

FFI RAPPORT

ANALYSE AV POLYKLORETE BIFENYLER (PCB) I SJØVANN

JOHNSEN Arnt, ROSSLAND Helle Kristin, BØYUM Olav,
CHRISTIANSEN Magnus

FFI/RAPPORT-2000/05945

FFIBM/720/138.2

Godkjent
Kjeller 20 desember 2000



Bjørn Arne Johnsen
Forskningsjef

**ANALYSE AV POLYKLORERTE BIFENYLER
(PCB) I SJØVANN**

JOHNSEN Arnt, ROSSLAND Helle Kristin, BØYUM
Olav, CHRISTIANSEN Magnus

FFI/RAPPORT-2000/05945

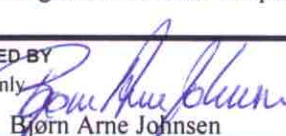
FORSVARETS FORSKNINGSINSTITUTT
Norwegian Defence Research Establishment
Postboks 25, 2027 Kjeller, Norge

FORSVARETS FORSKNING SINSTITUTT (FFI)
Norwegian Defence Research Establishment

UNCLASSIFIED

P O BOX 25
NO-2027 KJELLER, NORWAY
REPORT DOCUMENTATION PAGE

SECURITY CLASSIFICATION OF THIS PAGE
(when data entered)

1) PUBL/REPORT NUMBER FFI/RAPPORT-2000/05945	2) SECURITY CLASSIFICATION UNCLASSIFIED	3) NUMBER OF PAGES 42
1a) PROJECT REFERENCE FFIBM/720/138.2	2a) DECLASSIFICATION/DOWNGRADING SCHEDULE -	
4) TITLE ANALYSE AV POLYKLORERTE BIFENYLER (PCB) I SJØVANN ANALYSIS OF POLYCHLORINATED BIPHENYLS (PCBs) IN SEAWATER		
5) NAMES OF AUTHOR(S) IN FULL (surname first) JOHNSEN Arnt, ROSSLAND Helle Kristin, BØYUM Olav, CHRISTIANSEN Magnus		
6) DISTRIBUTION STATEMENT Approved for public release. Distribution unlimited. (Offentlig tilgjengelig)		
7) INDEXING TERMS IN ENGLISH: IN NORWEGIAN:		
a) <u>PCB</u>	a) <u>PCB</u>	
b) <u>Seawater</u>	b) <u>Sjøvann</u>	
c) <u>XAD-2</u>	c) <u>XAD-2</u>	
d) <u>Extraction</u>	d) <u>Ekstraksjon</u>	
e) _____	e) _____	
THESAURUS REFERENCE:		
8) ABSTRACT A system for extraction of traces of PCB in large quantities of sea water has been evaluated. The system consist of XAD-2 as an adsorbent for the soluble fraction of PCB and a filter to collect the particle fraction of PCB in sea water. Laboratory experiments shows that the adsorption of soluble PCB in XAD-2 is over 60 % at a flow of 7 l/min. It is necessary with extensive clean up of the extract, which lead to difficulties if other compounds than PCB should be quantified. It was impossible to find particle filters good enough to retain particles down to 0,45 µm and at the same time show no adsorption of soluble PCB. The best particle filter with respect to adsorption of soluble PCB was a 1,0 µm cartridge filter from Millipore. A laboratory experiment with a glass fibre filter burn at 500 °C showed an adsorption of about 30 % soluble PCB, while a field experiment showed insignificant absorption of soluble PCB. Field measurement shows that the concentration of PCB in sea water at the naval base Haakonvern is higher than the levels at Aker Brygge, Oslo, in the harbour of Horten and at Vestre Bolærne. High chlorinated congeners dominate the soluble fraction while low chlorinated congeners dominate the particle fraction.		
9) DATE 20 December 2000	AUTHORIZED BY This page only  Bjørn Arne Johnsen	POSITION Director of Research

UNCLASSIFIED

ISBN 82-464-0479-2

SECURITY CLASSIFICATION OF THIS PAGE
(when data entered)

INNHOOLD

	Side	
1	INNLEDNING	7
2	PCB I SJØVANN	7
2.1	Målte konsentrasjoner av PCB i vannmasser	8
2.2	Metoder for måling av PCB i vannmasser	9
3	MATERIALER OG METODER	10
3.1	Oppkonsentrering av PCB i sjøvann	10
3.2	Testing av XAD-2 kolonner	10
3.3	Ekstraksjonmetoder for PCB i XAD-2	11
3.3.1	Prosedyre for ekstraksjon på ristebord	11
3.3.2	Ekstraksjon av PCB fra XAD-2 ved bruk av mikrobølgeovn	12
3.3.3	Eluering direkte fra XAD-2 kolonnen	12
3.4	Rensing av XAD-2 ekstraktet	13
3.4.1	Rensing på silikakolonne	13
3.4.2	Fjerning av organisk materiale	14
3.4.3	Rensing på sur silikakolonne	14
3.4.4	Rensing på aluminiumoksidkolonne	14
3.5	Fordeling av PCB i XAD-2 kolonnen	15
3.6	Fordeling av PCB i XAD-2 kolonnen ved forskjellige strømningshastigheter	16
3.7	Fjerning av partikler fra sjøvann	16
3.7.1	Testing av partikkelfiltre	17
3.7.2	Ekstraksjon av filtre	17
3.8	Feltmålinger	18
3.8.1	Feltmålinger ved Aker brygge	18
3.8.2	Feltmålinger ved Haakonsvern orlogsstasjon	19
3.8.3	Feltmålinger ved Karljohansvern orlogsstasjon og Bolærne fort	19
4	RESULTATER	20
4.1	Ekstraksjon av XAD-2	20
4.2	Rensemeter	20
4.3	Fordeling av PCB i kolonnen	21
4.4	Testing av adsorpsjon av PCB i partikkelfiltre	23
4.5	Feltmålinger ved Aker Brygge	24
4.6	Feltmåling ved Haakonsvern orlogsstasjon	25
4.7	Feltmålinger ved Karljohansvern orlogsstasjon og Bolærne fort	26
5	KONKLUSJON	30

APPENDIKS

A	FYSIKALSE PARAMETRE FOR PCB	32
B	LOKALISERING AV PRØVETAKING VED HAAKONSVERN	36
C	LOKALISERING AV PRØVETAKING I HORTEN	37
D	LOKALISERING AV PRØVETAKING VED VESTRE BOLÆRNE	38
	Litteratur	39
	Fordelingsliste	42

ANALYSE AV POLYKLORETE BIFENYLER (PCB) I SJØVANN

1 INNLEDNING

I forbindelse med tidligere arbeider som er utført ved Forsvarets forskningsinstitutt (FFI) (1,2) er det framsatt en hypotese om at fisk og skalldyr kan ta opp betydelige mengder PCB direkte fra vannfasen. Det er gjort meget få analyser av PCB i sjøvann langs norskekysten, sannsynligvis på grunn av meget lave konsentrasjoner som vanskeliggjør bestemmelse med konvensjonelle ekstraksjonsmetoder. Da det er nødvendig å ekstrahere store mengder sjøvann for å oppnå en sikker bestemmelse, må en oppkonsentrering av PCB foregå i felt.

For å studere hvilken betydning PCB i vannfasen har for akkumulering i fisk og skalldyr var det ønskelig å få utviklet et system for å oppkonsentrere PCB fra opp mot 2000 liter sjøvann i løpet av relativt kort tid. I utgangspunktet var det ønskelig med en strømningshastighet på omkring 10 liter per minutt, som ville gjøre det mulig å ta prøver i perioden mellom flo og fjære. Med denne strømningshastigheten ville en også få tatt flere prøver i løpet av en dag. Det var også ønskelig å skille mellom mengden PCB løst i sjøvannet fra mengden PCB på partikler.

Med bakgrunn i dette ble det derfor tilbudt en hovedprosjektoppgave ved Høgskolen i Oslo avdeling for ingeniørutdanning som gikk ut på å utvikle en mobil prøvetakingsenhet for bestemmelse av PCB i sjøvann. Denne rapporten er delvis basert på det arbeidet som ble utført av de to studentene Olav Bøyum og Magnus Christiansen (3).

2 PCB I SJØVANN

Avhengig av antall og plassering av kloratomer på bifenylnmolekylet kan det dannes 209 ulike PCB kongenerer. Fysikalske parametre som f eks vannløselighet, damptrykk, smeltepunkt, molekylstørrelse, molekyløverflate, Henrys lov konstant og vann oktanol fordelingskoeffisient vil være forskjellig for de ulike kongenerene. Noen fysikalske parametre for enkelte kongenerer er vist i Tabell 2.1, mens en oversikt over alle kongenerer er vist i appendiks A (4). Tilsvarende verdier er også rapportert av andre (5,6). Som det går frem av denne tabellen blir løseligheten i vann lavere etter som kloreringsgraden blir høyere. Ut fra dette vil en forvente å finne større mengder av lavklorete PCB i vann enn høyklorete PCB. I og med at lavklorete PCB har større vannløselighet enn høyklorete PCB er det sannsynlig at lavklorete PCB kan transporteres over større områder med vannmassene enn høyklorete PCB. Dette vil sannsynligvis bety at andelen av lavklorete PCB ved en forurenset lokalitet vil reduseres med tiden.

<i>PCB kongener</i>	<i>Molekylvekt</i>	<i>Antall klor</i>	<i>Log K_{ow}</i>	<i>Smeltepunkt, °C</i>	<i>Vannløselighet, µg/l</i>
PCB-28	257,54	3	5,71	56	155
PCB-52	291,99	4	5,79	88	29
PCB-101	326,43	5	6,23	96	7
PCB-118	326,43	5	6,57	112	15
PCB-138	360,88	6	6,73	81	2
PCB-153	360,88	6	6,80	104	1
PCB-180	395,32	7	7,21	115	0,3

Tabell 2.1 Oversikt over fysikalske verdier for noen PCB kongenerer

2.1 Målte konsentrasjoner av PCB i vannmasser

Det finnes ikke data på konsentrasjonen av PCB i vannmassene langs kysten av Norge. Det har vært gjort målinger av mengden PCB i vann fra Nord-Atlanteren, men her ble det ikke påvist mengder over 20 pg/l (7). I Norskehavet er det utført målinger av sjøvann der konsentrasjonen av PCB i filtrert vann ble bestemt til 0,2 pg/l, mens konsentrasjonen av PCB på partiklene ble bestemt til 11 pg/l (8). I samme undersøkelse utenfor Færøyene ble konsentrasjon av PCB i filtrert sjøvann rapportert til 1 pg/l, mens konsentrasjonen av PCB på partikler ble bestemt 0,7 pg/l. Konsentrasjonen av PCB i filtrert sjøvann fra Grønlandshavet er rapportert til 0,33 pg/l, mens det på partikler ble funnet 1,7 pg/l (8). I ufiltrerte prøver av sjøvann fra Antarktisk er konsentrasjonen av PCB rapportert til 910 pg/l før ismeltingen og 1600 pg/l etter ismeltingen (9). I ufiltrert sjøvann fra overflaten hentet utenfor Nova Scotia i Canada ble konsentrasjonen av PCB rapportert til mellom 10000 og 16000 pg/l (10). Ut fra disse målingene synes det som om at nivåene av PCB i de nordlige delene av Atlanterhavet er mye lavere enn det som funnet i Antarktisk og utenfor Canada. Det kan være lokale kilder som er årsaken til denne forskjellen, men det kan også være forskjeller i havstrømmer som forårsaker disse forskjellene.

Målinger av PCB i ferskvann viser at konsentrasjonen er en god del høyere enn det som er påvist i nordlige deler av Atlanteren. I ufiltrert vann fra elven Elbe i Tyskland er PCB konsentrasjonen rapportert til 2000 pg/l (11). Tilsvarende nivå av PCB er også funnet i elven Emån som renner ut av Järnsjön i Sverige (12). I elven Arrone utenfor Roma i Italia er det påvist en konsentrasjon av PCB på 10000 pg/l (13), mens det i Detroit river i USA er rapportert om en PCB konsentrasjon på 17000 pg/l (14). I innsjøen Thaeo og Marlett i California er PCB konsentrasjonen 400-700 pg/l (15). Tilsvarende konsentrasjoner er også registrert i innsjøer i nordvestre Ontario (16). I Tabell 2.2 er det gitt en oversikt over den totale konsentrasjonen av PCB i vann fra ulike lokaliteter.

Ut fra de målinger som er utført av PCB i vannmasser viser det seg at konsentrasjonen av PCB er veldig lav. Selv der det er registrert relativt høye konsentrasjoner av PCB i sedimentene er konsentrasjonen i vannmassene relativt lave. I sedimenter vil innholdet av organisk materiale normalt være høyt og PCB har stor affinitet til det organiske materialet. Dette fører til at konsentrasjonen av PCB i vannmassene er mye lavere enn det som er løseligheten av PCB i vann. Det er ikke rapportert om store forskjeller i konsentrasjonen av de ulike PCB kongenerene (8,11,13). Det ser derfor ikke ut til at konsentrasjonen av lavklorerte PCB er mye høyere enn høyklorerte PCB i vannmassene, selv om vannløseligheten av lavklorerte PCB er

mye større enn høyklorerte PCB. Dette betyr at det er andre forhold enn vannløseligheten alene som bestemmer konsentrasjonen av PCB i vannmassene.

Bruk av trioleinfylte semipermeable membraner (SPMD) ved marinebasen Haakonsvern indikerte en konsentrasjon av løst PCB i sjøvannet på 60 pg/l i referanseområdet, mens konsentrasjonen av PCB i forurenset område var omkring 200 pg/l (2). I deponiet hvor de forurensete massene ble deponert, ble det registrert over ti ganger mer løst PCB enn i det forurensete området (1). Dette viser at oppvirvling av forurensete masser medfører en økt konsentrasjon av løst PCB i vannmassene. Bruk av SPMD ved Haakonsvern viste at konsentrasjonen av lavklorerte PCB var noe større enn høyklorerte PCB (2).

<i>Sted</i>	<i>PCB konsentrasjon, ng/l</i>
Østersjøen	5,5 – 46,0
Middelhavet	1,3 – 8,8
Atlanterhavet	1,1 - 3,2
Nordsjøen	0,07 – 0,19
Arktisk	2,0 – 6,3
Nederlandske delta	0,07 – 0,6
Elven Niagara i Canada	819
Elvene Gran, Sugeen, Thames i Canada	8
Elven Shing Mung i Hong Kong	10
Elven Meuse i Belgia	420 – 620
Elven Guadalquivir i Spania	85 – 222
Ellevann fra Valencia i Spania	10 – 354
Ellevann fra Valladolid i Spania	10 – 56
Elve- og drikkevann i Kroatia	< 1 – 3

Tabell 2.2 Målte totalkonsentrasjoner av PCB i sjøvann og ferskvann (17)

2.2 Metoder for måling av PCB i vannmasser

Etter som konsentrasjonen av PCB i vannmassene er veldig liten, er det nødvendig med relativt store vannprøver for å få sikre analyser. Mengden vann som er nødvendig for å få sikre analyser gjør at det vil være vanskelig å benytte konvensjonell væske/væske ekstraksjon i skilletrakt med et løsningsmiddel. For kunne ekstrahere over 100 liter vann er det benyttet ulike hydrofobe adsorbenter som har stor affinitet til PCB. Flere har benyttet polyuretan som adsorbent for PCB i vann (12,16). Polyuretan har også vært benyttet ved ekstraksjon av klorerte dioksiner og furaner samt polycykliske aromatiske hydrokarboner i luft og vann (18). En annen adsorbent som er mye benyttet til ekstraksjon av PCB fra vann er XAD (8,14,15). Andre adsorbenter som er benyttet til ekstraksjon av klorerte organiske miljøgifter fra vann er Tenax (19,20), C₁₈ (19,21) og aktivt kull (22).

Ved sammenligning av XAD og C₁₈ viste det seg at ekstraksjonsutbytte for PCB var bedre med XAD (21), mens Tenax gav noe dårligere ekstraksjonsutbytte enn XAD (20). Det er også vist at XAD er en bedre adsorbent enn aktivt kull (22). I en undersøkelse viste det seg at ved et ekstraksjonsvolum under 300 liter gir XAD og polyuretan likeverdige ekstraksjonsutbytter og

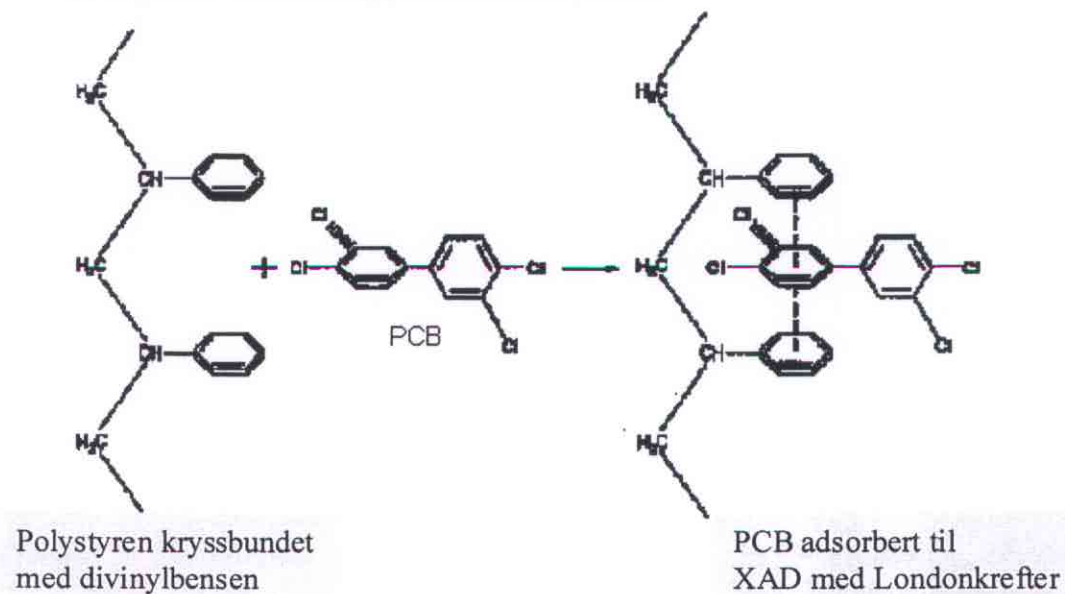
tilsvarende det som oppnås med væske/væske ekstraksjon (23). Ved ekstraksjonsvolum over 300 liter er polyuretan noe bedre enn XAD-2, men både polyuretan og XAD-2 gir et dårligere resultat enn væske/væske ekstraksjon (23). Det finnes imidlertid flere systemer for ekstraksjon av over 1000 liter sjøvann kommersielt tilgjengelig som benytter XAD-2 som adsorbent (24,25). Det er også gjennomført flere undersøkelser der det er ekstrahert over 300 liter vann ved bruk av XAD-2 som adsorbent (8,22,24,26). Med bakgrunn i dette ble det valgt å benytte XAD-2 som adsorbent i det prøvetakingsutstyret som skulle etableres.

3 MATERIALER OG METODER

3.1 Oppkonsentrering av PCB i sjøvann

I denne studien er det benyttet en ekstraksjonskolonne fylt med Amberlite XAD-2 levert av Supelco for å oppkonsentrere PCB fra store mengder sjøvann. XAD-2 er benyttet som adsorbent ved en rekke undersøkelser av PCB i vannmasser og det er vist at XAD-2 gir tilfredsstillende ekstraksjonsutbytte.

XAD-2 er en kryssbundet polymer av styren/divenylbenzen som gir veldig store og hydrofobe molekyler. Disse molekylerne har også en veldig stor overflate som er gunstig for adsorpsjon av hydrofobe organiske stoffer fra vann. Organiske hydrofobe molekyler har mye større affinitet til XAD-2 enn vann og vil derfor feste seg til XAD-2. Ioner og polare molekyler vil ha veldig liten affinitet for XAD-2 og stor affinitet for vann. Dette betyr i praksis at vann med ioner og polare stoffer vil passere gjennom en XAD-2 kolonne uten hindringer, mens hydrofobe molekyler som PCB og dioksiner vil sette seg på kolonnematerialet.



Figur 3.1 Mekanisme for interaksjon mellom XAD-2 og PCB

3.2 Testing av XAD-2 kolonner

Det er testet ut to forskjellige kolonner. Den ene kolonnen var en Infiltrax 250 g kolonne (Figur 3.2) levert av Axys Environmental Systems Ltd., British Columbia, Canada. Denne hadde en

indre diameter på 69 mm og en høyde på 145 mm. Kolonnen var laget av rustfritt stål og skulle derfor tåle et høyt trykk. Den andre kolonnen var en standard Büchi B-685 (Figur 3.2) levert av Tamro MedLab AS, Skårer, Norge. Dette var en glasskolonne som hadde en indre diameter på 49 mm og en høyde på 230 mm, og som var spesifisert til 20 bar. Büchi B-685 ble levert med glassinterfilter i endestykkene. Disse ga veldig stor motstand, noe som førte til lav vanngjennomstrømning i kolonnen. Glassinterfiltrene ble derfor byttet ut med filter i aluminium.



Figur 3.2 Bilde av de to XAD kolonnene som er benyttet

Det ble prøvd to forskjellige metoder for pakking av XAD-2 i kolonnen. En hvor XAD-2 i ubehandlet form (tørr) ble pakket i kolonnen mellom to lag glassull, et i toppen av kolonnen og et i bunnen. Den andre metoden var våtpakking av XAD-2 i kolonnen. Våtpakkingen ble foretatt som punktvis beskrevet under. Det viste seg at det ble en bedre pakking av XAD-2 i kolonnen ved våtpakking. Denne metoden ble derfor valgt som pakkemetode for XAD-2 i kolonner.

1. 250 gram XAD-2 ble veid inn i et begerglass. Metanol ble helt på til det stod et par centimeter over toppen av XAD-2. Slik ble det stående i 10 minutter før metanolen ble dekantert av. Ved pakking i felt ble denne operasjonen sløffet.
2. Deretter ble destillert vann tilsatt XAD-2 til det ble en tykk grøt.
3. Kolonnen ble åpnet i toppen og et lag glassull ble lagt i bunnen. XAD-2 ble helt opp i kolonnen og et lag glassull ble lagt på toppen.
4. Toppstykke av kolonnen ble deretter påsatt.

3.3 Ekstraksjonmetoder for PCB i XAD-2

Det er testet ut flere metoder for å ekstrahere PCB fra XAD-2. Risting i flere timer på ristebord, direkte eluering fra kolonnen og mikrobølgeekstraksjon er prøvd. Det viste seg at risting på ristebord gav den beste gjenvinningen av PCB fra XAD-2.

3.3.1 Prosedyre for ekstraksjon på ristebord

Prosedyren for ekstraksjon av PCB fra XAD-2 ved bruk av ristebord er beskrevet under. Figur 3.3 viser risting av XAD-2 på ristebord.

1. XAD-2 fra kolonnen tørkes i varmeskap ved 40 °C over natten og fordeles på fire teflonflasker med skrukork. Internstandard (20 ng PCB-112) tilsettes prøven.
2. Flaskene tilsettes 70 ml diklormetan (CH_2Cl_2) og ristes på ristebord ved 300 rpm i to timer.
3. Etter ristingen dekanteres løsemiddelet over i inndampingskolber. Teflonflaskene tilsettes nye 50 ml diklormetan og ristes på ristebord ved 300 rpm i 16 timer.
4. Løsemidlet dekanteres av og kombineres med ekstraktet fra første risting.
5. XAD-2 skylles med 20 ml diklormetan og overføres til inndampingskolben.
6. Ekstraktet dampes inn til ca 1ml.



Figur 3.3 Risting av XAD-2 på ristebord

3.3.2 Ekstraksjon av PCB fra XAD-2 ved bruk av mikrobølgeovn

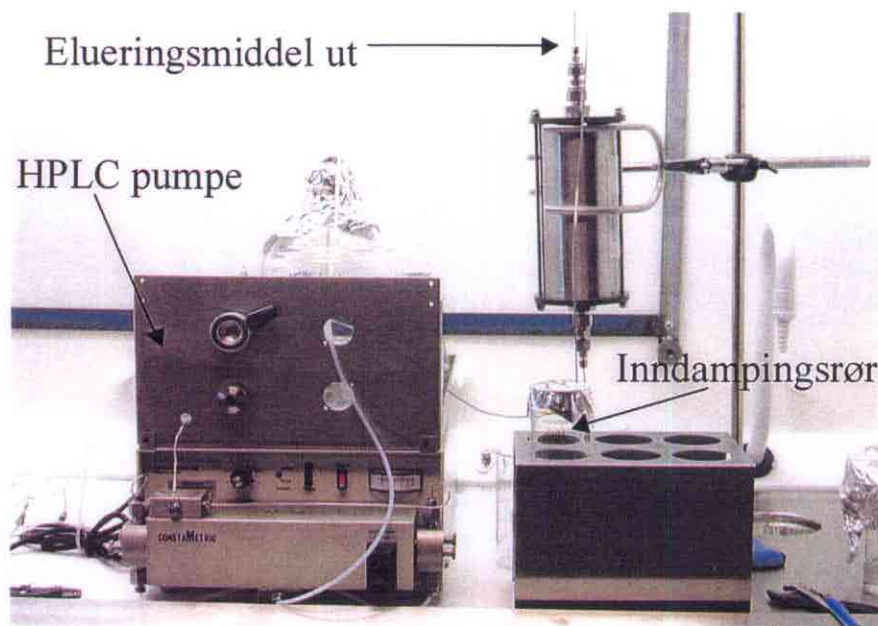
Følgende prosedyre ble benyttet ved ekstraksjon av XAD-2 i mikrobølgeovn. Etter ekstraksjon i mikrobølgeovn hadde XAD-2 klumpet seg sammen.

1. XAD-2 ble overført til ekstraksjonsbeholderen og tilsatt 8 ml ultrarent vann.
2. Internstandard (20 ng PCB-112) tilsettes prøven.
3. 30 ml av en 20:80 heptan:acetone blanding tilsettes prøvene. Prøvene ekstraheres i 15 min ved 115 °C.
4. Løsemiddelet dekanteres av prøvene og dampes inn til ca 1 ml.

3.3.3 Eluering direkte fra XAD-2 kolonnen

Prosedyren som ble benyttet ved direkte eluering fra XAD-2 kolonnen er beskrevet nedenfor. I Figur 3.4 er oppsettet for direkte eluering av PCB fra XAD-2 kolonnen vist.

1. En HPLC-pumpe kobles til bunnen av kolonnen. Strømningshastigheten av løsningsmiddelet er på 5 ml/min.
3. Det elueres først med 600 ml metanol etterfulgt av 600 ml diklormetan. Metanol samles i teflonflasker og diklormetan samles i inndampingskolber. Etter eluering med diklormetan, presses siste rest av løsningsmiddel ut av kolonnen ved å blåse gjennom med nitrogen.
4. Metanolekstraktet tilsettes 10 ml heptan før det ristes i 30 minutter ved 300 rpm på ristebord.
5. Heptanfasen pipetteres av og overføres til diklormetanekestektet. Vann/metanol fasen i teflonflasken kastes.
5. Heptan og diklormetan dampes inn til ca 1 ml.



Figur 3.4 Eluering av PCB direkte fra XAD-2 kolonnen

3.4 Rensing av XAD-2 ekstraktet

For å få et tilfredsstillende rent ekstrakt var det nødvendig med en rekke ulike rensetrinn. I sjøvann som inneholdt mye partikler var det spesielt viktig å rense ekstraktene godt, slik at forurensninger i ekstraktet ikke medførte noen problemer ved analyse med gasskromatografi. De ulike rensetrinnene er nærmere beskrevet i de underliggende kapitler.

3.4.1 Rensing på silikakolonne

Nedenfor er fremgangsmåten ved rensing av ekstraktet på silikakolonner beskrevet.

1. Silikakolonner (5 g) benyttes til opprensingen. Disse vaskes med 10 ml heptan før ekstraktet påsettes.
2. Inndampingskolbene skylles med 1-2 ml heptan som deretter også påsettes kolonnen.
3. Til slutt påsettes 2-3 ml heptan kolonnen.
4. Det opprensede ekstraktet dampes inn til ca 2 ml.

3.4.2 Fjerning av organisk materiale

Nedenfor er fremgangsmåten for fjerning av organisk materiale fra ekstraktet beskrevet.

1. Ekstraktet tilsettes 6 ml (eller tre ganger volumet av ekstraktet) konsentrert svovelsyre (H_2SO_4) og ristes forsiktig med whirlmikser før det settes mørkt i minst en time.
2. Ekstraktet sentrifugeres i 5 min ved 2500 rpm.
3. Øverste fase pipetteres over i nye 12 ml reagensglass med skrukork.
4. Svovelsyren reekstraheres med 2 ml heptan, sentrifugeres før øverste fase kombineres med ekstraktet fra første sentrifugering.
5. Dersom prøven er svært forurenset gjentas denne prosedyren en gang til.
6. Det opprensede ekstraktet dampes inn til ca 1 ml.

3.4.3 Rensing på sur silikakolonne

Nedenfor er fremgangsmåten for rensing på sur silikakolonne beskrevet.

1. 5 gram silika aktiveres over natten ved 130 °C i varmeskap.
2. 1,5 ml konsentrert svovelsyre tilsettes silikaen før den ristes i ett minutt med whirlmikser.
3. Den sure silikaen overføres til en tom 5 gram silikakolonne før orginalfilterene til kolonnen plasseres på toppen.
4. Kolonnen skylles med 10 ml heptan før ekstraktet påsettes.
5. PCB elueres med to pasteurpipetter heptan.
6. Det opprensede ekstraktet dampes inn til ca 1 ml

3.4.4 Rensing på aluminiumoksidkolonne

Nedenfor er fremgangsmåten for rensing på aluminiumoksidkolonne beskrevet.

1. En pasteurpipette tettes med en liten plugg av glassull i bunnen. Over dette fylles fire cm aluminiumoksid (Al_2O_3) og en cm tørket natriumsulfat (Na_2SO_4). Aluminiumoksid aktiveres over natten ved 190 °C i varmeskap.
2. Aluminiumoksidkolonnen vaskes med 10 ml heptan før ekstraktet påsettes.
3. PCB elueres ut av kolonnen med 10 ml 20 % diklormetan i heptan og samles i nye 12 ml reagensglass med skrukork.
4. Det rensede ekstraktet dampes inn til ca 1 ml før det tilsettes 20 ng gjenfinningsstandard (PCB-155). Ekstraktet overføres til krympehetteglass og plasseres i fryser < 18 °C inntil analyse på gasskromatograf med ECD.

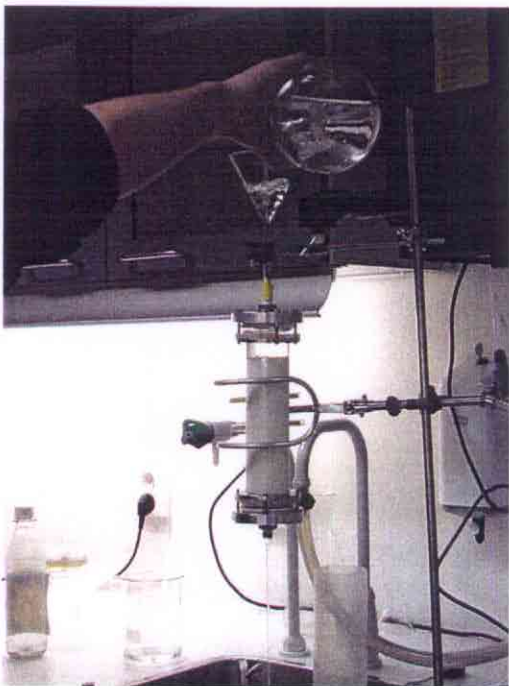
3.5 Fordeling av PCB i XAD-2 kolonnen

Det ble gjort en undersøkelse av hvordan PCB var fordelt i XAD-2 kolonnen og om de ulike PCB kongenerene hadde forskjellig fordeling. En tørrpakket AXYS kolonne ble tilsatt PCB før omkring 500 liter springvann ble pumpet gjennom kolonnen med en strømningshastighet på ca 7 liter/min. XAD-2 fra kolonnen ble kuttet i skiver på omkring en cm før de enkelte skivene ble ekstrahert og analysert hver for seg.

PCB ble overført til en vandig fase ved at 500 μl av en PCB løsning i heptan som inneholdt 200 ng/ml av kongenerene PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-118, PCB-138, PCB-153 og PCB-180 nesten ble dampet inn til tørrhet. Det ble så tilsatt 1000 μl metanol og ristet godt på whirlmikser. 800 μl av denne løsningen (ca 80 ng) ble tilsatt en kolbe med 2 liter ultrarent vann. Denne løsningen ble så ristet godt før den ble benyttet.

En liter av den vandige PCB løsningen ble helt på toppen av kolonnen før 250 liter springvann ble pumpet gjennom kolonnen. Deretter ble resten av den vandige PCB løsningen helt på toppen av kolonnen før nye 250 liter springvann ble pumpet gjennom kolonnen. Tilsetting av kjent mengde PCB til kolonnen er vist i Figur 3.5.

Kolonnen ble satt horisontalt i et stativ og begge endestykkene skrudd av. Et begerglass ble brukt til å presse ut kolonnematerialet. En centimeter ble presset ut av gangen, skjært av og overført til teflonflasker. Ti skiver ble skjært av før kolonnen var tom. Glassullen i toppen og bunnen av kolonnen ble overført til teflonflasker og analysert sammen med henholdsvis øverste og nederste skive av kolonnematerialet. Våt XAD-2 ble ekstrahert på ristebord, rensset med syre, silikakolonne og aluminiumoksidkolonne og analysert som beskrevet i kapittel 3.3 og 3.4.



Figur 3.5 Tilsetting av kjent mengde PCB til Büchi kolonnen

3.6 Fordeling av PCB i XAD-2 kolonnen ved forskjellige strømningshastigheter

Det ble gjort en undersøkelse for å se om strømningshastigheten av vann gjennom kolonnen hadde en vesentlig effekt på fordelingen av PCB i XAD-2 kolonnen. Dette ble gjort omtrent på samme måte som beskrevet i kapittel 3.5. Da systemet for oppkonsentrering av PCB med XAD-2 i hovedsak er tenkt benyttet til prøvetaking av sjøvann ble det benyttet sjøvann i stedet for springvann i denne undersøkelsen, for å kontrollere om saltvann ville ha noen innvirkning på fordelingen av PCB i XAD-2 kolonnen. Denne undersøkelsen ble foretatt med Büchi B-685 kolonnen, da den viste seg å være bedre egnet til vårt formål.

Kolonnen ble våtpakket med 220 g XAD-2. For å fjerne mest mulig av partikler fra sjøvannet før det ble pumpet inn på XAD-2 kolonnen, ble vannet filtrert gjennom et Polygard CR Cartridge Filter med porestørrelse 1,0 μm fra Millipore.

200 liter sjøvann ble pumpet gjennom kolonnen før en liter vandig PCB løsning (180 ng av hver kongener) lagd på samme måte som nevnt i kapittel 3.5 ble helt gjennom kolonnen. Deretter ble 300 liter sjøvann pumpet gjennom kolonnen igjen. Dette forsøket ble utført med en strømningshastighet på henholdsvis 7 liter/min og 14 liter/min.

Prøver av våt XAD-2 ble overført til hver sin teflonflaske og ekstrahert på ristebord, rensed med syre, silikakolonne og aluminiumoksidkolonne og analysert som beskrevet i kapittel 3.3 og 3.4. Ved 7 l/min ble kun følgende prøver analysert.

1. De fire øverste cm av XAD-2 i kolonnen (3 cm XAD-2 og 1 cm glassull).
2. De neste to cm av XAD-2 i kolonnen.
3. De to nederste cm av XAD-2 i kolonnen samt glassullen i bunn av kolonnen.

De resterende 10 cm av XAD-2 som var i kolonnen ble ikke analysert.

3.7 Fjerning av partikler fra sjøvann

For å bestemme mengden PCB som er løst i sjøvannet er det nødvendig å fjerne alle partiklene fra vannet. Det partikkelfrie vannet kan så pumpes gjennom en XAD-2 kolonne som vil oppkonsentrere løst PCB i sjøvannet. Da PCB er meget lite vannløselig vil det være en fare for at løst PCB kan feste seg på partikkelfiltrene, slik at mengden av løst PCB blir underestimert. Det kan også tenkes at etter som partikler fester seg i filteret vil løst PCB kunne feste seg til partiklene i filteret. Ulike filtre ble derfor testet med hensyn til absorpsjon av PCB. I utgangspunktet var det ønskelig å benytte et membranfilter som kunne fjerne alle partikler under 0,45 μm .

Det viste seg vanskelig å få tak i egnet filter på 0,45 μm som hadde den nødvendige kapasiteten og som var lagd av et materiale som ikke PCB ville feste seg til. Både patronfilter og flate filter med ulik porestørrelse ble testet. Et patronfilter fra Millipore av typen Polygard CR Cartridge lagd av polypropylen med porestørrelse 0,3 og 1,0 μm ble testet. Dette var filter med en diameter på 70 mm og en lengde på 300 mm. Filtrene var bygget opp med stor porestørrelse ytterst for å fjerne store partikler. Deretter var det fire lag av ulik porestørrelse som dannet en gradient inn mot midten.

Følgende flate filtre ble testet for absorpsjon av PCB:

1. Glassfiberfilter av typen GF/F Whatman med nominell porestørrelse 0,7 μm .
2. Celluloseacetatefilter med porestørrelse 0,45 μm fra Sartorius, katalognummer 11106-47-N.
3. Durapore membranfilter lagd av polyvinylidenefluorid (PVDF) med porestørrelse 0,45 μm fra Millipore, katalognummer HVLP04700.
4. Fluoropore membranfilter lagd av polytetrafluoretylen (PTFE) med laminert bakside av polyetylen med porestørrelse 0,5 μm fra Millipore, katalognummer FHLP04700

3.7.1 Testing av partikkelfiltre

Patronfiltrene ble testet ved at to liter vandig PCB løsning (50 ng av hver kongener) lagd på samme måte som nevnt i kapittel 3.5 ble helt gjennom filterhusene. De to patronfiltrene på henholdsvis 1,0 og 0,3 μm var koblet i serie, der patronfiltret på 1,0 μm var først i serien. Deretter ble det pumpet 500 liter springvann gjennom filtrene. Filtrene ble tatt ut av filterhusene og pakket inn i aluminiumsfolie før de ble plassert i to timer i en fryser som holdt -70 °C. Da det ble antatt at PCB var jevnt fordelt i filtrene, ble det sagd av en stripe på langs med baufil på ca 50 gram. Patronfiltrene ble ekstrahert som beskrevet i kapittel på ristebord, rensed (ikke rensing med sur silikakolonne) og analysert som beskrevet i kapittel 3.3 og 3.4.

De flate filtrene som ble testet hadde en diameter på 45 mm og et vakuumfiltreringsapparat ble benyttet for å undersøke absorpsjon av PCB i de flate filtrene. To liter vandig PCB løsning (20 ng av hver kongener) ble lagd som beskrevet i kapittel 3.5. Filtrene ble plassert i vakuumfiltreringsapparatet og PCB løsningen ble filtrert. Filtrene ble ekstrahert i mikrobølgeovn som beskrevet i kapittel 3.3 før ekstraktet ble rensed og analyser som beskrevet i kapittel 3.4.

3.7.2 Ekstraksjon av filtre

Følgende prosedyre ble benyttet for ekstraksjon av patronfiltre:

1. Den avsagde våte biten av patronfiltret ble overført til en teflonflaske og tilsatt 150 ml heptan og 20 ng internstandard (PCB-112).
2. Flasken ble ristet på ristebord ved 300 rpm i to timer.
3. Etter ristingen dekanteres løsemiddelet over i inndampingskolber. Teflonflaskene tilsettes nye 150 ml heptan og ristes på ristebord ved 300 rpm i 16 timer.
4. Løsemidlet dekanteres av og kombineres med ekstraktet fra første risting.
5. Filteret skylles med 50 ml heptan og overføres til inndampingskolben.
6. Ekstraktet dampes inn til ca 1ml og renses med silikakolonne, konsentrert svovelsyre og aluminiumoksidkolonne som beskrevet i kapittel 3.4.

Følgende prosedyre ble benyttet for ekstraksjon av flate filtre:

1. Filteret ble lagt i teflonflasker og tilsatt 15 ml ultrarent vann og 20 ng internstandard (PCB-112)
2. 30 ml aceton med 20 % heptan ble tilsatt prøvene.
3. Prøvene ble ekstrahert i 15 minutter ved 115 °C.
4. Ekstraktet dampes inn til ca 1ml og renses med silikakolonne, konsentrert svovelsyre og aluminiumoksidkolonne som beskrevet i kapittel 3.4.

3.8 Feltnålinger

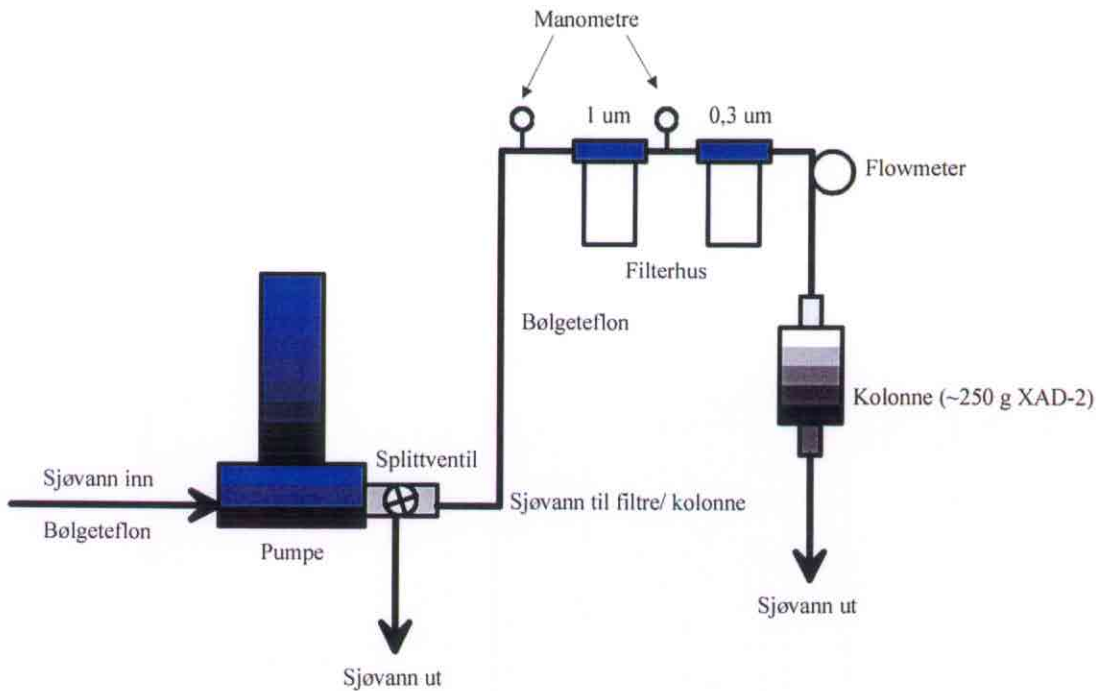
Feltnålinger er blitt utført på 3 forskjellige lokaliteter i Norge. Feltnålingene er i hovedsak utført for å teste ekstraksjonssystemet og det er benyttet forskjellige oppsett av systemet for å få indikasjoner på hva som fungerer best.

3.8.1 Feltnålinger ved Aker brygge

De første feltnålingene ble foretatt ved Aker Brygge i Oslo. Under denne feltnålingen ble en tørrpakket XAD-2 kolonne fra Axys benyttet. Feltnålingen ble foretatt 8 mars 2000. En skjematisk fremstilling av ekstraksjonssystemet er vist i Figur 3.6. Det ble benyttet en pumpe av typen Duijelaar (DPL2-130) med pumpehus i rustfritt stål med en maksimal belastning på 8,7 bar.

I det første filterhuset var det et polypropylen patronfilter på 1 µm, og i det andre var det et polypropylen patronfilter på 0,3 µm. Omkring 1000 liter sjøvann ble pumpet gjennom ekstraksjonssystemet med en strømningshastighet på 13 l/min. Kolonnen ble plugget igjen og filtrene tatt ut av filterhusene og pakket inn i aluminiumsfolie. Filtrene ble fryst ned ved -20 °C over natten, før de ble tatt ut og en stripe på omtrent 50 g ble sagt av med baufil. De to stripene ble ekstrahert og analysert som beskrevet i kapittel 3.7.2.

Det ble benyttet ultralydbad til ekstraksjon av XAD-2 i denne feltundersøkelsen. Våt XAD-2 fra kolonnen ble overført til en liters flaske og tilsatt cirka 200 ml heptan med 15% aceton. Flasken ble satt på ultralydbad i 15 minutter, før den ble satt til risting i 30 minutter. Løsemiddelet ble dekantert av i inndampingsrør, og nye 200 ml ren heptan ble tilsatt XAD-2. Flasken ble deretter satt til risting i en time før løsemiddelet dekantert av. Løsemiddelet som var samlet opp ble kombinert og dampet inn, før ekstraktet ble renses med silikakolonne, konsentrert svovelsyre og aluminiumoksidkolonne som beskrevet i kapittel 3.4.



Figur 3.6 Skisse av ekstraksjonssystemet benyttet ved feltmålinger

3.8.2 Feltnmålinger ved Haakonsvern orlogsstasjon

Det ble tatt tre prøver på samme sted i deponi 1 (appendiks B) ved marinebasen Haakonsvern i Bergen. Det ble benyttet en våtpakket Büchi B-685 kolonne ved disse feltnmålingene. For å se på adsorpsjonen av PCB i ulike filtre ble følgende filterkombinasjoner benyttet:

1. 1,0 µm og 0,3 µm Polygard CR patronfiltre + XAD-2 kolonne
2. 5,0 µm Polygard CR patronfilter + XAD-2 kolonne
3. Kun XAD-2 kolonne

Strømningshastigheten var omkring 5 l/min for de to første prøvene og prøvetakingsvolumet var 500 l. For den siste prøven var strømningshastigheten 5 l/min til å begynne med, men etter en stund ble strømningshastigheten redusert ned mot null, da XAD-2 kolonnen etter hvert ble tettet av partikler. Prøvetakingsvolumet for den siste prøven ble 300 l.

Patronfiltrene ble ekstrahert og rensert som beskrevet i kapittel 3.7.2. Våt XAD-2 ble ekstrahert på ristebord og rensert med silikakolonne, konsentrert svovelsyre og aluminiumoksidkolonne som beskrevet i kapittel 3.3 og 3.4, med unntak av at 15 % aceton i diklormetan ble benyttet som ekstraksjonsmiddel.

3.8.3 Feltnmålinger ved Karljohansvern orlogsstasjon og Bolærne fort

Til sammen ble det tatt seks prøver i Indre havn, Horten og i Gjendesund ved Vestre Bolærne. Lokalisering av prøvestasjonene er vist i appendiks C og 0. I Tabell 3.1 er det gitt en oversikt over prøveoppsett for de ulike prøvestedene. Ved bruk av glassfiberfilteret ble det benyttet en filterholder i syrefast stål fra Sartorius. Ved prøvetaking av prøve 4 og 6 ble en bensindrevet Koshin (SE-25) med pumpehus i aluminium og en kapasitet på 4,5 bar benyttet. For de resterende prøvene ble pumpen Duijelaar (DPL2-130) med pumpehus i rustfritt stål benyttet. XAD-2 ble ekstrahert på ristebord som beskrevet i kapittel 3.3 og rensert og analysert som

beskrevet i kapittel 3.4. Patronfiltrene ble ekstrahert, rensert og analysert som beskrevet i kapittel 3.7.2.

<i>Prøvested</i>	<i>Dato</i>	<i>Filtersystem</i>
FFI-bryggen, Horten		1,0 µm Polygard CR patronfilter + XAD-2 kolonne
FFI-bryggen, Horten		1,0 µm og 0,3 µm Polygard CR patronfilter
FFI-bryggen Horten		Brent glassfiberfilter 298 mm AP 15 fra Millipore + XAD-2 kolonne
Gjendesund, Vestre Bolærne		1,0 µm Polygard CR patronfilter + XAD-2 kolonne
Sykehusbrygga, Horten		25 µm + 1,0 µm Polygard CR patronfilter + XAD-2 kolonne
Broen over til Vealøs		1,0 µm Polygard CR patronfilter + XAD-2 kolonne

Tabell 3.1 Prøveoversikt fra prøvetaking ved Horten og Vestre Bolærne. Alle patronfiltrene er levert av Millipore

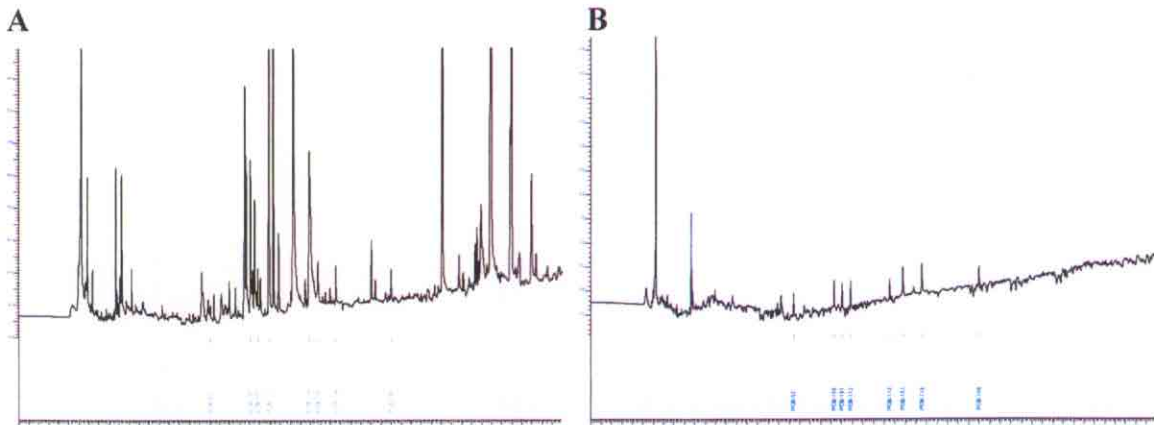
4 RESULTATER

4.1 Ekstraksjon av XAD-2

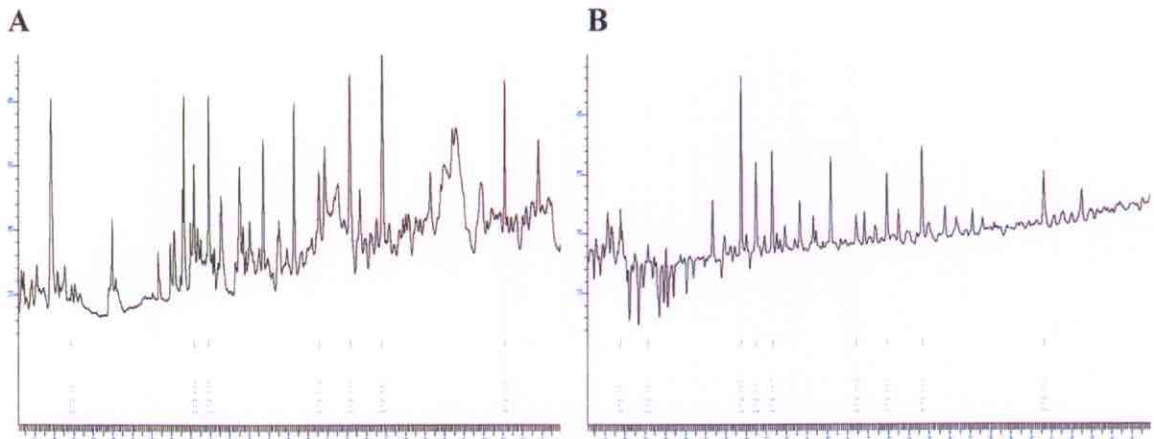
Ekstraksjon av XAD-2 viste seg å gi best utbytte ved risting med diklormetan på ristebord. Ekstraksjon i mikrobølgeovn med aceton og heptan viste seg å fungere dårlig, da XAD-2 klumpet seg sammen under mikrobølgeekstraksjonen. Eluering direkte fra kolonnen viste seg å fungere dårligere enn risting på ristebord med diklormetan, sannsynligvis fordi elueringsmidlet ble pumpet igjennom kolonnen med en mye lavere strømningshastighet enn det vann ble pumpet igjennom med. Dette førte sannsynligvis til at elueringsmidlet ikke kom i kontakt med all XAD-2 som vannet hadde vært i kontakt med. Utbyttet ved bruk av diklormetan på ristebord var omkring 90 %, mens utbyttet ved bruk av mikrobølgeovn var omkring 30 %. Eluering gav et utbytte i underkant av 70 %. Med bakgrunn i dette blir det derfor anbefalt å benytte risting med diklormetan på ristebord som ekstraksjonsmetode.

4.2 Rensemeter

Rensemeterne som en var kommet fram til viste seg å fungere bra ved ekstraksjon av kjente mengder PCB tilsatt XAD-2. I slike tilfeller var det tilstrekkelig å benytte opprensing på silikakolonne, med konsentrert svovelsyre og aluminiumoksidkolonne (se figur Figur 4.1). Ved ekstraksjon av feltprøver der sjøvann var pumpet gjennom XAD-2 kolonnen var disse rensemetodene ikke bra nok. Retensjonstidene for PCB kongenerene forskjøv seg i kromatogrammet i forhold til standardene, som førte til at det nærmest var umulig å identifisere de ulike PCB kongenerene i prøven. Ved ytterligere rensing på sur silikakolonne ble dette problemet løst.



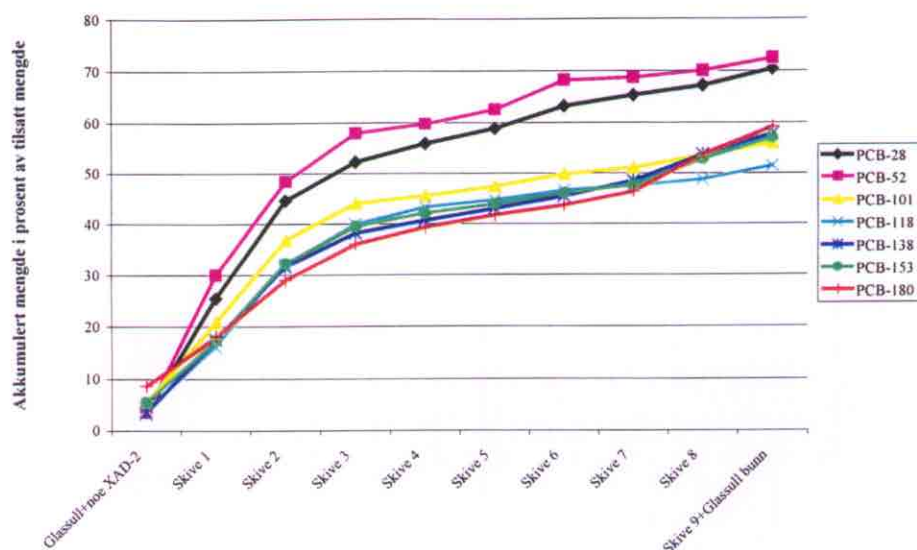
Figur 4.1 Kromatogram A viser resultat etter ekstraksjon av 500 liter springvann der ekstraktet fra XAD-2 er rensert med silikakolonne og konsentrert svovelsyre. Kromatogram B viser samme ekstrakt etter opprensing på aluminiumoksidkolonne



Figur 4.2 Kromatogram A viser resultatet etter ekstraksjon av sjøvann fra Horten der ekstraktet er rensert med silikakolonne, konsentrerte svovelsyre og aluminiumoksidkolonne. Kromatogram B viser samme ekstrakt etter opprensing på sur silikakolonne

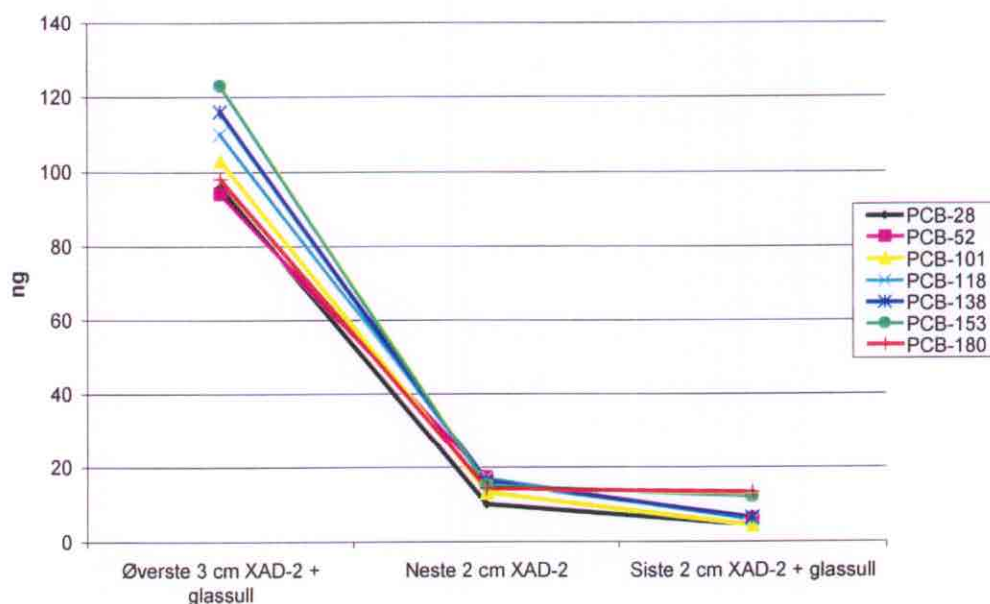
4.3 Fordeling av PCB i kolonnen

For å få en oversikt over fordelingen av PCB i XAD-2 kolonnen, ble kolonnen snittet opp i skiver og analysert etter at PCB var tilsatt XAD-2 kolonnen og 500 liter springvann pumpet igjennom med en strømningshastighet på 7 l/min. En oppsummering av resultater fra denne undersøkelsen er vist i Figur 4.3. Denne undersøkelsen viser at mesteparten av PCB mengden er adsorbent i den øvre halvdel av kolonnen. Det ser også ut til at de ulike kongenerene adsorberes tilnærmet like godt til XAD-2 kolonnen, bortsett fra PCB-28 og PCB-52 som adsorberes noe bedre enn de andre kongenerene. Ut fra analyse av all XAD-2 i kolonnen er adsorpsjonseffektiviteten mellom 50 og 70 prosent for de ulike kongenerene, noe som viser at en god del PCB elueres ut av kolonnen ved gjennomkjøring av 500 liter springvann.



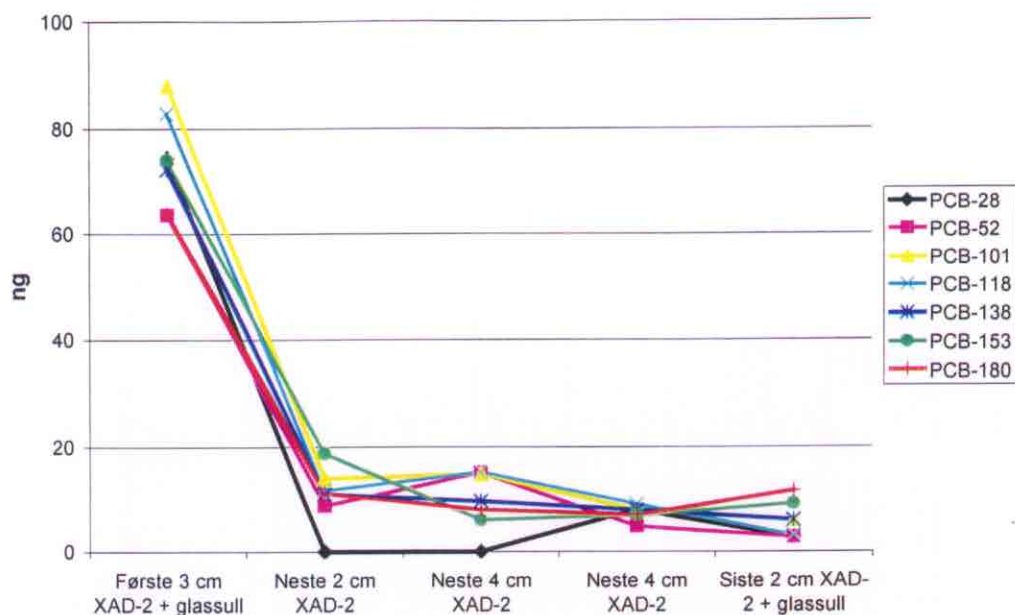
Figur 4.3 PCBs fordeling i XAD-2 kolonnen ved en strømningshastighet av springvann på 7 l/min

For å undersøke hva strømningshastigheten hadde å si for adsorpsjonen av PCB ble det utført et lignende forsøk ved 7 l/min og ved 14 l/min. Ikke alle skivene fra XAD-2 kolonnen ved 7 l/min ble analysert, da forsøket med springvann viste at mesteparten var adsorbent i den første halvdel av kolonnen.



Figur 4.4 PCBs fordeling i XAD-2 kolonnen ved en strømningshastighet av sjøvann på 7 l/min

Ved en strømningshastighet av sjøvann på omkring 14 l/min var adsorpsjonseffektiviteten til XAD-2 noe dårligere enn ved 7 l/min. For å finne samme mengde som ble funnet i de første fem centimeter av XAD-2 kolonnen ved 7 l/min, måtte en ved 14 l/min ekstrahere hele kolonnematerialet. Ut fra disse undersøkelsene er det derfor å anbefale at en ikke benytter så høye strømningshastigheter som 14 l/min ved ekstraksjon av PCB fra sjøvann med denne type XAD-2 kolonne.



Figur 4.5 PCBs fordeling i XAD-2 kolonnen ved en strømningshastighet av sjøvann på 14 l/min

4.4 Testing av adsorpsjon av PCB i partikkelfiltre

Ulike typer partikkelfiltre ble testet for å se på eventuell adsorpsjon av løst PCB i filtrene. Det ble testet to ulike patronfilter av polypropylen fra Millipore. Undersøkelser utført på laboratoriet viste at det kun var filteret med porestørrelse på 1,0 μm av typen Polygard CR som ikke adsorbte løst PCB. Resultater fra analyse av filteret med porestørrelse på 0,3 μm er vist i Tabell 4.1. I dette filteret viste det seg at omkring 70 % PCB ble adsorbent til filteret. Ut fra denne undersøkelsen var det tydelig at graden av klorering påvirket adsorpsjonen av PCB i filteret, der høyklorerte PCB hadde størst adsorpsjon til filteret. Dette var som forventet ut i fra at høyklorerte PCB har lavest vannløselighet og lettere adsorberes til organisk materiale.

Det ble testet en del forskjellige flate filtre for å se om en kunne benytte en mindre poreåpning enn 1,0 μm uten at PCB i vesentlig grad ble adsorbent til filteret. Det beste filteret av denne typen filtre var et glassfiberfilter (GF/F) som var brent ved 500 °C. Dette filteret har en nominell porestørrelse på 0,7 μm . Da både Durapore og Fluoropore filtrene var veldig hydrofobe var det umulig å få sugd vann igjennom dem. Det var derfor ikke mulig å se på adsorpsjonene av PCB i disse filtrene.

	<i>Gjenfinning (%)</i>
PCB-28	106
PCB-52	73
PCB-101	78
PCB-118	67
PCB-153	67
PCB-138	62
PCB-180	56
Σ PCB₇	73

Tabell 4.1 *Prosentvis mengde av tilsatt mengde PCB adsorbent i 0,3 µm polypropylen patronfilter*

	<i>PCB-28</i>	<i>PCB-52</i>	<i>PCB-101</i>	<i>PCB-118</i>	<i>PCB-138</i>	<i>PCB-153</i>	<i>PCB-180</i>
Brent glassfiberfilter GF/F	-	30	28	30	29	23	34
Glassfiberfilter GF/F	55	65	100	100	100	100	100
Celluloseacetat, 0,45 µm	100	100	91	100	58	65	80
Durapore PVDF, 0,45 µm	Umulig å få sugd vann igjennom filteret						
Fluoropore PTFE, 0,50 µm	Umulig å få sugd vann igjennom filteret						

Tabell 4.2 *Mengde PCB adsorbent til de ulike filterene i prosent av tilsatt mengde i vannet. - indikerer at mengden ikke kunne beregnes da toppen ikke kunne identifiseres på grunn av støy i kromatogrammet*

4.5 Feltnmålinger ved Aker Brygge

Ved Aker Brygge ble 1000 l sjøvann pumpet gjennom ett patronfilter på 1,0 µm og et patronfilter på 0,3 µm i serie før vannet ble pumpet gjennom XAD-2 kolonnen. Resultater fra denne feltnmålingen viste at det ikke kunne spores mengder av PCB i XAD-2 kolonnen. I patronfiltret på 1,0 µm ble det funnet relativt lite PCB i forhold til mengden funnet i 0,3 µm filteret. Målinger utført på laboratoriet tydet på at over 70 % av mengden løst PCB ble adsorbent i 0,3 µm filteret. Da denne feltnmålingen ble foretatt før en hadde etablert gode rensemetoder for XAD-2, kan dette være årsaken til at det ikke ble funnet noe PCB i XAD-2. Det ble også benyttet en relativt høy strømningshastighet ved denne feltnmålingen, noe som vil redusere adsorpsjonseffektiviteten til XAD-2 noe.

I 1,0 µm filteret var det jevnt over lik konsentrasjon av de ulike kongenerene, bortsett fra PCB-153 og PCB-180 som hadde en noe lavere konsentrasjon enn de andre kongenerene. Forskjellen mellom det som ble funnet i 1,0 µm filteret og 0,3 µm filteret var størst for de lavklorerte kongenerene, der det i 0,3 µm filteret ble funnet relativt mye mer av PCB-28 og PCB-52 enn de andre kongenerene. Det anses som lite sannsynlig at det er noen forskjell i fordelingen av PCB kongenerer på de partiklene som ble fanget i 1,0 µm filteret og 0,3 µm filteret. Det tyder derfor på at løst PCB blir adsorbent til 0,3 µm filteret og at konsentrasjonen av løst PCB-28 og PCB-52 i sjøvannet ved Aker Brygge er høyere enn de andre kongenerene. Ut i fra vannløseligheten til de ulike PCB kongenerene er det sannsynlig at konsentrasjonen av PCB-28 og PCB-52 i vannet er høyere enn de andre kongenerene. Ved bruk av SPMD ved

Haakonsvern orlogsstasjon, ble det også funnet mer av PCB-28 og PCB-52 enn de andre kongenerene (2). Målinger utført andre steder har også vist at konsentrasjonen av lavklorerte PCB er størst i vann (17). Mengden av PCB funnet i partikkelfilterene ved Aker Brygge gir tilsvarende konsentrasjoner av PCB i sjøvann med det som er registrert andre steder i verden (17). Da det i denne undersøkelsen kun er utført en måling ved Aker Brygge, er vanskelig å angi noe sikkert om den totale mengden av PCB i vannmassene. Da denne målingen ble foretatt før tilstrekkelige rensemetoder var etablert, er det knyttet en del usikkerhet til bestemmelsen av PCB i disse prøvene.

	1,0 μm filter (ng)	0,3 μm filter (ng)	Partikkelbundet PCB (pg/l)
PCB-28	32	1300	1300
PCB-52	33	510	540
PCB-101	49	190	240
PCB-118	27	100	130
PCB-138	26	81	110
PCB-153	14	66	80
PCB-180	7	40	47
Σ PCB₇	190	2300	2500

Tabell 4.3 PCB funnet i filtre etter ekstraksjon av 1000 l sjøvann ved Aker Brygge og total konsentrasjon av PCB i vannet

4.6 Feltmåling ved Haakonsvern orlogsstasjon

Det ble tatt tre vannprøver tatt fra Deponi 1 ved Haakonsvern. Ved prøvetaking av den første vannprøven ble det benyttet et 1,0 μm patronfilter i serie med et 0,3 μm patronfilter. Ved prøvetaking av den andre vannprøven ble det kun benyttet et 5,0 μm patronfilter foran XAD-2 kolonnen, mens det ikke ble benyttet partikkelfiltre foran XAD-2 kolonnen ved prøvetaking av den siste vannprøven. Det var tydelig å se at PCB var adsorbent til XAD-2, men det var for mye forurensninger i ekstraktet til at bestemmelse var mulig. Grunnen til dette var at det på denne tiden ikke var etablert rensemetode med sur silikakolonne. Ekstraktet fra denne undersøkelsen ble benyttet til å utarbeide bedre rensemetoder og var oppbrukt da en hadde gode nok rensemetoder. Analyseresultater fra feltmålingen ved Haakonsvern er vist i Tabell 4.4 og Tabell 4.5.

Som ved Aker Brygge ble det funnet høyest konsentrasjon av lavklorerte PCB i partikkelfiltrene, bortsett fra i 1,0 μm filteret hvor det ble funnet mest PCB-153. For PCB-28, PCB-52 og PCB-101 var forholdet mellom konsentrasjonen i 0,3 μm filteret i forhold til 1,0 μm filteret en del lavere enn det som ble observert ved Aker Brygge. Mengden av PCB i 1,0 μm filteret var over tre ganger mer ved Haakonsvern enn det som ble registrert ved Aker Brygge, mens mengden i 0,3 μm filteret var bare halvparten av det som ble registrert ved Aker Brygge. Da det ikke er registrert mengden av partikler i vannet ved prøvetaking er det vanskelig å si noe om årsaken til dette. Basert på mengden PCB i partikkelfilterene er konsentrasjonen av PCB i sjøvannet ved Haakonsvern tilsvarende det som ble registrert ved Aker Brygge. Dette virker ikke helt urimelig i og med at indre havn i Oslo også er betydelig forurenset med PCB (27). Konsentrasjonen av PCB i 5,0 μm filteret var tilsvarende det som ble funnet i 1,0 μm filteret,

noe som indikerer at omtrent like mye partikler ble oppfanget i disse to filtrene.

	<i>1,0 µm filter</i>	<i>0,3 µm filter</i>	<i>Partikkelbundet PCB</i>
	<i>(ng)</i>	<i>(ng)</i>	<i>pg/l</i>
PCB-28	65	290	710
PCB-52	76	150	450
PCB-101	39	56	190
PCB-118	48	100	300
PCB-138	27	75	200
PCB-153	87	83	340
PCB-180	2	54	110
Σ PCB₇	340	810	2300

Tabell 4.4 *PCB funnet i filtre etter ekstraksjon av 500 l sjøvann fra Deponi 1 ved Haakonsværn og total konsentrasjon av PCB i vannet basert på mengden av PCB i partikkelfiltre*

	<i>5,0 µm filter</i>	<i>Partikkelbundet PCB</i>
	<i>(ng)</i>	<i>(pg/l)</i>
PCB-28	62	120
PCB-52	69	140
PCB-101	66	130
PCB-118	50	100
PCB-138	37	74
PCB-153	62	120
PCB-180	11	22
Σ PCB₇	360	720

Tabell 4.5 *PCB funnet i 5 µm patronfilter etter ekstraksjon av 500 l sjøvann fra Deponi 1 ved Haakonsværn og total konsentrasjon av PCB i vannet basert på mengden av PCB i partikkelfilter*

4.7 Feltnålinger ved Karljohansværn orlogsstasjon og Bolærne fort

Det ble i alt tatt 6 vannprøver med noe forskjellig bruk av partikkelfiltre. Dette ble gjort for å prøve å finne ut hvor mye løst PCB som festet seg til filtrene. Forskjellig oppsett av ekstraksjonsoppsettet førte til at trykket og strømningshastigheten varierer en del fra prøve til prøve. Det viste seg at pakking av kolonnen er avgjørende for trykket i oppsettet. Meningen var å kjøre alle prøvene med en strømningshastighet på 7 l/min. En oversikt over hvilken strømningshastighet, trykk og volum sjøvann ekstrahert for de ulike prøvene er vist i Tabell 4.6. Som Tabell 4.6 viser varierer trykket ved de forskjellige prøvene en del. Dette kommer sannsynligvis av dårlig pakking av kolonnen. Ved å bruke mer glassull i bunnen av kolonnen ble XAD-2 hindret i å tette risten i bunnen av kolonnen. At denne risten gikk tett ble ikke klart for etter prøvetaking av de første vannprøvene. For å holde en jevn strømningshastighet gjennom kolonnen ble trykket økt noe underveis i prøvetakingen for enkelte prøver. I prøven der det kun ble benyttet et glassfiberfilter ble filteret nokså tett allerede etter 100 l sjøvann og det var ikke mulig å pumpe mer vann gjennom filteret etter 146 liter.

<i>Prøvested</i>	<i>Filter</i>	<i>Strømning l/min</i>	<i>Trykk bar</i>	<i>Volum l</i>
FFI-bryggen, Horten	1,0 µm filter Polygard CR fra Millipore	7 - 5	6,5-8,0	705
FFI-bryggen, Horten	1,0 µm + 0,3 µm Polygard CR filter fra Millipore	7	1,5	725
FFI-bryggen, Horten	Brent glassfiberfilter 298 mm, AP15 fra Millipore	5 - 0	3	146
Sykehusbrygga, Horten	25 µm + 1,0 µm Polygard CR filter fra Millipore	6	4-5	700
Broen over til Vealøs	1,0 µm Polygard CR filter fra Millipore	5 - 4	4,5	680
Vestre Bolærne, Gjendesund	1,0 µm Polygard CR filter fra Millipore	5	4,5	661

Tabell 4.6 *Strømningshastighet, trykk og volum ekstrahert for de seks sjøvannsprøvene som ble tatt ved Karljohansvern og ved Bolærne fort*

Resultater etter bruk av 1,0 µm filter og XAD-2 kolonne ved FFI-bryggen er vist i Tabell 4.7. XAD-2 kolonnen ble delt i fire deler som ble analysert hver for seg, der henholdsvis del I er toppen av kolonnen og del IV er bunnen av kolonnen. Disse resultatene viser at mengden PCB funnet i 1,0 µm filteret er det samme som ble funnet ved Aker Brygge. Konsentrasjonen av PCB i sedimentene i indre Horten havn, er på samme nivå med et som er registrert i nærheten av Aker Brygge (27,28). Det er ikke stor forskjell mellom konsentrasjonen av de enkelte kongenerene i 1,0 µm filteret, der konsentrasjonen av PCB-28 er høyest. Resultatene viser at det ble registrert en god del PCB i den nederste delen av XAD-2 kolonnen. Dette betyr at noe PCB med stor sannsynlighet ikke blir adsorbent til XAD-2. Ut fra resultatene kan det også se ut til at lavklorerte PCB i større grad enn høyklorerte PCB blir eluert igjennom kolonnen. I XAD-2 ble det funnet betydelig mer av høyklorerte PCB enn lavklorerte PCB.

	<i>Del I (ng)</i>	<i>Del II (ng)</i>	<i>Del III (ng)</i>	<i>Del IV (ng)</i>	<i>Totalt i XAD (ng)</i>	<i>1,0 µm filter (ng)</i>	<i>Løst PCB (pg/l)</i>	<i>Partikkelbundet PCB (pg/l)</i>	<i>PCB i sjøvannet (pg/l)</i>
PCB-28	5	23	2	16	46	49	65	70	140
PCB-52	4	13	7	6	30	19	43	27	70
PCB-101	37	50	16	54	160	17	230	24	250
PCB-118	18	11	36	29	94	3	130	4	130
PCB-138	58	44	67	58	230	19	330	27	360
PCB-153	62	27	23	40	150	20	210	28	240
PCB-180	73	30	27	29	160	10	230	14	240
Σ PCB₇	260	200	180	230	870	140	1200	200	1400

Tabell 4.7 *Mengde PCB funnet i XAD-2 og beregnet konsentrasjon av løst PCB i vannet ved prøvetaking på FFI-bryggen i Horten. XAD-2 kolonnen ble delt i fire deler som ble analysert hver for seg, der del I er toppen og del IV er bunnen av kolonnen*

Ved FFI-bryggen ble det også tatt en vannprøve, der det ble benyttet både et 1,0 µm filter og et 0,3 µm filter uten bruk av XAD-2 kolonne. Hensikten med dette forsøket var å se om

mesteparten av den løste fraksjonen av PCB festet seg til 0,3 μm filteret, da det i laboratorieforsøk viste seg at omkring 70 % løst PCB festet seg til dette filteret. Resultater fra denne prøven er vist i Tabell 4.8. I 1,0 μm filteret ble det funnet tilsvarende konsentrasjon av PCB som i vannprøven tatt bare med 1,0 μm filteret. I 0,3 μm filteret ble det funnet en del mindre PCB enn i 1,0 μm filteret, noe som indikerer at det har vært lite partikler under 1 μm i sjøvannet. I 0,3 μm filteret er mengden av PCB omkring 30 % i forhold til det som ble funnet i 1,0 μm filteret. Ved prøvetaking med XAD-2 fra samme lokalitet ble det registrert en konsentrasjon av løst PCB på 1200 pg/l, mens det i 0,3 μm filteret kun ble registrert en konsentrasjon på 99 pg/l. Etter som det ble registrert lite PCB i 0,3 μm filteret, er det sannsynlig at kun en liten andel av løst PCB festes til dette filteret. Det er noe usikkert om hva som er årsaken til dette, men det kan ha noe med at det i laboratorieforsøkene ble benyttet høye konsentrasjoner i vannet. At PCB i laboratorieforsøket ikke ble tilsatt kontinuerlig i vannstrømmen, men som en relativt konsentrert løsning i starten og i midten av forsøket kan også ha hatt betydning for den adsorpsjonen som ble i 0,3 μm filteret.

	1,0 μm filter (ng)	Partikler > 1,0 μm (pg/l)	0,3 μm filter (ng)	Partikler 0,3-1,0 μm (pg/l)	Partikkelbundet PCB (pg/l)
PCB-28	36	50	15	21	71
PCB-52	22	30	5	7	37
PCB-101	14	19	14	19	38
PCB-118	13	18	6	8	26
PCB-138	26	36	7	10	46
PCB-153	28	39	16	22	61
PCB-180	13	18	9	12	30
Σ PCB₇	150	210	72	99	310

Tabell 4.8 Mengde PCB funnet i filtre og konsentrasjonen av partikkelbundet PCB i vannet ved FFI-bryggen i Horten

Ved FFI-bryggen ble det også tatt en vannprøve der det ble benyttet et flatt glassfiberfilter istedenfor patronfiltere. Resultatet fra denne undersøkelsen er vist i Tabell 4.9. Det ble registrert meget lave konsentrasjoner i glassfiberfilteret. I XAD-2 ble det registrert en del mer PCB enn det som ble registrert ved bruk av patronfilter. Det er vanskelig å si noe om årsaken til dette, men ettersom glassfiberfilteret tettet seg nokså raskt, ble strømningshastigheten gjennom XAD-2 kolonnen redusert og dette kan ha medvirket til en bedre adsorpsjon av PCB.

	<i>Glassfiber filter</i> (ng)	<i>Partikkelbundet PCB</i> (pg/l)	<i>XAD</i> (ng)	<i>Løst PCB</i> (pg/l)	<i>PCB i sjøvannet</i> (pg/l)
PCB-28	< 1	< 7	27	180	180
PCB-52	< 1	< 7	19	130	130
PCB-101	< 1	< 7	50	340	340
PCB-118	1	7	61	420	430
PCB-138	2	14	93	640	650
PCB-153	< 1	< 7	72	490	490
PCB-180	< 1	< 7	51	350	350
Σ PCB₇	3	21	370	2600	2600

Tabell 4.9 Mengde PCB funnet i glassfiberfilter og XAD-2 samt konsentrasjon av partikkelbundet PCB og konsentrasjonen av løst PCB i sjøvannet ved FFI-bryggen i Horten

Ved Sykehuskaaien i Indre havn, Horten ble det benyttet et patronfilter på 25 µm og et på 1 µm ved prøvetaking og resultatene fra denne målingen er vist i Tabell 4.10. Mesteparten av PCB mengden ble funnet i 25 µm filteret og konsentrasjonen av partikkelbundet PCB var noe mindre enn det som ble funnet ved FFI-bryggen. Kartlegging av forurensning i Indre havn, Horten avdekket ikke vesentlige forskjeller i konsentrasjoner av PCB i sedimentene i de sørlige delene av Indre havn (28). Det ble imidlertid registrert at havbunnen i større grad bestod av fine partikler ved FFI-bryggen enn ved Sykehuskaaien. Det kan derfor være at det ved Sykehuskaaien var mindre partikler i vannet enn ved FFI-bryggen. Det var en relativt jevn fordeling mellom de ulike kongenerene i filtrene, selv om det ble funnet mest av PCB-28.

	<i>25,0µm filter</i> (ng)	<i>1,0µm filter</i> (ng)	<i>Partikklebundet PCB</i> (pg/l)	<i>XAD-2</i> (ng)	<i>Løst PCB</i> (pg/l)	<i>PCB i sjøvann</i> (ng/l)
PCB-28	64	2	94	33	47	140
PCB-52	2	1	4	6	9	13
PCB-101	1	< 1	1	64	91	92
PCB-118	2	< 1	3	50	71	74
PCB-138	6	2	11	100	140	150
PCB-153	5	1	9	120	170	180
PCB-180	3	1	6	16	23	22
Σ PCB₇	83	7	130	390	560	690

Tabell 4.10 PCB funnet i filter, XAD-2 og utregnet i vannkonsentrasjon på sykehusbrygga i Horten

Mengden av PCB i XAD-2 var også lavere enn det som ble funnet ved FFI-bryggen. Som for de andre prøvestasjonene ble det funnet mer høyklorerte PCB enn lavklorerte PCB. Den totale mengden av PCB i sjøvannet ved Sykehuskaaien var tilsvarende det som ble funnet ved Vestre Bolærne.

Det ble også tatt en vannprøve på broen over til Vealøs i Indre havn, Horten og resultater fra denne prøven er vist i Tabell 4.11. Ved prøvetaking ble det kun benyttet et 1,0 µm filter foran XAD-2 kolonnen. Mengden av PCB i filteret var tilsvarende det som ble funnet ved FFI-bryggen. Det var ingen forskjell i konsentrasjonen mellom lavklorerte og høyklorerte PCB i denne prøven. I XAD-2 ble det funnet tilsvarende konsentrasjoner av PCB som ved Sykehuskaaien. Det var også her klart mest av høyklorerte PCB.

	<i>1,0 µm filter</i> (ng)	<i>Partikkelbundet PCB</i> (pg/l)	<i>XAD</i> (ng)	<i>Løst PCB</i> (pg/l)	<i>PCB i sjøvannet</i> (pg/l)
PCB-28	21	31	6	9	40
PCB-52	20	29	7	10	39
PCB-101	19	28	30	44	72
PCB-118	7	10	15	22	32
PCB-138	21	31	100	150	180
PCB-153	20	29	83	120	150
PCB-180	6	9	71	100	110
Σ PCB₇	110	160	310	460	620

Tabell 4.11 PCB funnet i XAD-2 og filter utregnet i vannkonsentrasjon på broen over til Vealøs

Resultater etter vannprøvetaking ved Vestre Bolærne er vist i Tabell 4.12. Det ble funnet tilsvarende mengde partikkelbundet PCB i 1,0 µm filteret her som ved FFI-bryggen i Horten. Det er ikke kjent hvilken konsentrasjon av PCB som er i sedimentene ved Vestre Bolærne, men det vil være noe overraskende om mengden PCB er tilsvarende det som er påvist indre Horten havn, selv om prøvetakingen ved Vestre Bolærne ble foretatt utenfor en avfallsfylling. Som ved FFI-bryggen ble det også her funnet størst konsentrasjon av lavklorerte PCB i partikkelfraksjonen. Mengden PCB i XAD-2 er noe mindre enn det som ble funnet ved FFI-bryggen, noe som kan tyde på at konsentrasjonen av PCB i sedimentene i dette området er lavere enn det som er tilfelle i Indre havn, Horten. Som ved FFI-bryggen ble det også her funnet mest av høyklorte PCB i XAD.

	<i>1,0 µm filter</i> (ng)	<i>Partikkelbundet PCB</i> (pg/l)	<i>XAD</i> (ng)	<i>Løst PCB</i> (pg/l)	<i>PCB i sjøvannet</i> (pg/l)
PCB-28	48	73	2	3	76
PCB-52	27	41	4	6	47
PCB-101	22	33	66	100	130
PCB-118	< 1	< 1,5	61	92	92
PCB-138	9	14	71	110	120
PCB-153	9	14	74	110	120
PCB-180	4	6	78	120	130
Σ PCB₇	120	180	360	540	720

Tabell 4.12 Mengde partikkelbundet PCB og løst PCB i sjøvannet i Gjendesund, Vestre Bolærne

5 KONKLUSJON

Det er utarbeidet prosedyre for ekstraksjon, opprensing og analyse ved bruk av XAD-2 for ekstraksjon av PCB fra sjøvann. Det er også utarbeidet tilsvarende prosedyrer for partikkelfiltre. For å få et tilstrekkelig opprenset ekstrakt er det nødvendig med omfattende renseprosedyrer, noe som vanskeliggjør bestemmelse av andre mindre stabile organiske miljøgifter enn PCB. Med bakgrunn i de målinger som er utført med sjøvann fra Bygdøy tyder det på at PCB fester seg relativt godt til XAD-2. For alle kongenerene som er målt er adsorpsjonen over 60 % ved 7 l/min og over 50 % ved 14 l/min. Imidlertid viser feltnmålinger

fra Horten at adsorpsjonen kan være noe lavere ut fra at det ble funnet høye konsentrasjoner av lavklorerte PCB i bunnen av XAD-2 kolonnen. Det er derfor nødvendig med noe flere målinger for å bekrefte adsorpsjonsegenskapene til XAD-2.

Det var umulig å finne filtre som var gode nok til å fjerne partiklene fra vannet uten at filteret også adsorberte PCB. Laboratorieundersøkelser av ulike patronfilter viste at det var minst adsorpsjon av PCB til 1,0 μm filteret. I 0,3 μm filteret fant en adsorpsjon av PCB på omkring 70 % ved laboratorieundersøkelser. Målinger utført i felt viser imidlertid at adsorpsjonen sannsynligvis er noe lavere enn dette. De inerte flate filtrene som ble testet var det ikke mulig å få vann igjennom og det ble registrert høy adsorpsjon av PCB i filtrene. Det beste flate filteret hadde en adsorpsjon av PCB på omkring 30 % og var et brent glassfiberfilter. Bruk av glassfiberfilter i felt viste at filteret tettet seg lett, slik at det var vanskelig å få tilstrekkelig mengde vann igjennom filteret. I felt ble det kun registrert meget lave konsentrasjoner av PCB i glassfiberfilteret.

Feltmålinger viser at mengden partikkelbundet PCB er høyere ved Haakonsværn enn det som ble funnet ved Aker Brygge i Oslo, i Horten indre havn og ved Vestre Bolærne. Ut fra disse feltmålingene kan det synes som om at høyklorerte PCB er dominerende i den løste fraksjonen, mens de lavklorerte dominerer i partikkelfraksjonen. De konsentrasjoner av PCB som er funnet i sjøvann er høyere enn det som er målt i Nordsjøen, men på samme nivå med det som er målt i Atlanterhavet, Middelhavet og i Arktisk.

APPENDIKS

A FYSIKALSE PARAMETRE FOR PCB

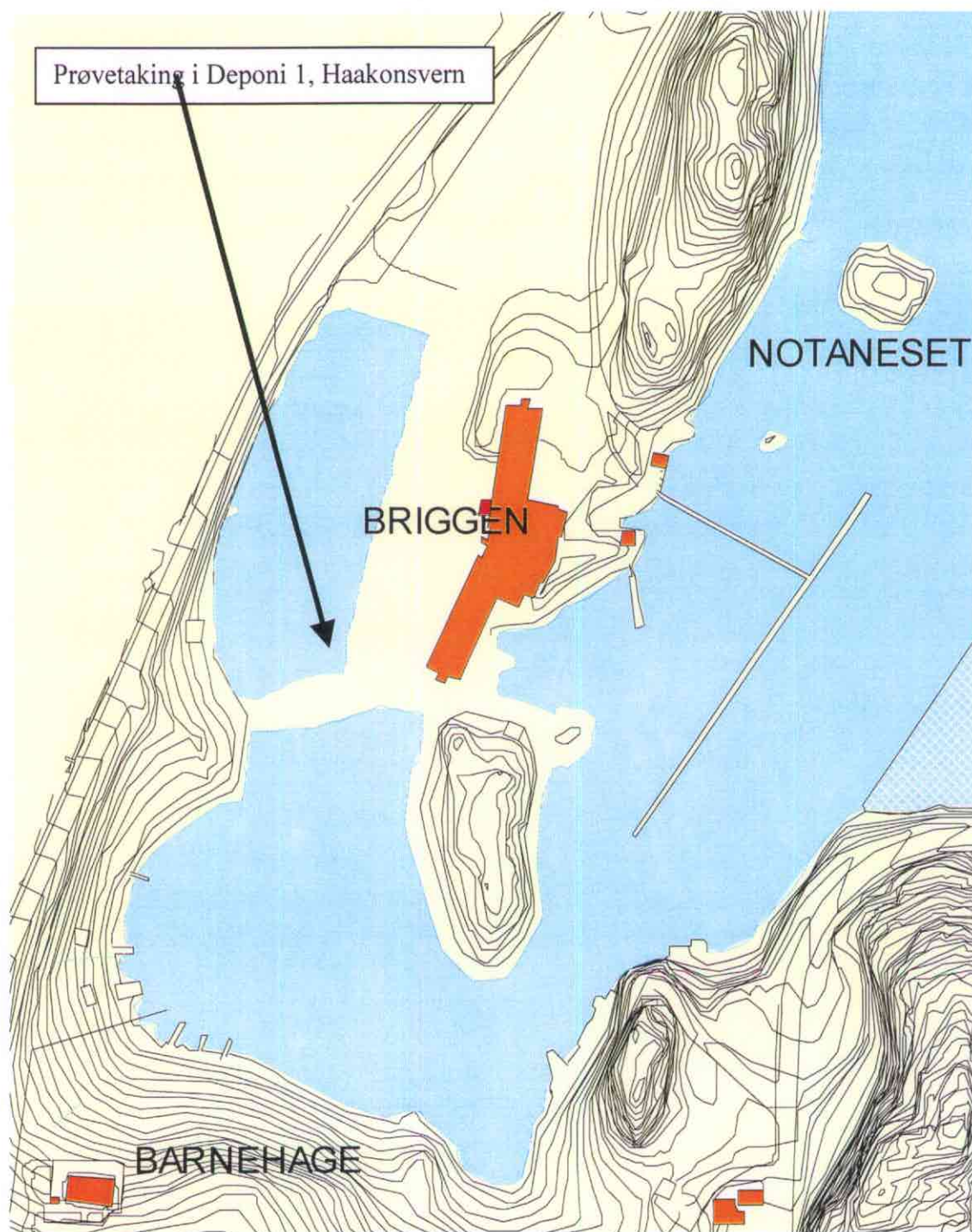
Alle data i appendiks A er hentet fra (4).

PCB kongener	Substituering	Molekylvekt	Relativ retensjonstid	Log K_{ow}	Smeltepunkt, °C	Løselighet, µg/l
1	2	188,64	0,1544	4,44	34	1398
2	3	188,64	0,1937	4,66	17	768
3	4	188,64	0,1975	4,63	78	882
4	2,2'	223,09	0,2245	4,72	61	425
5	2,3	223,09	0,2785	4,99	28	997
6	2,3'	223,09	0,2709	4,84	35	1226
7	2,4	223,09	0,2566	5,15	24	614
8	2,4'	223,09	0,2783	5,09	41	774
9	2,5	223,09	0,2570	5,02	23	397
10	2,6	223,09	0,2243	4,77	36	346
11	3,3'	223,09	0,3238	5,27	29	79
12	3,4	223,09	0,3298	5,23	50	91
13	3,4'	223,09	0,3315	5,15	75	89
14	3,5	223,09	0,2973	5,44	36	181
15	4,4'	223,09	0,3387	5,23	149	95
16	2,2',3	257,54	0,3625	5,12	29	205
17	2,2',4	257,54	0,3398	5,39	38	83
18	2,2',5	257,54	0,3378	5,33	44	174
19	2,2',6	257,54	0,3045	5,04	48	324
20	2,3,3'	257,54	0,4170	5,60	42	107
21	2,3,4	257,54	0,4135	5,68	102	170
22	2,3,4'	257,54	0,4267	5,29	73	408
23	2,3,5	257,54	0,3770	5,59	41	85
24	2,3,6	257,54	0,3508	5,44	83	83
25	2,3',4	257,54	0,3937	5,54	58	200
26	2,3',5	257,54	0,3911	5,65	40	187
27	2,3',6	257,54	0,3521	5,29	68	120
28	2,4,4'	257,54	0,4031	5,71	56	155
29	2,4,5	257,54	0,3820	5,60	79	96
30	2,4,6	257,54	0,3165	5,36	63	103
31	2,4',5	257,54	0,4024	5,68	67	170
32	2,4',6	257,54	0,3636	5,24	71	178
33	2,3',4'	257,54	0,4163	5,71	66	159
34	2,3',5'	257,54	0,3782	5,71	58	129
35	3,3',4	257,54	0,4738	5,94	82	58
36	3,3',5	257,54	0,4375	5,96	69	58
37	3,4,4'	257,54	0,4858	5,81	87	68
38	3,4,5	257,54	0,4593	5,97	81	51
39	3,4',5	257,54	0,4488	5,97	88	54
40	2,2',3,3'	291,99	0,5102	5,67	121	43
41	2,2',3,4	291,99	0,4990	5,79	65	29
42	2,2',3,4'	291,99	0,4870	5,72	69	32
43	2,2',3,5	291,99	0,4587	5,79	60	37
44	2,2',3,5'	291,99	0,4832	5,73	47	36
45	2,2',3,6	291,99	0,4334	4,84	76	146
46	2,2',3,6'	291,99	0,4450	4,84	68	146
47	2,2',4,4'	291,99	0,4639	5,94	83	17

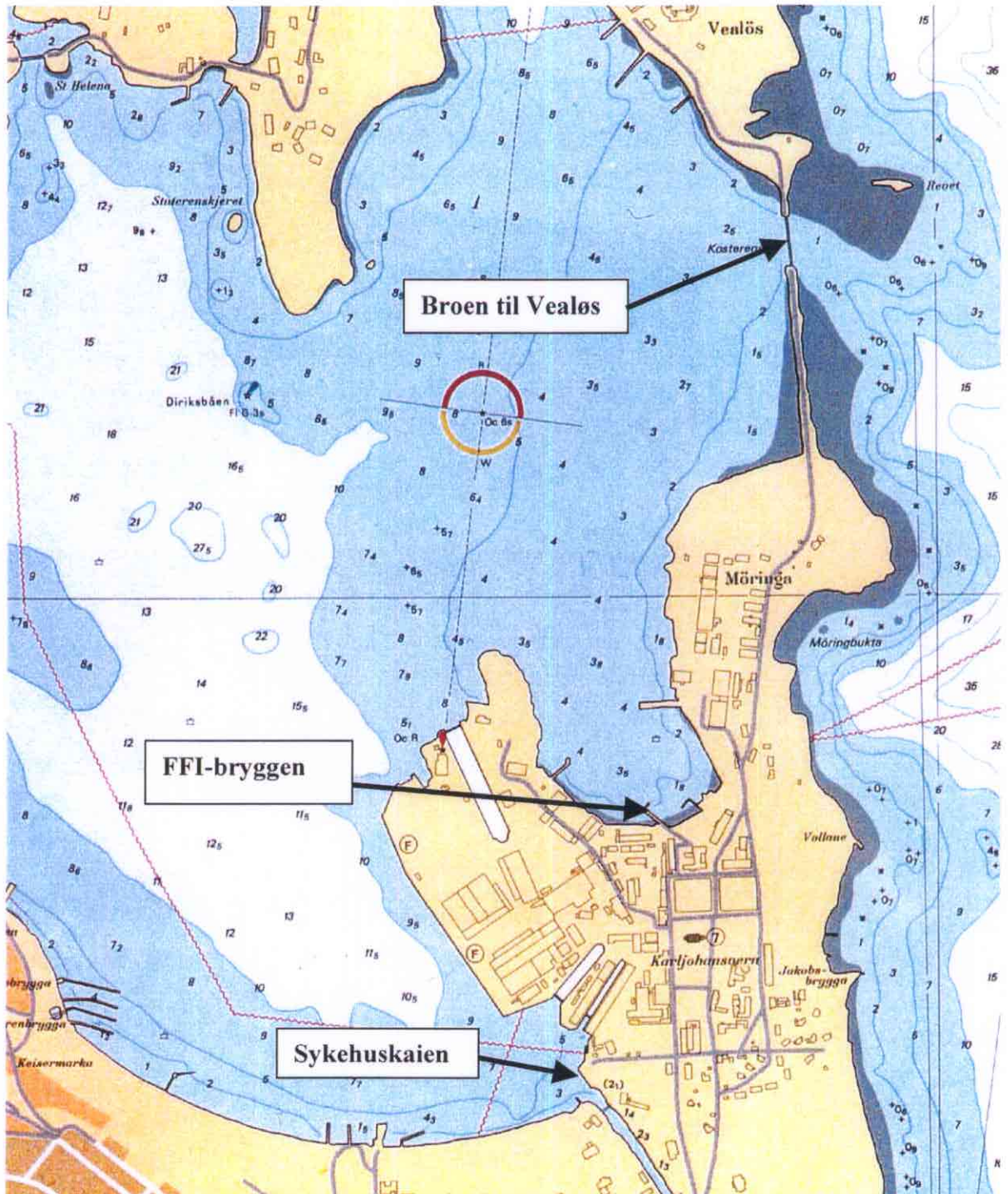
PCB kongener	Substituering	Molekylvekt	Relativ retensjonstid	Log K_{ow}	Smeltepunkt, °C	Løselighet, µg/l
48	2,2',4,5	291,99	0,4651	5,69	66	40
49	2,2',4,5'	291,99	0,4610	5,87	68	22
50	2,2',4,6	291,99	0,4007	5,75	65	0
51	2,2',4,6'	291,99	0,4242	5,51	64	65
52	2,2',5,5'	291,99	0,4557	5,79	88	29
53	2,2',5,6'	291,99	0,4187	5,55	104	65
54	2,2',6,6'	291,99	0,3800	5,24	108	184
55	2,3,3',4	291,99	0,5562	6,10	85	50
56	2,3,3',4'	291,99	0,5676	6,11	97	25
57	2,3,3',5	291,99	0,5155	6,12	76	24
58	2,3,3',5'	291,99	0,5267	6,10	70	27
59	2,3,3',6	291,99	0,4860	5,79	88	34
60	2,3,4,4'	291,99	0,5676	6,24	142	40
61	2,3,4,5	291,99	0,5331	6,14	92	21
62	2,3,4,6	291,99	0,4685	5,87	103	25
63	2,3,4',5	291,99	0,5290	6,10	88	50
64	2,3,4',6	291,99	0,4999	5,76	99	28
65	2,3,5,6	291,99	0,4671	5,96	79	16
66	2,3',4,4'	291,99	0,5447	5,98	127	68
67	2,3',4,5	291,99	0,5214	6,32	85	22
68	2,3',4,5'	291,99	0,5040	6,18	73	22
69	2,3',4,6	291,99	0,4510	6,03	89	16
70	2,3',4',5	291,99	0,5407	6,22	104	60
71	2,3',4,6	291,99	0,4989	5,76	88	28
72	2,3',5,5'	291,99	0,4984	6,14	65	24
73	2,3',5',6	291,99	0,4554	5,87	78	25
74	2,4,4',5	291,99	0,5341	6,10	104	50
75	2,4,4',6	291,99	0,4643	6,03	105	16
76	2,3',4',5'	291,99	0,5408	5,98	74	57
77	3,3',4,4'	291,99	0,6295	6,36	183	17
78	3,3',4,5	291,99	0,6024	6,48	102	13
79	3,3',4,5'	291,99	0,5894	6,49	120	13
80	3,3',5,5'	291,99	0,5464	6,54	164	12
81	3,4,4',5	291,99	0,6149	6,44	124	12
82	2,2',3,3',4	326,43	0,6453	6,29	120	10
83	2,2',3,3',5	326,43	0,6029	6,27	78	11
84	2,2',3,3',6	326,43	0,5744	5,60	92	54
85	2,2',3,4,4'	326,43	0,6224	6,18	100	8
86	2,2',3,4,5	326,43	0,6105	6,38	100	4
87	2,2',3,4,5'	326,43	0,6175	6,23	112	7
88	2,2',3,4,6	326,43	0,5486	6,50	100	4
89	2,2',3,4,6'	326,43	0,5779	5,60	87	54
90	2,2',3,4',5	326,43	0,5814	6,32	85	5
91	2,2',3,4',6	326,43	0,5549	5,87	92	22
92	2,2',3,5,5'	326,43	0,5742	6,32	73	5
93	2,2',3,5,6	326,43	0,5437	6,06	100	13
94	2,2',3,5,6'	326,43	0,5331	6,00	83	13
95	2,2',3,5',6	326,43	0,5464	5,92	99	21
96	2,2',3,6,6'	326,43	0,5057	5,64	94	30
97	2,2',3,4',5'	326,43	0,6100	6,30	82	6
98	2,2',3,4',6'	326,43	0,5415	6,04	89	13
99	2,2',4,4',5	326,43	0,5880	6,41	96	4
100	2,2',4,4',6	326,43	0,5212	6,23	96	7
101	2,2',4,5,5'	326,43	0,5816	6,35	77	9
102	2,2',4,5,6'	326,43	0,5431	6,06	86	12
103	2,2',4,5',6'	326,43	0,5142	6,11	84	11
104	2,2',4,6,6'	326,43	0,4757	5,79	86	18

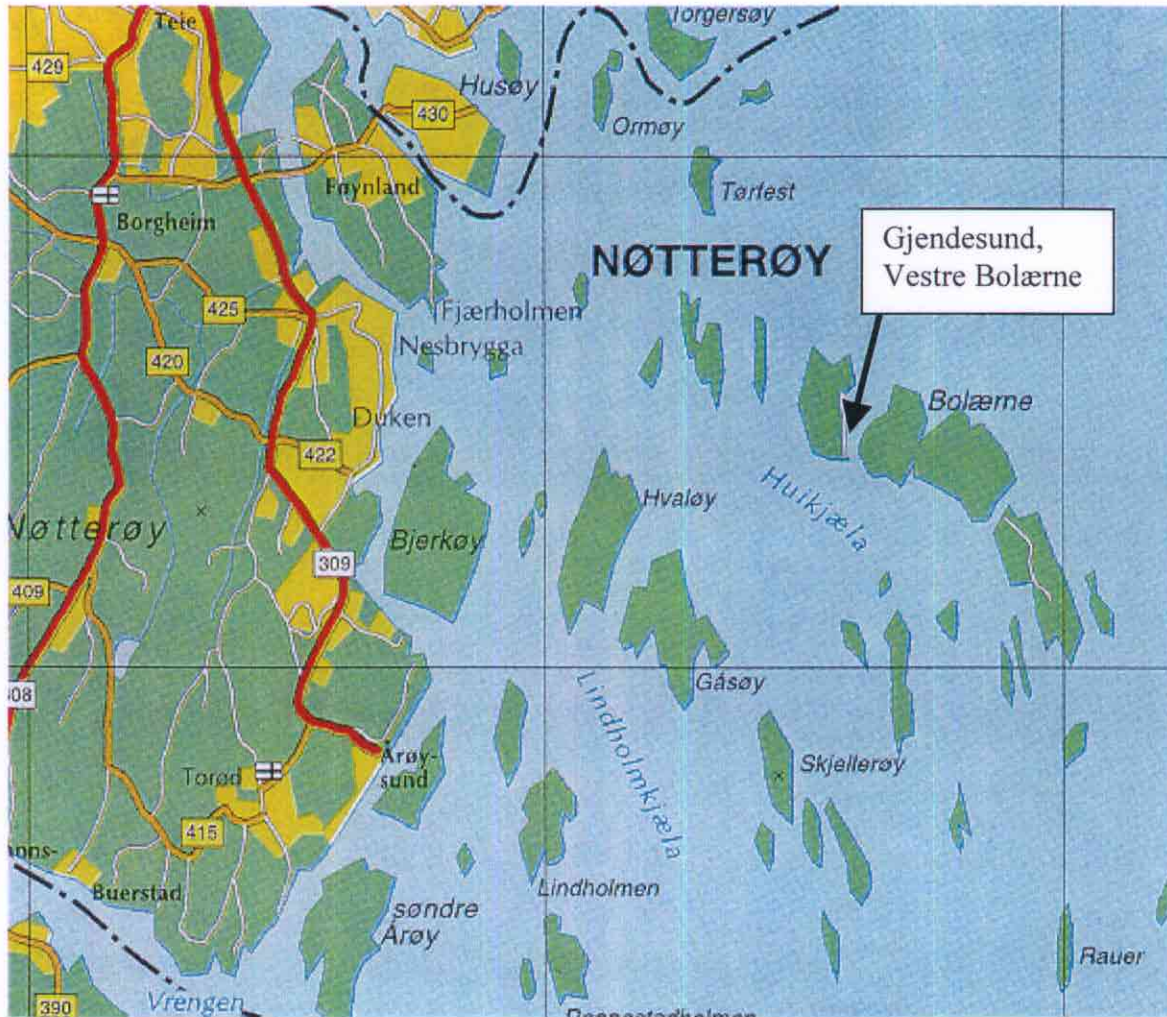
PCB kongener	Substituering	Molekylvekt	Relativ retensjonstid	Log K_{ow}	Smeltepunkt, °C	Løselighet, µg/l
105	2,3,3',4,4'	326,43	0,7049	6,79	103	10
106	2,3,3',4,5	326,43	0,6680	6,92	106	7
107	2,3,3',4',5	326,43	0,6628	6,66	104	5
108	2,3,3',4,5'	326,43	0,6626	6,63	97	6
109	2,3,3',4,6	326,43	0,6016	6,40	117	6
110	2,3,3',4',6	326,43	0,6314	6,20	117	7
111	2,3,3',5,5'	326,43	0,6183	6,67	87	5
112	2,3,3',5,6	326,43	0,5986	6,41	107	6
113	2,3,3',5',6	326,43	0,5862	6,45	94	4
114	2,3,4,4',5	326,43	0,6828	6,71	99	10
115	2,3,4,4',6	326,43	0,6171	6,44	126	4
116	2,3,4,5,6	326,43	0,6132	6,40	123	5
117	2,3,4',5,6	326,43	0,6150	6,39	117	4
118	2,3',4,4',5	326,43	0,6693	6,57	112	15
119	2,3',4,4',6	326,43	0,5968	6,40	112	4
120	2,3',4,5,5'	326,43	0,6256	6,30	77	6
121	2,3',4,5',6	326,43	0,5518	6,42	92	4
122	2,3,3',4',5'	326,43	0,6871	6,55	93	8
123	2,3,4,4',5'	326,43	0,6658	6,64	119	12
124	2,3',4',5,5'	326,43	0,6584	6,59	85	8
125	2,3',4',5',6	326,43	0,6142	6,33	93	9
126	3,3',4,4',5	326,43	0,7512	6,94	143	3
127	3,3',4,5,5'	326,43	0,7078	7,01	115	3
128	2,2',3,3',4,4'	360,88	0,7761	6,72	150	2
129	2,2',3,3',4,5	360,88	0,7501	6,76	85	1
130	2,2',3,3',4,5'	360,88	0,7284	7,30	95	3
131	2,2',3,3',4,6'	360,88	0,6853	6,78	104	1
132	2,2',3,3',5,5'	360,88	0,7035	6,20	103	8
133	2,2',3,3',5,5'	360,88	0,6871	6,72	129	4
134	2,2',3,3',5,6	360,88	0,6796	6,20	100	8
135	2,2',3,2',5,6'	360,88	0,6563	6,32	92	5
136	2,2',3,3',6,6'	360,88	0,6257	6,04	114	10
137	2,2',3,4,4',5	360,88	0,7329	6,82	78	1
138	2,2',3,4,4',5'	360,88	0,7403	6,73	81	2
139	2,2',3,4,4',6	360,88	0,6707	6,49	116	4
140	2,2',3,4,4',6'	360,88	0,6707	6,58	109	2
141	2,2',3,4,5,6'	360,88	0,7203	6,75	92	1
142	2,2',3,4,5,6	360,88	0,6848	6,44	113	4
143	2,2',3,4,5,6'	360,88	0,6789	6,56	96	3
144	2,2',3,4,5',6	360,88	0,6563	6,45	100	4
145	2,2',3,4,6,6'	360,88	0,6149	6,27	118	4
146	2,2',3,4',5,5'	360,88	0,6955	6,85	91	0,9
147	2,2',3,4',5,6	360,88	0,6608	6,56	123	3
148	2,2',3,4',5,6'	360,88	0,6243	6,48	95	4
149	2,2',3,4',5',6	360,88	0,6672	6,41	99	4
150	2,2',3,4',6,6'	360,88	0,5969	6,17	103	7
151	2,2',3,5,5',6	360,88	0,6499	6,42	101	4
152	2,2',3,5,6,6'	360,88	0,6062	6,08	107	8
153	2,2',4,4',5,5'	360,88	0,7036	6,80	104	1
154	2,2',4,4',5,6'	360,88	0,6349	6,65	105	3
155	2,2',4,4',6,6'	360,88	0,5666	6,54	113	3
156	2,3,3',4,4',5	360,88	0,8105	7,44	138	2
157	2,3,3',4,4',5'	360,88	0,8184	7,09	135	1
158	2,3,3',4,4',6	360,88	0,7429	6,78	145	1
159	2,3,3',4,5,5'	360,88	0,7655	7,18	121	1
160	2,3,3',4,5,6	360,88	0,7396	6,89	147	1
161	2,3,3',4,5',6	360,88	0,6968	6,85	127	2

<i>PCB kongener</i>	<i>Substituering</i>	<i>Molekylvekt</i>	<i>Relativ retensjonstid</i>	<i>Log K_{ow}</i>	<i>Smeltepunkt, °C</i>	<i>Løselighet, µg/l</i>
162	2,3,3',4',5,5'	360,88	0,7737	7,13	115	1
163	2,3,3',4',5,6	360,88	0,7396	6,78	138	1
164	2,3,3',4',5',6	360,88	0,7399	6,63	127	2
165	2,3,3',5,5',6	360,88	0,6920	7,00	122	2
166	2,3,4,4',5,5'	360,88	0,7572	6,86	163	1
167	2,3',4,4',5,5'	360,88	0,7814	7,29	129	2
168	2,3',4,4',5',6	360,88	0,7068	6,88	132	1
169	3,3',4,4',5,5'	360,88	0,8625	7,55	202	0,5
170	2,2',3,3',4,4',5	395,32	0,8740	7,08	135	0,5
171	2,2',3,3',4,4',6	395,32	0,8089	6,98	122	0,7
172	2,2',3,3',4,5,5'	395,32	0,8278	7,21	117	0,3
173	2,2',3,3',4,5,6	395,32	0,8152	6,93	137	0,9
174	2,2',3,3',4,5,6'	395,32	0,7965	6,85	131	1
175	2,2',3,3',4,5',6	395,32	0,7611	6,92	124	0,8
176	2,2',3,3',4,6,6'	395,32	0,7305	6,55	131	3
177	2,2',3,3',4,5',6'	395,32	0,8031	6,73	134	2
178	2,2',3,3',5,5',6	395,32	0,7537	6,85	119	1
179	2,2',3,3',5,6,6'	395,32	0,7205	6,41	131	5
180	2,2',3,4,4',5,5'	395,32	0,8362	7,21	115	0,3
181	2,2',3,4,4',5,6	395,32	0,7968	7,13	151	0,4
182	2,2',3,4,4',5,6'	395,32	0,7653	6,92	153	0,8
183	2,2',3,4,4',5',6	395,32	0,7720	7,04	138	0,6
184	2,2',3,4,4',6,6'	395,32	0,7016	6,74	138	1
185	2,2',3,4,5,5',6	395,32	0,7848	6,99	149	0,7
186	2,2',3,4,5,6,6'	395,32	0,7416	6,67	136	1
187	2,2',3,4',5,5',6	395,32	0,7654	6,96	130	0,9
188	2,2',3,4',5,6,6'	395,32	0,6920	6,78	136	1
189	2,3,3',4,4',5,5'	395,32	0,9142	7,72	178	0,8
190	2,3,3',4,4',5,6	395,32	0,8740	7,08	181	0,5
191	2,3,3',4,4',5',6	395,32	0,8447	7,21	168	0,3
192	2,3,3',4,5,5',6	395,32	0,8269	7,21	162	0,3
193	2,3,3',4',5,5',6	395,32	0,8397	7,21	157	0,3
194	2,2',3,3',4,4',5,5'	429,77	0,9620	7,62	159	0,1
195	2,2',3,3',4,4',5,6	429,77	0,9321	7,35	176	0,2
196	2,2',3,3',4,4',5,6'	429,77	0,8938	7,43	163	0,2
197	2,2',3,3',4,4',6,6'	429,77	0,8293	7,21	172	0,3
198	2,2',3,3',4,5,5',6	429,77	0,8845	7,43	155	0,2
199	2,2',3,3',4,5,6,6'	429,77	0,8494	7,21	163	0,3
200	2,2',3,3',4,5',6,6'	429,77	0,8197	7,30	161	0,3
201	2,2',3,3',4,5,5',6'	429,77	0,8875	7,35	154	0,2
202	2,2',3,3',5,5',6,6'	429,77	0,8089	7,10	161	0,3
203	2,2',3,4,4',5,5',6	429,77	0,8938	7,49	171	0,1
204	2,2',3,4,4',5,6,6'	429,77	0,8217	7,48	172	0,1
205	2,3,3',4,4',5,5',6	429,77	0,9678	7,62	202	0,1
206	2,2',3,3',4,4',5,5',6	464,22	1,0103	7,94	206	0,03
207	2,2',3,3',4,4',5,6,6'	464,22	0,9423	7,88	201	0,04
208	2,2',3,3',4,5,5',6,6'	464,22	0,9320	7,66	183	0,05
209	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'	498,67	1,0496	8,20	310	0,01

B LOKALISERING AV PRØVETAKING VED HAAKONSVERN

C LOKALISERING AV PRØVETAKING I HORTEN



D LOKALISERING AV PRØVETAKING VED VESTRE BOLÆRNE

Litteratur

- (1) Johnsen A, Olsen J S, Rosslund H, Ljønes M, Hartvig S K (1998): Akkumulering av miljøgifter i blåskjell og semipermeable membraner under mudring i delområde 1; Haakonssvern, FFI/RAPPORT-98/05088, Offentlig tilgjengelig
- (2) Johnsen A, Rosslund H K (2000): Akkumulering av miljøgifter i blåskjell og semipermeable membraner i delområde 1 og deponiene ved Haakonssvern orlogsstasjon. Oppfølgende undersøkelser, FFI/RAPPORT-99/06337, Offentlig tilgjengelig
- (3) Bøyum O, Christiansen M (2000): Måling av polyklorerte bifenyler (PCB) i vann. Hovedprosjektoppgave ved Høgskolen i Oslo, Avdeling for ingeniørutdanning, kjemilinjén.
- (4) Gramatica P, Navas N, Todeschini R (1998): 3D-modelling and prediction by WHIM descriptors. Part 9. Chromatographic relative retention time and physico-chemical properties of polychlorinated biphenyls (PCBs), *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 40, 53-63.
- (5) Paasivirta J, Sinkkonen S, Mikkelsen P, Rantio T, Wania F (1999): Estimation of vapor pressures, solubilities and Henry's law constants of selected persistent organic pollutants as functions of temperature, *Chemosphere* 39, 5, 811-832.
- (6) Abramowitz R, Yalkowsky S H (1990): Estimation of aqueous solubility and melting point of PCB congeners, *Chemosphere* 21, 10-11, 1221-1229.
- (7) Statens forurensningstilsyn (1993): Datarapport for miljøgifter i Norge. SFT-rapport nr. 93:23.
- (8) Schulz-Bull D E, Petrick G, Bruhn R, Duinker J C (1998): Chlorobiphenyls (PCB) and PAHs in water masses of the northern North Atlantic, *Marine Chemistry* 61, 101-114.
- (9) Fuoco R, Colombini M P, Abete C (1994): Determination of polychlorobiphenyls in environmental samples from Antarctica, *International Journal of Environmental Analytical Chemistry* 55, 15-25.
- (10) Harding G C, LeBlanc R J, Peter Vass W, Addison R F; Hargrave B T, Pearre Jr S, Dupuis A, Brodie P F (1997): Bioaccumulation of polychlorinated biphenyls (PCBs) in the marine pelagic food web, based on a seasonal study in the southern Gulf of St. Lawrence, 1976-1977, *Marine Chemistry* 56, 145-179.
- (11) Götz R, Bauer O H, Friesel P, Roch K (1998): Organic trace compounds in the water of the river Elbe near Hamburg. Part II, *Chemosphere* 36, 9, 2103-2118.
- (12) Bremle G, Larsson P (1997): Long-term variations of PCB in the water of a river in relation to precipitation and internal sources, *Environmental Science & Technology* 31, 11, 3232-3237.
- (13) Bazzanti M, Chiavarini S, Cremisini C, Soldati P (1997): Distributions of PCB congeners in aquatic ecosystems: A case study, *Environment International* 23, 6, 799-813.

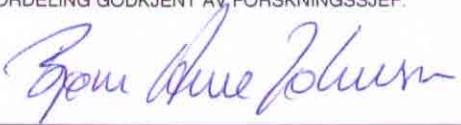

- (14) Froese K L, Verbrugge D A, Snyder S A, Tilton F, Tuchman M, Ostaszewski A, Giesy J P (1997): PCBs in the Detroit river water column, *Journal of Great Lakes Research* **23**, 4, 440-449.
- (15) Datta S, McConell L L, Baker J E, Lenoir J, Seiber J N (1998): Evidence for atmospheric transport and deposition of polychlorinated biphenyls to the lake Thaeo basin, California - Nevada, *Environmental Science & Technology* **32**, 10, 1378-1385.
- (16) Paterson M J, Muir D C G, Rosenberg B, Fee E J, Anema C, Franzin W (1998): Does lake size affect concentrations of atmospherically derived polychlorinated biphenyls in water, sediment, zooplankton and fish, *Canadian Journal of Fisheries and Aquatic Sciences* **55**, 544-553.
- (17) Font G, Mañes J, Moltó J C, Picó Y (1996): Current developments in the analysis of water pollution by polychlorinated biphenyls, *Journal of Chromatography A* **733**, 449-471.
- (18) Broman D (1990): Transport and fate of hydrofobic organic compounds in the Baltic aquatic environment - Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, Polychlorinated Dibenzodioxins and Dibenzofurans. Doctoral thesis at the University of Stockholm.
- (19) Leoni V, Puccetti G, Colombo R J, D'Ovidio (1976): The use of Tenax for the extraction of pesticides and polychlorinated biphenyls from water, *Journal of Chromatography* **125**, 399-407.
- (20) Picer N, Picer M (1980): Evaluation of macroreticular resins for the determination of low concentrations of chlorinated hydrocarbons in sea water and tap water, *Journal of Chromatography* **193**, 357-369.
- (21) Dachs J, Bayona J M (1997): Large volume preconcentration of dissolved hydrocarbons and polychlorinated biphenyls from seawater. Intercomparison between C18 disks and XAD-2 column, *Chemosphere* **35**, 8, 1669-1679.
- (22) Puig Infante A, Cebrián Guajardo N, Sarasa Alonso J, Martínez Navascués M C, Ormad Melero M P, Mutuberría Cortabitarte M S, Ovelleiro Narvión J L (1993): GC/MS analysis of organic water pollutants isolated by XAD-2 resins and activated carbon in the Gallergo river, Spain, *Water Research* **27**, 7, 1167-1176.
- (23) Gómez-Belinchón J I, Grimalt J O, Albaigés J (1988): Intercomparison study of liquid-liquid extraction and adsorption on polyurethane and Amberlite XAD-2 for the analysis of hydrocarbons, polychlorobiphenyls, and fatty acids dissolved in seawater
- (24) Petrick G, Schulz-Bull DE, Martens V, Scholz K, Duinker JC (1996): An in-situ filtration/extraction system for the recovery of trace organic in solution and on particles tested in deep ocean water, *Marine Chemistry* **54**, 97-105.
- (25) Axys Environmental Systems (2000): Infiltrax 300, <http://www.axystechnologies.com>
- (26) Schulz-Bull DE, Petrick G, Duinker JC (1991): Polychlorinated biphenyls in North Sea water, *Marine Chemistry* **36**, 365-384.
- (27) Konieczny R M (1992): Kartlegging og vurdering av forurensningssituasjonen i bunnsedimenter fra Oslo havneområde. NIVA rapport..

- (28) Johnsen A, Ljønes M (2000): Kartlegging av forurensning i Indre havn, Horten, FFI/RAPPORT-2000/02206, Offentlig tilgjengelig

FORDELINGSLISTE

FFIBM

Dato: 20 desember 2000

RAPPORTTYPE (KRYSS AV)		RAPPORT NR.	REFERANSE	RAPPORTENS DATO
<input checked="" type="checkbox"/>	RAPP	<input type="checkbox"/>	NOTAT	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	RR	2000/05945	FFIBM/720/138.2	20 desember 2000
RAPPORTENS BESKYTTELSESGRAD		ANTALL EKS UTSTEDT	ANTALL SIDER	
UGRADERT		52	42	
RAPPORTENS TITTEL		FORFATTER(E)		
ANALYSE AV POLYKLORERTE BIFENYLER (PCB) I SJØVANN		JOHNSEN Arnt, ROSSLAND Helle Kristin, BØYUM Olav, CHRISTIANSEN Magnus		
FORDELING GODKJENT AV FORSKNINGSSJEF:		FORDELING GODKJENT AV AVDELINGSSJEF:		
				

EKSTERN FORDELING

INTERN FORDELING

ANTALL	EKS NR	TIL	ANTALL	EKS NR	TIL
1		FBTH	14		FFI-Bibl
1		v/Oing Torgeir Mørch	1		Adm direktor/stabssjef
1		FBTH	1		FFIE
1		v/Seksjonssjef Terje Harberg	1		FFISYS
1		LFK	6		FFIBM
1		v/Kapt Tor Melvold	1		FFIN
1		HFK	1		Bjørn Arne Johnsen, FFIBM
1		v/Lt Sigrid Finsrud	1		Arnt Johnsen, FFIBM
1		FO	1		Helle Kristin Rosslund, FFIBM
1		v/Kom kapt Jon Ole Siggerud	1		Thor Engøy, FFIBM
1		VSD	1		Øyvind Voie, FFIBM
1		v/Orlkapt Roald Hennø	1		Arnlfot Strømseng, FFIBM
1		FBTSV	1		Kjetil S Longva, FFIBM
1		v/Oing Egil Danielsen	1		Marita Ljønes, FFIBM
1		SFK/T-V&P-A&ES			FFI-veven
1		v/Menig Magnus Christiansen			
1		ØSD			
1		v/KL Tor Sande			
1		Norsk institutt for vannforskning			
1		v/Ing Olav Bøyum			
		Postboks 172 Kjelsås, 0411 OSLO			
		 www.ffi.no			

FFI-K1

Retningslinjer for fordeling og forsendelse er gitt i Oraklet, Bind I, Bestemmelser om publikasjoner for Forsvarets forskningsinstitutt, pkt 2 og 5. Benytt ny side om nødvendig.

