



Miljø- og
Fødevareministeriet
Miljøstyrelsen

Mobilt miljølaboratorium til on-site PCB- analyser før, under og efter demontering af bygningsdele

Miljøprojekt nr. 2010

April 2018

Udgiver: Miljøstyrelsen

Redaktion:

Teknologisk Institut:

Lone Berg Frederiksen

Dansk Miljø Rådgivning:

Lars Mortensen

Fotos:

Lone Berg Frederiksen

ISBN: 978-87-93710-11-5

Miljøstyrelsen offentliggøre rapporter og indlæg vedrørende forsknings- og udviklingsprojek-ter inden for miljøsektoren, finansieret af Miljøstyrelsens undersøgelsesbevilling. Det skal bemærkes, at en sådan offentliggørelse ikke nødvendigvis betyder, at det pågældende indlæg giver udtryk for Miljøstyrelsens synspunkter. Offentliggørelsen betyder imidlertid, at Miljøstyrelsen finder, at indholdet udgør et væsentligt indlæg i debatten omkring den danske miljøpolitik.

Må citeres med kildeangivelse.

Indhold

Forord	4
Konklusion og sammenfatning	5
Summary and Conclusion	6
1. Indledning	7
1.1 Baggrund	7
1.2 Formål	7
1.3 Projektets opbygning	8
2. Udvikling af analysemetode til on-site PCB analyse	9
2.1 Indkøring af GCxGC analysemetode.....	9
2.1.1 GCxGC udstyr og software	10
2.1.2 Valg af kolonnesystem	10
2.1.3 Udvikling af GCxGC metode.....	11
2.1.4 2D-databehandling	15
2.1.5 Samlet vurdering af analysemetoden.....	15
2.2 Termisk desorption.....	16
2.2.1 Termisk desorption ved brug af micro-chamber	16
2.2.2 Termisk desorption i ATD-rør.....	16
2.2.3 Samlet vurdering af metode til termisk desorption.....	18
2.3 Identificering af PCB congener	18
2.3.1 Identificering af PCB ved hjælp af databehandling	18
2.3.2 Klorparaffiner.....	19
2.4 Konklusion	20
3. Feltanalyse bil	21
3.1 Overordnede forhold i indretning af feltanalyse bil	21
3.2 Sikkerhedsmæssig forhold ved feltarbejde	21
3.2.1 Trykflasker.....	21
3.2.2 Uønskede emission til kabinen.....	21
3.2.3 Skrid sikring	22
3.3 Konklusioner	22
4. PCB on-site måling	23
4.1 On-site lokaliteter	23
4.2 On-site analyse resultater	23
4.2.1 On-site udstyr erfaringer	24
4.3 Sekundære kontaminering af betonprøver	24
4.4 Konklusion	25
5. Formidling	27
Referencer	28
Bilag 1: Teknisk tegning af analysefelt bil	29

Forord

Denne rapport beskriver udvikling og afprøvning af et on-site analysekoncept til anvendelse i forbindelse med udredninger af bygningsmaterialer for indhold af PCB.

Projektet er udarbejdet af Dansk Miljørådgivning A/S og Teknologisk Institut.

Konklusion og sammenfatning

Formålet med projektet var at udvikle et on-site, hurtigt og sikkert analysekoncept under anvendelse af de nyeste teknologier til bestemmelse af indholdet af PCB i byggematerialerne.

Til projektet blev der indkøbt en Agilent 7890A GC med en TD-100 termisk desorper. Systemet har således ikke et normalt GC inlet. Prøven injiceres direkte fra ATD-systemet. GCxGC systemet er koblet med en Agilent G3486A CFT Modulator. Yderligere blev der indrettet et analysefelt i bilen, der som en mobil arbejdsplads kunne tilbyde både sikker transport af udstyr og en funktionel arbejdsplads i felten. GCxGC er som teknologi et meget stærkt analyseudstyr, der finder anvendelse i forbindelse med analyser af komplicerede prøver indeholdende lave koncentrationer.

Der blev udviklet en analysemetode i laboratoriet, som efterfølgende blev afprøvet i felten. Den valgte teknologi viste sig at være en udfordring i felten grundet de store forskelle i PCB-koncentrationerne i prøverne. Dette medførte kontaminering af systemet, som bevirkede, at leveringstiderne for resultaterne blev for lange. En anden udfordring var, at usikkerheden i analyseresultaterne sammenlignet med de sammenhørende akkrediterede PCB-analyser var for stor og detektionsgrænsen var for høj.

Analysetiden var pr. prøve 1 time, hvilket bevirkede, at udstyret i løbet af en arbejdsdag maksimalt kunne analysere 8-10 prøver, hvilket svarer til ca. 1/3-1/5 af behovet ved en alm. screeningsundersøgelse. Det er således i projektperioden konstateret, at udstyret har for lille kapacitet med den opnåede metode.

Analysekonceptet var mindre robust end forventet. Stød og flytninger krævede gentagende kalibrering og genstart. Metoden og udstyret er reelt ikke "mobilt" inden for den enkelte lokalitet, og betinger ekstraordinær hensyntagen under transport og drift. Prøverne skal således transporteres fra udtagningsstedet til apparaturets centrale placering og opstilling på lokaliteten. Dette begrænser den normale arbejdsgang, og det flow hvormed prøvetagningen normalt foregår, medmindre der udpeges en person til udelukkende at bringe prøverne fra prøvetageren til analysebilen. Det sidste er en klar omkostningsforøgelse sammenlignet med tilsvarende konventionelle undersøgelser.

Udviklingen af PCB-analyser er fra ansøgningstidspunkt til nuværende tidspunkt, gået fra at have leveringstider fra 3 til 7 dage til at være 2 dage grundet en skærpet konkurrence med flere leverandører af denne form for analyser. Ligeledes er analysepriserne faldet til omkring halvdelen af prissætningen ved ansøgningstidspunktet. Konsekvensen af dette er, at det eksisterende behov for en on-site analyse af PCB-screening i bygninger ikke længere har samme relevans. En bygningsrådgiver kan i løbet af 4 timer udtage de materialeprøver, der er behov for og samme dag sende prøvetagningerne til et analyselaboratorium og forvente svar inden for 2 døgn. Med behovet for en specialuddannet kemiker til fortolkning af analyseresultaterne vil dette betyde, at kostprisen for on-site analyser ikke vil kunne konkurrere med PCB-analyser som de ser ud med de nuværende markedspriser.

Summary and Conclusion

Purpose of the project was to develop an on-site, quick and safe analysis concept with utilization of the newest technologies to identify the content of PCB in building materials.

An Agilent 7890A GC with a TD-100 thermal desorper was purchased for the project. Thus, the system has no normal GC inlet. The sample is directly injected from the ATD system. GCxGC system is coupled with an Agilent G3486A CFT Modulator. Furthermore, an analysis field was established in the van, which offers both secure transport of equipment and a functional workplace in the field as a mobile workplace. GCxGC is as technology a very powerful analysis equipment, which is used in connection with analysis of complicated samples containing low concentrations.

An analysis method was developed in the laboratory, which afterwards was tested in the field. The chosen technology turned out to be a challenge in the field, due to huge differences in PCB concentrations in the samples.

This caused contamination of the system, leading to too long delivery times for the results. Another challenge was too much uncertainty regarding analysis results compared to belonging accredited PCB analysis. Furthermore, the detection limit was too high.

The analysis time was 1 hour pr. test which meant that the equipment maximum could analyze 8-10 samples during one day corresponding to about $\frac{1}{3}$ – $\frac{1}{5}$ of the need at a normal screening. Thus, it has been ascertained in the project period that the equipment has too little capacity with the abovementioned method.

Furthermore, the analysis concept was less robust than expected. Bumps and relocation demanded repeatedly calibration and restart. The method and equipment is not mobile within the single locality and demands extraordinary consideration under transport and operation. The samples must be transported from where they are taken to the central placement of the instruments and mounting locality. This limits the normal working procedure and the flow under which sampling normally takes place, unless a person is appointed to solely bring the samples from where they are taken to the analysis van. The latter will cost increase compared to equivalent conventional investigations.

The development of PCB analysis is from application time to present time developed from having delivery time from 3 to 7 days to being 2 days due to increased competition with more suppliers of this kind of analysis. Also, the analysis prices have dropped to around half of the pricing compared with pricing at the application time.

The consequence of this is that the existing need for an on-site analysis of PCB screening in buildings is no longer relevant. A construction counsellor can within 4 hours have material samples taken out and send the samples to an analysis laboratory on the same day and expect an answer within 48 hours. Therefore, onsite analysis, which will also require a specially trained chemist, will not be able to compete with PCB analysis with the current market prices.

1. Indledning

Projektet er udarbejdet af Dansk Miljørådgivning A/S og Teknologisk Institut.

1.1 Baggrund

Ved projektansøgningstidspunktet var indsamlingen af prøvemateriale og PCB-laboratorieanalyse for luft og fast stof en langvarig proces, hvor der ofte gik mellem 5 til 10 dage fra prøveudtagelse til analyseresultaterne var klar. Aktuelle analysemetoder blev opfattet af bygherre, rådgiver og entreprenører som tidskrævende og kostbare, særligt ved behovet for en reduceret analysetid, fra eksempelvis de gængse 5-10 døgn til 2 døgn, var dette generelt forbundet med en fordobling af analyseprisen. Den lange analyseperiode medførte langvarige og etapeopdelte prøveudtagninger, og ved modtagelse af analyseresultaterne skulle nye udtagninger planlægges og gennemføres efterfølgende.

Frasortering af specielt problematiske POP-forbindelser (persistent organic pollutants), som PCB (polychlorede biphenyl), der har været anvendt i produktgrupper som vinduer, slidstærk maling samt indvendige- og udvendige fugemasser, er et lovkrav.

Hurtige tekniske værktøjer til rettidig og dokumenteret sortering af bygningsmaterialer blev derfor vurderet til at kunne højne genanvendelsesandelen af ikke-forureneede bygningsdele i forbindelse med bygningsnedbrydning og renoveringsarbejde. Herunder vil en on-site metode kunne levere øjeblikkelige resultater, således at et eventuelt renoveringsarbejde kan forløbe hurtigere.

Det ansøgte projekt var baseret på konceptet om at bringe analyserne tæt på, hvor beslutningerne træffes ved hjælp af mobile miljølaboratorier. Udvikling af nye analysemetoder vil kunne bringe kvantitative målinger af PCB-forurenede materiale ud i felten.

1.2 Formål

Formålet med projektet var at udvikle et on-site, hurtigt og sikkert analysekoncept under anvendelse af de nyeste teknologier til bestemmelse af indholdet af PCB i byggematerialerne som beton, fuger og murværk. Fordelene ved on-site analyser var, at de ville give en hurtigere vej fra resultatopnåelse til beslutningsproces.

Forventningen til PCB-konceptet var, at det kunne anvendes i forbindelse med renovering af bygninger, sortering af byggeaffald samt screening af bygningers og konstruktioners mulige PCB-indhold. Hurtigere kvantitative målinger, som normalt udføres i laboratorier over 5-10 dage, flyttes ud til byggegrundene.

1.3 Projektets opbygning

Projektet var opdelt i følgende 4 etaper:

- Etape 1: Udvikling af metode til on-site PCB-analyse
- Etape 2: Metodeafprøvning i laboratoriet og felten
- Etape 3: Etablering af feltanalysebil
- Etape 4: Formidling

Etape 1: Udvikling af metode til on-site PCB-analyse

Det planlagte måleprincip er baseret på en enkel prøveforberedelse samt en hurtig og specifik analyse, da der herved opnås en prisbillig og præcis metode til kvantitative målinger af PCB. I forhold til tilsvarende laboratoriemålinger er der begrænset udstyr til rådighed i felten, hvilket betyder, at det måleteknisk vil være betydeligt mere udfordrende at udføre feltmålinger for PCB på højt og lavt koncentrationsniveau i forskellige prøvematrix.

I etape 1 skal det verificeres, at den tiltænke instrumentering kan anvendes som metode til analyse af PCB i materialer fra byggebranchen. Tilgangen vil her være at undersøge de forskellige delelementer af den beskrevne instrumentering systematisk. Efter opstilling af TD/GCxGC/ECD/FID vil erfaringer med PCB-analyser indsamles, herunder de generelle metodebetingelser.

Etape 2: Metodeafprøvning i laboratoriet og felten

I et samarbejde med ingeniørfirmaet Dansk Miljørådgivning afprøves analysekonceptet på materialeprøveudtaget fra forskellige lokaliteter. De indsamlede prøver vil alle blive analyseret i laboratoriet ved hjælp af den i etape 1 etablerede teknologi.

Formålet med etape 2 var en demonstration af den udviklede PCB-metode til on-site måling af PCB samt afprøvning af måleudstyret i felten i den provisoriske målebil.

Etape 3: Etablering af feltanalyse bil

Baseret på erfaringerne i Etape 2 opbygges en prototype på et mobilt miljølaboratorium. I Etape 3 fastmonteres analyseudstyret i Teknologisk Instituts feltanalysebil. Indretning og montering af udstyret baseres på de praktiske erfaringer, der er opnået under on-site målekampagnen i Etape 2. Etape 3 vil inkludere en målekampagne on-site med feltanalysebilen, udført på flere lokaliteter.

Etape 4: Formidling

Etape 4 kræver en succesfuld udvikling af en on-site PCB-målemetode i Etape 2 og 3, f.eks. en vejledning. Desuden fremlægges konceptet ved konference og via medierne.

2. Udvikling af analysemetode til on-site PCB-analyse

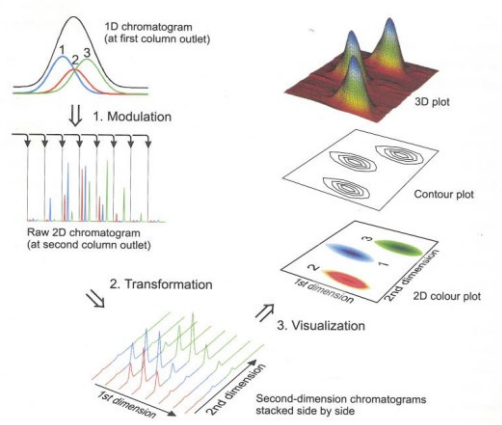
Analysemetode til on-site PCB-analyser var baseret på et ønske om en enkel prøveforberedelse samt en hurtig og specifik analyse, da der derved opnås en prisbillig og præcis metodik til kvantitative målinger af PCB i luft samt faste prøver. I forhold til tilsvarende laboratoriemålinger var der begrænset udstyr til rådighed i felten, hvilket betød at det måleteknisk ville være betydeligt mere udfordrende at udføre feltmålinger for PCB på højt og lavt koncentrationsniveau i forskellige prøvematrix.

Kapillær gaskromatografi og specifikt detektionsprincip μ ECD og FID kombineret med termisk desorption blev vurderet at være brugbare til formålet. Ved termisk desorption vil alle volatile og semivolatile forbindelser fordampe. Dette kræver, at der anvendes analyseudstyr med høj separationsevne fx GCxGC til distinkt separation mellem PCB og resten af de fordampede forbindelser.

Metodeudviklingen skulle verificere, om den tiltænke instrumentering kunne anvendes som metode til analyse af PCB på materialer fra byggebranchen. Tilgangen var at undersøge de forskellige delelementer af den beskrevne instrumentering systematisk.

2.1 Indkøring af GCxGC- analysemetode

Ved separationsteknikken GCxGC anvendes to på hinanden følgende GC-separationsmetodiker, der gør det muligt at etablere et ortogonalt separationsforhold. Dette giver resultaterne beskrevet ved tre dimensioner, som muliggør eksakt analyse af de ønskede forbindelser, som illustreret ved nedenstående figur.



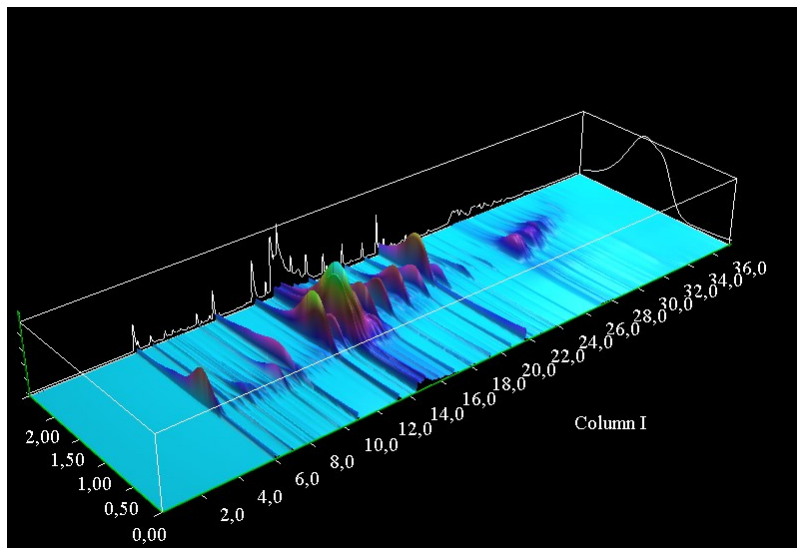
FIGUR 1: SKEMATISK FREMSTILLING AF GENERERING OG VISUALISERING AF ET GCXGC KROMATOGRAM. ¹

¹ Dallüge J.; Multidimensionality in capillary gas chromatography, Doktorafhandling Vrije Universiteit, 2003

2.1.1 GCxGC- udstyr og software

Til projektet blev der indkøbt en Agilent 7890A GC med en TD-100 termisk desorper. Systemet har således ikke et normalt GC-inlet, prøven injiceres direkte fra ATD-systemet. GCxGC- kolonnesystemet er koblet med en Agilent G3486A CFT Modulator.

Udover det af apparaturet anvendte software har vi anvendt softwaren, GC Image version 2.2b4GCxGC. Denne benyttes til databehandling af tre-dimensionelle GC-data, som illustreret ved figur 2.



FIGUR 2 ET 3D SPEKTRUM AF FUGE INDEHOLDENDE PCB

2.1.2 Valg af kolonnesystem

GCxGC- separation metodikken bygger på, at der er to kolonner med forskellige sorptionsmaterialer, det vil sige, at de har forskellige polariteter og forskellige sorptionsmekanismer. Denne dualitet giver GCxGC- kromatografien en unik separation af forbindelser, der under normale forhold vil co-eluere. Den mest anvendte konstruktion for kolonnesammensætningen ved GCxGC- analyse af PCB blev undersøgt via litteraturstudier.^{2,3,4,5,6} Der blev fokuseret på kolonner til såvel PCB-congener, samt kolonner der anvendes til adskillelse af klorholdige kemiske forbindelser. Eksempler på forskellige kolonner til henholdsvis primære og sekundære kolonner i GCxGC- kolonnesystemet er listet i tabel 1.

² Mascalu AM et al, Anal. Bioanal Chem, (2011) 401: 2403-2413

³ Haglund P. et al, Anal. Bioanal Chem, (2008) 390: 1815-1827

⁴ LECO ETC, The applications book, Analysis of kloroparaffins, (2010) 7-8

⁵ De Geus HJ, Det. of Toxaohene and Other Halogenated Environmental Contaminants using Heart-cut and Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography (2002) Vrije Universitet

⁶ Korytár P, Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography with Selective Detection for the Trace Analysis of Organohalogenated Contaminants (2006) Vrije Universitet

TABEL 1 EKSEMPLER PÅ KOLONNER TIL GCxGC ANALYSER TIL PCB

Placering	Kolonne	Beskrivelse
Primære	DB-1	Generel god til adskillelse af mange forbindelser
Primære	DB-5	Lidt mere polær end DB-1 og forventes derfor at kunne adskille stofferne bedre
Primære	DB-XLB	Anbefalet til at adskille klorholdige forbindelser
Sekundære	RTX-PCB	Specifik til adskillelse af PCB kongener
Sekundære	VB-35	Mindre polær end DB-17MS
Sekundære	DB-17MS	Polær, høj temperatur og tynd film

Fastlæggelse af analyseparametrene er særligt kompliceret ved 2D gaskromatografi, da det er meget svært at forudsige effekten ved de to forskellige kolonner, der anvendes i metoden. Det er derfor i høj grad en erfaringsopbygning der skal til for at finde den mest egnede kolonnekombination.

Ved valg af kolonnesystem er der lagt vægt på, at kunne separere PCB-congenerne fra øvrige klorholdige forbindelser i prøvematerialer, herunder specielt klorparaffiner. Desuden er der ved valget af kolonner taget hensyn til, at der ønskes en metode med en relativ høj sluttemperatur, så de tungeste PCB-congener kromatograferer bedst muligt. Med ovenstående baggrund som erfaringsgrundlag blev det valgt, at den fremadrettede metodeudvikling blev foretaget ved at anvende kolonnesystemet: Primære kolonne DB-XLB med den sekundære kolonne DB-17MS.

2.1.3 Udvikling af GCxGC- metode

Med udgangspunkt i ovenstående valgte kolonnesystem blev der arbejdet med at udvikle en metode, der kunne identificere de 7 PCB-congener, se "Vejledning for måling af PCB i indeklimaet"⁷ som ligger til grund for estimeringen af PCB i indeklima og bygge- materialer. I tabel 2 vises de 7 relevante PCB-congener.

TABEL 2 OVERSIGT OVER DE 7 PCB CONGENERER

PCB nr.	PCB navn	CAS nr.
28	2,4,4' - Triklorobiphenyl	7012-37-5
52	2,2',5,5'- Tetraklorobiphenyl	35693-99-3
101	2,2',4,5,5'- Pentaklorobiphenyl	37680-73-2
118	2,3',4,4',5 - Pentaklorobiphenyl	31508-00-5
138	2,2',3,4,4',5'- Hexaklorobiphenyl	35965-28-2
153	2,2',4,4',5,5' - Hexaklorobiphenyl	35965-27-1
180	2,2',3,4,4',5,5' - Heptaklorobiphenyl	35065-29-3

I forbindelse med metodeudviklingen er der undersøgt forskellige analyseparametre, som har indflydelse på retentionstiden og separationen for de undersøgte PCB-congener, herunder temperaturgradient, gas-flow og moduleringsperioden. Der var fokus på gasflowet for hver af de to kolonner i kolonnesystemet, samt moderatorens opsamlings-tid, da en optimering af disse er nødvendigt for at sikre, at warp-around begrænses⁸. Afprøvning af forskellige kombinationer af konstant gasflow for det valgte kolonnesystem viste, at konstant tryk for begge kolonner gav det bedste kromatografiske resultat.

⁷ Vejledning for måling af PCB i indeklimaet. Erhvervs- og Byggestyrelsen. 1 udgave 2010

⁸ Haglund P. et al, Anal. Bioanal Chem, (2008) 390: 1815-1827

Herudover har metodens to detektorer, FID og μ ECD, været afprøvet hver for sig på forskellige koncentrationsniveauer af ovenstående 7 PCB-congener. Det blev valgt at arbejde videre med begge detektorer, for at imødekomme behovet for en metode der i felten kunne anvendes til analyse af prøver indeholdende høje koncentrationer af PCB, som eksempelvis fugemateriale, med FID-detektoren, mens materiale fra sekundær og tertiær PCB-kontaminering, der indeholder væsentlig lavere koncentrationer, vil kunne analyseres på den mere følsomme μ ECD.

På nedenstående figur vises kromatogrammer af μ ECD- og FID-signalet ved analyse af samme PCB-standard med en koncentration på 500 mg/kg. Det ses på responset, at μ ECD er en mere følsom detektor sammenlignet med FID.

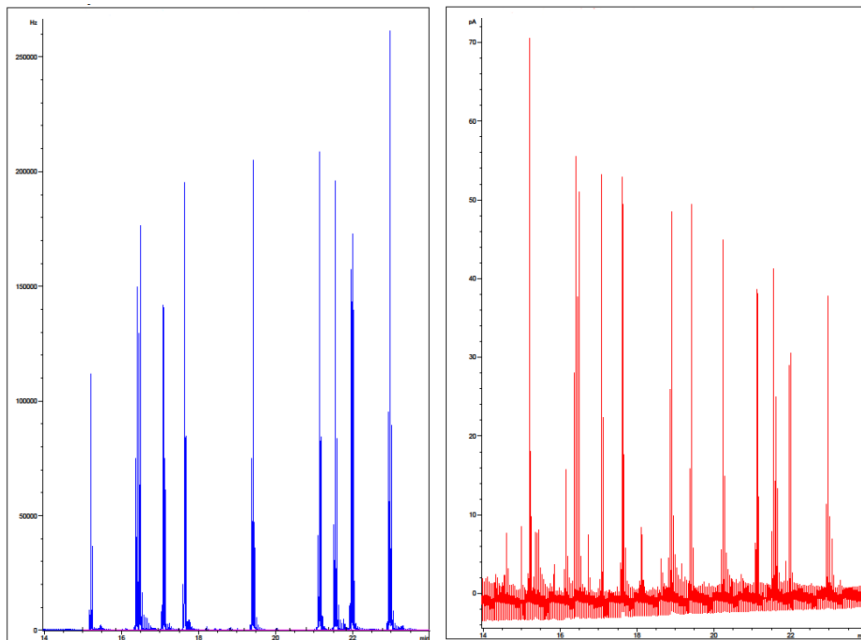
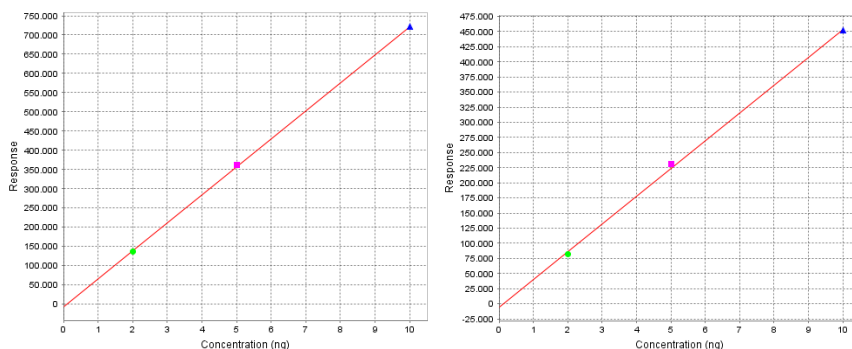


FIGURE 3 μ ECD (BLÅ) OG FID (RØD) CHROMATOGRAMMER FOR EN PCB-BLANDING INDEHOLDENDE 500 MG/KG

For at sikre forsøgsdatas validitet afprøves den udviklede metode med hensyn til reproducerbarhed og linearitet inden den anvendes til den videre metodeudvikling.

2.1.3.1 Linearitet



FIGUR 4 LINEARITET FOR PCB138 OG PCB52

Metodens linearitet kontrolleres for alle 7 kongener, idet der især er fokus på, at metoden er lineær for PCB-kongener med forskellige kloreringsgrader. Eksempler på kalibreringskurver ses i figur 4. Bemærk forskellen i respons for de to kongener.

TABEL 3 LINEARITETSTEST FOR DE 7 NØGLE CONGENERER

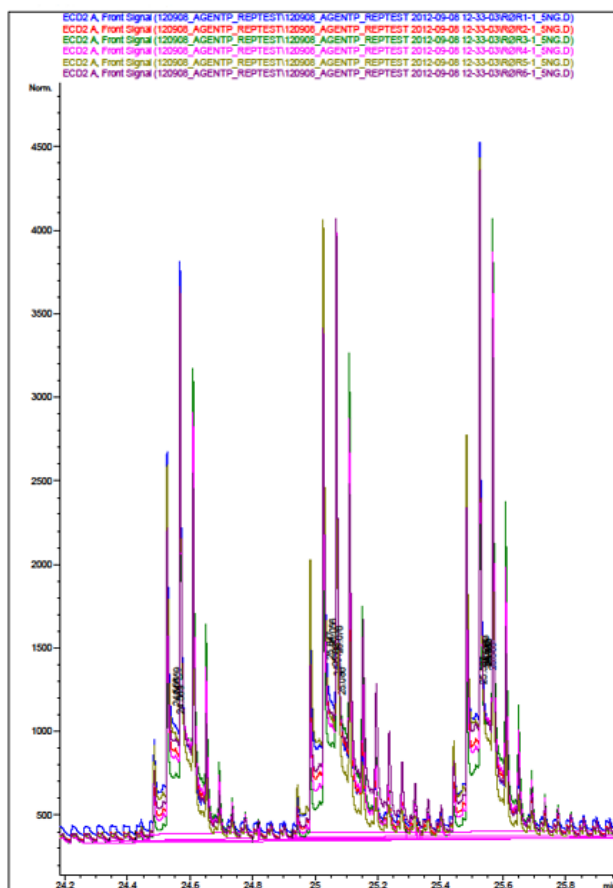
Compound Name	Response Source	R ²
PCB138	Volume	0.99982
PCB153	Volume	0.99993
PCB101	Volume	0.99931
PCB28	Volume	0.99287
PCB52	Volume	0.99896
PCB118	Volume	0.99611
PCB180	Volume	0.98613

Ved linearitetstest af 3D- spektre findes, at metoden for de fleste kongener har tilfredsstillende linearitet, dog er lineariteten af den højst klorerede kongener (PCB 180) ikke tilfredsstillende til kvantitative analyser, som det ses i ovenstående tabel.

Metoden viser tilfredsstillende linearitet til metodeafprøvning for alle PCB-kongener. Før en kvantitativ analyse kan foretages skal metodens linearitet undersøges grundigere. Sandsynligvis skal metoden endvidere justeres så der opnås bedre linearitet for de tungeste kongener.

2.1.3.2 Reproducerbarhed

Metodens reproducerbarhed er testet ved spikning af 6 rør med samme mængde PCB. Heraf ses, at metoden har en tilfreds høj reproducerbarhed. Af den visuelle sammenligning af kromatogrammer i nedenstående figur og de beregnede værdier i nedenstående tabel ses, at metodens retentionstid og toppenes volumen ud fra forsøget findes, at metoden har en tilfredsstillende reproducerbarhed til, at kunne anvendes i den videre metodeudvikling.



FIGUR 5 REPETERBARHED, KROMATOGRAM AF TRE PCB-CONGENER

TABEL 4 REPRODUCERBARHED, VOLUMEN OG RETENTIONSTID FOR TO PCB-CONGENER, BEREGNET VHA. 2D-KROMATOGRAMMER

	Volumen ($\times 10^3$)		Retentionstid (min)	
	PCB52	PCB180	PCB52	PCB180
1. bestemmelse	342	791	20.56	29.23
2. bestemmelse	311	851	20.56	29.27
3. bestemmelse	302	863	20.60	29.27
4. bestemmelse	307	790	20.56	29.27
5. bestemmelse	273	776	20.56	29.23
6. bestemmelse	301	776	20.56	29.27
Gennemsnit	306	808	-	-
Standardafv.	22	39	-	-

2.1.3.3 Følsomhed

Den anvendte μ ECD-detektor er meget følsom overfor klorholdige forbindelser og således er i stand til at detektere meget små mængder PCB. Dette er en fordel i forhold til sekundære og tertiære PCB-kontamineringer. Tilsvarende er det en udfordring i forhold til prøver med højt PCB-indhold i fugemateriale, hvor FID detektoren i stedet skal anvendes.

Metodens anslåede detektionsgrænse i standarder er 2 ng for summen af PCB-congener for μ ECD-detektoren.

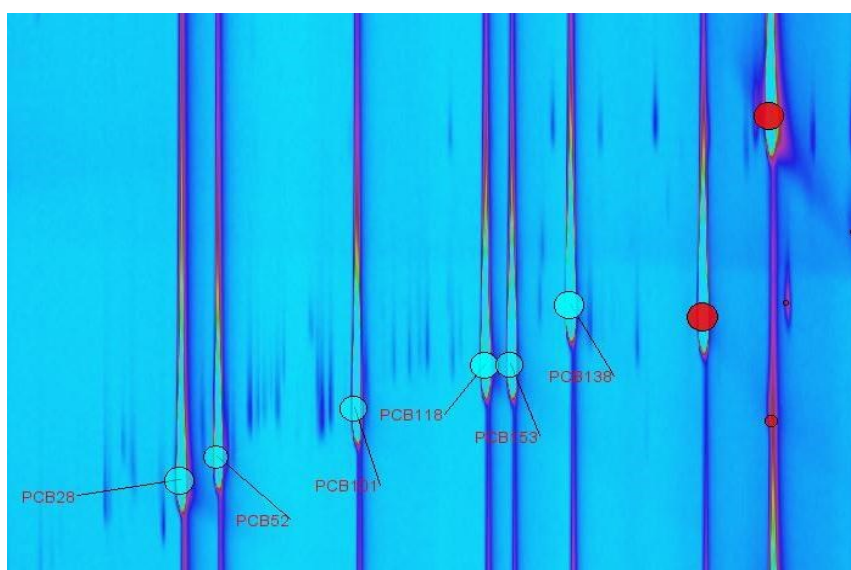
2.1.3.4 Kontaminering

Prøver på ovenfor beskrevne niveau viser minimal kontaminering af ATD-GCxGC – systemet, dvs. afsmitning til efterfølgende prøver er minimal. Ved analyse af primære PCB-kilder ses kontaminering af udstyret.

2.1.4 2D-databehandling

Datamængden fra en GCxGC analyse er meget omfattende. Opstilling af datamatrix for at processerne en analyse er nødvendigt for at kunne sikre, at databehandlingen on-site kan forløbe i et tempo, som er tilpasset kravet om hurtige svar. Der har været begrænset erfaring at trække på i forhold til databehandling ved hjælp af det indkøbte software til 2D-behandling, hvorfor udviklingen har krævet flere ressourcer end forventet.

Data fra programmet kan præsenteres i 3D eller 2D plot (se eksempler i henholdsvis figur 2 og 6) men beregnes tredimensionelt, dvs. retentionstiderne for den primære og den sekundære kolonne anvendes til identifikation og volumenet af den enkelte top anvendes til koncentrationsbestemmelsen.



FIGUR 6 ET 2D- SPEKTRUM AF PRØVE SPIKET MED MIX AF 7 PCB CONGENER

2.1.5 Samlet vurdering af analysemetoden

Ovenstående metodeindkøring blev udført udelukkende på standarderne af PCB. Ud fra ovenstående resultater blev det vurderet, at der var tilstrækkeligt med data, der understøttede, at det var muligt at anvende GCxGC- teknologien til kvantificering af PCB kongener. Der var dog to udfordringer, for det første kunne der forsat observeres warp-around, og for det andet var der behov for, at de to detektorer kun fungerede i hver deres koncentrationsområde.

For at opnå en robust analysemetode er det nødvendigt at undersøge matrixeffekter. Fastlæggelse af analyseparametrene til at adskille PCB-kongener fra baggrundsmatrix er særligt kompliceret ved 2D gaskromatografi, da det er meget svært at forudsige effekten ved de to forskellige kolonner, der anvendes i metoden. Det var derfor nødvendigt at afprøve metoden i felten for at opnå erfaring med udstyret under primitive forhold, herunder om der var behov for justeringer af analysemetode og prøveforberedelse.

2.2 Termisk desorption

Prøvetagning af PCB i luft med efterfølgende termisk desorption, er en dokumenteret samplingsmetodik til måling af PCB i luft og vurderes ligeledes at kunne applikeres til målinger af faste prøver, som støv, murprøver samt byggefuger. Termisk desorption af jordforureningsanalyser for blandt andet PCB er dokumenteret reproducerbare,⁹ og metoden foresimpler prøveforberedelse væsentligt i forhold til den mere klassiske solvent-ekstraktion procedure, hvilket er relevant under feltarbejde.

Til termisk desorption af PCB fra prøvematerialet er afprøvet Markes Micro-Chamber Thermal Extractor M-CTE250.

2.2.1 Termisk desorption ved brug af micro-chamber

Brug af micro-chamber er indledningsvist testet med førnævnte standardopløsning af PCB-congenerer, der på micro-chamber opsamles på ATD og herefter analyseres på den udviklede GCxGC- metode. PCB-congenerer, som er opsamlet på ATD-rørene i micro-chamberet, overføres til GCxGC ved en termisk opvarmning af ATD-rørene i GCxGC, således at PCB-congenerne overføres til GCxGC- analyseudstyret. Der er således tale om to opvarmninger.

For micro-chamberet blev der eksperimenteret med desorption ved forskellige temperaturer i intervallet 100°C, 200°C og 250°C. For hver temperatur blev der testet fire forskellige desorptionstider 10, 15, 20 og 30 minutter. Ud fra disse forsøg kunne det påvises, at en temperatur på 200°C og 10 minutters desorptionstid var tilstrækkeligt til at få desorperet PCB-congenerne.

Desorption i micro-chamber er testet på fugemateriale med kendt indhold af PCB. PCB-indholdet blev bestemt ved laboratoriets akkrediterede metode til "Bestemmelse af PCB i byggematerialer" ved hjælp af GC-MS. Der blev udført analyser af forskellige mængder af fugematerialer og forskellige desorptionstemperaturer, for at fastlægge sammenhængen mellem disse to parametre. Forsøgene viser meget lille forskel i resultaterne ved forskellige mængder. En fortolkning af resultaterne kunne være, at overfladen af prøven har større betydning for desorptionen end prøvemængden under en given temperatur. Der blev derfor eksperimenteret med at findele fugematerialet forud for desorptionstesten for at øge overfaldearealet. Den øgede overflade i prøverne resulterede i højere koncentrationer, og det blev besluttet at se nærmere på neddelingsteknikkens betydning.

Forskellige neddelingsteknikker af fugemassen blev afprøvet. En findeling ved rivning gav størst overflade med lettest håndterbare metode.

Af dette forsøg konkluderes, at der er høj afsmitning fra en høj prøve i micro-chamber systemet og at dette er tidskrævende at oprense. Da fugematerialer kan indeholde meget høje PCB-koncentrationer er det derfor nødvendigt at undersøge alternative desorptionsteknikker til fugemateriale.

2.2.2 Termisk desorption i ATD-rør

Sorptionsmateriale til ATD-rør og den anvendte trap i ATD-systemet er tilsvarende valgt ud fra indledende test af forskellige materialer med baggrund i afdelingens erfaringer hermed. Ved denne fremgangsmåde anbringes materialeprøven direkte i det ATD-rør, der bruges til GCxGC- analysen, hvorved desorptionen sker fra røret og over i TD-apparaturets kuldefælde.

⁹ Robbat *et al.*: Evaluation of a Thermal Desorption Gas Chromatograph/Mass Spectrometer: On-Site Detection of Polyklorinated Biphenyls at a Hazardous Waste Site. - Anal.Chem. 1992, Vol 64. 358-364

Denne metode vil give en åbenlys fordel i form af en hurtig og nem analysemetode. Metoden giver dog også et par mulige ulemper, som skal undersøges nærmere ved denne afprøvning: Det er således muligt, at ATD-rørene bliver meget vanskelige at få rensset efter brug (en udskiftning af rør vil gøre analyseprisen markant dyrere) og der er større risiko for kontaminering af TD-systemet. Endelig giver den ringe prøvemængde en udfordring i forhold til repræsentativ prøvetagning. Der er således behov for at betragte resultaterne fra så lille en prøvemængde med forsigtighed. Det blev dog vurderet, at denne fremgangsmåde ville være interessant, såfremt den kunne lede til en hurtig screeningsmetodik, der kunne tages i anvendelse i felten, hvorfor metoden blev nærmere analyseret.

2.2.2.1 Afsmitning

Den første bekymring var, om det var muligt, at genanvende ATD-rørene, idet der ville ligge fysisk materiale tilbage i rørene, som ville kunne "brænde" fast på indersiden. Dette ville betyde, at der skulle anvendes et nyt rør for hver prøve, hvilket ikke ville være økonomisk rentabelt.

Forskellige materialeprøver blev placeret i ATD-røret sammen omkranset af glasuld, og blev placeret i den direkte desorption i GCxGC-udstyret og analyseret i henhold til den opbyggede metode. Analysematerialet blev fjernet og ATD-røret rensset, og tørret. Herefter blev det tomme ATD-rør placeret i GCxGC-udstyret og der blev foretaget 2 på hinanden følgende analyser af samme rør.

Resultatet viste, at der ikke var problemer med afsmitning fra en prøve via kontaminering af indersiden af ATD-røret til en efterfølgende prøve, så længe at der ikke var direkte kontakt mellem prøvemateriale og indervæggene. Ved analyse af fugeprøver med meget høj koncentration af PCB blev der dog observeret, at hvis fugematerialet ramte indervæggen var der overførsel af materiale, og i nogle tilfælde PCB efter den almindelige rensning. Dermed var iblødlægning nødvendig for at sikre, at ATD-rør kunne genanvendes. Derfor blev der indført en procedure, at det ATD-rør der blev anvendt til fuger, hvor der blev identificeret høje koncentrationer af PCB, ikke kunne genanvendes før en periode med iblødlægning i organisk opløsningsmiddel. For de øvrige materialeprøver var der ingen af disse koncentrationsniveauer, så tilsvarende procedure skulle beskrives.

2.2.2.2 Findeling af fuge

For at sikre en tilstrækkelig overflade til at sikre desorptionen af PCB fra materialet inden for et overskueligt tidsrum, og en direkte desorption i ATD-røret i GCxGC-udstyret, blev der arbejdet med meget lille prøvemængde (der anvendes 10-20 mg prøve pr. analyse). Dette efterlod et behov for at undersøge præcisionen i prøveudtaget, samt at undersøge graden af ekstraktion af prøverne. Disse to sammenhængende undersøgelser blev udført ved at anvende "standard" fugen, og ved at udtage 16 fuge materialeprøver, hvor 8 blev analyseret efter den nye GCxGC- metode med direkte desorption i ATD-røret til GC. De øvrige 8 fugeprøver blev analyseret efter Teknologisk Instituts akkrediterede PCB-analyse. Ved efterfølgende at tage fugeprøverne, der havde været anvendt til GCxGC- analyserne, og efterfølgende analysere dem ved den akkrediterede metode, kunne det vurderes om den direkte desorption var tilstrækkelig til at kunne foretage kvantitative analyser af PCB fra fugestykker.

Da der ikke kunne detekteres PCB ved anvendelse af den akkrediterede metode, vurderes det derfor, at den direkte desorption i ATD-rør var tilstrækkelig som ekstraktionsmetode og derfor en metode, der ville kunne tages i anvendelse i felten.

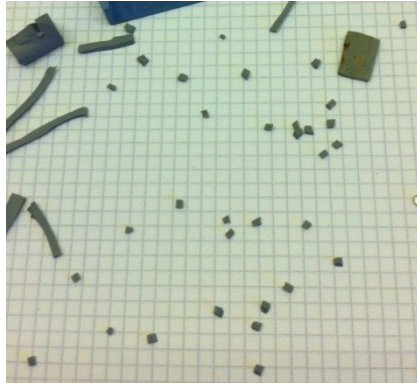


FIGURE 7 FUGESTYKKER TIL SAMMENLIGNING AF METODER

2.2.3 Samlet vurdering af metode til termisk desorption

I første omgang er der blevet arbejdet med prøveforberedelse, hvor fokus har været på, hvorledes den termiske desorption af PCB fra faststofprøver kan optimeres. Her er der blevet arbejdet intensivt med forskellige metoder, der i første omgang involverede brugen af et såkaldt "microchamber", hvor PCB spikede faststofprøverne, som blev varmet op til omkring 250 grader celsius, hvorefter den afdampede PCB blev samlet op på ATD-rør. Denne metode har dog vist sig at have visse udfordringer, bl.a. at PCB ophobes i "microchamber" systemet i cold-spot, hvilket resulterede i falsk positive resultater. Der er derfor blevet udviklet en metode, hvor PCB-holdig faststofprøve overføres direkte til et ATD-rør og termisk desorperes direkte i gas kromatografen. Dette har vist sig at være den mest effektive metode, og også den metode der er lettest anvendelig i felten.

2.3 Identificering af PCB-congener

Gruppen af PCB består af over 200 forskellige PCB-congener, der efter fremstillingsmetode opdeles i 3 grupper, der afspejler en gennemsnitlig kloreringsgrad af biphenylet. Der er identificeret 7 PCB-congener, som alle er identificeret i de tidligere kommercielle tilgængelige PCB-produkter, og derfor anvendt som repræsentanter for kvantificering af PCB indhold i de analyserede matrix.

2.3.1 Identificering af PCB ved hjælp af databehandling

I fugemateriale med primære PCB-kilder findes en blanding af mange forskellige PCB congener, hvilket vanskeliggør at skelne de enkelte congener fra hinanden.

Den udviklede databehandlingsmetode kunne identificere de 7 PCB-congener, og dette blev testet ved at analysere fuger med kendt PCB-indhold. Nedenstående figur er et eksempel på databehandling fra en af disse analyser.

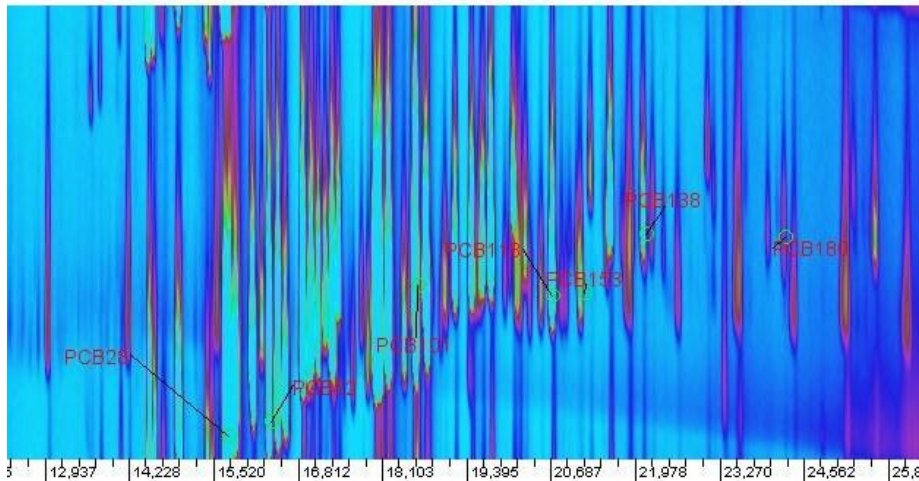


FIGURE 8 2D SPEKTRUM AF FUGE INDEHOLDENDE PCB

Resultatet af databehandlinger vises i form af en matching report, som giver en procentvis beskrivelse af sammenfaldet mellem en standard og de målte resultater. Matching report er vist i nedenstående tabel.

TABLE 5 ELEKTRONISK MATCHING REPORT

Matching Summary	
Number of template peaks	7
Number of matched peaks	7
Percent of matched peaks	100%

Det ses således, at metoden er i stand til at identificere alle de 7 kongener i en fuge.

2.3.2 Klorparaffiner

Klorerede paraffiner har primært været benyttet som additiv i maling, i plastmaterialer (kabler), samt i fugematerialer. De klorerede paraffiner erstattede PCB i fugematerialer i 1977, da PCB blev forbudt, og blev brugt frem til 2001. Det er derfor sandsynligt, at en del af det byggemateriale, der undersøges, indeholder klorparaffiner, hvorfor det er vigtigt, at metoden kan skelne mellem PCB og klorparaffiner.

Klorparaffiner har derfor været inddraget i valg af kolonner og indkøring af metode. Ved test af metodens egnethed til at skelne mellem PCB og klorparaffiner er der analyseret en klorparaffin-blanding. Det er visuelt svært ud fra et kromatogram at skelne mellem PCB og klorparaffiner. Ved anvendelse af matching report i databehandlingsprogrammet er det muligt at skelne mellem PCB og klorparaffiner. Ved eksempelvis analyse af en klorparaffin-blanding, ses i nedenstående skema, at der ikke findes et match med de 7 PCB- kongener, der anvendes til kvantificering.

TABLE 6 ELEKTRONISK MATCHING REPORT FOR BLANDING AF KLORPARAFFINER

Matching Summary	
Number of template peaks	7
Number of matched peaks	0
Percent of matched peaks	0.0%

2.4

Konklusion

Indledningsvis blev der arbejdet på at sikre, at klorparaffinerne ikke co-eluerede med PCB'erne og derved gav falsk positive eller forhøjede resultater. Ved at arbejde yderligere med metoden lykkedes det at sikre, at der ikke var co-eluering, men der blev ikke arbejdet med den kvantitative side af metoden i forhold til klorparaffinerne. Der blev ligeledes i starten af perioden arbejdet på at sikre, at den nye ekstraktionsproceduretilgang overføres direkte af prøvematerialet til et ATD-rør og termisk desorberes direkte i gaskromatografen. Resultaterne fra disse undersøgelser understøttede anvendelse af direkte termisk desorption som en metode, der kunne anvendes ved feltanalyser.

3. Feltanalysebil

I etape 3 bliver Teknologisk Instituts feltanalysebil ombygget således, at krav fra on-site analyse udstyret kunne imødekommes, samt at arbejdspladsen overholdt arbejdsmiljøloven.

3.1 Overordnede forhold i indretning af feltanalyse bil

Formålet med opbygningen af bilen var at få en mobil arbejdsplads, der kan tilbyde både sikker transport af udstyr og en funktionel arbejdsplads, hvor teknikerne kan tilgå analyseudstyret, samt arbejde med kemisk prøvetagning og forbehandling under sikre forhold.

Under transport skal udstyr kunne spændes solidt fast. Trykflasker skal stå fasttøjret og alle løse dele opbevares i et reolsystem med høje kanter. Under analysearbejdet skal der være bordplads til prøveforberedelse og her skal bilen være bygget op således, at alt er inden for rækkevidde.

I appendiks 1 ses de tekniske tegninger, der lå til grund for ombygningen af feltbilen.

3.2 Sikkerhedsmæssig forhold ved feltarbejde

I forbindelse med ombygningen af feltbilen og i forbindelse med analysearbejdet i felten, er der andre forhold end i et etableret laboratorium. De mere primitive forhold bevirker, at der skal tænkes på sikkerhed, hvor tilgangen er anderledes end i etablerede laboratoriefaciliteter, og visse håndteringer ikke er muligt. Særligt arbejdet med organiske opløsningsmidler er problematisk. I den følgende tekst vil de vigtigste områder blive nævnt og valg af håndteringsmåder beskrevet.

3.2.1 Trykflasker

Det er vigtigt med en forsvarlig transport og brug af trykflasker. Der blev konstrueret en holder med plads til de fire trykflasker, der låses fast i gulvet så de ikke vælter. I figur ww ses trykflaskerne, hvor den fastmonterede holder går cirka 15 centimeter op om flaskerne. Der er ligeledes placeret en støtte i midten, der når $\frac{3}{4}$ del op af flaskerne. Flaskerne er herefter fikseret med et spændebånd, så de er fastspændt, men de kan hurtigt løsnes i tilfælde af behovet for hurtig evakuering af trykbeholderne fra deres plads i bilen. Som ekstra sikring, var der i forbindelse med transport aldrig monteret ventiler på trykflaskerne, og disse blev først påmonteret ved ankomst på målestedet.

3.2.2 Uønskede emissioner til kabinen

Ved analysearbejdet med analyseudstyret afgives der flygtige forbindelser ved opvarmning af ATD-røret fra detektoren. Disse emissioner fjernes fra kabinen vha. punktsug, som er placeret over afkastet. Dermed reduceres emissionerne i kabinen mest muligt.

Det var ikke muligt at installere stikskabe til håndtering af organiske opløsningsmidler og andre potentielle skadelige i forbindelse med prøve- og standardforberedelser. Det betød, at alle standarder og kontrolmaterialer skulle forberedes på laboratoriet. Standarderne blev medbragt til feltanalyserne i 1 ml GC-vial, og tilsætning af intern

standard til prøverne foregik ved hjælp af sprøjter, således at beholderne ikke blev åbnet.



FIGURE 9 OPBYGNING AF INDRETNINGEN OG PLACERING AF ANALYSEUDSTYRET

3.2.3 Skridsikring

For bordplader og hylder blev der sikret kanter således, at udstyret ikke i forbindelse med transport kan skride ud over kanterne. For bordplanen blev der udarbejdet en forkant der i forbindelse med transporten låste instrumenterne fast, således at de ikke kunne skride ved transporten, men ved analysestedet er det muligt at fjerne forkanterne således, at der er fuld tilgængelighed af instrument i drift mode. Modsat analyseudstyret placeres et reolsystem til opbevaring af øvrige løsdele, der anvendes ved analysearbejdet.

3.3 Konklusioner

Selve ombygningen af bilen og de fysiske rammer i analysefelt bilen blev foretaget uden problemer. Erfaringerne ved at bringe et avanceret analyseudstyr ud i felten, er beskrevet i detaljer i kapitel 4.

4. PCB on-site måling

Som en del af etape 3 blev der udført målinger on-site med feltbilen. Dette var en iterativ proces, hvor der blev vekslet mellem målinger i feltbilen og laboratoriemålinger for at tilpasse analysemetode, indretning af feltbil og neddeling af prøvematerialer.

4.1 On-site lokaliteter

Der blev i projektperioden foretaget on-site analysemålinger på 4 lokaliteter, hvor målekampagnerne var af forskellig længde.

Indledningsvis blev de første målinger udført i omegnen af Aarhus, og foretaget på standarder for at sikre, at det var muligt at opnå samme resultater som i laboratoriet. Dette forløb tilfredsstillende. Opstilling af udstyr i feltbilen var ikke behæftet med problemer, og kunne fortages i løbet af 2 timer.

Analysekonceptet blev afprøvet i februar 2013 ved Nordgårdskolen i Aarhus, hvor der ved forundersøgelse foretaget af DMR var blevet identificeret PCB i flere af bygningsmaterialerne. Første besøg resulterede i at transferliner mellem ATD-systemet og gaskromatografen knækkede, og dermed måtte afprøvningen aflyses.

Ved efterfølgende besøg ved Nordgårdskolen blev analysekonceptet testet og det var muligt at foretage analyser af de indsamlede prøver fra skolen on-site.

I forbindelse med en rådgivningsopgave for Region Syddanmark vedrørende screening af regionens ejendomme for PCB, blev analysebilen inkluderet i arbejdet. For udvalgte bygninger var der påvist forhøjet indhold af PCB, som efterfølgende skulle have gennemgået en kildeporing. Parallelt til de traditionelle analyser deltog analysebilen til kildeporingen on-site. Der blev foretaget længerevarende målekampagner i forbindelse med kildeporingen på både Odense og Esbjerg sygehus.

4.2 On-site analyseresultater

Resultaterne fra feltarbejdet ved Nordgårdskolen viste, at det ikke var muligt udelukkende at arbejde med én metode på grund af store forskelle i PCB indholdet fra det indsamlede materiale. Der var behov for, at både μ ECD og FID blev anvendt til analyse af prøverne, idet μ ECD anvendes ved lav koncentration, mens FID anvendes ved høj koncentration.

De kemiske analyser i felten på de indsamlede materialer, blev efterfølgende kontrolleret ved akkrediterede analyser i laboratoriet. Sammenligningen af disse resultater viste overensstemmelse mellem nogle af analyseresultaterne, mens der for resten var en stor forskel. On-site målingerne viser, at der er udfordringer med at måle korrekt i meget lave koncentrationsområder og for meget høje koncentrationer, som der findes i eksempelvis fuger.

De høje koncentrationer udgør et særligt problem, da on-site prøveforberedelsesmetoden ikke giver mulighed for at fortynde prøver med højt PCB indhold, da analysekonceptet ikke gør det muligt at anvende organiske

opløsningsmidler. Ved analyser af prøver med højt PCB-indhold blev der konstateret afsmitning til de efterfølgende prøver. Dette bevirkede, at der flere gange opstod situationer, hvor genstart af systemet inkl. rengøring og kalibrering var nødvendig, svarende til et tidsforbrug på 1-4 timer. Konsekvensen var derfor længere leveringstid af analyseresultater.

Ved on-site målingerne blev der i støvprøver påvist lavt indhold af PCB, men dette kunne ikke bekræftes ved de akkrediterede analyseresultater, idet der ikke blev fundet PCB i prøverne. Dette understøtter argumentet for at både lave og høje koncentrationer af PCB er problematisk at måle ved det anvendte on-site analysekoncept.

Ligeledes resulterer krav om adskillelse af klorparaffiner fra PCB, at den samlede analysetid pr. prøve ikke kunne komme under 45 minutter. Derudover skal analyseudstyret injiceres for at nå tilbage til udgangstilstanden før næste prøve. Dette bevirkede, at den samlede analysetid var oppe på omkring 1 time.

4.2.1 Erfaringer med on-site udstyr

Som det tidligere er beskrevet knækkede transfer-lineren i forbindelse med transport til Nordgårdskolen. Dette betød, at denne del skulle afmonteres i forbindelse med transporten, og monteres når man kom frem til analysestedet. Dette var det eneste problem med udstyret i forbindelse med transporten.

GCxGC fungerede stabilt under alle målekamperne, og omstillingen fra μ ECD til FID og omvendt var enkelt at udføre. Der blev dog observeret flere problemer med ATD, da denne ofte var ustabil ved opstart og ved enkelte prøver. Det var ikke muligt at identificere årsagen til dette, men det gav manglende robusthed i forbindelse med analyserne i felten.

Den omfangsrige databehandling var så tidskrævende, at det var nødvendige at én person var afsat til databehandlingen, mens én person varetog det øvrige arbejde, eksempelvis prøveforberedelserne og den generelle metodeopstart. Hvis der udelukkende var en persons bemanning ville det ikke være muligt løbende at levere analyseresultater, som kunne understøtte en bygningssagkyndig i udredningen af en PCB- screeningsopgave.

Vægten viste sig at være meget følsom for mindre bevægelser. Selv mindre vibrationer i bilen, fremkommet fra personalet i bilen eller ved mindre vindstød, påvirkede vægten. Dette blev yderligere udfordret ved, at de prøvemængder, der skulle afvejes, var små. I bilens indretning var der ikke taget højde for tilstrækkelig bordplads til, at der kunne arbejdes ved vægten. Dette betød, at når det vejrligt var muligt, blev vægten taget ud af bilen og placeret på asfalten for at sikre afvejningen bedst muligt. Dette problem var ikke afklaret ved projektets afslutning.

4.3 Sekundær kontaminering af betonprøver

For at undersøge hvordan beton, der er sekundært kontamineret, skal udtages, blev der udtaget to betonklodser fra Nordgårdskolen.



FIGURE 10 PRØVETAGNING AF BETONKLODS PÅ NORDGÅRDSKOLEN

Betonklodserne blev bragt tilbage til laboratoriet og opdelt ved brug af et vandafkølet diamantbor. Den øverste del var fra 1 til 5 centimeter nede i betonen, mens den nederste del var fra 5 til 10 centimeter. Der blev foretaget akkrediterede PCB-analyser ved GC-MS, og resultaterne ses af nedenstående tabel.

TABEL 7 RESULTAT AF PCB- ANALYSE AF LAGDELTE BETONPRØVER

	Total PCB [mg/kg]
1.Betonprøve 1-5 cm	0,55
1.Betonprøve 5 -10 cm	N.D.
2.Betonprøve 1-5 cm	0,90
2.Betonprøve 5-10 cm	0,20

Det ses at migrationen af PCB falder i takt med afstanden til overfladen. Denne neddeling er dog ikke umiddelbar mulig at udføre i felten. Resultaterne understreger vigtigheden af, at prøveudtageren, særligt ved sekundær kontamineret materiale, er opmærksom på, i hvilken dybde der udtages til kemiske analyser, da koncentrationen er størst i de yderste lag af materialet. Ligeledes skal analyselaboratoriet være opmærksom på at beskrive, hvordan delprøver til analyser er udtaget.

4.4 Konklusion

GCxGC er som teknologi et meget stærkt analyseudstyr, der finder anvendelse i forbindelse med analyser af komplicerede prøver indeholdende lave koncentrationer. En udfordring ved den valgte teknologi til screeninger af PCB i byggematerialer viste sig at være de store forskelle i PCB koncentrationerne i prøverne. Dette medførte kontaminering af systemet, som bevirkede at leveringstiderne blev længere for resultaterne, grundet tidskrævende rensning af systemet. En anden udfordring var, at usikkerheden i analyseresultaterne sammenlignet med de sammenhørende akkrediterede PCB-analyser var for stor og detektionsgrænsen var for høj.

Analysetiden var pr. prøve 1 time. Det bevirker, at udstyret i løbet af en arbejdsdag maksimalt kunne analysere 8-10 prøver, hvilket svarer til ca. 1/3-1/5 af behovet ved en alm. screeningsundersøgelse. Det er således i projektperioden konstateret, at udstyret har for lille kapacitet med den opnåede metode.

Analysekonceptet var mindre robust end forventet. Stød og flytninger krævede gentagende kalibrering og genstart. Metoden og udstyret er reelt ikke "mobilt" inden for den enkelte lokalitet, og betinger ekstraordinær hensyntagen under transport og drift.

Prøverne skal således transporteres fra udtagningsstedet til apparaturets centrale placering og opstilling på lokaliteten. Dette begrænser den normale arbejdsgang og det flow, hvormed prøvetagningen normalt foregår, medmindre der udpeges en person til udelukkende at bringe prøverne fra prøvetageren til analysebilen. Det sidste er en klar omkostningsforøgelse sammenlignet med tilsvarende konventionelle undersøgelser.

Udviklingen af PCB-analyser er fra ansøgningstidspunkt til nuværende tidspunkt, gået fra at have leveringstider fra 3 til 7 dage til at være 2 dage grundet en skærpet konkurrence med flere leverandører af denne form for analyser. Ligeledes er analysepriserne faldet til omkring halvdelen af prissætningen ved ansøgningstidspunktet. Konsekvensen af dette er, at det eksisterende behov for en on-site analyse af PCB-screening i bygninger ikke længere har samme relevans. En bygningsrådgiver kan i løbet af 4 timer udtage de materialeprøver, der er behov for og samme dag sende prøvetagningerne til et analyselaboratorium og forvente svar indenfor 2 døgn. Med behovet for en specialuddannet kemiker til fortolkning af analyse-resultaterne vil dette betyde, at kostprisen for on-site analyser ikke vil kunne konkurrere med PCB-analyser som de ser ud med de nuværende markedspriser.

5. Formidling

I forbindelse med opstart af projektet var der stor interesse fra offentligheden for konceptet, hvilket ses på antallet af omtaler i de danske medier og ved forespørgsler om foredrag ved konferencer;

- <http://ekstrabladet.dk/Haandvaerkeren/article1710501.ece>
- <http://ing.dk/artikel/126428-ny-test-skal-spede-pcb-jagten-op>
- http://www.byggeri.dk/nyheder/view_news_Ue.asp?id=59123
- <http://www.ue.dk/nyhedsarkiv/59123.aspx>
- <http://www.byggeteknik.dk/artikel?id=2185>
- <http://ekstern.videnskab.dk/kort-nyt/jagten-pa-pcb-gar-ind>
- <http://www.building-supply.dk/article/view/76990/pcb-jagten-gar-ind-nu-udvikles-ny-onsite-screeningstest?ref=newsletter&nls=h47puysa>
- <http://www.byggeplads.dk/nyhed/2012/02/pcb/screeningstest-pcb-under-udvikling>
- <http://www.byggecentrum.dk/bygnet-nyhederne/nyhed/article/slut-med-at-ventetid-paa-pcb-svar/>
- <http://www.idag.dk/artikel/VisArtikel.aspx?SiteID=MT&Lopenr=120217002>
- <http://www.jernindustri.dk/artikel/VisArtikel.aspx?SiteID=MT&Lopenr=120217002>
- <http://www.nyhedsinformation.dk/artikel/VisArtikel.aspx?SiteID=MT&Lopenr=120217002>
- <http://www.motormagasinet.dk/artikel/VisArtikel.aspx?SiteID=MT&Lopenr=120217002>
- <http://www.spektrumonline.dk/artikel/VisArtikel.aspx?SiteID=MT&Lopenr=120217002>
- <http://www.mestertidende.dk/artikel/VisArtikel.aspx?SiteID=MT&Lopenr=120217002>
- <http://www.dr.dk/P4/Aarhus/Nyheder/Aarhus/2012/04/11/074307.htm®ional>

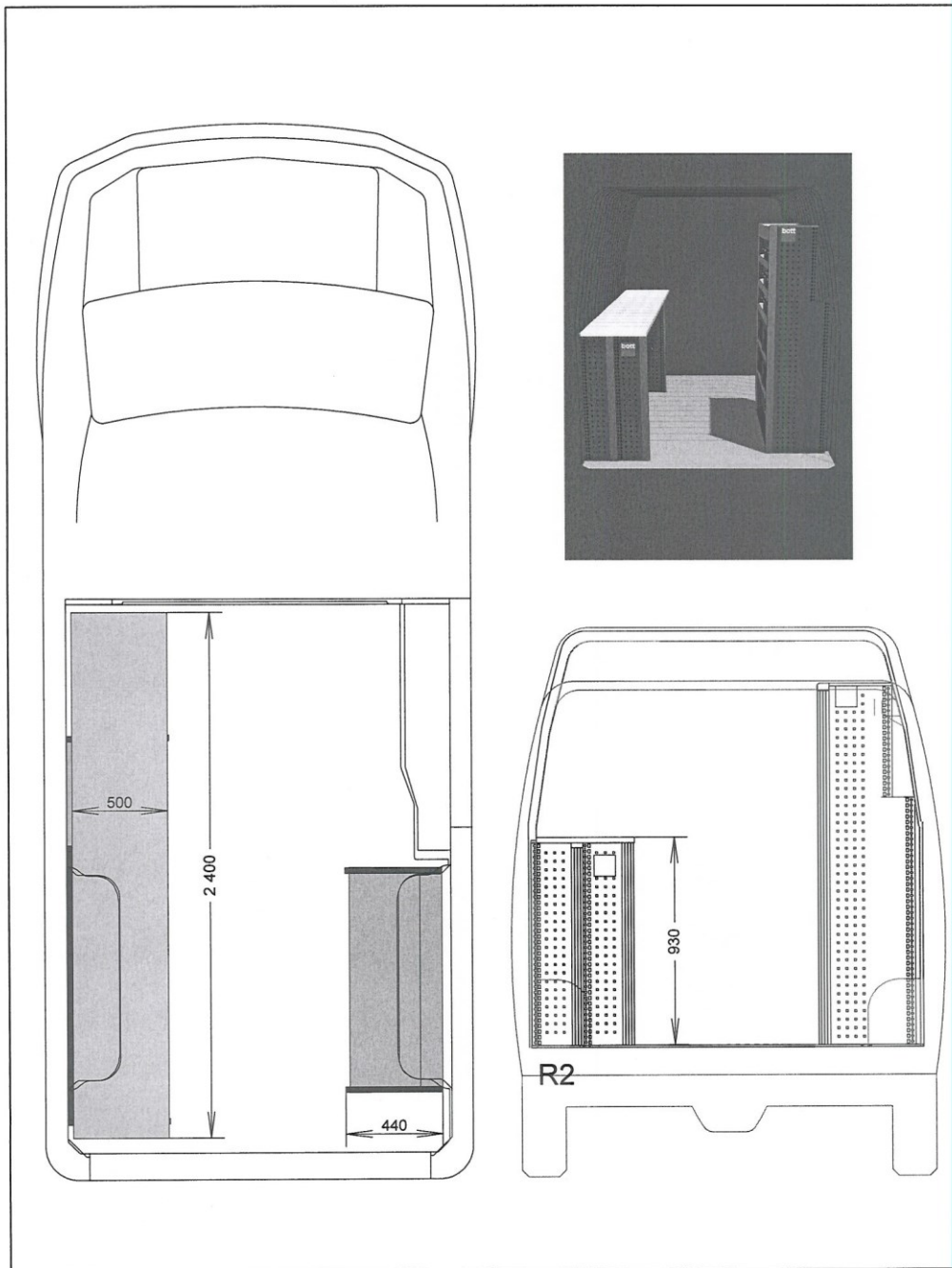
Der var i forbindelse med projektet påtænkt at udarbejde en manual for analysekonceptet, såfremt dette viste sig at være et anvendeligt koncept. Efter feltmålingerne var det dog tydeligt, at dette ikke ville være en mulighed, da det valgte koncept var for avanceret til at bringe i felten.

Referencer

UNDER OPDATERING

1. Mascalu AM et al, *Anal. Bioanal Chem*, (2011) 401: 2403-2413
2. Haglund P. et al, *Anal. Bioanal Chem*, (2008) 390: 1815-1827
3. LECO ETC, The applications book, Analysis of kloroparaffins, (2010) 7-8
4. de Geus HJ, Det. of Toxaohene and Other Halogenated Environmental Contaminants using Heart-cut and Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography (2002) Vrije Universitet
5. Korytár P, Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography with Selective Detection for the Trace Analysis of Organohalogenated Contaminants (2006) Vrije Universitet
6. Vejledning for måling af PCB i indeklimaet. Erhvervs- og Byggestyrelsen. 1 udgave 2010
7. Bellantoni D et al, *Conneticut Lawyer*, PCB in Building Materials, April 2010: 18-22
8. Osemwengie LI et al, *Chrom Res Int* (2011) Article ID 675920
9. Risoul V et al, *Waste Manenegement* 22 (2002) 61-72
10. Wilkins K et al, *Environ Sci & Pollut Res* 9 (2002) 3: 166-168
11. D'Archivio AA et al, *Anal. Bioanal Chem*, (2011) 399: 903-913
12. Rudel RA, *Env. Health*, (2008) 7:2
13. HOH E, *Env Sci Technol* (2009) 43: 3240-3247

Bilag 1: Teknisk tegning af analysefeltbil



Skala:
Tegningsnummer:
Dato:

1:22
70330MB1K/tp
01-08-2012

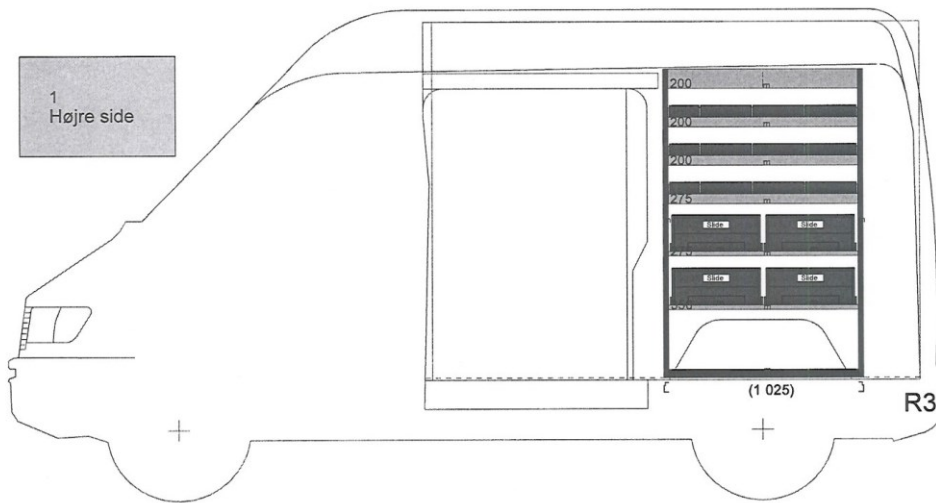
Tove Pedersen
Tlf. 64414418
Fax. 64414415

bott-danmark a/s
Mandal Allé 2
5500 Middelfart



Tegningsnummer: 3 / 3
2.80

tove.pedersen@bott.dk



Skala:
Tegningsnummer:
Dato:

1:27
70330MB1K/tp
01-08-2012

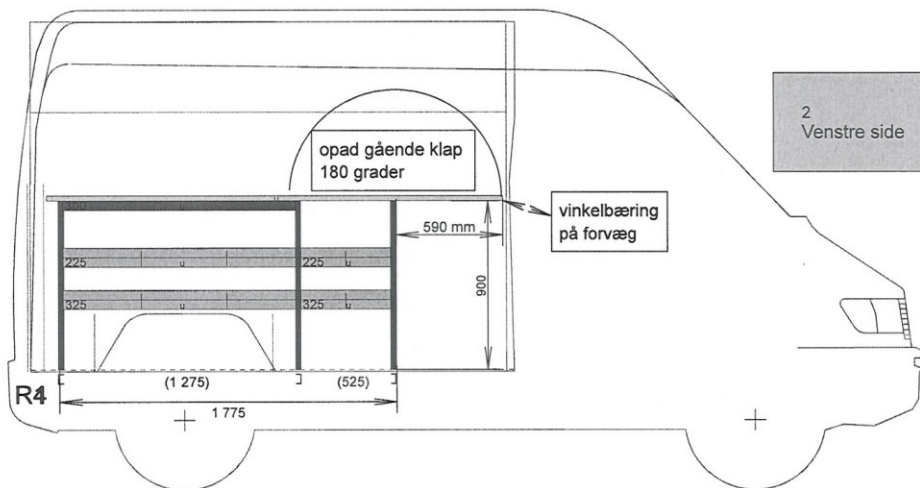
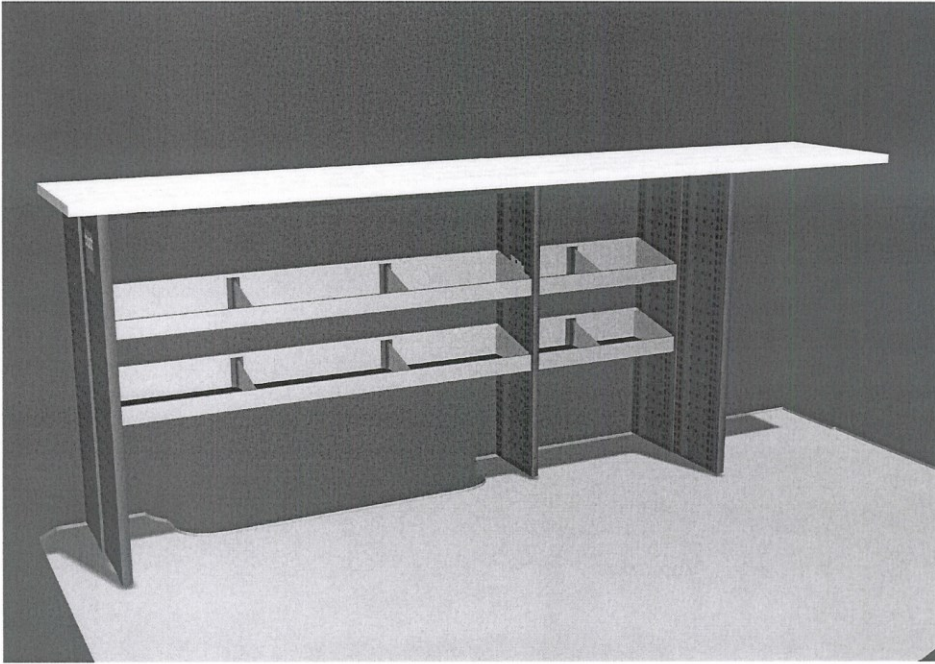
Tove Pedersen
Tlf. 64414418
Fax. 64414415

bott-danmark a/s
Mandal Allé 2
5500 Middelfart



Tegningsnummer: 1 / 3
2.80

tove.pedersen@bott.dk



Skala:
Tegningsnummer:
Dato:

1:27
70330MB1K/tp
01-08-2012

Tove Pedersen
Tlf. 64414418
Fax. 64414415

bott-danmark a/s
Mandal Allé 2
5500 Middelfart

bott

Tegningsnummer: 2 / 3
2.80

tove.pedersen@bott.dk

Mobilt miljølaboratorium til on-site PCB- analyser

On-site analysekoncept til bestemmelse af indhold af PCB i byggematerialer. Ved ansøgningstidspunkt blev den aktuelle tilgang af PCB analyser opfattet af rådgiver og entreprenører som tidskrævende og kostbar. Ved at anvende nyeste teknologi i form af GC*GC kromatografi koblet med termisk desorption, blev et nyt analysekoncept udviklet og afprøvet. Koncept blev overført til en mobilenhed, hvor ombygning af mobil feltbil var inkluderet i projektet. Analysekonceptet blev afprøvet under virkelige forhold på flere lokaliteter. Analysekonceptet blev udfordret af flere forhold, herunder kompleksiteten af det valgte analysekoncept, og overførsel til en mobil enhed. Markedsforhold for PCB analyser har gennem projektperioden ændret sig mod øget konkurrence og lavere prissætning, hvilket, sammenholdt med analysekonceptet, resulterede i at on-site analysekonceptet ikke har den forventede anvendelse.



Miljøstyrelsen
Haraldsgade 53
2100 København Ø

www.mst.dk