og polære stoffer. Den upolære gruppe omfatter "bl.a. flertallet af de stoffer, som indgår i mineralolie, visse organiske opløsningsmidler, mineraloliedelen i smørefedt, petroleumsbaserede vokser m.fl."¹ Mens den polære fraktion omfatter "bl.a. animalsk og vegetabilsk fedt og fede olier (rapsolie m.fl), den forsæbede del af smørefedt, mælkefedt, glykoler samt mange organisk opløsningsmidler (alkoholer, ketoner

m.fl.), humusstoffer, visse bestanddele i mineralolie (højmolekylære aromatiske forbindelser) og overfladeaktive stoffer"¹.

Fælles for begge metoder er, at olie/fedt ekstraheres med tetrachlormethan. I DS/R 208 bestemmes indholdet ved vejningen efter afdampning af opløsningsmidlet (ved 70°C), mens koncentrationen i ekstraktet i DS/R 209 bestemmes ved at måle IR-absorptionen ved 2960 cm⁻¹ og 2925 cm⁻¹. Absorptionen ved ovennævnte to bølgelængder er erfaringsmæssigt et mål for indholdet af stoffer, der er opbygget af CH-, CH₂- og CH₃-. Metoden kalibreres over for en blanding af n-hexadekan (37,5 % vol.), iso-octan (37,5 % vol.) og benzen (25 % vol).

Adskillelsen af oliefraktionen fra fedtfraktionen sker ved en søjleoprensning, hvor der anvendes en aluminiumoxidsøjle.

Detektionsgrænsen angives til henholdsvis 2 mg/l for DS/R 208 og 0,1 mg/l for DS/R 209. Ved at anvende en modificeret version af DS/R 209 kan der opnås en detektionsgrænse på 2-5 µg/l⁵. På visse laboratorier anvendes der i dag Freon 113 i stedet for tetrachlormethan, med henvisning til SM 5520C (Partition-Infrared Method)⁶ eller til DIN 38 409 Teil 18⁷.

Ved den gravimetriske metode (DS/R 208) medbestemmes ikke den flygtige fraktion af olie som følge af, at ekstraktet inddampes til tørhed. For stoffer med et kogepunkt under 150°C må der regnes med et tab af varierende størrelse. Ved kvantificering med IR (DS/R 209) vil der ikke ske noget tab, idet ekstraktet ikke inddampes. Kvantificering ved IR er på den anden side forbundet med usikkerhed for prøver med en ukendt sammensætning af stoffer, idet indholdet af olie/fedt bestemmes ved at måle absorptionen ved 2960 cm⁻¹ og 2925 cm⁻¹. Aromatiske kulbrinter absorberer ved 3030 cm⁻¹ (aromatiske C-H strækninger)^{8,9,10}. Målinger ved de to bølgelængder, der forskrives, vil derfor ikke medtage prøvernes indhold af aromatiske kulbrinter. Kvantificering af indholdet af olie/fedt i prøver, hvor forholdet mellem aromatiske og alifatiske kulbrinter er ukendt, vil derfor være behæftet med betydelig usikkerhed¹¹. Kvantificeringen ved IR vil ikke være egnet til at kontrollere udvaskning fra benzin, tjære og lignende produkter, hvor den vandopløselige fraktion primært består af aromatiske kulbrinter⁹.

For begge metoder gælder det, at der ikke er tale om kvantificering af et specifikt stof eller stofgruppe, men om en samleparameter for organiske stoffer, der kan ekstraheres under specifikke betingelser. Hvilke stoffer, der er omfattet af bestemmelsen, vil være metodeafhængigt.

3. LITTERATURSØGNING

Der foreligger et meget begrænset antal publikationer, hvor analysemetoder til bestemmelse af olie/fedt er undersøgt. Hovedparten er af ældre dato, hvor det var acceptabelt at anvende Freon 113 eller tetrachlormethan. Der er i Analytical Abstracts søgt på "oil and grease", hvilket resulterede i 19 titler. Ud fra abstrakt er der fremskaffet de 8.

3.1 Alternative ekstraktionsvæsker til den gravimetrisk metode

I dag angiver SM 5520 B (Partition-Gravimetric Method)^{6, 11}, at man enten kan anvende Freon 113 eller en blanding af n-hexan/methyl-*tert*-butylether (0,8/0,2). Det angives, at genfindningen af "Fisher Heavy Mineral Oil" (30 mg/l) ved test i et enkelt laboratorium er 78,9 % ved anvendelse af Freon 113 og 84,2 % ved anvendelse af n-hexan/methyl-*tert*-butylether.

I udkast til revision af den svenske standard SS 02 81 GRAV¹² foreslås det, at der anvendes petroleumsether (destillationsintervallet 40-60°C) i stedet for Freon 113. Petroleumsether består af paraffiner og naphtener. Der fremlægges i rapporten resultater af en sammenligning af de to ekstraktionsvæsker og n-hexan. Sammenligningen viser, at der opnås det samme resultat for de tre ekstraktionsmidler over for vegetabilsk fedt (ca. 450 mg/l), mens sammenligningen af den foreslåede metode og den svenske standard, hvor der anvendes tetrachlormethan og IR, viser, at indholdet af olie/fedt bestemmes til 1.400 mg/l ved tetrachlormethan/IR og 280 mg/l ved petroleumsether/gravimetrisk metode i afløbsvand fra "koverteringsanlægning". Rapporten konkluderer, at der er tale om to ikke sammenlignelige metoder, og forfatterne fremfører, at en del af begrundelsen for forskellen mellem metoderne er vanskelighederne med at kalibrere IR-metoden. Det fremlagte datamateriale er meget lille.

I EPA-regi foregår der undersøgelser med henblik på at finde erstatning for Freon 113¹³. Der overvejes følgende opløsningsmidler: tetrachlorethen, dichlormethan, n-hexan, blanding af n-hexan/methyl-*tert*-butylether og HCFC-123 (dichlorotrifluoroethan). Det sidste vil være tilladt at anvende i Danmark frem til 2002. Det forventes, at n-hexane vil blive foreslået som erstatning¹⁴.

Af arbejdsmiljømæssige årsager er det uønskeligt at introducere anvendelsen af dichlormethan og tetrachlorethen, idet disse to stoffer er klassificeret som henholdsvis kræftfremkaldende af kategori 2 og 3 jf. bekendtgørelsen af listen over farlige stoffer, se bilag 1. Det vil heller

ikke være ønskeligt at anvende n-hexan, idet det anses for at kunne give anledning til alvorlige sundhedsfarer ved længere tids påvirkning ved indånding, se bilag 1.

Anvendelse af tetrachlormethan i DS/R 208 må forventes at kunne erstattes af enten n-pentan eller en blanding af n-pentan/methyl-*tert*-butylether. Ved anvendelsen af blanding af disse to væsker må der forventes en bedre ekstraktion af de mere polære forbindelser end ved anvendelse af n-pentan alene¹¹. Methyl-*tert*-butylether danner ikke eksplosive peroxider i samme omfang som diethylether, hvorfor methyl-*tert*-butylether ud fra et arbejdsmiljømæssig hensyn vil være at foretrække.

Inddampningen til tørhed vil kunne ske enten i eksplosionssikkert varmeskab eller med roterinddamper i vandbad.

3.2 Alternative ekstraktionsvæsker til IR-metode

For at indholdet af olie/fedt vil kunne kvantificeres ved hjælp af IR, må der anvendes et opløsningsmiddel, som ikke indeholder CH-bindinger. Derudover skal det være en god ekstraktionsvæske for såvel upolære som polære organiske stoffer, uden samtidig at fremme emulsionsdannelsen. Prisen bør samtidig være relativt lav. I et svensk udredningsarbejde¹⁵ er der foreslået følgende mulige alternative ekstraktionsvæsker:

- Tetrachlorethen
- Hexachlorbutadien
- Hexachlorpropen
- Hexafluorbenzen
- Carbondisulfid

Der er ikke kendskab til resultater af undersøgelser, hvor de nævnte opløsningsmidler er testet. Hexachlorbutadien, hexachlorpropen og hexafluorbenzen vil antageligt ikke kunne fremskaffes i tilstrækkelig renhed til en pris, der er rimelig. Prisen for hexafluorbenzen er i dag over 500 kr. for 10 ml. Det vil ikke være ønskeligt at introducere carbondisulfid ud fra en arbejdsmiljømæssig synsvinkel, se bilag 1. Noble¹³ anfører tetrachlorethen som en mulig ekstraktionsvæske til IR-metoden og anfører, at der er planer i EPA-regi om at undersøge, om det kan anvendes.

Ud fra den fremskaffede litteratur er det ikke muligt at pege på et opløsningsmiddel, der vil kunne erstatte tetrachlormethan eller Freon 113, til væske-væske-ekstraktion af olie/fedt i vand, så kvantificeringen kan ske ved IR.

3.3 Fast-fase-ekstraktion som alternativ til væske-væske-ekstraktion

Som alternativ til at anvende væske-væske-ekstraktion, vil der kunne anvendes fast-fase ekstraktion. Fast-fase-ekstraktion (SPE: Solid Phase Extraction) er ved at få en større udbredelse inden for analyse af organiske sporstoffer i vand. Der eksisterer EPA-standarder for ekstraktion af f.eks. polychlorerede biphenyler og polycykliske aromatiske kulbrinter (Metode 525.1). En væsentlig fordel ved fast-fase-ekstraktion er, at der anvendes meget mindre mængde opløsningsmidler. 3M har beskrevet en metode til bestemmelse af olie/fedt ved fast-fase-ekstraktion, hvor der anvendes hexan til at eluering af stoffer fra filtret¹⁴. Indholdet bestemmes gravimeterisk. Detektionsgrænsen for den beskrevne metode forventes at ligge ved omkring 3-6 mg/l. Metoden giver som gennemsnit for 27 forskellige vandprøver den samme genfindning som væske-væske-ekstraktion med Freon eller n-hexan. Det bør undersøges, om pentan vil kunne erstatte hexan i denne metodeforslag.

For at en metode, hvor der anvendes fast-fase-ekstraktion, skal være interessant i en dansk sammenhæng, må koncentrationen af olie/fedt i eluenten kunne kvantificeres ved enten en IR- eller en GC-metode, således at detektionsgrænsen vil blive væsentligt lavere end den anførte. Det bør undersøges, om tetrachlorethen vil kunne anvendes til at eluere olie/fedt af filtrene, således at indholdet af olie/fedt kan bestemmes ved IR. Til at konditionere filtre, vaske prøveflasken og eluere stoffer af filtret forventes det, at der skal anvendes ca. 50 ml pr. prøve. Alternativt vil det inddampet ekstrakt fra fast-fase-ekstraktion med pentan kunne genopløses i tetrachlormethan, herved vil den anvendte mængde tetrachlorethan kun være 0,5 til 1 ml.

Ved anvendelse af IR bør der anvendes mere end de 2 bølgelængder, der er angivet i DS/R 209. Der bør tillige ske måling ved 3030 cm^{-1} for at medtage indholdet af aromatiske kulbrinter.

Hvis det ikke er muligt at udvikle en metode, hvor disse relativt begrænsede mængder tetrachlorethen kan håndteres på en arbejdsmiljømæssige forsvarlig vis, er det ikke umiddelbart muligt ud fra den tilgængelige litteratur at beskrive en metode, hvor olie/fedt kan kvantificeres ved anvendelse af IR.

4. GASCHROMATOGRAFISKE BESTEMMELSE AF INDHOLDET AF OLIEKOMPONENTER I DRILLEVAND

Som alternativ til at kvantificere indholdet af oliekomponenter i drikkevand ved IR, kunne man forestille sig at anvende en gaschromatografisk bestemmelse, hvorved anvendelse af chlorerede opløsningsmidler eventuelt kan undgås. I dag bestemmes indholdet af kulbrinter i benzin og olieprodukter ved metoder, hvor stofferne kvantificeres ved en GC-metode. Detektionsgrænsen for enkeltstoffer som f.eks. monoaromatiske kulbrinter er i størrelsen 0,1-1 µg/l. Gaschromatografiske metoder findes ikke standardiseret.

Disse metoder inkluderer tillige en bestemmelse af indholdet af "totalkulbrinter". Indholdet af "totalkulbrinter" dækker over summen af de stoffer, som det er muligt at detektere ved den enkelte metode. Hvilke stoffer, der medanalyseres, vil afhænge af det anvendte opløsningsmiddel og den anvendte GC-metode (kolonne/temperaturprogram). Der anvendes enten pentan eller dichlormethan til ekstraktion af oliekomponenter. Ved anvendelse af dichlormethan forventes det, at der ekstraheres et bredere spekter af stoffer end ved anvendelsen af pentan. I Danmark anvendes der rutinemæssigt upolære kapillærkolonner til bestemmelsen af oliekomponenter f.eks. HP-1 (100 % dimethylpolysiloxan) eller en HP-5 (5% diphenyl og 95 % dimethylpolysiloxane), den maksimale kolonnetemperatur er mellem 285 og 310 °C. Stofferne detekteres ved hjælp af flammeionisationsdetektor (FID). Med disse metoder er det primært upolære kulbrinter, der bestemmes, dvs. alifatiske kulbrinter op til ca. 35-40 kulstofatomer (C-35 til C-40) og 6-ringede aromatiske kulbrinter som f.eks. indeno(1,2,3)pyren. I hvilket omfang, det er muligt at medanalysere polære forbindelser ved disse metoder, er ikke dokumenteret.

IR-metoden vil medtage højmolekylære forbindelser i højere grad end der i dag rutinemæssigt kan medtages ved en GC-metode. GC/FID-metoden giver på den anden side en indikation af forureningens sammensætning (fingeraftryk).

Indholdet af "totalkulbrinter" bestemmes ved at sammenligne det totale GC-respons med responset af et kendt olieprodukt, f.eks. benzin eller dieselolie. Forskellen i responsfaktor mellem en frisk benzin og dieselolie er mindre end en faktor 2. For prøver, som primært indeholder "nedbrydningsrester" af dieselolie eller andre tungere olieprodukter, vil der være en mulig usikkerhed på kvantificeringen, idet responsfaktorerne for disse blandinger ikke er kendte. Denne type prøver vil ofte indeholde et meget stort antal stoffer, alle i meget lav koncentration, hvilket giver sig udtryk i en "uopløst pukkel" på chromatogrammet. Denne "uopløste pukkel" bør inkluderes i det totale respons¹⁶.

Detektionsgrænsen for "totalkulbrinter" i drikkevand angives til mellem 10-50 $\mu\text{g/l}$. Denne er ofte bestemt ud fra analyse af prøver spiket med benzin eller dieselolie. Der eksister ikke nogen entydig definition af, hvordan detektionsgrænsen for multikomponentblandinger skal beregnes.

For at en GC-metode vil kunne anvendes til at kontrollere drikkevandskvalitetskrav for opløste kulbrinter og mineralolie, må metoderne optimeres, således at detektionsgrænsen for totalindholdet af kulbrinter bliver mindre end 1 $\mu\text{g/l}$. I dag opkoncentreres prøverne 200-1.000 gange ved selve ekstraktionen. For flygtige kulbrinter vil det være vanskeligt at forøge opkoncentreringen ved inddampning af ekstraktet. For semi-flygtige kulbrinter vil det være praktisk muligt at forøge opkoncentreringen ved inddampning med op til en faktor 5-10, hvorved detektionsgrænsen vil kunne sænkes 1-5 $\mu\text{g/l}$ for totalindholdet. En forøgelse af følsomheden ved selve analysen af indholdet af kulbrinter i ekstraktet vil ikke forventes at kunne forekomme ved anvendelse af FID-detektor.

En måde, hvorpå følsomhed vil kunne forøges, vil være ved at analysere ekstraktet på en GC/MS-SIM [GasChromatograf/MasseSpektrometer, hvor der anvendes enkeltion monitoring (Selected Ion Monitoring)]. Begrænsningen ved anvendelsen af GC/MS-SIM er, at metoden er selektiv over for, hvilke stoffer der medanalyseres.

Det forventes at være muligt at udvikle en metode - forøget opkoncentrering kombineret med GC/MS-SIM, hvor der kun måles på én ion f.eks 57 m/z - hvorved fås et semikvantitativt mål for semi-flygtige alifatiske kulbrinter. Følsomheden vil ved en sådan metode forventes forøget med en faktor 10 i forhold til anvendelse af GC/FID. Begrænsningen ved en sådan metode vil være, at den kun medbestemmer alifatiske kulbrinter og f.eks. ikke medtager aromatiske kulbrinter. Dette svarer til den begrænsning, der ligger i IR-metoden, hvor der måles ved 2960 cm^{-1} og 2925 cm^{-1} .

Ved anvendelse af GC/FID er der en mulighed for at identificere udvalgte stoffer, f.eks. usubstituerede aromatiske kulbrinter og n-alkaner. Benzin og mineralolie består af flere hundrede enkeltkomponenter, identifikation af de enkelte komponenter vil ikke være praktisk mulig. Ved valg af passende kolonner og temperaturprogrammering vil det ud fra stoffernes retentionstid være muligt at opdele stofferne efter kogepunkt¹⁷. I forhold til de enkelte stoffers toksikologiske effekt og deres vandopløselighed vil en gruppering af enkeltstofferne i olieprodukter efter kogepunkt vurderes ikke at give en meningsfuld beskrivelse. En række af de aromatiske kulbrinter vurderes at være mere toksiske end de alifatiske kulbrinter med samme kogepunkt. Tilsvarende gælder det, at vandopløseligheden af de aromatiske kulbrinter

er væsentligt højere end for de alifatiske kulbrinter, f.eks. har naphthalen og n-dodecan (C-12) tilnærmelsesvis samme kogepunkt, henholdsvis 218°C og 216°C, mens naphthalen vandopløselighed ved 25°C er 31 mg/l, og n-dodecan har en vandopløselighed på 0,0034 mg/l.

5. SAMMENFATNING

I dag findes der 3 metoder til bestemmelsen af olie i vand, hvoraf to metoder er standardiserede og tillige kan medbestemme fedt. Metoderne adskiller sig primært fra hinanden ved måden, hvorpå indholdet af olie/fedt kvantificeres, efter at stofferne er ekstraheret over i et organisk opløsningsmiddel. I alle tre tilfælde er der tale om bestemmelser af olie som en samleparameter. Hvilke stoffer, der er inkluderet i bestemmelsen, er afhængig af den enkelte metode, og det kan derfor ikke forventes, at metoderne vil give sammenlignelige resultater.

Til bestemmelse af olie/fedt i spildevand på ppm-niveau må det forventes, at DS/R 208 vil kunne erstattes af en metode, hvor stofferne ekstraheres ved anvendelse af en blanding af pentan/methyl-*tert*-butylether.

Der foreligger ikke publicerede undersøgelser, hvor der er undersøgt et alternativt ekstraktionsmiddel til tetrachlormethan eller Freon 113 til en bestemmelse af olie/fedt-indholdet ved væske-væske-ekstraktion med kvantificering ved IR. En mulig erstatning for til DS/R 209 forventes at være en fast-fase-ekstraktion. Ved anvendelse af skift af opløsningsmiddel, vil der skulle anvendes relativt små mængder tetrachlorethen pr. prøve, og kvantificering af totalindholdet vil kunne ske ved IR.

Ved anvendelsen af GC/FID forventes det, at detektionsgrænsen for "totalindholdet af ikke flygtige kulbrinter" kan reduceres 5 µg/l. Ved at anvende GC/MS-SIM forventes det, at det vil være muligt at etablere en metode, hvor detektionsgrænsen for totalindholdet af alifatiske kulbrinter vil være 1 µg/l eller mindre.

Forslag til videre aktiviteter

- Udvikling af væske-væske-ekstraktion med gravimetrisk bestemmelse til analyse af olie/fedt i spildevand, metoden forventes at få en detektionsgrænse på 2-5 mg/l.

Olie/fedt ekstraheres med pentan/methyl-*tert*-butylether, primært med henblik på at få gjort metoden så robust, at den vil kunne give en tilfredsstillende analysekvalitet.

- Udvikling af en metode til drikkevand, hvor der anvendes fast-fase-ekstraktion, og stofferne enten elueres med tetrachloethen eller med pentan, og hvor der anvendes et skift af opløsningsmiddel til tetrachloethan, så totalindholdet kan bestemmes ved IR.

- Optimere og standardisere en GC/FID-metode for bestemmelse af udvalgte enkeltstoffer og totalindholdet af ikke-flygtige kulbrinter i drikkevand. Herunder få verificeret, hvilke stofgrupper der medbestemmes ved en sådan metode. I forlængelse heraf undersøge mulighederne og begrænsningerne ved en GC/MS-SIM-metode til bestemmelse af alifatiske kulbrinter (mineralolie) i drikkevand.

Bilag 1

TABEL 1: FYSISK-KEMISKE EGENSKABER FOR UDVALGTE OPLØSNINGSMIDLER				
	KOGEPUNKT	OPLØSELIGHED I VAND	DENSITET	KLASSIFICERING
	°C	mg/l	g/cm ³	
Petroleumsether	40-70			F;R11
n-Pentan	36	38	0,626	F;R11
n-Hexan	69	12,3	0,66	F;R11 Xn;R48/20
Diethylether	35	69 000	0,7135	Fx;R12 R19
Methyl- <i>tert</i> -butylether	55,2	48 000	0,704	F;R11
Dichlormethan	39,8	20 000	1,325	Carc2;R40
Trichlorethen	80,7	1 100	1,46	Carc3; R40
Tetrachlorethen	121,4	150	1,62	Carc3; R40
Carbondisulfid	46	2 900	1,26	F;R11 Xi;R36/38 T;R48/23 Rep3;R62 Rep3;63

Klassificeringen er den, der er angivet i Bekendtgørelse af listen over farlige stoffer, Miljøministeriets bekendtgørelse nr. 830 af 15 oktober 1993, med undtagelse af methyl-*tert*-butylether der er taget fra MERCK 92/93

Nedenfor er der angivet betydningen af de enkelte forkortelser, disse er taget fra Bekendtgørelse om klassificering, emballering, mærkning, salg og opbevaring af kemiske stoffer og produkter, Miljøministeriets bekendtgørelse nr. 829 af 15 oktober 1993.

- F;R11 : Meget brandfarlig
- Fx;R12 : Yderst brandfarlig
- R19 : Kan danne eksplosive peroxider
- R40 : Mulighed for varige skade på helbred
- Xn;R48/20 : Farlig: alvorlig sundhedsfare ved længere tids påvirkning ved indånding
- Xi;R36/38 : Irriterer øjne og hud
- T;R48/23 : Giftig: alvorlig sundhedsfare ved længere tids påvirkning ved indånding
- R; 62 : Mulighed for skade på forplantningsevnen
- R;63 : Mulighed for skade på barnet under graviditeten
- Carc2 : Stoffer, der bør anses for at fremkalde kræft hos mennesket. Der foreligger tilstrækkelig dokumentation til at nære stærk formodning om, at stoffets påvirkning af mennesker kan fremkalde kræft.
- Carc3 : Stoffer, der giver anledning til betænkelighed, da de muligvis fremkalder kræft hos mennesket, men for hvilke der ikke foreligger tilstrækkelige oplysninger til at foretage en tilfredsstillende vurdering.
- Rep3 : Stoffer, der giver anledning til betænkelighed med hensyn til menneskers forplantningsevne og med hensyn til skader på afkommet hos mennesker.

Referencer

1. DS/R 208: Vandundersøgelse; Olie og fedt, gravimetrisk metode. 1 udg. 1980
2. DS/R 209: Vandundersøgelse; Olie og fedt, infrarødspektrofotometrisk metode. 1 udg. 1980.
3. Miljøministeriets bekendtgørelse nr. 478 af 53 juni 1994: Bekendtgørelse om forbud mod anvendelse af visse ozonlagnedbrydende stoffer.
4. VKI: Præstationsprøvning 1993/3 - Perkolat. Hørsholm 1993.
5. Vandkvalitetsinstituttet: Nyt fra Miljøstyrelsen Referencelaboratorium på det kemiske vandanalyseområde 15:83, Hørsholm, 1983.
6. Greenberg, A.E., Clesceri, L.S. og Eaton, A.D.: Standard Methods for the examination of water and wastewater. 18. udg. American Public Health Association. Washington, 1992.
7. DIN 38 409 Teil 17: Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H). Bestimmung von schwerflüchtigen, lipophilen Stoffen (Siedepunkt > 250°C)(H17). 1981.
8. Kawahra, F.K.: Infrared spectrophotometry of pollutants in water systems. In. Minear, R.A og Keith, L.H. (eds.): Water analysis, volume III Organic species. Academic press, 1984.
9. ISO: Determination of hydrocarbon-index. TC 147/SC 2 N 244:1992.
10. DIN 38 409 Teil 18: Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H). Bestimmung von Kohlenwasserstoffen (H18). 1981.
11. Christensen, L.B., Arvin, E. og Jensen, B.: Analysemetoder til bestemmelse af olies opløselighed i vand. Laboratoriet for teknisk hygiejne. DTH 1987.
12. Naturvårdsverket: Bestämning av fetthalten i avloppsvatten. Gravimetrisk metode. Rapport 3896. Malmö 1991.
13. Noble, D: Here Today, Gone Tomorrow, Halogenated Solvents in Analytical Chemistry. Analytical Chemistry. 65, 15, 1993. 693-695 A
14. 3M : Method Summary; Proposed SPE EmporeTM Disk Method for Oil and Grease Modified EPA Metode 413.1. Analytical Instruments, DK.
15. Naturvårdsverket: Utveckling av nya analysmetoder för bestämning av olja. 1992.
16. ISO: Soil quality - Determination of mineral oil content - Method by infrared spectrometry and gas chromatographic method. Technical Report TR 11046:1994.

17. ISO: Petroleum products - Determination of boiling range distribution - Gas chromatography method. ISO 3924:1977.