

Laktest för ickeflyktiga organiska föroreningar

– Utvärdering och rekommendationer

Anja Enell
Kristian Hemström
Eva Narbrink
Lennart Larsson
David Bendz



STATENS GEOTEKNISKA INSTITUT
SWEDISH GEOTECHNICAL INSTITUTE

Varia **595**

**Laktest för ickeflyktiga
organiska föroreningar**
– Utvärdering och rekommendationer

Anja Enell
Kristian Hemström
Eva Narbrink
Lennart Larsson
David Bendz

Varia	Statens geotekniska institut (SGI) 581 93 Linköping
Beställning	SGI – Informationstjänsten Tel: 013–20 18 04 Fax: 013–20 19 09 E-post: info@swedgeo.se Internet: www.swedgeo.se
ISSN	1100-6692
ISRN	SGI-VARIA--09/595--SE
Dnr SGI	1-0405-0380
Proj.nr SGI	12080

FÖRORD

I denna rapport redovisas det arbete som bedrivits av Statens geotekniska institut, (SGI), från oktober 2006 till december 2007, inom uppdraget ”Organiska lakningar”. Projektets syfte har varit att utvärdera en metod för lakning av icke-flyktiga organiska ämnen. Den valda metoden är utvecklad i Danmark, av DTU, och syftar till att bestämma lakbara jämviktshalter. Projektet har huvudsakligen inriktat sig på att undersöka och utvärdera (i) metodens repeterbarhet (ii) metodens jämviktsantagande och (iii) i vilken utsträckning adsorptionen av organiska ämnen till lakutrustningen kan påverka resultaten. I arbetsgruppen har Anja Enell (uppdragsledare), Eva Narbrink, Kristian Hemström och Lennart Larsson ingått.

Inom projektet har några delstudier utförts i samverkan med andra samarbetspartners. En del av projektet genomfördes som ett examensarbete i samarbete med Jan Åke Jönsson på avdelningen för Analytisk kemi vid Lunds universitet och Ylva Persson på Kemiska Institutionen vid Umeå universitet, (UmU). Examensarbetet utfördes av Kristian Hemström, som jag särskilt vill tacka för en utmärkt och engagerad arbetsinsats. Kristian har även verkat som medförfattare till föreliggande rapport. Samarbete har även ägt rum med ett av Naturvårdsverkets projekt inom Hållbar Sanering; ”Metoder för uppskattning av lakning och spridning av föroreningar från förorenade områden – Tillämpning och utvärdering i fallstudie”. Jag skulle vilja tacka samtliga inom denna arbetsgrupp men framför allt Ebba Wadstein, SGI, och Mark Elert, Kemakta, för värdefulla synpunkter och kommentarer.

Föreliggande rapport har sammanställts av undertecknad och sammanfattar resultat och slutsatser från samtliga delstudier. Rapporten har kvalitetsgranskats av David Bendz.

Malmö i augusti 2008

Anja Enell

Innehållsförteckning

SAMMANFATTNING	7
1 INLEDNING	8
1.1 BAKGRUND	8
1.2 SYFTE	10
2 MATERIAL OCH METODER	11
2.1 ER-H-METODEN	11
2.1.1 Metodbeskrivning	11
2.2 MATERIAL	13
2.2.1 Ringsted	13
2.2.2 Grimstorp	13
2.2.3 Åsbro	13
2.2.4 Luleå	14
2.3 ANALYSMETODER	16
2.3.1 Jordanalyser	16
2.3.2 Totala halten organiskt kol, TOC	16
2.3.3 Vattenanalyser	16
2.3.4 Konservativt spårämnesförsök	17
2.3.5 Adsorption till lakutrustningen	18
2.3.6 Adsorption till olika material	18
2.3.7 Adsorption av CP, PCDE och PCDD/F till filter	19
3 UTFÖRANDE	20
3.1 TILLÄMPNING AV METODEN PÅ PAH-FÖRORENAD JORD	20
3.1.1 Verifikation av metoden och dess repeterbarhet	20
3.1.2 Jämviktstest	21
3.2 TILLÄMPNING AV METODEN PÅ KLORFENOLFÖRORENAD JORD	21
3.2.1 Repeterbarhets- och jämviktstest	21
3.2.2 Robusthetstest	21
3.2.3 Fraktionering av lakvatten	21
3.3 FÖRLUSTKONTROLL	22
3.3.1 Adsorptionsförluster till utrustningen	22
3.3.2 Adsorptionsförluster till olika material	22
4 RESULTAT	23
4.1 LAKNINGSFÖRSÖK PÅ PAH-FÖRORENAD JORD	23
4.1.1 Ringsted	23
4.1.2 Grimstorp	27
4.1.3 Åsbro	30
4.2 LAKNINGSFÖRSÖK PÅ KLORFENOL-FÖRORENAD JORD	31
4.2.1 Utlakade CP-halter	32
4.2.2 Utlakade PCDE-halter	33
4.2.3 Utlakade PCDF-halter	35
4.2.4 Utlakade PCDD-halter	36
4.2.5 Fördelning av utlakade CP, PCDE, PCDF och PCDD mellan partikelfraktioner och vätskefas i lakvattnet	38
4.2.6 Fysikaliska och kemiska parametrar från CP-försöken	39
4.2.7 Genombrottskurvor från CP-försöken	40
4.3 ADSORPTIONSFÖRLUSTER	41
4.3.1 Adsorption av PAH till lakutrustningen	41
4.3.2 Adsorption av PAH till olika material	44
4.3.3 Adsorption av klorerade ämnen till filter, glasflaska och lakutrustning	49
5 DISKUSSION	50
5.1 UTFÖRANDE AV METODENS REPETERBARHET	50
5.1.1 Lakning av PAH-förorenade jordar	50
5.1.2 Lakning av klorfenolförorenad jord	51

5.2	UTVÄRDERING AV METODENS ROBUSTHET	53
5.3	FÖRDELNINGEN MELLAN PARTIKULÄR FAS OCH VERKLIGT LÖST FAS I LAKVATTNET	55
5.4	KONTROLL AV JÄMVIKT	56
5.4.1	PAH-förorenad jord	56
5.4.2	Klorfenol-förorenad jord	58
5.4.3	Utlakning av DOC	60
5.5	UTVÄRDERING AV FÖRLUSTER	60
5.5.1	Adsorptionsförluster till lakustrutningen	60
5.5.2	Adsorptionsförluster till olika material	61
5.5.3	Eventuella övriga förluster	65
6	SLUTSATSER	66
7	REKOMMENDATIONER	67
8	REFERENSER	69

SAMMANFATTNING

Målsättningen med studien har varit att utvärdera en metod som kan användas för att uppskatta lakning av icke-flyktiga organiska ämnen. Den metod som valts för utvärdering kallas för ER-H-metoden, där ER-H står för chemical *Equilibrium Recirculation column test* for *Hydrophobic organic compounds*. Metoden är ett perkolationstest med återcirkulation, utformat för att uppskatta jämviktsfördelningen av icke-flyktiga organiska föreningar mellan en fast fas (t ex. jord) och en flytande fas (t ex. vatten).

Specifika målsättningar med projektet har varit att i) verifiera metodens repeterbarhet med avseende på utlakning av polycykliska aromatiska kolväten (PAH), ii) implementera metoden på en klorfenolförorenad jord för att studera metodens tillämpbarhet för såväl relativt vattenlösliga som mycket mer hydrofoba organiska föroreningar, iii) utvärdera metodens känslighet (robusthet) för förändring i flödes hastighet, iv) utvärdera om en återcirkulationstid på sju dygn är tillräcklig för att uppnå kemisk jämvikt samt v) utvärdera i vilken utsträckning adsorption av organiska ämnen till lakutrustningen kan påverka resultaten. Metoden har tillämpats på jordprover från fyra olika förorenade områden. De ämnesgrupper som undersökts är PAH, klorfenoler (CP), klorerade fenoxifyenoler (PCPP), klorerade difenyletrar (PCDE), klorerade dibensofuraner (PCDF) samt klorerade dibenso-p-dioxiner (PCDD).

Resultaten visade att metoden i de flesta fall hade en tillfredställande repeterbarhet för bestämning av lakbarhet av PAH och CP. Däremot var repeterbarheten låg då metoden tillämpades för utlakning av PCDE, PCDF och PCDD. En slutsats är att utlakningen av starkt hydrofoba organiska ämnen påverkas kraftigt av föroreningsheterogeniteten i jorden och kan bero av vilka partiklar som mobiliseras i laktestet, eftersom dessa ämnen transporteras huvudsakligen bundna till partiklar. Resultaten visade också att lakning av finkornigt material eller avsteg från metodbeskrivningen kan ge upphov till försämrad repeterbarhet. Vidare visade sig metoden vara robust mot en ökning av flödet (flödet ökas med 50%); inga skillnader i fysikaliska och kemiska parametrar, förändringar i flödesregim, skillnader i utlakade halter eller förändringar i den partikulära transporten av föroreningarna föreföll vara orsakade av förändringen i flödet.

Tester med förlängd återcirkulation av lakvätskan (3 veckor jämfört med 7 dygn) visade att sju dygn kan vara tillräckligt för att nå en acceptabel grad av jämviktsinställande av PAH och CP, mellan den fasta fasen och lakvattnet. Testerna gav dock inte ett entydigt resultat och därför rekommenderas att fler material undersöks med en förlängd återcirkulationstid, samt karaktäriseras, så att en databas över olika material och föroreningssituationer kan byggas upp i framtiden.

Adsorptionstester (utförda med PAH) till olika material (glas, teflon och rostfritt stål) visade att lakutrustningen helst ska vara utförd i glas; förlusterna till glas var 2–41 % i jämförelse med 2–64 % till teflon och 11–67 % till rostfritt stål. Baserat på resultat från adsorptionstester, utförda på lakutrustning uppförd i glas, uppskattades förlusterna till utrustningens väggar vara 2–41 % för PAH och 39–63 % för PCDD/F. Från resultaten drogs även slutsatsen att lågmolekylära PAH och CP inte har samma benägenhet som mer hydrofoba ämnen att adsorbera till utrustningens väggar.

1 INLEDNING

Utlakade halter av organiska ämnen, från förorenade fasta material, kan i flera olika sammanhang utgöra miljö- och hälsorisker. Vid t ex. riskbedömning av förorenad mark, deponering av avfall, eller vid återanvändande av avfallsklassificerat material, (förorenad jord eller restprodukter), är det viktigt att korrekt uppskatta dessa risker. Konventionell riskbedömning av organiska ämnen baseras ofta på totalhalten av ämnet i det förorenade materialet. Likväl har ett stort antal studier visat att för både organiska och oorganiska ämnen är endast en del av den totala halten av föroreningen tillgänglig för lakning och transport. Användandet av lakteter skulle därför kunna möjliggöra mindre konservativa riskbedömningar och därmed leda till att bättre prioriteringar i fråga om efterbehandlingsstrategier för förorenade områden. Likaså skulle lakteter för organiska ämnen kunna användas vid karaktärisering av avfall, bygg- och anläggningsprodukter med avseende på organiska föroreningar.

För att ett laktetest skall fungera som ett bra verktyg, och som standardmetod, måste det emellertid uppfylla en rad kriterier. Det måste t ex. ha en acceptabel repeterbarhet och reproducerbarhet. Därtill måste det vara robust, relativt enkelt och snabbt att utföra.

1.1 Bakgrund

För oorganiska ämnen finns det i dag väletablerade SIS-EN standards att tillgå för att undersöka lakbarheten av t.ex. metaller från förorenade fasta material. Dessa metoder tillämpas t ex. för att karaktärisera avfall. Under det senaste decenniet har dock intresset för lakning av organiska ämnen intensifierats och ett flertal metoder har föreslagits (Enell m fl., 2004; Gamst m fl., 2007). Det internationella standardiseringsorganet, ISO, har drivit ett arbete för att ta fram fyra olika tester som kan användas för att identifiera en jords lakegenskaper med avseende på både organiska och oorganiska ämnen (Fortkamp och Wallström, 2006). År 2007 publicerades de fyra metoderna som tekniska specifikationer (ISO, 2007a; b; c; d). Två av dessa är såkallade skaktest, medan det tredje är ett perkolationstest. Den fjärde metoden är en pH-beroende lakning (ISO, 2007d). En teknisk specifikation är ett mindre tvingande dokument än en standard och måste revideras efter tre år. Efter ytterligare tre år måste dokumentet antingen fastställas som fullvärdig standard, eller helt upphöra att gälla. I arbetet med dessa metoder har Sverige ställt sig kritisk till bla. så kallade skaktester just med hänsyn till utlakningen av organiska ämnen (Fortkamp och Wallström, 2006).

Det finns flera svårigheter att ta hänsyn till vid uppskattning av lakning av organiska ämnen. De mest uttalade är risk för avdunstning av flyktiga ämnen, risk för adsorption av utlakade ämnen till utrustningen, risk för nedbrytning av ämnen under försökets gång samt risk för att överskatta eller underskatta den lakbara halten beroende på metodens utformning och utförande. Det har t ex. i flertalet studier visat sig föreligga en risk för överskattning av utlakbara halter av organiska ämnen då skaktester tillämpas, eftersom det material som genomgår lakning utsätts för nötning (Gamst m fl., 2003; Bergendahl, 2005; Elert m fl., 2008b). För ett jordmaterial innebär detta att jordaggregaten sönderdelas vilket leder till att fler förorenade ytor kan exponeras samt att andelen kolloider i lösningen ökar. Vid uppskattning av utlakning av organiska ämnen kan man inte filtrera lakvattnet innan analys, eftersom de organiska ämnena har stor benägenhet att fastna i filtermaterialet (oavsett typ av material). ISO föreslår därför att partiklar i lakvattnet skall avskiljas genom centrifugering, men i praktiken är det svårt att centrifugera ett

lakvatten så att supernatanten (den klara lösning som dekanteras av för analys) kan likställas med en lösning som filtrerats för att avskilja partiklar större än 0,45 µm (vilket är standard för vattenanalys av oorganiska ämnen). Sammantaget ger detta att den uppmätta halten av organiska ämnen i lakvattnet från skaktest ofta överskattas (Gamst, m fl., 2003; Bergendahl, 2005; Elert, m fl., 2008b).

De flesta lakmetoder (inklusive de av ISO föreslagna) syftar till att uppskatta jämviktshalten av utlakade ämnen. Inställandet av jämvikt mellan utlakade ämnen och det förorenade fasta materialet är en relativt snabb process för oorganiska ämnen. För organiska ämnen kan förloppet vara betydligt långsammare och vissa studier hävdar att för åldrade föroreningar kan denna process ta år till decennium (Weber och Miller, 1988; Loeher och Webster, 1996; Yeom och Ghosh, 1998). Generellt kan utlakningen av organiska föroreningar delas in i två förlopp; ett snabbt, där en liten del av föroreningen lakar ut, och en mer betydligt långsam process av utlakning med avsevärt lägre lakbara halter (e.g. Reichenberg, 2007). Att med ett test uppskatta den verkliga jämviktshalten för den sammantagna utlakningen av organiska föroreningar från en åldrad jord låter sig alltså inte enkelt göras. Vid utformandet av en standardmetod är det därför endast utlakningen under den det snabba förloppet som antas kunna karakteriseras.

Det är viktigt att poängtera att alla relevanta aspekter kring ett materials uppträdande då det utsätts för lakning inte kan uppmärksammas eller bestämmas med endast ett test. Tex. kan det vara nödvändigt att utforma olika tester för olika organiska ämnesgrupper och olika typer av fasta material.

Den metod som valts för att studera utlakning av organiska ämnen i föreliggande projekt är ett perkolationstest med återcirkulation som utvecklats av Danmarks tekniska universitet (DTU) i samarbete med Water and Environment (DHI) i Danmark (Hansen m fl., 2004; Gamst, m fl., 2007). Metoden är utformad för att uppskatta jämviktsfördelningen av icke-flyktiga organiska föreningar mellan en fast fas (jord) och en flytande fas (vatten) och kallas för ER-H-metoden, där ER-H står för *chemical Equilibrium Recirculation column test for Hydrophobic organic compounds*. I ER-H-metoden får lakvätskan sakta infiltrera genom en kolonn som packats med testmaterialet. Lakvätskan pumpas in från botten av kolonnen för att undvika kanalbildning i materialet. Utflödet i toppen av kolonnen återcirkuleras igen in genom kolonnens botten under 7 dygn. Testet beskriver utlakningsförloppet då fördelningsjämvikt råder mellan det fasta materialet och lakvattnet vid en fix L/S-kvot (L/S-kvoten är förhållandet mellan volymen lakvätska och mängden fast material i försöket). Dimensionen på lakutrustningen och materialets porositet bestämmer den exakta L/S-kvoten. Eftersom en immobil provmatris används uppstår endast en mycket liten eller ingen nötning mellan jordaggregaten och därmed heller ingen överdriven frisättning av kolloider. De partiklar och kolloider som dock existerar i lakvattnet antas "självfiltreras" i kolonnen pga. lakvattnets återcirkulation. Medföljande partiklar i lakvattnet betraktas som en partikelfraktion som även hade varit mobil under naturliga lakförhållanden. Den bestämda jämviktshalten blir således ett resultat av både lösta och partikelbundna föroreningar och speglar den maximala halten som skulle kunna uppmätas i markvatten i fält. ER-H-metoden innebär att risken för sönderdelning av jordaggregat reduceras och problemet med separation av de båda faserna elimineras.

I föreliggande studie har ER-H-metoden tillämpats på jordprover från fyra olika förorenade områden. De ämnesgrupper som undersökts är polycykliska aromatiska kolväten

(PAH), klorfenoler (CP), klorerade fenoxifenoler (PCPP), klorerade difenyletrar (PCDE), klorerade dibensofuraner (PCDF) samt klorerade dibenso-p-dioxiner (PCDD). Resultat från dessa studier finns även presenterade i rapport författad av Hemström (2007) och artikel av Persson m fl. (2008).

1.2 Syfte

Projekt syftar till att utvärdera ER-H-metoden för lakning av icke-flyktiga organiska ämnen. Specifika målsättningarna med projektet har varit att:

- Verifiera metodens repeterbarhet (variation mellan replikat) med avseende på utlakning av PAH, genom att tillämpa metoden på en referensjord.
- Implementera metoden på en klorfenolförorenad jord för att studera metodens tillämpbarhet för såväl relativt vattenlösliga som mycket mer hydrofoba organiska föroreningar. Metoden har tidigare enbart tillämpats på PAH-förorenade material och det är därför angeläget att undersöka hur metoden fungerar för andra icke-flyktiga organiska föroreningar.
- Utvärdera metodens känslighet (robusthet) för förändring i flödes hastighet. Med robusthet avses hur en flödesförändring påverkar partikeltransporten, kolloidfraktionen i lakvattnet, flödesregimen i kolonnen, utlakningen av föreningar samt fysikaliska och kemiska parametrar i lakvattnet.
- Utvärdera om en återcirkulationstid på sju dygn är tillräcklig för att uppnå kemisk jämvikt.
- Utvärdera i vilken utsträckning adsorption av organiska ämnen till lakutrustningen kan påverka resultaten.

2 MATERIAL OCH METODER

Utlakning av föroreningar i jordar från fyra förorenade områden studerades med ER-H-metoden. Dessa jordar benämns som *Ringsted*, *Grimstorp*, *Åsbro*, och *Luleå* i text, figurer och tabeller. I avsnitten nedan beskrivs först den tillämpade lakmetoden, ER-H-metoden, vilka material (förorenade jordar) som har studerats och hur dessa har förbehandlats innan lakning, samt vilka analysmetoder som tillämpats.

2.1 ER-H-metoden

ER-H-metoden är ett så kallat perkolationstest där lakvätskan får strömma genom det material som skall lakas, vilket ligger stilla i en kolonn (figur 1). Till skillnad från de flesta andra perkolationstester låter man dock det utflödande lakvattnet på nytt strömma igenom kolonnen så att vätskefasen återcirkuleras flera gånger genom den fasta fasen. På grund av denna återcirkulation av lakvatten är testet på ett vis även jämförbart med ett enstegsskakttest, då de båda testerna utförs vid ett fixt L/S-förhållande och syftar till att bestämma den lakbara halten av ett ämne då fördelningsjämvikt råder mellan det fasta materialet och lakvattnet. Dimensionen på lakutrustningen, materialets porositet och packningsgraden bestämmer den exakta L/S-kvoten. Enligt metodbeskrivning av Hansen m fl., (2004), skall ca 0,5 kg jord packas i kolonnen, vilket för de flesta jordar ger ett L/S-förhållande på mellan 0,5 till 1,5 (L/kg).

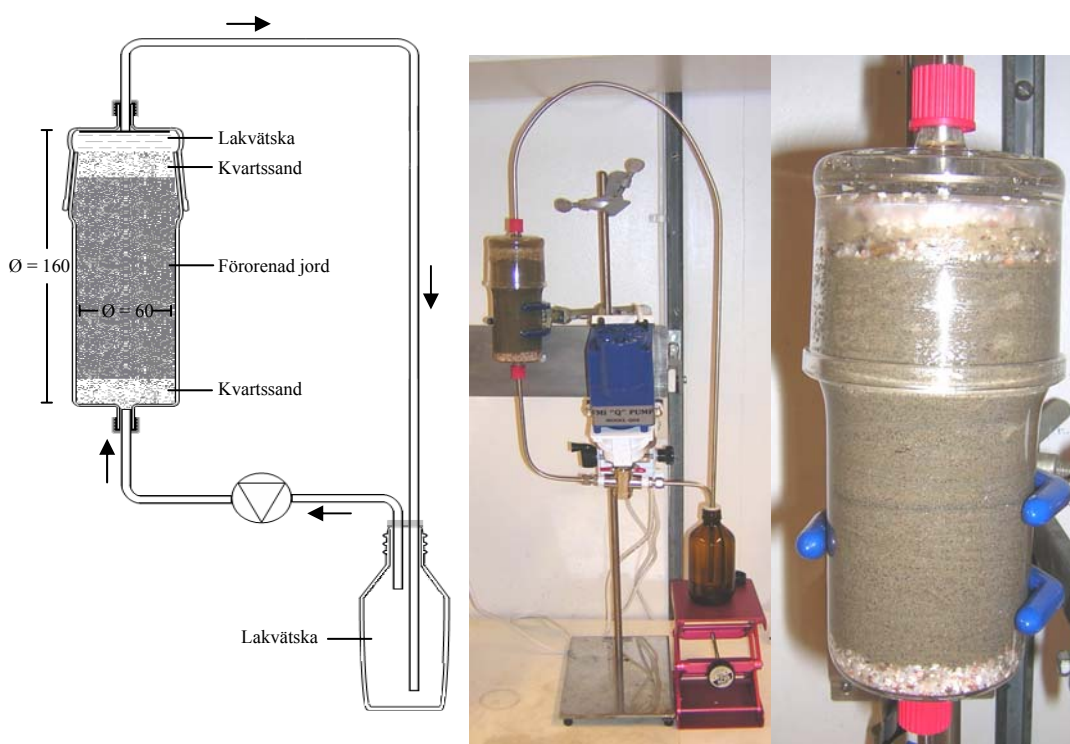
Enligt Hansen m fl., (2004), och Gamst m fl., (2007), har ER-H-metoden flera fördelar. De två viktigaste fördelarna jämfört med ett skakttest är:

- Lakvattnet behöver inte efterbehandlas efter avslutad lakning utan kan direkt analyseras. Finpartikulärt material självfiltreras då lakvattnet återcirkuleras genom provmatrisen och andelen partiklar i lakvattnet bör därför representera den andel som skulle följt med ett lakvatten i fält. Halten av organiska ämnen i eluatet representeras därför av både verkligt lösta ämnen och ämnen associerade till kolloider. På så vis tas även hänsyn till kolloidial transport av organiska ämnen.
- Testmaterialet behandlas mycket skonsamt under lakningen och det är låg risk att en nötningseffekt av jordaggregaten uppstår, vilket ofta är fallet vid skakttest.

2.1.1 Metodbeskrivning

Lakningarna utfördes i enlighet med metodbeskrivning av Hansen m.fl. (2004). Lakvätska bestående av 0,005 M CaCl₂ och 500 mg L⁻¹ NaN₃ löst i destillerat vatten. Tillsatsen av CaCl₂ görs för att efterlikna fältförhållanden så att lakvätskans jonstyrka höjs, vilket minskar mobiliseringen av DOC och spridningen av jordaggregat. NaN₃ är en biocid och tillsätts för att förhindra mikrobiell nedbrytning av utlakade föroreningarna.

Metodbeskrivningen föreskriver en flödes hastighet på 0,7 cm h⁻¹ (vilket ger ett flöde på 20 ml h⁻¹ för den använda kolonnstorleken) och en återcirkulation av lakvatten i 7 dygn. Vid test av metodens robusthet (se avsnitt 3.2.2) ökades flödet till 30 ml h⁻¹ och vid test av jämviktsantagandet (se avsnitt 3.1.2) ökades återcirkulationstiden till 21 dygn. Vid övriga tester utfördes lakningarna med den föreskrivna återcirkulationstiden och flödes hastigheten i Hansen m fl. (2004).



Figur 1. Schematisk skiss över försöksuppställning av ER-H-metoden (t.v.) pilarna i figuren anger flödesriktningen, fotografi av försöksuppställning (i mitten), samt närbild av en ER-H-kolonn packad med ett kvartssandlager i botten, följt av det jordmaterial som skall lakas, samt ytterligare ett kvartssandlager i toppen av kolonnen (t.h.).

Till samtliga försök användes glaskolonner (längd ~16 cm, diameter ~6 cm, volym ~425 cm³) som vardera packades med ca 0,5 kg testmaterial. För att undvika att luftbubblor stängs inne i materialet utfördes packningen under mättade förhållanden genom att tillsätta lakvätska så att vätskeytan alltid var 1–2 cm över tillsatt testmaterial. Jorden kompakterades lätt med en stämpel ett par gånger under själva packningen. För att få ett så jämnt flöde som möjligt genom kolonnen, och för att filtrera bort en del av de lösta partiklar som transporteras med lakvätskan, placerades ett 1 cm tjockt kvartssandlager under, respektive över, testmaterialet vid packningen. Efter avslutad packning pumpades lakvätska, från en 250 ml glasflaska, in till kolonnen, från botten till toppen, med hjälp av en kolvpump med keramiskt pumphuvud. Det utgående lakvattnet från kolonnens topp leddes därefter genom ett rostfritt rör tillbaka till glasflaskan varifrån det på nytt pumpades in i kolonnen (se figur 1).

I den detaljerade metodbeskrivningen i rapport av Hansen m fl. (2004) finns en stålplatta i botten och i toppen av kolonnen, sammansvetsad med in- respektive utloppsröret i kolonnen. I våra försök har dessa plattor tagits bort för att underlätta handhavandet av rören. De rostfria rör som använts har varit i hela stycken och inga kopplingar med teflonklädda septum har förekommit mellan några rör (tillskillnad från metodbeskrivning av Hansen m fl. (2004) eller Gamst m fl. (2007). För att undvika fotokemisk nedbrytning av föroreningar täcktes kolonnerna och flaskorna med aluminiumfolie under hela tiden för experimentet.

För att undvika förluster på grund av adsorption till utrustningen var allt material som kom i kontakt med de undersökta jordmaterialen eller lakvätskan gjort av glas eller rost-

fritt stål. Glaskolonner och flaskor diskades i maskin med Extran AP 12 (Merck, Tyskland) och syradiskades sedan i 1M HNO₃ i 24h. Därefter sköljdes de med destillerat vatten och sedan med metanol (p.a.-kvalitet). Rören diskades för hand med diskmedel och sköljdes sedan med 1M HNO₃, destillerat vatten och slutligen med metanol (p.a.-kvalitet). All utrustning och kvartssand glödgades därefter i 200 °C i 24h eller i 550 °C i 2h för att bränna bort eventuella organiska föroreningar. Glödning vid den högre temperaturen är att föredra, men av praktiska själv fanns det inte alltid tillgång till en ugn med möjlighet till så höga temperaturer.

2.2 Material

De fysikaliska och kemiska egenskaperna, samt hur dessa bestämdes för de olika jordmaterialen visas i tabell 1.

2.2.1 Ringsted

Ringsted-jorden härstammade från ett gammalt skjutfält beläget i Ringsted, i Danmark. Ringsted-jorden användes i föreliggande studie som ett referensmaterial för att verifiera metodens repeterbarhet och reproducerbarhet då detta material tidigare undersökts med avseende på just dessa parametrar i studier av Hansen m fl. (2004). Jorden innehöll lerduveskärvor förorenade med PAH. Jordmaterialet var provberett vid ankomst till SGIs Miljölaboratorium. Provet var siktat genom en 9,5 mm sikt och bitar av lerduvor som återfanns i jorden hade krossats och därefter siktats genom en 4 mm sikt. Jorden och lerduveskärvorna hade därefter blandats och homogeniserats (Hansen, m fl., 2004).

2.2.2 Grimstorp

Grimstorp-jorden härstammade från ett gammalt impregneringsområde söder om Nässjö där impregnering med kreosot och CCA förekommit. Området är kraftigt förorenat av kreosotföroreningar, men även höga halter av arsenik, krom och zink har uppmätts (Elert, m fl., 2008b). Provtagningen utfördes av IVL. Genomfört fältarbete, placering av provtagningspunkter, samt områdesbeskrivning finns beskrivet i rapport av Eliaeson och Berggren Kleja (2008). Lakbarheten av PAH undersöktes på jordprover från två provgropar där det ena provet togs från en nivå på 0 till 15 cm under markytan. Detta prov benämns som Gr 2:0-15 i text, figurer och tabeller. Det andra jordprovet togs från en annan provgrop, från ett djup på 50 till 70 cm under markytan. Detta prov benämns Gr 3:50-70.

Jordproverna provbereddes av SGIs Miljölaboratorium genom att hela provmängden hälldes upp i ett tråg och okrossbart material (sten och grus) med en diameter större än 10 mm plockades bort. Därefter finfördelades och homogeniserades provet för hand, varpå det lufttorkades och okrossbart material större än 4 mm siktades bort.

2.2.3 Åsbro

Åsbrojorden härstammade från ett förorenat område i Askersunds kommun. På platsen har träimpregnering med bland annat kreosot bedrivits, men även andra impregneringsmetoder såsom impregnering med kopparvitriol och CCA har använts på området. Området har varit föremål för flera miljöundersökningar under de senaste decennierna (t ex. Wadstein m fl., 2007). Tidigare provtagningar har visat på höga halter av koppar, krom, arsenik och PAH i jordprover från området, men man har även funnit kreosot i fri fas, framförallt vid sedimentprovtagning i en sjö som angränsar till området (Jernlås, 2007). Lakbarheten av PAH undersöktes i tre jordprover, (vilka här benämns Å5 J65:10,

Å6 J77:10 och Å8 J 55:80), hämtade från tre olika provgropar. Provet Å5 J65:10 kom från en provgrop som innehöll torv/mull, mo/grovmo, mullhaltig finmo (med högt innehåll av organiskt material) samt finmo. Provgropen grävdes på en plats som förväntades vara relativt opåverkad av föroreningar i förhoppning om att provta ett material med endast bakgrundshalter av PAH. Provet Å6 J77:10 var en mullhaltig jord taget från en provgrop med mull, gytta och finmo med lukt av kreosot. Provet Å8J 55:80 var hämtat från en provgrop bestående av grovmo, gytta, finmo. Vid provtagningen noterades även olja på vattnet i gropen (Wadstein, m fl., 2007). Provet Å8 J55:80 var en organisk jord (> 20 % organiskt material) som var svart till färgen med en gytjig konsistens. Det bestod av mycket finkornigt material (siltigt) och det hade en svag doft av förruttelse. Alla prover provbereddes på samma sätt som jordprover från Grimstorp (se beskrivning i avsnitt 2.2.2), men behövdes inte siktas eftersom de i huvudsak bestod av så finkornigt material.

2.2.3.1 Avvikelse från metodbeskrivningen vid utförd lakning

Packningsförfarandet av provet Å8 J55:80 till ER-H-kolonnen skedde genom ”torrpäckning”. Vid försök att ”våtpacka” materialet i kolonnen bildade den organiska jorden tillsammans med tillsatt lakvätska en slamlikande slurry som ej gick att packa. Därför packades det lufttorkade materialet i kolonnen.

2.2.4 Luleå

Luleåjorden härstammade från ett sågverksområde i Luleå och var kontaminerat med bl.a. CP, PCDE, PCDF och PCDD. På området hade impregneringsmedel innehållande tetraklorfenol använts mellan ca 1960 och 1975. Det undersökta jordprovet var en blandning av tre jordprover på ca 0,5 till 2 kg styck, tagna på området från ytan ner till en meters djup. Luleå-jorden var provberedd vid ankomst till SGI:s Miljölaboratorium. Provberedningen utfördes på Kemiska institutionen, vid UmU, och de tre jordproverna hade blandats mekaniskt i en hink med en spade. En fjärdedel av varje jordprov hade tillsatts åt gången och homogenisering hade pågått under 30 minuter tills provet antagits vara homogent. Provet bestod av sandig jord med partikelstorlek < 4 mm.

Tabell 1. Fysikaliska och kemiska egenskaper hos Ringsted- Grimstorp-, Åsbro och Luleå-jorden.

Parameter	Ringsted	Grimstorp Gr 2:0-15	Grimstorp Gr 3:50-70	Åsbro Å5 J65:10	Åsbro Å6 J77:10	Åsbro Å8 J55:80	Luleå
f_{oc}^a	0,028	0,278	0,014	0,015	0,08	0,289	0,0024 ^a
pH jord (1:5) ^b	8,1	- ^h	- ^h	- ^h	- ^h	- ^h	6,5
Vatteninnehåll ^c (%)	14,8	12,8	5,0			142	2,2
Densitet ^d vid vattenkvoten, w^e (t/m ³)	1,8 (w=36%)	1,4 (w=39%)	2,1 (w=18%)	- ^h	- ^h	0,95	2,1 (w=20%)
Porositet ^f (%)	50	48	37	- ^h	- ^h	76	37
Kornstorleksfördelning ^g (%)							
Grus (>2mm)	6	37	25	- ^h	- ^h	- ^j	0,5
Sand (0,063-2 mm)	55	53	65	- ^h	- ^h	- ^j	87
Silt (0.002-0.063 mm)	24	10 ⁱ	10 ⁱ	- ^h	- ^h	- ^j	12
Lera (<0.002 mm)	15			- ^h	- ^h	- ^j	0,5

^a Standard SS EN 13137 och 58% av loss on ignition vid 550°C (Luleå), se avsnitt 2.3.2

^b Standard SS-ISO 10390

^c Standard SS 028113

^d Densiteten är bestämd på störda prover, packade i kolonn. Provet packades för hand (på samma sätt som vid lakförsök), i en kolvborrhylsa och vägdes.

^e Tidigare gällande standard SS 027116, Utgåva 3

^f Provet vattenmättades och fick därefter torka. Porositeten beräknades efter vägning. Porositeten är bestämd på störda prover, packade i kolonn (på samma sätt som vid lakförsök).

^g Luleå-jorden bestämdes genom siktning 60 mm – 0,002 mm med tvättsiktning, tidigare gällande standard SS 027123, och sedimentationsanalys, SGI-metod nr 8. För Ringsted-jorden användes rapporterade värden (Hansen et al., 2004)

^h Ej analyserat.

ⁱ Sedimentationsanalys ej utförd. Angivet värde är summan av silt- och lerfraktionen (fraktionen < 0,063 mm).

^j Provet bestod av ett mycket finkornigt material (siltigt) med hög halt organiskt material, vilket omöjliggör en sedimentationsanalys av materialet.

2.3 Analyismetoder

2.3.1 Jordanalyser

Bestämning av initiala halter av 16 PAH i jordproverna från Ringstedt, Grimstorp och Åsbro utfördes av laboratoriet Analytica, ALS Laboratory Group (ackrediterat av SWEDAC). Provuttag av provberett material och provsändning till Analytica utfördes av SGI:s Miljölaboratorium. Analysmetoden som Analytica använde för att bestämma totalhalten av enskilda PAH benämns OJ1 och är en mikrovågsextraktion med aceton/hexan som utförs under tryck i ca 30 minuter. Lösningsmedel pressas igenom en cell innehållandes provmaterialet (ca 20 g jord) och därigenom extraheras organiska föreningar från den fasta fasen till Lösningsmedlet. Erhållet extrakt analyseras med GC-MS (gaskromatografi med masspektrometri).

Initiala halter av CP, PCDE, PCDF och PCDD i jordprovet Luleå analyserades av Kemiska institutionen, vid UmU, genom extraktion med Lösningsmedel (ca 7-20 g jord). Utförlig metodbeskrivning finns att läsa i Persson (2007) eller Persson m fl. (2008).

2.3.2 Totala halten organiskt kol, TOC

Den totala halten organiskt kol, TOC, (från engelskans Total Organic Carbon) i de undersökta jordproverna bestämdes enligt den svenska standarden SS EN 13137. Den totala halten kol, TC, i provet bestäms genom att provet förbränns vid en temperatur över 900 °C. Halten oorganiskt kol, TIC, (från engelskans Total Inorganic Carbon) i provet bestäms genom att behandla ett nytt delprov med en icke oxiderande syra så att det oorganiska kolet drivs av från provet. TOC bestäms därefter som differensen mellan TC och TIC. För samtliga jordprover som undersöktes med avseende på PAH bestämdes TOC med denna metod.

Enligt De Vos m fl., (2005), kan en relativt god uppskattning av TOC göras utifrån glödningsförlusten, LOI, (från engelskans Loss On Ignition). Empiriska studier visar att TOC kan approximeras med 58% av LOI. TOC för jordprovet *Luleå* uppskattades på detta sätt (Persson, 2007).

2.3.3 Vattenanalyser

Efter avslutad lakning analyserades lakvattnet med avseende på pH, mikrobiell aktivitet, DOC, turbiditet och konduktivitet samt utlakade halter av organiska föroreningar (PAH eller CP, PCDE, PCDF och PCDD). Från 250 ml-flaskan (som ingick i försöksupställningen, se figur 1) togs 1 ml lakvatten till pH-analys. pH mättes i ett provrör med pH-meter (PHM 210, Radiometer). Vidare togs 2×1 ml lakvatten från flaskan för att undersöka förekomst av eventuell mikrobiell aktivitet. Analys av mikrobiell aktivitet gjordes med hjälp av odlingsplattor, Petrifilm AC odlingsplattor (Petrifilm Aerobic Count Plate, 3M Microbiology, USA) och utfördes endast på lakvatten från Ringsted och Luleå. Vattenprov applicerades på två odlingsplattor som sedan inkuberades i 72h i 30 °C varpå antalet röda kolonier räknades och jämfördes med resultat från prov taget på lakvätskan vid försökets start.

Flaskan, med resterande volym lakvatten, skickades till Analytica ALS Laboratory Group för analys av utlakade halter av PAH eller till UmU för analys av CP, PCDE, PCDF och PCDD. Analysen av PAH kallas av Analytica för OV-1 och utförs enligt en metod baserad på US EPA 610 och 550 där provet extraheras med hexan och analyseras

med HPLC med fluorescens- och UVdetektion. Analysen av de klorerade organiska ämnena finns utförligt beskrivet i artikel av Persson m fl. (2008).

Eftersom det krävs relativt stora volymer provvatten för att utföra en kvantitativ analys av de flesta hydrofoba organiska ämnen räckte inte det uppsamlade lakvattnet i flaskan (ungefär 50 % av lakvattnet i hela systemet) till analys av DOC, konduktivitet och turbiditet. Därför pumpades 80 ml lakvatten ut från kolonnen, direkt efter avslutat lakförsök, varav 40 ml användes till turbiditetsanalys, 30 ml till DOC-analys och 10 ml till konduktivitetsanalys. I kolonnen fanns ca 200 ml lakvatten och de utpumpade 80 ml förmodades ha samma fysikaliska och kemiska egenskaper som lakvattnet i glasflaskan, eftersom jämvikt antas råda i systemet efter sju dygns återcirkulation. Turbiditets- och DOC-mätningarna utfördes av Analytica, ALS Laboratory Group. Konduktiviteten mättes av SGI:s Miljölaboratorium i provrör med konduktivitetmätare (CDM 210, Radiometer).

2.3.4 Konservativt spårämnesförsök

Konservativt spårämnesförsök, samt modellering av genombrottskurvor, utfördes på jordprover från Ringsted och Luleå (tabell 2). En puls (ca 200–275 ml) med 555 mg L⁻¹ LiBr pumpades in i kolonnen följt av 555 mg L⁻¹ CaCl₂. Halten av bromidjoner mättes sedan kontinuerligt vid kolonnens utloppsrör med en bromidselektiv elektrod (Orion 96–35 ionplus[®] series bromide electrode, Thermo Fisher Scientific, MA, US). Mätningarna gjordes i 5–7,5 ml lakvätska i provrör, och uppsamling av lakvätskan gjordes med hjälp av en fraktionssamlare. För att minimera risken för densitetsrelaterade effekter på transportprocessen så pumpades en porvolym 555 mg L⁻¹ CaCl₂ genom systemet före varje konservativt spårämnesförsök så att densiteten på lösningen i kolonnen skulle vara densamma som densiteten på LiBr-pulsen. Flödes hastigheten var densamma i de konservativa spårämnesförsöken som i lakförsöken. Mätningarna av bromidjoner pågick i 26 till 36 h och utifrån uppmätta bromidhalter ritades sedan genombrottskurvor. En genombrottskurva ger ett fingeravtryck av de fysikaliska processerna i jorden och beskriver den fasta fasens inverkan på den mobila fasen, samt ger indikation på förekomsten av eventuella immobiliserade zoner i den mobila fasen. Till de experimentellt uppförda genombrottskurvorna anpassades modellerade genombrottskurvor med hjälp av programmet CXTFIT, STANMOD, Version 2.2 (US Salinity Laboratory, USDA, ARS, USA). Modellen bygger på en endimensionell analytisk lösning av advektions-dispersions-ekvationen. Utifrån den modellerade genombrottskurvan kunde dispersiviteten (λ) och porvattenhastigheten (v_b) i kolonnen bestämmas. Porvattenhastigheten beräknades även från:

$$v = \frac{Q}{A * \theta} \quad (1)$$

där Q är flödet (cm³ h⁻¹), A är bottenarean i kolonnen (cm²) och θ är porositeten.

På grund av praktiska skäl kunde inte LiBr-pulsens längd vara lika lång, och mätningen av bromidjoner pågå lika länge, i alla försök. LiBr-pulsens längd var 1,5 porvolym i Ringsted 1a och 1b, och 1,3 i Ringsted 2. Massbalansen, mängden bromidjoner som återfanns jämfört med hur mycket som pumpades in, varierade därför mellan de olika försöken.

2.3.5 Adsorption till lakutrustningen

Efter avslutat lakförsök tömdes glaskolonnerna på jord, sköljdes ur med destillerat vatten, och partiklar som fortfarande fanns kvar på glasväggarna torkades försiktigt bort med papper. Därpå sköljdes kolonnerna med 3×30 ml heptan och rören med ca 20 ml heptan. Lösningssmedlet från kolonnen, och från tillhörande rör, samlas upp i ett gemensamt kärl, varpå det indunstades med N₂ till ca 2 ml. Den indunstade volymen skickades antingen till ALS Analytica AB för analys av 16 EPA PAH, eller till Kemiska Institutionen, vid UmU, för analys av PCDF och PCDD.

2.3.6 Adsorption till olika material

Adsorptionsförluster av PAH till tre olika material; i) borosilikat glas, ii) rostfritt stål och iii) PFA-teflon, undersöktes genom att exponera materialen för lösningar med tre olika koncentrationsnivåer av PAH.

En standardlösning av 16 PAH framställdes genom att lösa enskilda PAH-standards (LGC Standards AB) i totalt 5 L avjonat vatten innehållande 0,005 M CaCl₂ och 500 mg L⁻¹ NaN₃. Enskilda PAH-standards var lösta i metanol eller metylenklorid och hade koncentrationen 100 µg PAH ml⁻¹ lösningsmedel. Naftalen-, acenaftylen-, acenafeten-, fluoren-, fenantren-, antracen-, fluoranten- och pyren-standard tillsattes om mängder av ca 300 µg till lösningen så att koncentrationer om ca 60 µg L⁻¹ av dessa PAH erhöles. För övriga PAH tillsattes enskilda PAH-standards till lösningen i mängder så att koncentrationen av respektive ämne hamnade strax under ämnets vattenlöslighet. För att helt lösa den opolära lösningssmedelsfasen i vattnet skakades blandningen på ett roterande skakbord, i rumstemperatur, över natten. Blandningen förvarades mörkt i kylrum (4 °C) till försökets start. Från den tillblandade standardlösningen togs (vid start av försöket) två delprover ut för analys. Proverna överfördes till mörka borosilikatglasflaskor (500 ml) och förseglades med skruvkork med teflonpackning. Flaskorna sändes i kylbehållare till ALS Analytica AB för analys (vätske-vätskeextraktion (OV1), där flaskan med provet dessutom sköljs ur med opolärt lösningsmedel). Denna koncentrationsnivå av PAH kallas i text, figurer och tabeller för *hög halt*.

Därefter fylldes i) två mörka borosilikatglas-flaskor (500 ml) med standardlösning som förseglades med plastkork med teflonpackning, ii) två rostfria flaskor (500 ml) som förseglades med rostfria korkar och iii) två PFA-teflon flaskor (500 ml) (inköpta av VWR) vilka förseglades med teflonkorkar. Glasflaskorna och teflonflaskorna kläddes in i aluminiumfolie (för att undvika fotokemisk nedbrytning) och placerades tillsammans med de rostfria flaskorna på ett skakbord. Flaskorna roterades på skakbordet i 7 dygn. Därefter överfördes samtliga vattenprov till nya mörka borosilikatglasflaskor (500 ml), som förseglades med plastkork med teflonpackning och skickades till ALS Analytica AB för analys (vätske-vätskeextraktion (OV1), där flaskan med provet dessutom sköljs ur med opolärt lösningsmedel). Samtliga flaskor var sköljda med heptan, och glasflaskorna brändes i ugn vid 550 °C i >2 timmar, innan de fylldes med standardlösning.

Till den resterande volymen av standardlösning, med koncentrationen *hög halt*, (ca 1 L) tillsattes ytterligare 4 liter avjonat vatten innehållande 0,005 M CaCl₂ och 500 mg L⁻¹ NaN₃ så att en ny, ca 5ggr utspädd, standardlösning erhöles. Försöket upprepades med denna lösning på samma sätt som beskrivet ovan. Denna koncentrationsnivå av PAH kallas i text, figurer och tabeller för *mellanhalt*. Den resterande lösningen späddes ytterligare 5 ggr och försöket upprepades ytterligare en tredje gång. Denna koncentrationsnivå av PAH kallas i text, figurer och tabeller för *låg halt*.

Av misstag användes gummi-o-ringar i de rostfria korkarna vid försöken med de två starkare koncentrationsnivåerna; *hög-* respektive *mellanhalt*. Vid påfyllnad av den tredje, och svagaste PAH-standardlösningen, *låg halt*, upptäcktes misstaget och de rostfria flaskorna förslöts utan o-ringar. Det gick inte att få systemet helt tätt utan o-ring och ett visst utbyte med luften kan därför ha skett under försöket med *låg halt*.

2.3.7 Adsorption av CP, PCDE och PCDD/F till filter

Adsorptionen av lösta CP, PCDE, PCDF och PCDD till filter undersöktes av Kemiska Institutionen, vid UmU, genom att 600 ng av varje CP-kongen, 10–40 ng av 19 PCDE-kongener och 200-1000 pg av de 17 PCDD/F som har kloratomer i positionerna 2,3,7,8 tillsattes till en 250 ml glasflaska med avjoniserat vatten. Vattnet filtrerades sekventiellt genom filtren (2,7 µm, 0,7 µm och 0,2 µm). Glasflaskan, till vilken föreningarna hade tillsatts, sköljdes ur med diklormetan och mängden som adsorberat till flaskans glasväggar analyserades (Persson, 2007).

3 UTFÖRANDE

I detta avsnitt beskrivs utförandet av de olika försöken på PAH- respektive klorfenolförorenad jord. I tabell 2 finns en sammanställning av utförda lakförsök (med information om tillämpade flöden, återcirkulationstider etc.), provbenämningar och antal replikat som utförts per försök.

Tabell 2. Sammanställning av utförda lakförsök; tillämpat flöde, återcirkulationstid och antal replikat för de olika lakningsförsöken. Tabellen visar även om lakningsvätskan från försöken har fraktionerats genom filtrering i partikulära fraktioner och vätskefas eller ej.

Material	Provbenämning	Antal replikat	Flöde (ml/h)	Återcirkulationstid (dygn)	Fraktionering	Spårämnesförsök	Adsorptionstest
Ringsted:	Ringsted 1	2 (a & b)	20	7	Nej	Ja	Ja
	Ringsted 2	1	20	22	Nej	Ja	Ja
Grimstorp:	Gr2:0-15	3 (a, b & c)	20	7	Nej	Nej	Ja
	Gr3:50-70	3 (a, b & c)	20	7	Nej	Nej	Ja
	Gr3:50-70(21)	1	20	21	Nej	Nej	Nej
Åsbro:	Å8J 55:80	3 (a, b & c)	20	7	Nej	Nej	Ja
	Å8J 55:80(21)	1	20	21	Nej	Nej	Nej
	Å5 J65:10	1	20	7	Nej	Nej	Ja
	Å6 J77:10	1	20	7	Nej	Nej	Ja
Luleå:	Luleå 1	2 (a & b)	20	7	Ja	Ja	Ja
	Luleå 2	2 (a & b)	30	7	Ja	Ja	Nej
	Luleå 3	1	20	22	Nej	Ja	Nej

3.1 Tillämpning av metoden på PAH-förorenad jord

3.1.1 Verifikation av metoden och dess repeterbarhet

Det första försöket med ER-H-metoden syftade till att verifiera om försöksuppställningen fungerar tillfredställande och om genererade utlakade halter är inom rapporterade värden för repeterbarhet (variation mellan replikat) och reproducerbarhet (variationen mellan laboratorier). Lakförsök (2 replikat) utfördes därför på den danska referensjorden *Ringsted* (se avsnitt 2.2.1) enligt metodbeskrivningen (se avsnitt 2.1.1) med föreskriven återcirkulationstid (7 dygn) och flöde (20 ml). För att undersöka vilken inverkan det packade jordmaterialet i kolonnen hade på den mobila fasen (flödet av lakvätska), och om det eventuellt förekom immobiliserade zoner i den mobila fasen, utfördes konservativa spårämnesförsök (se metodbeskrivning i avsnitt 2.3.4) på de två replikaten av Ringsted efter genomförda lakförsök.

ER-H-metodens repeterbarhet med avseende på utlakning av PAH undersöktes även genom att utföra lakttest på jordproverna Åsbro (3 replikat) och Grimstorp (2x3 replikat).

3.1.2 Jämviktstest

Enligt metoden antas fördelningsjämvikt, mellan den fasta och den flytande fasen, råda efter sju dygns återcirkulation (Gamst, m fl., 2003; Gamst, m fl., 2007). Antagandet om fördelningsjämvikt kontrollerades genom att utföra ytterligare ett laktest, på ett jordprov från respektive förorenat område (Ringsted 2, Gr3:50-70(21) och Å8J 55:80(21)), i vilket återcirkulationstiden förlängdes till ca 3 veckor (21 eller 22 dygn).

3.2 Tillämpning av metoden på klorfenolförorenad jord

3.2.1 Repeterbarhets- och jämviktstest

Metodens repeterbarhet då den tillämpas för utlakning av CP, PCDE, PCDF och PCDD studerades genom att utföra lakförsök på jordmaterialet från Luleå. Dessutom undersöktes jämviktsantagandet, genom att studera effekten av en förlängd återcirkulationstid (22 dygn), för CP, PCDF och PCDD.

3.2.2 Robusthetstest

Genom att tillämpa metoden på jordmaterialet från Luleå uppskattades metodens robusthet (med avseende på en förändring i flöde) för CP, PCDE, PCDF och PCDD. Hansen et al. (2004) rekommenderar att lakförsöket utförs med ett flöde på 20 ml h⁻¹. För att utvärdera hur känslig metoden är för en flödesförändring utfördes lakförsök med 50 % högre flöde (30 ml/h) än den rekommenderade. Försöket utfördes i 2 replikat och utvärderades dessutom med ett konservativt spårämnesförsök (se metodbeskrivning i avsnitt 2.3.4).

3.2.3 Fraktionering av lakvatten

Eftersom föroreningarna i en klorfenolförorenad jord ofta täcker ett brett spann av hydrofobicitet (där CP är relativt vattenlösliga medan dioxinföroreningar är mycket starkt associerade till den fasta fasen) studerades även fördelningen av hydrofoba organiska ämnen, HOC, (på engelska *Hydrophobic Organic Compounds*) mellan olika partikelfraktioner och vätskefasen. Denna del av studien utfördes av Kemiska institutionen, vid UmU, och finns beskriven i Persson (2007) och i Persson m fl. (2008).

I arbetet av Persson (2007) fraktionerades lakvattnet från Luleå 1 och 2 upp i tre partikulära fraktioner, och en vätskefas genom filtrering genom två glasfiberfilter med en nominal porstorlek på 2,7 µm och 0,7 µm (GF/D and GF/F, Whatman International Ltd. Maidstone, England) samt genom ett polykarbonatmembranfilter med porstorlek på 0,2 µm (Cyclopore®, Whatman International Ltd. Maidstone, England). Filterhållarna var av rostfritt stål (Pall Gelman Laboratory, MI, USA) och lakvattnet filtrerades sekventiellt under vakuum (Persson, 2007; Persson, m fl., 2008). De olika fraktionerna analyserades med avseende på studerade föroreningar. För resultat och utvärdering av de fraktionerade lakvattnen hänvisas läsaren till Persson (2007) och Persson m fl. (2008).

Eftersom det tidigare föreslagits att de partiklar som mobiliseras i ER-H metoden även kan anses mobila i fält (Hansen, m fl., 2004) inkluderades alla partikelfraktionerna i det lakresultat som presenteras i föreliggande studie. Det vill säga, presenterade resultat är summan av föroreningarna analyserade i vätskefasen och partikelfraktionerna.

3.3 Förlustkontroll

3.3.1 Adsorptionsförluster till utrustningen

För att undersöka hur stor andel av de utlakade ämnen som adsorberat till lakutrustningens väggar utfördes förlusttest där utrustningen (glaskolonner samt rostfria rör) sköljdes med ett opolärt lösningsmedel (heptan) för att extrahera de adsorberade ämnena (se avsnitt 2.3.5). Detta adsorptionstest utfördes på sju försöksuppställningar efter utfört lakförsök för att uppskatta adsorptionen av PAH (Ringstedt 1a, Ringstedt 2, Gr 2:0-15(C), Gr 3:50-70(B), Åsbro J 55:80B, Åsbro J 65:10 och Åsbro J 77:10). På samma sätt undersöktes adsorptionen av utlakade PCDD/F från två försöksuppställningar med den klorfenolförorenade jorden (Luleå 1a och 1b).

För att kontrollera att lösningsmedlet inte innehöll några spår av PAH indunstades en volym ren heptan på samma sätt som extraktionsproverna till en slutvolym på ca 2 ml. Den indunstade mängden rent lösningsmedel var i samma storleksordnings som den mängd som användes till ett förlusttest. Två olika flaskor (A och B) med lösningsmedel användes till förlusttesterna. Renheten testades med ett indunstningsprov per flaska. Dessa båda ”nollprov” skickades tillsammans med övriga prover till ALS Analytica AB för analys.

3.3.2 Adsorptionsförluster till olika material

För att klarlägga förlusten av PAH till olika material utfördes adsorptionsförlusttester av PAH till tre olika material; borosilikat glas, rostfritt stål och PFA-teflon. För att undersöka om adsorptionen till utrustningens väggar är beroende av lösningens koncentration av PAH utfördes adsorptionsförlusttesterna med PAH-lösningar med tre olika koncentrationsstyrkor (se metodbeskrivning avsnitt 2.3.6).

Dessutom undersöktes adsorptionen av lösta CP, PCDE, PCDF och PCDD till glasfiberfilter, polykarbonatfilter och glasflaska av Kemiska Institutionen, vid UmU (Persson, 2007).

4 RESULTAT

4.1 Lakningsförsök på PAH-förorenad jord

Nedan redovisas resultat för jämviktsförsök, återupprepningsförsök (repetierbarhetsförsök) och förlusttester utförda på materialen från Ringsted, Grimstorp och Åsbro.

4.1.1 Ringsted

ER-H-metoden har tidigare utvärderats laborativt av DHI i samarbete med DTU, NGI, VTT i en studie där metoden tillämpades på några PAH-förorenade jordar (Hansen, m.fl., 2004). Ringstedjorden ingick i studien av Hansen m fl. (2004) och användes därför som en referensjord här. De utlakade halterna av PAH (C_W) från samtliga försök med Ringsted visas i tabell 3. De uppmätta halterna av PAH i jorden (C_S) visas också i tabell 3, tillsammans med tidigare rapporterade halter (Hansen, m fl., 2004), vilka visade sig vara 1,5–11 gånger högre än de som uppmättes i denna studie. Denna skillnad kan dels bero på föroreningsheterogenitet i jorden och dels på att föroreningssituationen i jorden har förändrats över tiden. I Hansens m fl. (2004) var den totala mängden av summa 16 PAH 583 mg kg⁻¹, medan den i föreliggande studie var 160 mg kg⁻¹. Utlakade halter var dock i samma storleksordning som de tidigare rapporterade av Hansen m.fl. (2004).

Tabell 3 visar även hur stor andel av jordens totalmängd av PAH som återfanns i lakvätskan. Halterna av acenaftylen och dibens(ah)antracen var under detektionsgränsen (både i denna studie och i Hansen m fl. (2004)) och dessa föreningar har därför uteslutits i tabellen.

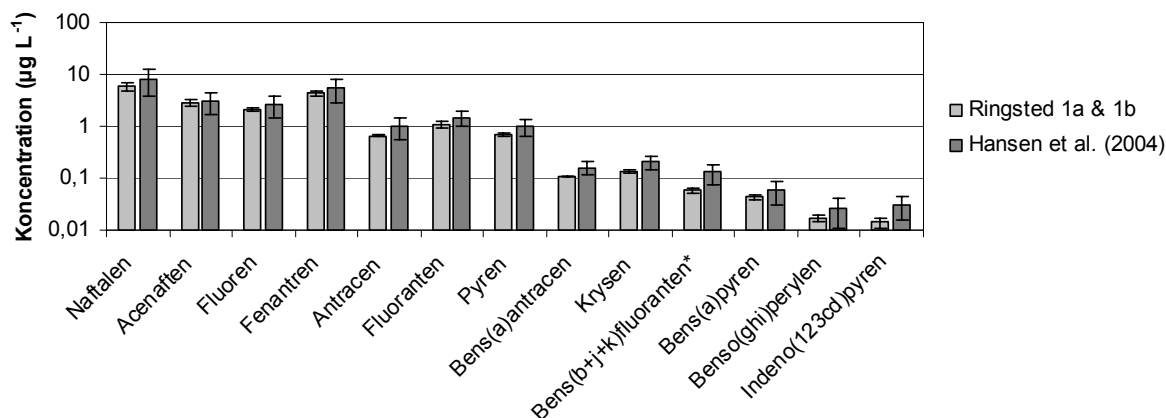
Den totala utlakningen från Ringsted 1a var något högre än utlakningen från Ringsted 1b. Framförallt lakade PAH med låg molekylvikt ut mer i Ringsted 1a, medan de med högre molekylvikt lakade ut något mindre. För alla PAH, utom naftalen, var de utlakade halterna i 22-dygnsförsöket 30–80 % högre än de utlakade halterna i 7-dygnsförsöken. Mindre än 0,5 % av varje enskild PAH i jorden lakades ut och andelen minskade med ökad storlek på molekylerna i alla Ringsted-försök.

Tabell 3. Initiala halter av PAH i Ringsted-jorden, C_s , enligt analys (baserat på ett replikat), och rapporterat av Hansen m fl. (2004), samt utlakade PAH-halter, C_w , från Ringsted-försök med föreskriven återcirkulationstid i 7 dygn (Ringsted 1a och b), samt med förlängd återcirkulationstid i totalt 22 dygn (Ringsted 2). Siffrorna inom parentes anger andel av totalmängden i jorden som återfunnits i lakvattnet som % för varje PAH och försök.

	C_s [$\mu\text{g g}^{-1}$ TS]		C_w [$\mu\text{g L}^{-1}$]		
	Analys (n=1)	Hansen m fl. (2004),	Ringsted 1a	Ringsted 1b	Ringsted 2
Naftalen	1,8	2,8	6,7 (0,4%)	5 (0,3%)	5,7 (0,4%)
Acenaften	4,4	7,9	3,2 (0,08%)	2,6 (0,07%)	3,8 (0,1%)
Fluoren	4,4	9,6	2,2 (0,06%)	2 (0,05%)	3,4 (0,1%)
Fenantren	24	61	4,6 (0,02%)	4 (0,02%)	7,7 (0,04%)
Antracen	5,1	15	0,69 (0,02%)	0,63 (0,01%)	0,96 (0,02%)
Fluoranten	34	74	1,2 (0,004%)	1 (0,003%)	1,6 (0,006%)
Pyren	28	64	0,75 (0,003%)	0,65 (0,003%)	1,1 (0,005%)
Bens(a)antracen	11	53	0,11 (0,001%)	0,11 (0,001%)	0,15 (0,002%)
Krysen	9,1	64	0,14 (0,002%)	0,13 (0,002%)	0,2 (0,003%)
Bens(b+j+k)fluoranten*	17,4	131	0,055 (0,0004%)	0,064 (0,0004%)	0,092 (0,0007%)
Bens(a)pyren	6,6	73	0,039 (0,0007%)	0,047 (0,0008%)	0,064 (0,001%)
Benso(ghi)perylen	4,5	10	0,015 (0,0004%)	0,019 (0,0005%)	0,029 (0,0008%)
Indeno(123cd)pyren	5,6	12	0,012 (0,0003%)	0,016 (0,0003%)	0,024 (0,0005%)
Summa PAH (16 EPA)	160	583	20 (0,01%)	16 (0,01%)	25 (0,02%)

*Bens(j)fluoranten har ej bestämts i denna studie och Ringsted-halterna avser bara Bens(b+k)fluoranten. Värden från Ringsted-försöken och från Hansen et al. (2004) kan därför inte jämföras.

De utlakade PAH-halterna från Ringsted 1a och 1b jämfördes med rapporterade värden från Hansen m fl. (2004) och visas i figur 2.



Figur 2. Utlakade PAH-halter från Ringsted 1 (medelvärde av 1a och 1b) samt utlakade halter rapporterade av Hansen m fl. (2004) för samma jord. Staplarna visar medelvärden. Standardavvikelsen från Hansen m fl. (2004) visar variationen mellan laboratorier (reproducerbarheten) ($n=8$). *Bens(j)fluoranten har ej bestämts i denna studie och Ringsted-halterna avser bara Bens(b+k)fluoranten. Bens(b+j+k)fluoranten-staplarna från Ringsted-försöken och från Hansen m fl. (2004) kan därför inte jämföras.

De utlakade PAH-halterna var i genomsnitt 43 % lägre i Ringsted 1 än rapporterade halter i Hansen m fl. (2004), men låg inom den rapporterade variationen mellan åtta olika laboratorier för alla föreningar utom bens(a)antracen, krysen och indeno(123cd)pyren.

4.1.1.1 Fysikaliska och kemiska parametrar

pH, DOC, konduktivitet och turbiditet i de olika Ringsted-försöken mättes och studerades för att utvärdera om det fanns skillnader i fysikaliska och kemiska parametrar mellan replikaten och för att undersöka effekterna av en förlängd återcirkulationstid. Tabell 4 visar de fysikaliska och kemiska parametrarna från Ringsted-försöken.

Tabell 4. Fysikaliska och kemiska parametrar från Ringsted-försöken.

	Mängd jord [g TS]	L/S	Flöde start / slut [ml h ⁻¹]	pH start / slut	DOC [mg L ⁻¹]	Kond. [mS m ⁻¹]	Turbiditet [FNU]
Ringsted 1a*	424	1,17	20,3 / 18,7	7,0 / 7,5	47	223	0,4
Ringsted 1b*	431	1,19	20,4 / 18,6	7,0 / 7,5	47	229	0,7
Ringsted 2**	411	1,24	18,7 / 18,7	6,8 / 7,7	91	246	1,3

* 7 dygn

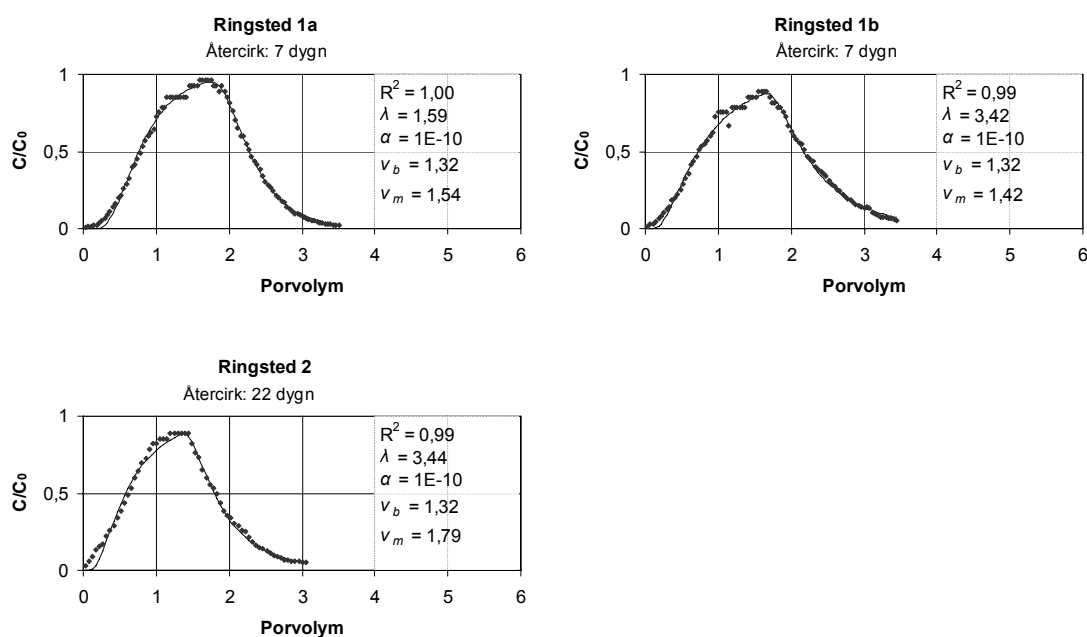
** 22 dygn

Mängden jord och L/S var ungefär densamma i alla Ringsted-försök. Flödet sjönk något under experimentens gång i Ringsted 1, och pH ökade i alla Ringsted-försök. Det var ingen direkt skillnad i pH, DOC, konduktivitet och turbiditet mellan Ringsted 1a och 1b. I Ringsted 2 var däremot DOC, konduktiviteten och turbiditeten något högre. Det fanns ingen bakteriell tillväxt på odlingsplattorna från lagningsvätskan i Ringsted-försöken, varken i början eller i slutet av experimenten.

4.1.1.2 Konservativa spårämnesförsök

Konservativa spårämnesförsök med LiBr utfördes och genombrottskurvor studerades för att utvärdera om det fanns skillnader i flödesregim genom kolonnerna mellan replikaten och om flödesregimen påverkades av en förlängd återcirkulationstid.

Under experimentets gång fanns en nettoförlust av bromidjoner inne i kolonnen och den totalt uppmätta mängden bromidjoner vid kolonnens utlopp var därför inte lika stor som mängden som pumpades in. Nettoförlusten berodde förmodligen på att det fanns en retardation av bromidjoner orsakad av immobiliserade zoner i den mobila fasen i kolonnen. Hade mätningar utförts under längre tid hade förmodligen alla bromidjoner transporterats ut ur kolonnen. Eftersom det fanns en nettoförlust av massa i kolonnen under den tid som experimenten pågick togs en förlustfaktor med i modellen och beskrevs som en linjär funktion av halten i den mobila fasen. Förlustfaktorn benämndes α . De experimentellt uppmätta bromidhalterna och de modellerade genombrottskurvorna för Ringsted-försöken visas i figur 3. Figuren visar även modellerade: dispersiviteten, λ (cm), förlustfaktorn, α , och porvattenhastigheten, v_m (cm h⁻¹), för varje Ringsted-försök. I figuren anges också den *beräknade* porvattenhastigheten, v_b (cm h⁻¹), se ekvation 1.



Figur 3. Experimentellt uppmätta bromidhalter (\blacklozenge) och modellerade genombrottskurvor (—), dispersivitet, λ , förlustfaktor, α , porvattenhastighet, v_m , och den beräknade porvattenhastigheten, v_b , och från Ringsted-försöken. LiBr-pulsens längd var 1,5 porvolym i Ringsted 1a och 1b, och 1,3 i Ringsted 2.

Den modellerade porvattenhastigheten är ett mått på porvattenhastigheten i den del av porositeten som är tillgänglig för transport, medan den *beräknade* porvattenhastigheten representerar en teoretisk porvattenhastighet baserat på ett antagande om att flöde sker i den totala porositeten (som bestäms genom vattenmättnad). Om v_m är högre än v_b tyder det på att det finns immobiliserade zoner i den mobila fasen och att den porositet som är tillgänglig för transport är mindre än den totala porositeten.

Genombrottskurvorna från Ringsted-försöken var relativt symmetriska men hade en tydlig svans. Förhållandet C/C_0 uppmättes till 0,7 vid 1 porvolym i Ringsted 1a och 0,8

vid en 1 porvolym i Ringsted 1b och 2. Massbalansen, andelen av mängden inpumpade bromidjoner som återfanns i utflödet under experimentets gång, var 98% i Ringsted 1a, 96% i Ringsted 1b och 98 % i Ringsted 2. Dispersiviteten, λ , var ungefär dubbelt så stor i Ringsted 1b och 2 än i Ringsted 1a. Faktorn, α , var försumbar i alla Ringsted-försök. Hastigheten, v_m var större än v_b i alla Ringsted-försök, och störst var skillnaden i Ringsted 2.

4.1.2 Grimstorp

Resultat från utlakningsförsök med återcirkulation i 7 dygn på de två jordproverna från Grimstorp visas i tabell 5. I samma tabell redovisas också resultatet från utlakningsförsöket med 21-dygns återcirkulation som utfördes på jordprovet Gr 3:50–70 (endast ett replikat) samt de uppmätta halterna av PAH i jordproverna innan utfört laktest.

Den utlakade halten efter 21-dygns återcirkulation var, i jämförelse med medelvärdet ($n = 3$) av utlakad halt vid normal återcirkulationstid, 20–63 % lägre för samtliga PAH, med undantag för tre ämnen som återfanns i något högre halter än vid 7-dygnsförsöken (naftalen 19 %, bens(a)antracen 13 % och bens(k)fluoranten 5 %).

Tabell 5. Initiala halter av PAH i Grimstorp-jorden, C_s , (resultat från två analyser visas för prov Gr3:50-70; C_{s1} = totalhaltsanalys vid tiden för ankomst av provmaterial till SGI:s miljölab samt C_{s2} = totalhaltsanalys fem månader efter ankomst). Utlakade PAH-halter, C_w , från lakförsök med föreskriven återcirkulationstid i 7 dygn (tre replikat), samt med förlängd återcirkulationstid i totalt 21 dygn ($n=1$).

Gr 2: 0-15	C_s		C_w			Medel 7 dygn ($n=3$)	
	[$\mu\text{g g}^{-1}$ TS]		A	B	C		
Ämnen:							
naftalen	3,4		0,73	1,2	0,57	0,83	
acenaftylen	1,8		<0,25	<0,25	<0,25	-	
acenaften	1,3		0,75	0,46	0,28	0,50	
Fluoren	1,7		0,53	0,31	0,21	0,35	
fenantren	11		0,92	0,57	0,34	0,61	
antracen	19		2,3	1,5	1	1,60	
fluoranten	47		0,73	0,4	0,35	0,49	
Pyren	56		0,7	0,4	0,35	0,48	
bens(a)antracen*	27		0,059	0,035	0,035	0,04	
krysen*	34		0,13	0,08	0,048	0,09	
bens(b)fluoranten*	61		0,18	0,12	0,084	0,13	
bens(k)fluoranten*	39		0,071	0,044	0,03	0,05	
bens(a)pyren*	37		0,16	0,094	0,069	0,11	
dibens(ah)antracen*	3,8		0,017	<0,012	<0,012	-	
benso(ghi)perylen	15		0,075	0,039	0,033	0,05	
indeno(123cd)pyren*	19		0,071	0,036	0,03	0,05	
summa 16 EPA-PAH	380		7,4	5,3	3,4	5,37	
*PAH cancerogena	220		0,69	0,41	0,3	0,47	
PAH övriga	160		6,7	4,9	3,1	4,90	
		C_{s1}	C_{s2}	C_w			
Gr 3: 50-70		[$\mu\text{g g}^{-1}$ TS]		[$\mu\text{g L}^{-1}$]			
Ämnen:			A	B	C	Medel 7-dygn ($n=3$)	D 21-dygn ($n=1$)
naftalen	0,23	0,49	1,6	1,6	1,6	1,6	1,9
acenaftylen	0,34	2,6	0,35	<0,25	<0,25	-	<0,25
acenaften	0,34	0,44	0,55	0,46	0,29	0,43	0,23
Fluoren	0,4	0,65	0,39	0,34	0,19	0,31	0,13
fenantren	0,91	0,86	0,28	0,29	0,19	0,25	0,093
antracen	2,2	4,2	0,36	0,30	0,23	0,30	0,18
fluoranten	8,6	8,5	0,97	1,10	0,70	0,92	0,40
Pyren	4,8	4,9	0,32	0,35	0,25	0,31	0,19
bens(a)antracen*	3	5,4	0,03	0,04	0,03	0,03	0,03
krysen*	3	6,5	0,09	0,09	0,08	0,08	<0,07
bens(b)fluoranten*	4,2	9,9	0,06	0,06	0,05	0,06	0,04
bens(k)fluoranten*	2,8	7,0	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02
bens(a)pyren*	4,1	8,6	0,07	0,06	0,05	0,06	0,05
dibens(ah)antracen*	0,57	0,67	<0,012	<0,012	<0,012	-	<0,024
benso(ghi)perylen	1,3	0,43	0,03	0,03	0,02	0,03	<0,02
indeno(123cd)pyren*	1,7	4,8	0,02	0,02	0,02	0,02	<0,02
summa 16 EPA-PAH	38	66	5,1	4,8	3,7	4,5	3,3
*PAH cancerogena	19	43	0,29	0,29	0,24	0,27	0,15
PAH övriga	19	23	4,9	4,5	3,5	4,3	3,1

4.1.2.1 Fysikaliska och kemiska parametrar

I Tabell 6 visas uppmätt pH, DOC, konduktivitet och turbiditet i lakvatten från de olika försöken med jordprover från Grimstorp. Någon uppskattning av partikelförekomst i proverna utifrån turbiditeten i lakvattnen från Grimstorp går ej att göra eftersom analysen utfördes på filtrerade prover. För Gr2:0-15 var flödet och pH ungefär lika i alla tre replikaten. Konduktiviteten var lite lägre och halten DOC högre i lakvattnet från det tredje replikatet, C, än halten i övriga två. Den högre halten av DOC i lakvattnen uppvisade ingen korrelation med utlakade halter av PAH, vilka generellt sett istället var lägst i prov C. För prov Gr 3:50-70 var flödet, pH, halten av DOC, och konduktiviteten generellt sett densamma i lakvattnen från samtliga tre replikat. Vid lakningen som utfördes med 21-dygns återcirkulation uppmättes däremot högre pH-värde och ca 50 % högre halt DOC än vid de utförda lakningar med 7-dygns återcirkulationstid.

Tabell 6. Fysikaliska och kemikaliska parametrar från Grimstorp-försöken.

	Mängd jord [g TS]	L/S	Flöde slut [ml h ⁻¹]	pH slut	DOC [mg L ⁻¹]	Kond. [mS m ⁻¹]	Turbiditet [FNU]
Gr 2:0-15A*	309,2	1,6	22,3	7,6	31	213	1,2***
Gr 2:0-15B*	308,3	1,6	20,2	7,5	31	211	1,8***
Gr 2:0-15C*	308,3	1,6	19,9	7,5	43	203	1,2***
Gr 3:50-70A*	531,2	0,9	21,5	6,2	23	183	0,59***
Gr 3:50-70B*	535,1	0,9	20,3	6,3	22	185	0,61***
Gr 3:50-70C*	539,4	0,9	22,7	6,2	19	186	0,51***
Gr 3:50-70**	539,4	0,8	19,9	6,7	32	181	1,2

* 7 dygn

** 21 dygn

*** analysresultat från filtrerade vattenprover

4.1.3 Åsbro

De utlakade halterna av PAH, C_w , från försök med jordprover från Åsbro visas i tabell 7 och 8 tillsammans med initiala halter av PAH i jorden, C_s .

Tabell 7. Initiala halter av PAH i Åsbro-jorden, C_s , (resultat från två analyser (1 och 2) visas); 1= analys utförd vid tiden för ankomst av provmaterial till SGI:s miljölab och 2 = analys åtta månader efter ankomst, vid tiden för utfört lakförsök) samt utlakade PAH-halter, C_w , från lakförsök med återcirkulationstid i 7 dygn (tre replikat) samt återcirkulationstid i totalt 21 dygn ($n=1$).

Åsbro 8J 55:80 Ämnen:	C_s [$\mu\text{g g}^{-1}$ TS]		C_w [$\mu\text{g L}^{-1}$]			Medel 7-dygn ($n=3$)	E 21-dygn ($n=1$)
	1	2	A	B	C		
naftalen	0,19	43	3,1	2	<0,34	2,55	0,4
acenaftylen	0,50	0,72	0,51	<0,25	0,56	0,54	<0,25
acenaften	6,6	7,4	1,4	0,51	0,21	0,71	0,16
fluoren	3,9	1,4	0,81	0,39	0,26	0,49	0,15
fenantren	13	2,4	0,72	0,39	0,32	0,48	0,14
antracen	6,3	4,2	0,38	0,22	0,26	0,29	0,056
fluoranten	180	22	5,1	3,3	1,7	3,37	0,21
pyren	130	22	2,2	1,3	0,75	1,42	0,096
bens(a)antracen*	34	17	0,28	0,21	0,17	0,22	0,025
krysen*	37	19	0,33	0,24	0,29	0,29	<0,058
bens(b)fluoranten*	28	30	0,27	0,2	0,17	0,21	0,08
bens(k)fluoranten*	29	52	0,13	0,092	0,084	0,10	0,032
bens(a)pyren*	33	28	0,3	0,21	0,2	0,24	0,09
dibens(ah)antracen*	4,6	42	0,02	0,014	0,013	0,02	<0,024
benso(ghi)perylen	9,7	2,5	0,1	0,067	0,066	0,08	0,026
indeno(123cd)pyren*	12	1,2	0,086	0,062	0,049	0,07	0,028
summa 16 EPA-PAH	530	21	16	9,2	5,1	10,10	1,5
*PAH cancerogena	180	270	1,4	1	0,98	1,13	0,26
PAH övriga	350	190	14	8,2	4,1	8,77	1,3

Tabell 8. Initiala halter av PAH i Åsbro-jorden, C_s , (baserat på ett replikat) samt utlakade PAH-halter, C_w , från lakförsök med återcirkulationstid i 7 dygn (ett replikat).

Åsbro	C_s [$\mu\text{g g}^{-1}$ TS]		C_w [$\mu\text{g L}^{-1}$]		
	Å5 J65:10	Å6 J77:10	Å5 J65:10	Å6 J77:10	Å8J 55:80 medel (n=3)
naftalen	<0,010	0,18	<0,34	<0,34	2,55
acenaftylen	<0,010	2,8	<0,25	<0,25	0,54
acenaften	<0,010	0,2	<0,025	0,052	0,71
fluoren	<0,010	0,36	<0,040	0,093	0,49
fenantren	0,09	10	<0,030	0,052	0,48
antracen	0,042	10	<0,018	0,066	0,29
fluoranten	0,31	11	<0,030	0,43	3,37
pyren	0,34	13	<0,037	0,24	1,42
bens(a)antracen*	0,23	11	<0,010	0,022	0,22
krysen*	0,25	13	<0,016	0,043	0,29
bens(b)fluoranten*	0,33	18	<0,027	0,048	0,21
bens(k)fluoranten*	0,18	5,7	<0,012	0,019	0,10
bens(a)pyren*	0,19	9,2	<0,026	0,033	0,24
dibens(ah)antracen*	0,04	1,4	<0,012	<0,012	0,02
benso(ghi)perylene	0,098	4,5	<0,010	0,033	0,08
indeno(123cd)pyren*	0,094	4,3	<0,010	0,023	0,07
summa 16 EPA-PAH	2,2	120	<0,45	1,2	10,10
*PAH cancerogena	1,3	63	<0,056	0,19	1,13
PAH övriga	0,88	53	<0,38	0,97	8,77

I Tabell 9 visas uppmätt pH, DOC, konduktivitet och turbiditet i lakvatten från de olika försöken med jordprover från Åsbro. L/S-värdet för jordprovet ÅJ55:80 var relativt högt ($4,6-5,0 \text{ L kg}^{-1}$) i jämförelse med de andra lakade proverna, vilket berodde på jordens höga fukthalt och slamliknande konsistens. För det tre replikat som utfördes på detta prov med rekommenderad tid för återcirkulation var skillnaden i utlakad halt DOC samt uppmätt turbiditet relativt hög; mellan $38-50 \text{ mg L}^{-1}$ respektive $3,6-5,1 \text{ FNU}$. Provet som lakades med 21-dygns återcirkulation hade en högre halt DOC, men en lägre turbiditet än genomsnittet vid lakning med rekommenderad återcirkulationstid. Övriga lakade prover från Åsbro hade lägre turbiditet än lakvatten från prov ÅJ55:80.

Tabell 9. Fysikaliska och kemikaliska parametrar från Åsbro-försöken.

	Mängd jord [g TS]	L/S	Flöde slut [ml h^{-1}]	pH slut	DOC [mg L^{-1}]	Kond. [mS m^{-1}]	Turbiditet [FNU]
8J 55:80A*	118,9	5,0	18,7	6,7	38	-	3,6
8J 55:80B*	119,4	5,0	17,8	7,0	44	-	3,8
8J 55:80C*	119,4	5,0	18,8	7,1	50	-	5,1
8J 55:80E**	124,7	4,6	20,4	7,0	60	260	2,3
6 J77:10*	233,9	1,9	18,3	5,4	72	156	1,2
5 J65:10*	441,4	1,3	20,9	5,7	77	158	1,7

* 7 dygn

** 21 dygn

4.2 Lakningsförsök på klorfenol-förorenad jord

Totalt utfördes fem lakningsförsök på den klorfenolförorenade Luleå-jorden; två enligt rekommendationer av Hansen et al. (2004), Luleå 1a och 1b, två med en 50 % ökning i

flöde, Luleå 2a och 2b, och ett med en ca tre gånger längre återcirkulationstid, Luleå 3. Lakvattnet från samtliga försök, med undantag för Luleå 3, fraktionerades genom filtrering (beskrivet i avsnitt 3.2.3). Angivna halter, C_w , för utlakade ämnen i de fraktionerade försöken är summan av kvantifierade mängder i respektive fraktion dividerat med uttagen volym lakvatten.

4.2.1 Utlakade CP-halter

De utlakade halterna av CP, C_w , och de bestämda totalhalterna, C_s , av CP i jorden visas i tabell 10 och figur 4. Tabellen visar även hur stor andel av jordens totalmängd av CP som återfanns i lakvattnet.

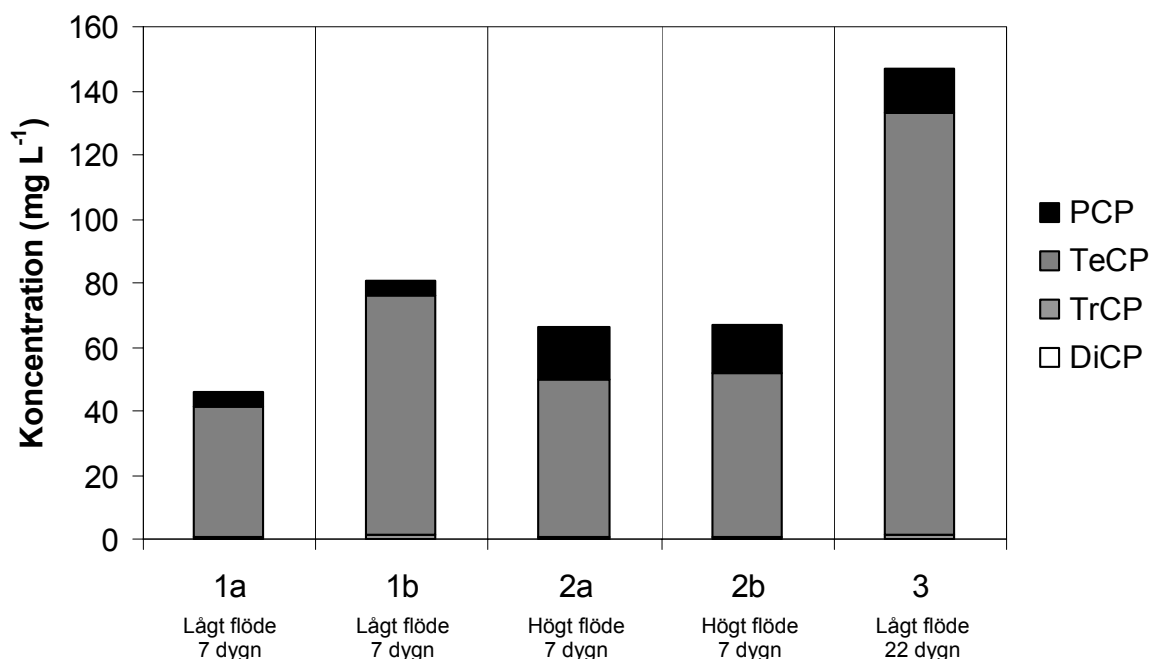
Tabell 10. Totalhalten av CP i Luleå-jorden, C_s (medelvärde och standardavvikelse baserat på fem replikat), och utlakade halter, C_w , från samtliga försök med jorden från Luleå. Andel av totalmängden (medelvärdet) i jorden som återfunnits i lakvattnet visas även i % för varje CP-homolog och försök.

	C_s [$\mu\text{g g}^{-1}$ TS]	C_w [mg L^{-1}]				
		Luleå 1a*	Luleå 1b*	Luleå 2a**	Luleå 2b**	Luleå 3***
DiCP	2±2	0,03 (1%)	0,04 (2%)	0,03 (2%)	0,03 (1%)	0,03 (1%)
TrCP	17±16	1 (3%)	1 (6%)	1 (4%)	1 (4%)	1 (6%)
TeCP	153±104	41 (23%)	75 (42%)	49 (28%)	51 (29%)	132 (76%)
PCP	47±49	4 (8%)	5 (8%)	16 (30%)	15 (29%)	14 (26%)
Summa	218±137	46 (18%)	81 (31%)	66 (27%)	67 (27%)	147 (60%)

* Lågt flöde, 7 dygn

** Högt flöde, 7 dygn

*** Lågt flöde, 22 dygn



Figur 4. Utlakade halter (mg L^{-1}) av CP från samtliga försök med jordmaterialet från Luleå.

Den totala utlakningen av CP var något större i Luleå 1b än i 1a, medan ingen skillnad kunde ses mellan Luleå 2a och 2b. Det var inte heller någon större skillnad i totalt utlakade CP mellan Luleå 1 och Luleå 2. Andelen PCP var däremot större i Luleå 2 än i Luleå 1. Den totala utlakningen av CP var 2–3 gånger större i Luleå 3 än i Luleå 1 och 2. Det var ingen skillnad i utlakningen av Di- och TrCP mellan Luleå 3 och Luleå 1 och 2, men utlakningen av TeCP var ca 2–3 gånger större. Utlakningen av PCP var ca 3 gånger större än i Luleå 1, men något lägre än i Luleå 2. Upp till 60 % av de den totala mängden CP lakades ut i Luleå 3, och störst var utlakningen av Te- och PCP. Av CP i jorden var 72 % TeCP. Variationen i C_s för CP mellan de olika replikaten var mycket stor (se tabell 10).

4.2.2 Utlakade PCDE-halter

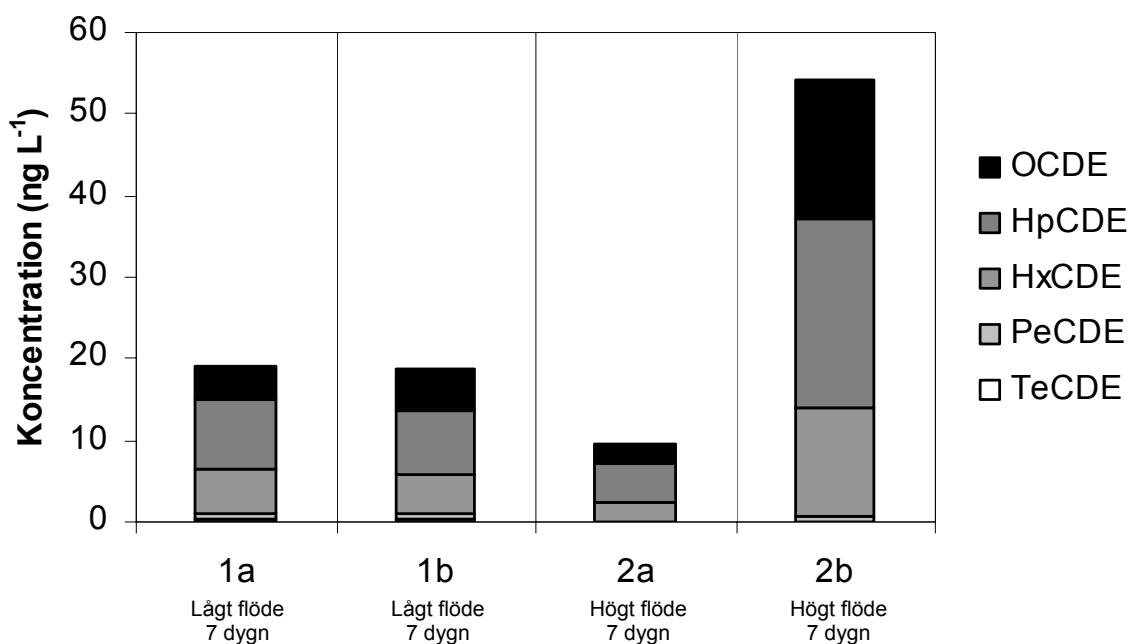
De utlakade halterna av PCDE, C_w , från Luleå 1 och 2 och de bestämda totalhalterna, C_s , av PCDE i jorden visas i tabell 11 och figur 5. Tabellen visar även hur stor andel av jordens totalmängd av PCDE som återfanns i lakvattnet. Luleå 3 analyserades inte med avseende på PCDE och visas därför inte i tabellen.

Tabell 11. Totalhalten av PCDE i Luleå-jorden, C_s (medelvärde och standardavvikelse baserat på fem replikat), och utlakade PCDE-halter, C_w , från Luleå 1 och 2. Andel av totalmängden (medelvärdet) i jorden som återfunnits i lakvatt-net visas även i % för varje PCDE-homolog och försök.

	C_s [ng g ⁻¹ TS]	C_w [ng L ⁻¹]			
		Luleå 1a*	Luleå 1b*	Luleå 2a**	Luleå 2b**
TeCDE	0,1±0,1	0,4 (0,3%)	0,3 (0,2%)	0 (0%)	0,02 (0,01%)
PeCDE	1±0,3	1 (0,04%)	1 (0,03%)	0,1 (0,006%)	1 (0,06%)
HxCDE	12±2	5 (0,03%)	5 (0,02%)	2 (0,02%)	13 (0,09%)
HpCDE	23±4	9 (0,03%)	8 (0,02%)	5 (0,02%)	23 (0,09%)
OCDE	13±6	4 (0,02%)	5 (0,02%)	3 (0,02%)	17 (0,1%)
Summa	50±10	19 (0,03%)	19 (0,02%)	10 (0,02%)	54 (0,09%)

* Lågt flöde, 7 dygn

** Högt flöde, 7 dygn



Figur 5. Utlakade halter (ng L⁻¹) av PCDE från försök Luleå 1 och 2.

Det var ingen skillnad i utlakade halter av PCDE mellan Luleå 1a och 1b. I Luleå 2b var däremot utlakningen ca 6 gånger större än i Luleå 2a och 3 gånger större än Luleå 1. I

Luleå 2a var utlakningen något lägre än i Luleå 1. Mindre än 0,1 % av den totala mängden PCDE i jorden hade lakat ut. Variationen i C_s för PCDE mellan de olika jordproverna var betydligt mindre än variationen för CP (se tabell 11 jämfört med tabell 10).

4.2.3 Utlakade PCDF-halter

De utlakade PCDF-halterna, C_w , från alla Luleå-försök och de bestämda totalhalterna, C_s , av PCDF i jorden visas i tabell 12 och i figur 6. Tabellen visar även hur stor andel av jordens totalmängd av PCDF som återfanns i lakvattnet.

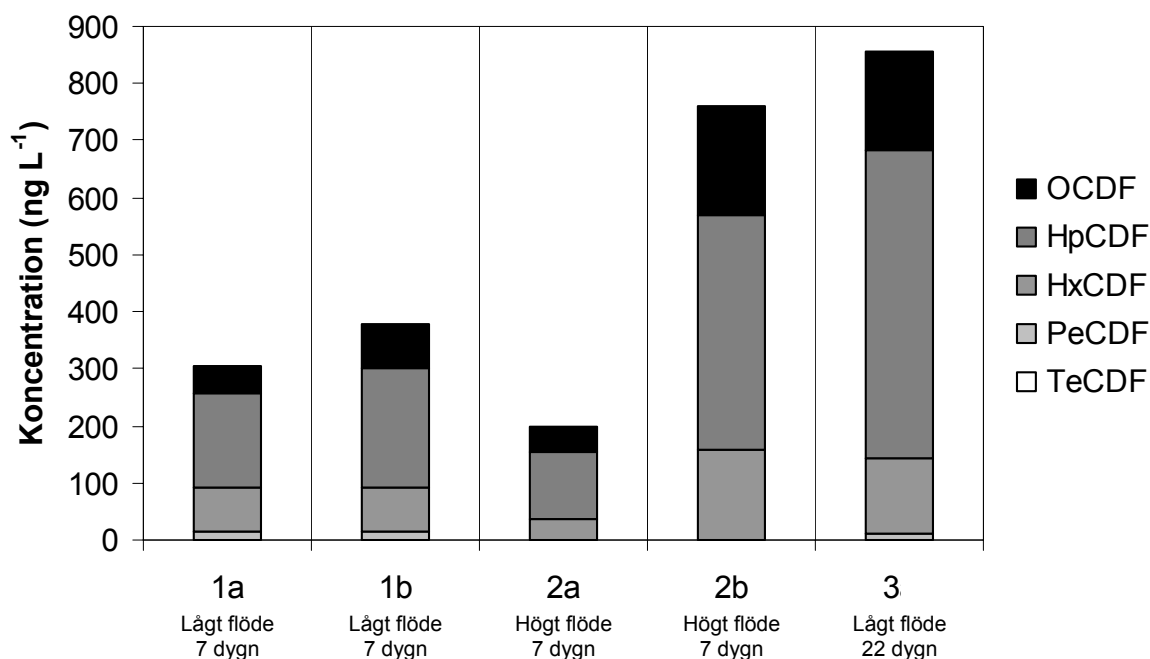
Tabell 12. Totalhalten av PCDF i Luleå-jorden, C_s (medelvärde och standardavvikelse baserat på fem replikat), och utlakade halter av PCDF, C_w , från alla Luleå-försök. Andel av totalmängden (medelvärdet) i jorden som återfunnits i lakvattnet visas även i % för varje PCDF-homolog och försök.

	C_s [ng g ⁻¹ TS]	C_w [ng L ⁻¹]				
		Luleå 1a*	Luleå 1b*	Luleå 2a**	Luleå 2b**	Luleå 3***
TeCDF	15±18	1 (0,004%)	0,3 (0,002%)	0,1 (0,0006%)	0,3 (0,002%)	1 (0,007%)
PeCDF	103±114	10 (0,008%)	6 (0,005%)	2 (0,002%)	5 (0,004%)	8 (0,007%)
HxCDF	329±134	77 (0,02%)	78 (0,02%)	36 (0,01%)	157 (0,04%)	134 (0,04%)
HpCDF	1036±796	162 (0,01%)	210 (0,02%)	119 (0,01%)	413 (0,03%)	540 (0,05%)
OCDF	368±408	49 (0,01%)	77 (0,02%)	43 (0,01%)	191 (0,05%)	172 (0,04%)
Summa	1853±948	299 (0,01%)	372 (0,02%)	201 (0,01%)	766 (0,04%)	855 (0,04%)

* Lågt flöde, 7 dygn

** Högt flöde, 7 dygn

*** Lågt flöde, 22 dygn



Figur 6. Utlakade halter (ng L^{-1}) av PCDF från samtliga försök med jordmaterialet från Luleå.

Samma trend som för PCDE kunde ses för utlakningen av PCDF ingen skillnad mellan Luleå 1a och 1b, något lägre halter i Luleå 2a och mycket högre halter i Luleå 2b. Utlakningen av PCDF i Luleå 3 var något högre än i Luleå 2b och ca 3–4 gånger högre än i Luleå 1 och Luleå 2a. PCDF i jorden bestod till störst del av HpCDF, och HpCDF återfanns också i högst halter i lakvattnet från samtliga försök med jordmaterialet från Luleå. Mindre än 0,05 % av den totala mängden PCDF i jorden hade lakats ut. Variationen i C_s för PCDF mellan de olika jordproverna var stor (se tabell 12).

4.2.4 Utlakade PCDD-halter

De utlakade halterna av PCDD, C_w , från samtliga försök med jordmaterialet från Luleå och de bestämda totalhalterna, C_s , av PCDD i jorden visas i tabell 13 och figur 7. Tabellen visar även hur stor andel av jordens totalmängd av PCDD som återfanns i lakvattnet.

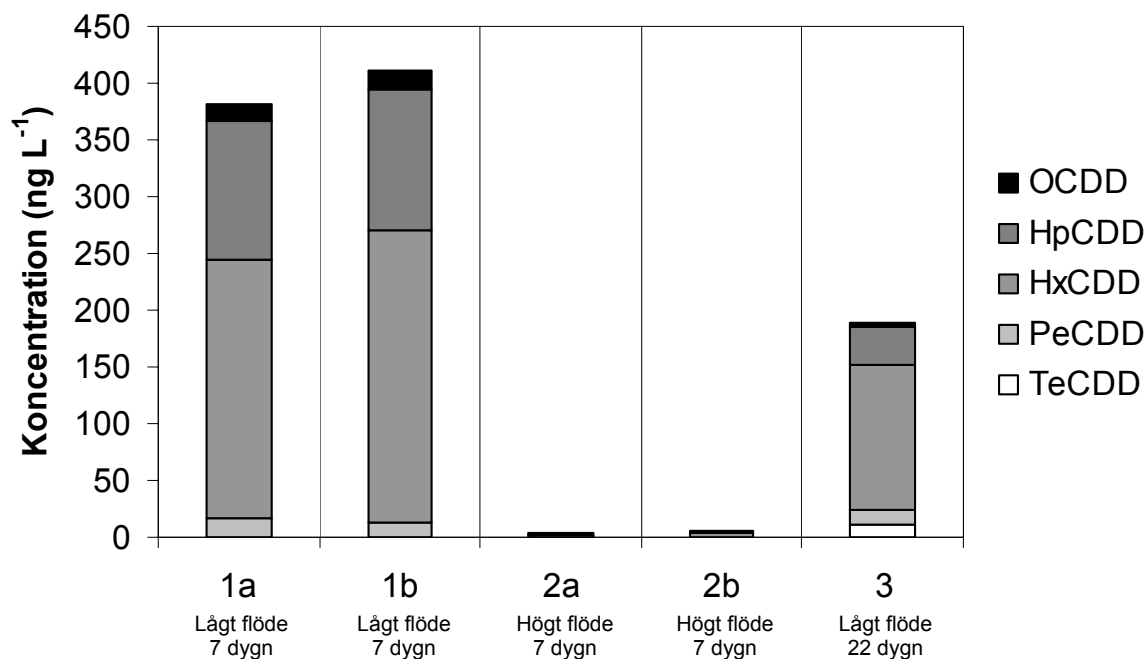
Tabell 13. Totalhalten av PCDD i Luleå-jorden, C_s (medelvärde och standardavvikelse baserat på fem replikat), och utlakade halter av PCDD, C_w , från samtliga Luleå-försök. Andel av totalmängden i jorden som återfunnits i lakvattnet visas även i % för varje PCDD-homolog och försök.

	C_s [ng g ⁻¹ TS]	C_w [ng L ⁻¹]				
		Luleå 1a*	Luleå 1b*	Luleå 2a**	Luleå 2b**	Luleå 3***
TeCDD	13±16	1 (0,006%)	0,4 (0,002%)	0,01 (0,0001%)	0,02 (0,0001%)	12 (0,08%)
PeCDD	79±85	16 (0,02%)	13 (0,01%)	0,3 (0,0003%)	0,1 (0,0001%)	13 (0,01%)
HxCDD	120±108	228 (0,2%)	258 (0,2%)	2 (0,001%)	3 (0,002%)	126 (0,09%)
HpCDD	18±18	122 (0,6%)	123 (0,6%)	1 (0,005%)	2 (0,01%)	35 (0,2%)
OCDD	2±2	15 (0,7%)	17 (0,8%)	0 (0,02%)	1 (0,04%)	4 (0,2%)
Summa	232±211	383 (0,1%)	412 (0,2%)	3 (0,001%)	6 (0,002%)	190 (0,07%)

* Lågt flöde, 7 dygn

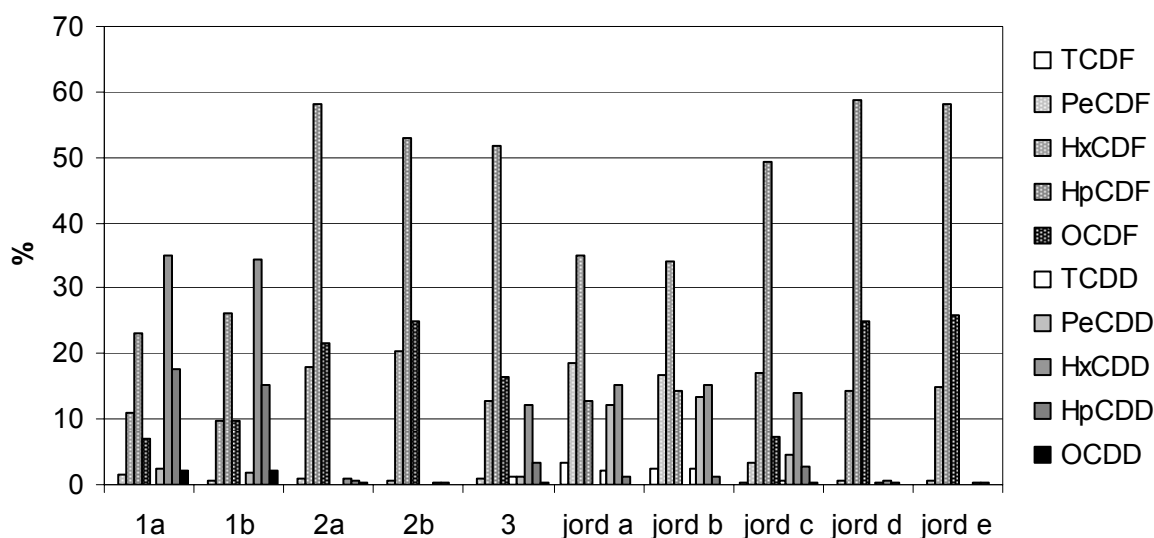
** Högt flöde, 7 dygn

*** Lågt flöde, 22 dygn



Figur 7. Utlakade halter (ng L⁻¹) av PCDD från samtliga försök med jordmaterial från Luleå.

Det var inte någon skillnad mellan Luleå 1a och 1b i utlakade halter av PCDD. Utlakningen i Luleå 2 var däremot ca 100 gånger lägre än i Luleå 1 och utlakningen i Luleå 3 ca hälften så stor. Halterna av PCDD i Luleå 2b var ungefär dubbelt så höga som i 2a. PCDD i jorden bestod till störst del av HxCDD, och HxCDD återfanns också i högst halter i lakvattnet från samtliga Luleå-försök. Mindre än 0,2 % av den totala mängden PCDF i jorden hade lakats ut. I Luleå 1 återfanns däremot upp till 0,8 % av Hp- och OCDD från jorden i lakvattnet. Variationen i C_s för PCDD mellan de olika jordproverna var stor och större än variationen för de andra klorerade föreningarna (se tabell 13). Sammansättningen av PCDF och PCDD i jordproverna och i de analyserade lakvattnen varierade kraftigt. Föroreningsprofilen för lakbara halter PCDDF och PCDD och totala halter i jordproverna visas i figur 8.

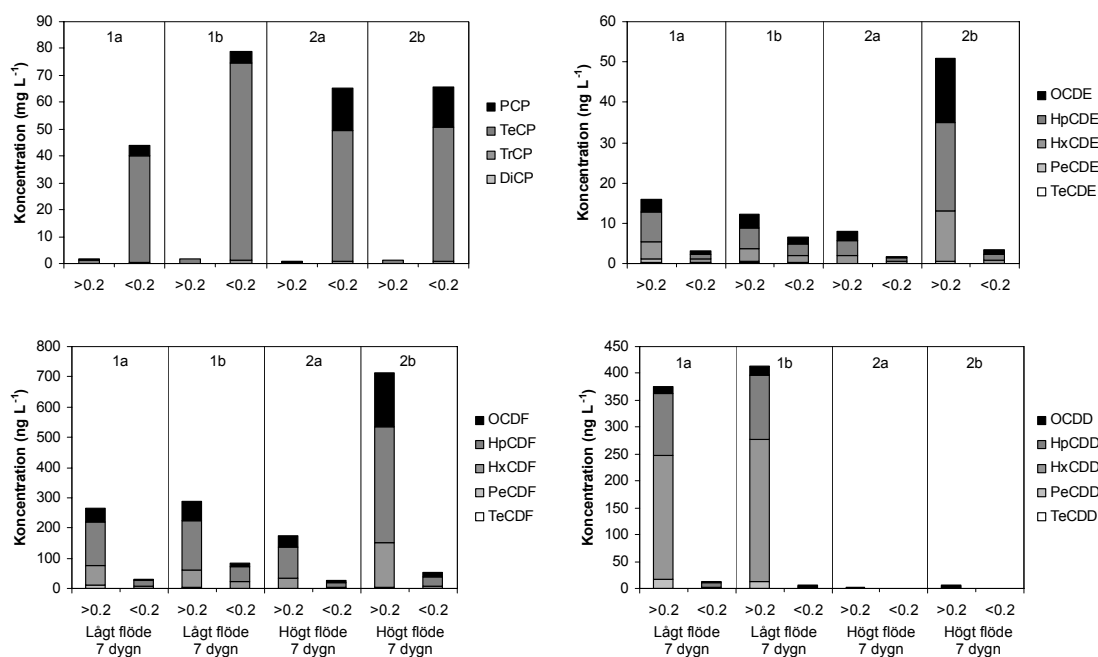


Figur 8. Föroreningsprofiler för PCDF och PCDD i lakvattnet från Luleå-försöken samt från totalhaltsanalyserna av jordproverna.

Föroreningsprofilen för PCDF och PCDD i Luleå 3 liknar mest jordprov c. Det gör även Luleå 1a och 1b, men med en högre andel PCDD. Luleå 2a och 2b liknar däremot mest jordprov d och e som också karakteriseras av en liten andel PCDD.

4.2.5 Fördelning av utlakade CP, PCDE, PCDF och PCDD mellan partikelfraktioner och vätskefas i lakvattnet

Lakvattnet från Luleå 1 och 2 fraktionerades genom filtrering i fyra faser, 2,7 μm , 0,7 μm , 0,2 μm och vattenfas (< 0,2 μm), och varje filter och vätskefasen extraherades och utvärderades med avseende på mängd och sammansättning av CP, PCDE, PCDF och PCDD. Det var ingen skillnad i sammansättning av föreningar mellan de olika filtren. Av föreningarna som återfanns i partikelfraktionerna fanns störst mängd i den grövsta fraktionen, 2,7 μm ; upp till 50 % av CP-, 65 % av PCDE och 75 % av PCDD/F. Mängden partiklar som fastnat på filtren var däremot för liten för att vägas. De utlakade halterna och fördelningen av de olika ämnena mellan partikel- och vätskefas i Luleå 1 och 2 visas i figur 9. Lakvattnet från Luleå 3 fraktionerades inte och visas därför inte i figuren.



Figur 9. Fördelning av utlakade CP, PCDE, PCDF och PCDD mellan partikelfraktion (>0,2µm) och vätskefas (<0,2µm) i lakvattnet från Luleå 1 och 2.

Av de utlakade CP återfanns huvuddelen i vätskefasen, 97–99 %, och bara en liten del i partikelfractionen, 1–3 %. För de andra föreningarna var situationen den motsatta. Av utlakade PCDE återfanns 6–34 % i vätskefasen och 66–94 % i partikelfractionen, av PCDF återfanns 7–23 % i vätskefasen och 77–93 % i partikelfractionen och av PCDD återfanns 1–18 % i vätskefasen och 82–99 % i partikelfractionen.

4.2.6 Fysikaliska och kemiska parametrar från CP-försöken

pH, DOC, konduktivitet och turbiditet i de olika Luleå-försöken mättes och studerades för att utvärdera om det fanns skillnader i fysikaliska och kemiska parametrar mellan replikaten och för att undersöka metodens känslighet mot en förändring i flöde samt effekterna av en förlängd återcirkulationstid. I tabell 14 visas de fysikaliska och kemiska parametrarna från Luleå-försöken.

Tabell 14. Fysikaliska och kemiska parametrar för Luleå-försöken.

	Mängd jord [g TS]	L/S	Flöde start / slut [ml h ⁻¹]	pH start / slut	DOC [mg L ⁻¹]	Kond. [mS m ⁻¹]	Turbiditet [FNU]
Luleå 1a*	527,5	0,89	19,8 / 17,0	7,2 / 6,3	55	192	2,3
Luleå 1b*	532,3	0,87	20,3 / 16,6	7,1 / 6,3	56	192	2,3
Luleå 2a**	529,7	0,89	30,2 / 29,9	7,1 / 7,0	89	194	1,4
Luleå 2b**	519,9	0,86	30,0 / 28,4	7,0 / 6,6	58	196	1,0
Luleå 3***	526,9	0,89	20,6 / 18,8	7,0 / 6,7	74	211	0,9

* Lågt flöde, 7-dygn

** Högt flöde, 7-dygn

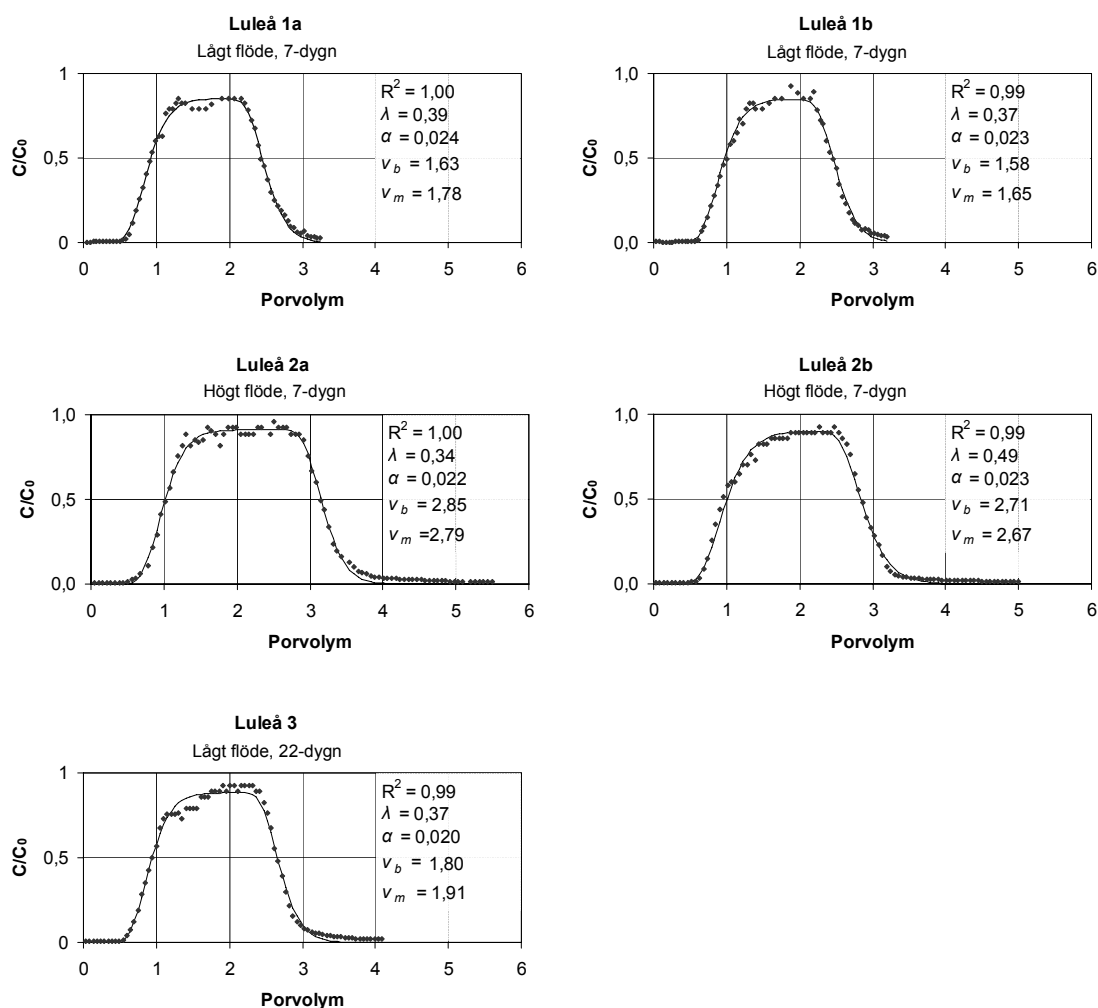
*** Lågt flöde, 22-dygn

Mängden jord och L/S var ungefär densamma i alla Luleå-försök. Flödet sjönk något under experimentens gång, och det gjorde även pH. I Luleå 2a och 3 var DOC något högre än i de andra Luleå-försöken. Det var ingen skillnad i konduktivitet mellan Luleå 1 och 2. Konduktiviteten i Luleå 3 var däremot något högre. Turbiditeten var något lägre i Luleå 2 och 3 än i Luleå 1. Det fanns inga direkta skillnader i de fysikaliska och kemiska parametrarna mellan replikaten utöver det något högre DOC-värdet i Luleå 2a jämfört med Luleå 2b. Ingen bakteriell tillväxt kunde detekteras på odlingsplattorna från lakningsvätskan i Luleå-försöken, varken i början eller i slutet av experimenten.

4.2.7 Genombrottskurvor från CP-försöken

Konservativa spårämnesförsök med LiBr utfördes och genombrottskurvor studerades för att utvärdera om det fanns skillnader i flödesregim genom kolonnerna mellan replikaten och om flödesregimen påverkades av ett förändrat flöde och av en förlängd återcirkulationstid.

De experimentellt uppmätta bromidkoncentrationerna och de modellerade genombrottskurvorna för Luleå-försöken visas i figur 10. Figuren visar även modellerade: dispersiviteten, λ (cm), förlustfaktorn, α , och porvattenhastigheten, v_m (cm h⁻¹), för varje Ringssted-försök. I figuren anges också den *beräknade* porvattenhastigheten, v_b (cm h⁻¹), se ekvation 1.



Figur 10. Experimentellt uppmätta bromidhalter (\blacklozenge) och modellerade genombrottskurvor (—), dispersivitet, λ , förlustfaktor, α , porvattenhastighet, v_m , och den beräknade porvattenhastigheten, v_b , och från Luleå-försöken. LiBr-pulsens längd var 1,6 porvolym i Luleå 1a och 1b, 2,2 i Luleå 2a, 1,9 i Luleå 2b och 1,8 i Luleå 3.

Bromidpulserna genom kolonnerna karakteriseras av symmetriska genombrottskurvor i alla Luleå-försök. Vissa av kurvorna har en svans. Förhållandet C/C_0 var 0,6 vid 1 porvolym i Luleå 1a, 2b och 3, och 0,5 i Luleå 1b och 2a. Massbalansen, andelen av mängden inpumpade bromidjoner som återfanns i utflödet under experimentets gång, var 81 % i Luleå 1a och 1b, 91 % i Luleå 2a, 88 % i Luleå 2b och 90 % i Luleå 3. Dispersiviteten, λ , och α var ungefär desamma i alla Luleå-försök. Hastigheten, v_m , var större än v_b i Luleå 1 och 3 och något lägre än v_b i Luleå 2.

4.3 Adsorptionsförluster

4.3.1 Adsorption av PAH till lakustrutningen

I tabell 15 visas resultat från förlusttesterna där lakustrutningen sköljdes med ett opolärt lösningsmedel för att extrahera PAH som adsorberat till utrustningens väggar.

Resultatet är redovisat som mängden (μg) extraherad PAH från utrustningen. I de fall där halten PAH i lösningsmedelsfasen understeg Analyticas rapporteringsgräns har värdet för denna gräns använts för att beräkna den största mängd som möjligen skulle kunna ha adsorberats till utrustningen. Dessa värden föregås av ”<”-tecken i tabellen. Re-

sultat från renhetstesten av lösningsmedlet från flaska A och B redovisas även i tabell 15 som mängden (μg) PAH i indunstad volym lösningsmedel (120 ml). Detekterbara halter av relativt lättflyktiga PAH (naftalen, acenaften, fluoren) återfanns i lösningsmedel från flaska A, men ej i flaska B.

I tabell 16 redovisas den procentuella förlusten (adsorptionen) av PAH i de olika lakningarna, beräknade som andelen adsorberad PAH av total utlakad mängd (total utlakad mängd har beräknats som summan av mängden adsorberad PAH och mängden PAH i systemets vattenfas). I de fall där halten PAH gick att kvantifiera i lösningsmedelsfasen, men inte i vattenfasen, har värdet för Analyticas rapporteringsgräns för vattenfasen använts för att beräkna den minsta möjliga procentuella adsorptionen. Dessa värden föregås av ”>”-tecken i tabellen. I de fall där halten PAH gick att kvantifiera i vattenfasen, men inte i lösningsmedelsfasen, beräknades den största möjliga procentuella förlusten genom att använda Analyticas rapporteringsgräns för lösningsmedelsfasen. Dessa värden föregås av ”<”-tecken i tabellen.

I de försöksupställningar som användes till lakförsök på jord från Ringsted återfanns mycket små mängder adsorberad PAH. För Ringsted 1a kunde bara adsorptionen av två ämnen kvantifieras, naftalen och fenantren, och förlusten av dessa var 0,005 respektive 0,007 %. Några fler ämnen kunde kvantifieras för Ringsted 1b och förlusten av PAH fastställdes till mellan 0,004 och 0,4%. För övriga studerade jordar var förlusten av PAH till lakutrustningen betydligt större. För Grimstorp var t ex. förlusten av PAH, med tre till fyra ringar, 7–20 %, och för femringade uppskattades förlusten till mellan 35–53 %. Förlusten av PAH från två av proverna från Åsbro (Å8J55:80 och Å6J77:10) uppskattades ligga mellan < 6 % till < 68 %. För Å8J55:80 kunde sex av ämnena kvantifieras i båda faserna. Förlusten av dessa ämnen låg mellan 9–19 %. För det tredje provet från Åsbro (Å5J65:10) kunde inga av de undersökta ämnena kvantifieras i vattenfasen men i lösningsmedelfasen hittades halter av naftalen, acenaften och fenantren. Den uppskattade procentuella förlusten av dessa ämnen är > 39, > 65 respektive > 54 %. Det är dock troligt att dessa molekyler inte härstammade från den undersökta utrustningen utan har tillförts provet via luften. Som tidigare nämnts återfanns just halter av lättflyktiga PAH (naftalen, acenaften, fluoren), i ett av ”nollproverna” av lösningsmedel.

Tabell 15. Extraherade mängder av PAH (μg) som adsorberat till utrustningen vid lakförsök med olika jordprover. Angivet finns även resultat från analys av indunstad ren heptan, redovisat som mängden PAH i den indunstade volymen.

Mängd PAH (μg)	Ringsted		Grimstorp		Asbro			Test av heptan (renhet)	
	1a ^b	1b ^b	Gr 2: 0-15(C) ^b	Gr 3: 50-70(B) ^a	Å8J55:80B	Å5J65:10	Å6J77:10	Flaska A	Flaska B
naftalen	0,00018	0,00018	0,10	0,21	0,18	0,11	0,13	1,13	<0,02
acenaftilen	<0,00004	<0,00004	<0,02	0,03	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
acenaften	<0,00004	<0,00004	0,03	<0,02	<0,02	0,02	0,03	0,02	<0,02
fluoren	<0,00004	<0,00004	<0,02	<0,02	0,02	<0,02	<0,02	0,06	<0,02
fenantren	0,00004	0,00008	0,02	<0,02	0,04	0,02	<0,02	<0,02	<0,02
antracen	<0,00004	<0,00004	0,03	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
fluoranten	<0,00004	0,00008	0,02	<0,02	0,21	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
pyren	<0,00004	0,00008	0,03	<0,02	0,11	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
bens(a)antracen	<0,00004	0,00006	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
krysen	<0,00004	0,00004	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
bens(b)fluoranten	<0,00004	0,00008	0,02	0,03	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
bens(k)fluoranten	<0,00004	0,00004	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
bens(a)pyren	<0,00004	0,00004	0,02	<0,02	0,03	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
dibens(ah)antracen	<0,00004	<0,00004	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
benso(ghi)perylen	<0,00004	<0,00004	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02
indeno(123cd)pyren	<0,00004	<0,00004	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02

^aExtraktion utförd med heptan från flaska A.

^bExtraktion utförd med heptan från flaska B.

Tabell 16. Procentuella förluster vid respektive kolonntest. I tabellen visas mängden PAH som adsorberats till lakutrustningens väggar som andel av total utlakad mängd (adsorberad mängd + mängd i vattenfasen) i procent.

Förlust till lakutrustning %	Ringsted		Grimstorp		Åsbro		
	1a ^b	1b ^b	Gr2:0- 15(C) ^b	Gr3:50- 70(B) ^a	Å8J55:80B	Å5J65:10	Å6J77:10
	naftalen	0,005	0,007	26	21	13	>39
acenaftylen	-	-	-	-	-	-	-
acenaften	<0,003	<0,003	20	<8	<6	>65	49
fluoren	<0,004	<0,004	<16	<11	9	-	<26
fenantren	0,002	0,004	12	<13	14	>54	<39
antracen	<0,012	<0,012	7	<12	<12	-	<34
fluoranten	<0,007	0,016	10	<4	10	-	<7
pyren	<0,011	0,024	15	<11	12	-	<12
bens(a)antracen	<0,073	0,106	<54	<51	<12	-	<60
krysen	<0,058	0,060	<46	<33	<11	-	<44
bens(b)fluoranten	<0,212	0,362	35	53	<13	-	<41
bens(k)fluoranten	<0,472	0,370	<57	<63	<25	-	<64
bens(a)pyren	<0,206	0,166	35	<42	19	-	<50
dibens(ah)antracen	-	-	-	-	<68	-	-
benso(ghi)perylene	<0,535	<0,409	<55	<59	<31	-	<50
indeno(123cd)pyren	<0,668	<0,486	<57	<69	<33	-	<59

^aExtraktion utförd med heptan från flaska A.

^bExtraktion utförd med heptan från flaska B.

4.3.2 Adsorption av PAH till olika material

I tabell 17 redovisas beräknade medelvärden (och relativa standardavvikelser) för uppmätta halter i lösningarna *hög halt*, *mellanhalt* respektive *låg halt* vid försökets start (dvs ursprungshalter för de olika försöken). Koncentrationen av naftalen i lösningen *hög halt* var i samma storleksordning som i lösningen *mellanhalt* ($\approx 13 \mu\text{g/L}$) och avsevärt lägre än den uppskattade från tillsats ($\approx 60 \mu\text{g/L}$). Därtill var den relativa standardavvikelsen för naftalen oacceptabelt stor (124 %) för *hög halt* vilket pekar på att minst ett av proverna för *hög halt* innehöll en ”felaktigt” låg koncentration av ämnet. Naftalen är det flyktigaste av de studerade ämnena och avdunstning av ämnet vid analysförfarandet av detta prov är den troligaste orsaken till den allt för låga koncentrationen som kvantifierades. Övriga beräknade värden hade en acceptabel (låg) spridning.

Tabell 17. Medelvärde ($n=2$) av kvantifierade halter i stamlösningar som användes för adsorptionstester till olika material. Värden inom parentes efter medelvärden är den procentuella standardavvikelsen för de två replikaten.

Medelvärdet av analyserade ursprungshalter

	<i>Hög halt</i>		<i>Mellanhalt</i>		<i>Låg halt</i>	
	Medel µg/L	Stdav %	Medel µg/L	Stdav %	Medel µg/L	Stdav %
naftalen	13,3	(124)	12,5	(6)	1,90	(7)
acenaftilen	51,0	(14)	13,5	(5)	1,40	(10)
acenaften	53,5	(4)	14,0	(0)	2,60	(5)
fluoren	73,5	(11)	16,0	(0)	3,15	(2)
fenantren	44,0	(16)	9,80	(3)	2,20	(6)
antracen	25,0	(6)	5,90	(2)	1,55	(5)
fluoranten	64,0	(18)	15,0	(0)	3,70	(4)
pyren	67,5	(16)	16,5	(4)	4,50	(3)
bens(a)antracen	11,2	(23)	3,45	(2)	1,00	(0)
krysen	1,65	(21)	0,540	(0)	0,165	(4)
bens(b)fluoranten	0,970	(19)	0,340	(4)	0,115	(6)
bens(k)fluoranten	0,570	(20)	0,200	(0)	0,069	(8)
bens(a)pyren	2,60	(22)	0,940	(3)	0,340	(0)
dibens(ah)antracen	0,320	(4)	0,125	(6)	0,055	(3)
benso(ghi)perylen	0,135	(5)	0,0590	(6)	0,020	(0)
indeno(123cd)pyren	13,5	(16)	5,25	(12)	2,00	(0)

I tabell 18, 19 och 20 redovisas beräknade medelvärden (och relativa standardavvikelser) för uppmätta halter i lösningarna *hög halt*, *mellanhalt* respektive *låg halt* efter 7 dygns kontakttid med flaskor gjorda av glas, teflon, respektive rostfritt stål. Den relativa standardavvikelsen för försöken med flaskor av rostfritt stål som förslöts av misstag med o-ring av gummi var betydligt högre jämfört med försöket utan o-ring (jämför tabell 18 och 19 med 20). Om försöken inom varje koncentrationsnivå jämförs syns tydligt en större spridning i resultaten från försöket med rostfritt stål med o-ring jämfört med glas och teflon. Vid den lägsta koncentrationsnivån *låg halt* var spridningen (den relativa standardavvikelsen) i samma storleksordning för de tre studerade materialen. Sammantaget indikerar detta att o-ringen negativt påverkat försöket *hög halt* och *mellanhalt* och att resultaten ifrån dessa försök inte är tillförlitliga.

Tabell 18. Medelvärde (n=2) av uppmätta halter i lösningen "hög halt" efter 7 dagars kontakt med flaskor gjorda av glas, teflon eller rostfritt stål. Värden inom parantes efter medelvärden är den procentuella standardavvikelsen för de två replikaten.

Hög halt	Ursprungshalt	Glas		Teflon		Rostfritt stål med o-ring	
		Medel µg/L	Medel µg/L Stdav %	Medel µg/L	Stdav %	Medel µg/L	Stdav %
naftalen	13,3	44,0	(13)	37,5	(6)	10,9	(41)
acenaftilen	51,0	56,5	(9)	52,5	(7)	3,60	(31)
acenaften	53,5	55,5	(14)	50,5	(7)	3,75	(40)
fluoren	73,5	63,5	(8)	51,0	(6)	2,25	(41)
fenantren	44,0	35,5	(6)	26,5	(3)	0,575	(43)
antracen	25,0	21,5	(3)	13,5	(5)	0,305	(44)
fluoranten	64,0	50,0	(3)	35,5	(6)	0,510	(61)
pyren	67,5	53,5	(4)	39,5	(9)	0,740	(88)
bens(a)antracen	11,2	7,05	(3)	4,10	(10)	1,45	(44)
krysen	1,65	0,980	(3)	0,645	(8)	0,295	(36)
bens(b)fluoranten	0,970	0,660	(6)	0,385	(2)	0,355	(26)
bens(k)fluoranten	0,570	0,355	(2)	0,210	(7)	0,150	(28)
bens(a)pyren	2,60	1,65	(4)	0,990	(1)	0,820	(28)
dibens(ah)antracen	0,320	0,215	(3)	0,115	(6)	0,109	(28)
benso(ghi)perylene	0,135	0,080	(9)	0,039	(4)	0,034	(40)
indeno(123cd)pyren	13,5	8,65	(14)	6,10	(0)	7,50	(26)

Tabell 19. Medelvärde (n=2) av uppmätta halter i lösningen "mellanhalt" efter 7 dagars kontakt med flaskor gjorda av glas, teflon eller rostfritt stål. Värden inom parantes efter medelvärden är den procentuella standardavvikelsen för de två replikaten.

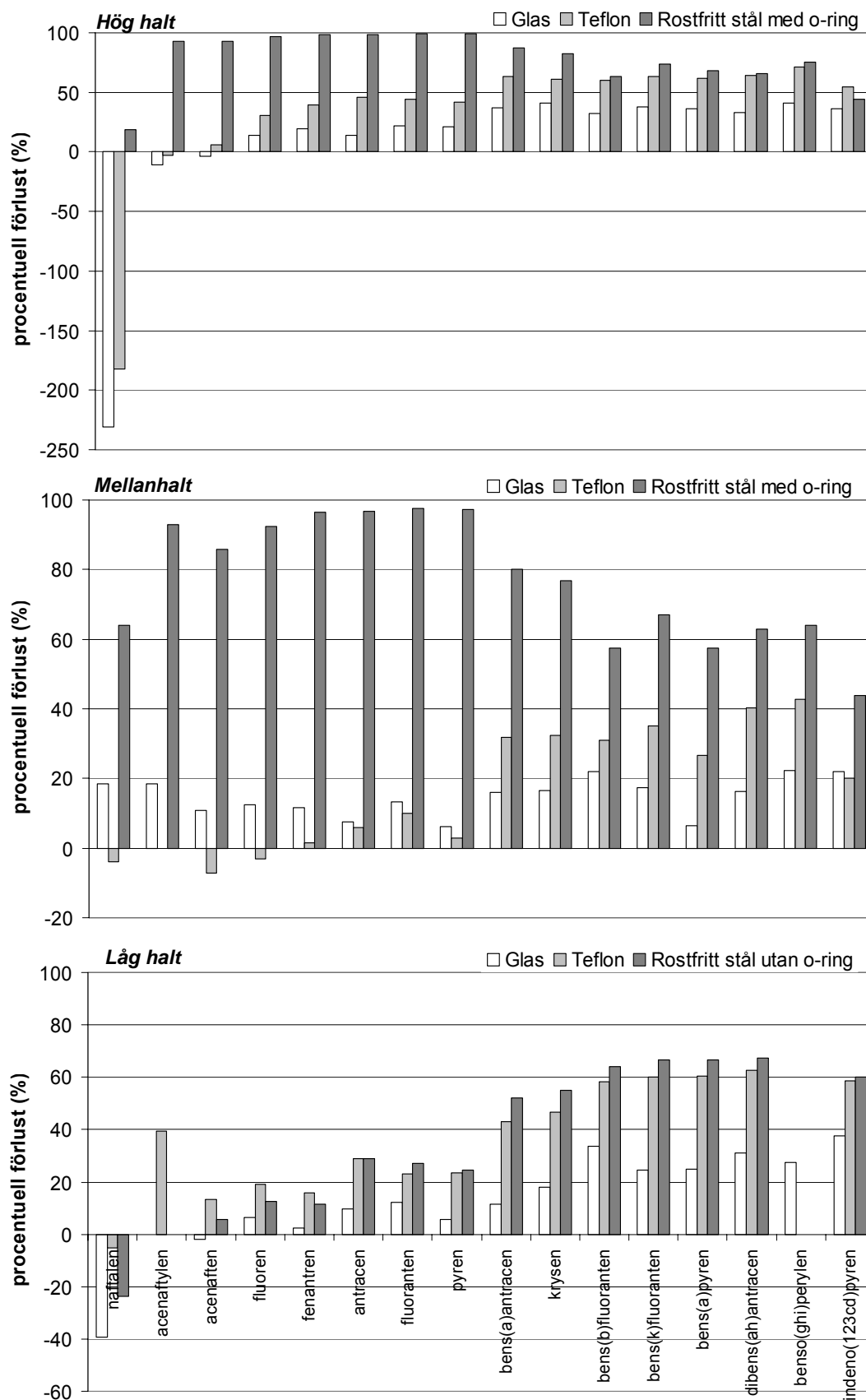
Mellanhalt	Ursprungshalt	Glas		Teflon		Rostfritt stål med o-ring	
		Medel µg/L	Medel µg/L Stdav %	Medel µg/L	Stdav %	Medel µg/L	Stdav %
naftalen	12,5	10,2	(25)	13,0	(11)	4,50	(19)
acenaftilen	13,5	11,0	(13)	13,5	(5)	0,94	(39)
acenaften	14,0	12,5	(17)	15,0	(9)	2,00	(35)
fluoren	16,0	14,0	(10)	16,5	(13)	1,20	(35)
fenantren	9,80	8,65	(6)	9,65	(5)	0,355	(34)
antracen	5,90	5,45	(1)	5,55	(4)	0,195	(40)
fluoranten	15,0	13,0	(0)	13,5	(5)	0,375	(17)
pyren	16,5	15,5	(5)	16,0	(0)	0,455	(48)
bens(a)antracen	3,45	2,90	(20)	2,35	(15)	0,685	(28)
krysen	0,540	0,450	(22)	0,365	(14)	0,125	(28)
bens(b)fluoranten	0,340	0,265	(35)	0,235	(27)	0,145	(24)
bens(k)fluoranten	0,200	0,165	(30)	0,130	(22)	0,066	(28)
bens(a)pyren	0,940	0,880	(35)	0,690	(29)	0,400	(28)
dibens(ah)antracen	0,125	0,105	(35)	0,075	(33)	0,047	(32)
benso(ghi)perylene	0,059	0,046	(33)	0,034	(27)	0,021	(27)
indeno(123cd)pyren	5,25	4,10	(52)	4,20	(34)	2,95	(26)

Tabell 20. Medelvärde ($n=2$) av uppmätta halter i lösningen "låg halt" efter 7 dagars kontakt med flaskor gjorda av glas, teflon eller rostfritt stål. Värden inom parantes efter medelvärden är den procentuella standardavvikelsen för de två replikaten.

Låg halt	Ursprungshalt		Glas		Teflon		Rostfritt stål	
	Medel $\mu\text{g/L}$		Medel $\mu\text{g/L}$	Stdav %	Medel $\mu\text{g/L}$	Stdav %	Medel $\mu\text{g/L}$	Stdav %
naftalen	1,90		2,65	(3)	2,00	(35)	2,35	(9)
acenaftilen	1,40		- ^a	- ^a	0,850	(13)	- ^a	(- ^a)
acenaften	2,60		2,65	(3)	2,25	(16)	2,45	(3)
fluoren	3,15		2,95	(2)	2,55	(14)	2,75	(3)
fenantren	2,20		2,15	(3)	1,85	(11)	1,95	(4)
antracen	1,55		1,40	(0)	1,10	(13)	1,10	(0)
fluoranten	3,70		3,25	(2)	2,85	(7)	2,70	(10)
pyren	4,50		4,25	(2)	3,45	(10)	3,40	(8)
bens(a)antracen	1,00		0,885	(4)	0,570	(12)	0,480	(12)
krysen	0,165		0,135	(5)	0,088	(10)	0,074	(6)
bens(b)fluoranten	0,115		0,077	(12)	0,048	(21)	0,042	(22)
bens(k)fluoranten	0,069		0,052	(8)	0,028	(18)	0,023	(12)
bens(a)pyren	0,340		0,255	(8)	0,135	(16)	0,113	(21)
dibens(ah)antracen	0,055		0,038	(11)	0,021	(24)	0,018	(31)
benso(ghi)perylene	0,020		0,015	(15)	- ^a	(- ^a)	- ^a	(- ^a)
indeno(123cd)pyren	2,00		1,25	(17)	0,830	(24)	0,800	(28)

^a värdet är inte angivet eftersom halten av ämnet var under rapporteringsgränsen (i ett eller i båda proverna).

I figur 11 anges de procentuella förlusterna för de olika materialen vid de olika koncentrationsnivåerna. Som kan ses i figur 11 erhöles orimliga resultat (negativa procentuella förluster) för naftalen, acenaftilen, acenaften och fluoren för samtliga testade material vid någon, eller alla, av de testade koncentrationsnivåerna. Dessa ämnen är inte lika hydrofoba som resterande ämnen inom gruppen och de fördelar sig därför inte i samma uträkning till flaskornas väggar. Därför blir skillnaden mellan vattenlösningarnas halter, före och efter utfört försök, inte heller tillräckligt stor för att överbygga försökens standardavvikelser. Förlusterna av dessa ämnen går därför inte att utvärdera. För övriga ämnen uppgick förlusterna till glas till mellan 14–41 %, 6–22 % och 2–38 % vid försöken med *hög*-, *mellan*- respektive *låg* halt av PAH i vattenfasen. Adsorptionsförlusterna till teflon uppskattades till mellan 22–64 %, 2–43 % och 16–63 % vid *hög*-, *mellan*- respektive *låg* halt. Adsorptionsförlusten av PAH till rostfritt stål då det var i kontakt med *låg* halt uppskattades till mellan 11–67 %.



Figur 11. Förluster (i procent) till flaskor gjorda av glas, teflon eller rostfritt stål.

4.3.3 Adsorption av klorerade ämnen till filter, glasflaska och lakutrustning

Vid adsorptionstestet adsorberades 4-25 % av de återfunna CP till undersökta filter. Inga CP adsorberade till flaskans glasväggar. Av de andra föreningarna adsorberades 10-60 % av PCDE och 65-93 % av PCDD/F till filtren. Det var ingen skillnad i adsorptionen av PCDD/F till glasfiber- respektive polykarbonatfilter. 6-32 % av PCDD/F adsorberade även till väggarna i glasflaskan där de tillsatts.

I Luleå 1a fanns 200 ng PCDD/F adsorberat till glaskolonnens och rörens väggar efter avslutat lakningsförsök och i Luleå 1b fanns 125 ng. Detta motsvarar 63 respektive 39 % av de totalt utlakade PCDD/F-mängderna.

5 DISKUSSION

5.1 Utvärdering av metodens repeterbarhet

I den här utvärderingen och tidigare utvärderingar av ER-H-metoden av Hansen m.fl. (2004) och Gamst m.fl. (2007) uppskattades repeterbarheten utifrån den relativa standardavvikelsen av replikat som utförts inom ett laboratorium. För att kunna göra en jämförelse med tidigare presenterade resultat av ER-H-metodens repeterbarhet har vi i denna studie bestämt repeterbarheten på samma sätt som beskrivet ovan.

5.1.1 Lakning av PAH-förorenade jordar

Utvärderingen av ER-H-metoden utförd av Hansen m.fl. (2004) visade att repeterbarheten låg mellan 19 och 59 % (uppskattat från tre replikat på jord från Ringsted). Gamst m.fl. (2007) rapporterade en repeterbarhet på 7–28 % för utlakning av PAH (med undantag för fluoren, för vilken repeterbarheten var 71%) med ER-H-metoden tillämpad på fem replikat på en annan PAH-förorenad jord än Ringsted. I studien av Hansen et al. (2004) verkade ett samband föreligga mellan den uppskattade standardavvikelsen och storleken på föroreningarna; sämre repeterbarhet erhöles för PAH med fler ringar i sin struktur jämfört med ämnen med färre ringar. Liknande samband syntes inte i studien av Gamst m.fl. (2007), där bäst repeterbarhet erhöles för PAH med ”medel molekylvikt” så som för t.ex. pyren och fluoranten.

Repeterbarheten för utförda laktest i föreliggande studie (tabell 17) visar generellt på ett något bättre resultat än de tidigare rapporterade; 5-21 % för Ringsted (n = 2), 32–48 % för Gr 2:0–15 (n = 3), 0–34 % för Gr 3:50–70 (n = 3). Repeterbarheten för provet Å8J 55:80 (n = 3) var sämre (den relativa standardavvikelsen var 7–88 %). Avvikelsen från metodbeskrivningen för packningsförfarandet (provet torrpackades) kan ha orsakat ett ojämnt flöde genom någon eller flera av kolonnerna (pga ojämn uppfuktning eller kanalbildning), vilket skulle kunna ge upphov till en större standardavvikelse. Det är framförallt ämnet acenaften som har en hög relativ standardavvikelse (88 %). Om man bortser från detta ämne var repeterbarheten för Å8J 55:80 7–59 %. Någon trend mellan ökad ringstorlek och en sämre repeterbarhet (högre relativ standardavvikelse) gick inte att påvisa för någon av de lakade jordarna.

Flera faktorer spelar in på den framtagna repeterbarheten för metoden. Till exempel har de studerade jordarnas homogenitet (med avseende på föroreningsinnehåll) inte undersökts. Om en stor föroreningsheterogenitet har förekommit (eller annan kemisk/fysikalisk heterogenitet) kan detta påverkat repeterbarheten negativt. Därtill kommer mätosäkerheten vid analysförfarandet av vattenproverna. Analytica ALS Laboratory Group rapporterar att deras vattenanalys av 16PAH (OV1) har en utvidgad mätosäkerhet (K=2) på $\pm 29\%$ vid $8 \mu\text{g L}^{-1}$ och $\pm 24\%$ vid $80 \mu\text{g L}^{-1}$, vilket innebär att själva analysen av lakvattnet kan bidra relativt stort till de uppskattade standardavvikelserna. Att underlaget för de bestämda repeterbarheterna har varit begränsat (max tre replikat) bör också noteras.

Tabell 17. Repeterbarheten (standardavvikelsen mellan replikaten, *n*) för ER-H-metoden tillämpad på prover från Ringsted, (Ringsted 1 samt rapporterade värden för Ringsted från Hansen m fl. (2004)), Grimstorp och Åsbro.

	Standardavvikelse [%]				
	Ringsted 1 (n=2)	Ringsted Rapporterat ^a (n=3)	Gr 2: 0-15 (n=3)	Gr 3:50-70 (n=3)	Å8J 55:80 (n=3)
naftalen	21	24	39	0	31
acenaftilen	_b	_b	_b	_b	7
acenaften	15	19	48	30	88
fluoren	7	22	47	34	59
fenantren	10	22	48	22	45
antracen	6	19	41	22	29
fluoranten	13	21	42	22	51
pyren	10	25	39	17	52
bens(a)antracen*	0	28	32	26	25
krysen*	5	29	48	8	16
bens(b)fluoranten*		_c	38	13	24
bens(k)fluoranten*		_c	43	9	24
bens(a)pyren*	13	48	44	12	23
dibens(ah)antracen*	_b	_b	_b	_b	24
benso(ghi)perylene	17	59	46	31	25
indeno(123cd)pyren*	20	46	48	6	29
summa 16 EPA-PAH	16	21	37	16	55

^arapporterat av Hansen m fl. (2004).

^bej beräknat eftersom halten i ett eller flera av replikaten var under Analyticas rapporteringsgräns.

^cej tillgänglig data i rapport av Hansen m fl. (2004).

Med detta i åtanke får det anses att den här framtagna repeterbarheten, tillsammans med tidigare rapporterade uppgifter om metodens repeterbarhet, är tillräckligt god för att ER-H-metoden ska kunna tillämpas för uppskattning av utlakning av PAH från förorenad jord. Studier på jordmaterial från Grimstorp utförda som skaktester (enligt ISO/TS 21268-1) har också visat att de båda metoderna har likvärdig repeterbarhet (Elert m.fl., 2008a; Elert, m.fl., 2008b; Enell m.fl., 2008).

5.1.2 Lakning av klorfenolförorenad jord

ER-H-metoden har tidigare bara testats med avseende på PAH. Eftersom många förorenade områden är kontaminerade med klorerade föreningar är det även angeläget att testa om metoden fungerar för denna typ av ämnen. I denna studie utfördes därför lakförsök på en CP-förorenad jord och lakvattnet analyserades med avseende på fyra olika klorerade ämnesgrupper med olika egenskaper; CP, PCDE, PCDF och PCDD.

Repeterbarheten i Luleå 1 (*n* = 2), då försöken utfördes enligt rekommendationer av Hansen m.fl. (2004), var god för alla ämnesgrupper (se tabell 18) och överensstämmer med rapporterad repeterbarhet för PAH på 19–59 % (Hansen m.fl. 2004). Repeterbarheten i Luleå 2 (*n* = 2), då försöken utfördes med 50 % högre flöde, var väldigt god för CP, men resultaten för PCDE och PCDD/F (se tabell 18) gav en otillfredsställande hög standardavvikelse. Då lakningsförsöken utfördes enligt rekommendationer av Hansen m.fl. (2004) föreföll ER-H-metoden vara applicerbar på klorerade föreningar (men det bör poängteras att underlaget för denna bedömning är magert; endast två replikat utfördes).

Det finns ingenting som tyder på att skillnaderna i utlakade halter mellan Luleå 1 och Luleå 2 beror på det ökade flödet i Luleå 2 (se vidare avsnitt 5.2). För att utvärdera metodens repeterbarhet med avseende på CP, PCDE och PCDD/F bör därför hänsyn tagas även till variationen mellan Luleå 1 och Luleå 2 och inte bara till variationen mellan replikaten i respektive grupp. För CP är de utlakade halterna ungefär desamma i Luleå 1 och Luleå 2 (se figur 4), och repeterbarheten mellan de fyra försöken är 19–65 %. Variationen, mätt som standardavvikelsen, var högst för PCP (65 %). Repeterbarheten för CP är alltså tillfredställande och i samma storleksordning som repeterbarheten för PAH även när de fyra försöken från Luleå 1 och Luleå 2 ses som replikat.

Tabell 18. Repeterbarheten (standardavvikelsen mellan replikaten) i Luleå 1 och 2 för CP, PCDE, PCDF och PCDD.

	Standardavvikelse [%]			Standardavvikelse [%]	
	Luleå 1*	Luleå 2**		Luleå 1*	Luleå 2**
DiCP	23	9	TeCDF	50	67
TrCP	49	6	PeCDF	39	64
TeCP	42	3	HxCDF	1	89
PCP	6	4	HpCDF	18	78
			OCDF	32	89

TeCDE	19	141	TeCDD	59	42
PeCDE	12	115	PeCDD	14	61
HxCDE	8	98	HxCDD	9	40
HpCDE	7	95	HpCDD	0,3	51
OCDE	21	103	OCDD	9	63

* Lågt flöde, 7 dygn

** Högt flöde, 7 dygn

För PCDE var variationen stor mellan Luleå 1 och Luleå 2 (se figur 5) och repeterbarheten dålig om alla fyra försök ses som replikat, 58–112 %. Detsamma gäller för PCDF (se figur 6) och PCDD (se figur 7) där repeterbarheten var 57–77 respektive 107–128 % om alla fyra försök ses som replikat. De utlakade halterna i Luleå 2b var däremot inte helt tillförlitliga, vilket kan vara en av förklaringarna till de höga standardavvikelserna. I Luleå 2b orsakade ett luftintag i kolonnen, genom en dålig packning, en häverteffekt så att lakvätska och partiklar hastigt sögs från toppen av kolonnen till glasflaskan. Detta kan ha mobiliserat partiklar och partikulärt bundna föroreningar som annars inte skulle ha transporterats med lakvätskan. Detta kan vara orsaken till att halten av partikulärt bundna PCDE och PCDD/F var högre i Luleå 2b än i 2a (se figur 9). I de partikulära fraktionerna är kvoten mellan Luleå 2b och 2a 7 för PCDE, 4 för PCDE och 2 för PCDD. Motsvarande kvoter i vätskefasen är bara 2, 1 och 1, vilket indikerar att den högre utlakningen av PCDE och PCDD/F i Luleå 2b jämfört med Luleå 2a är orsakad av en ökad partikulär transport av dessa föreningar, möjligen orsakad av häverteffekten. Turbiditetsmätningen visar inte att mängden partiklar varit högre i Luleå 2b än i Luleå 2a (se tabell 14). Turbiditetsmätningen utfördes dock inte på lakvätskan i flaskan som

skickades på analys utan på lakväsken som fanns kvar i kolonnen och i rören efter avslutat lakningsförsök (se avsnitt 2.3.3.). När lakväsken i glasflaskan från Luleå 2b filterades före analys innehöll den däremot synbart mer partiklar än lakväsken från de andra Luleå-försöken.

Utan Luleå 2b blir repeterbarheten för PCDE och PCDD/F något bättre. Om Luleå 1a, Luleå 1b och Luleå 2a ses som replikat fås 31–89 % för PCDE, 28–78 % för PCDF och 84–105 % för PCDD. Variationen mellan Luleå 1 och Luleå 2 är mest anmärkningsvärd för PCDD och är väldigt stor även utan Luleå 2b (se figur 7). Den här studien kan inte visa på någon annan förklaring för denna skillnad än föroreningsheterogenitet i jorden. Både mellan de olika lakvattnen och mellan jordproverna var skillnaden i föroreningsprofiler anmärkningsvärt stor för PCDD/F (se figur 8). I lakningsförsöken användes visserligen en mycket större mängd jord än i totalhaltsanalyserna vilket borde ha minskat inverkan av heterogeniteten, men för de föroreningar som till stor del transporteras partikulärt har heterogeniteten i föroreningshalten förmodligen ändå spelat en stor roll. De utlakade halterna är då till stor del beroende av sammansättningen av föroreningar på de partiklar som mobiliserats och som finns i lakvattnet vid analys. För att minska inverkan av föroreningsheterogenitet i jorden på de utlakade halterna borde testmaterialet förmodligen ha homogeniserats mer. En ökad homogenisering kan däremot öka frisättningen av kolloider och utlakningen av partikulärt bundna föreningar kan då bli betydligt högre än den skulle vara vid en naturlig laksituation. En ökad homogenisering ökar även risken för förlust av flyktiga organiska ämnen.

Det var i princip inga skillnader i fysikaliska och kemiska parametrar eller i flödesregim mellan replikaten i Luleå 1 och i Luleå 2 (se vidare avsnitt 5.2) vilket tyder på att packningen av kolonnerna och förutsättningarna för utlakningsprocesserna varit likvärdiga i de olika försöken.

Sammanfattningsvis dras slutsatsen att ER-H-metoden fungerar tillfredställande med avseende på repeterbarhet för CP, men inte för PCDE och PCDD/F på grund av variationen mellan Luleå 1 och Luleå 2. Denna variation antas i sin tur vara orsakad av föroreningsheterogenitet i jorden vilket är en faktor som kan påverka utlakningen av huvudsakligen partikulärt transporterade föreningar mer än utlakningen av föreningar som transporteras i löst form. ER-H-metoden kan dock ha potential att fungera även för PCDE och PCDF eftersom repeterbarheten för dessa ämnen var relativt tillfredställande utan Luleå 2b. Metodens tillämpbarhet på dessa, och andra hydrofoba klorerade föreningar, bör därför utvärderas vidare.

5.2 Utvärdering av metodens robusthet

Flödet i systemet kan påverka hur mycket kolloider som mobiliserats och flödesregimen genom kolonnen. Ett ökat flöde kan leda till en ökad halt av hydrofoba föreningar i lakväsken orsakad av en ökad partikulär transport. Ett ökat flöde kan å andra sidan även öka självfiltreringen av kolloider i systemet eftersom lakväsken återcirkulerar fler varv genom kolonnen. Detta kan öka möjligheten att kolloider fastnar och hålls kvar i jorden och att färre kolloider finns kvar i lakväsken.

För att utvärdera metodens känslighet för ett ökat flöde utfördes lakningsförsök på Luleå-jorden vid två flöden, 20 ml h⁻¹ och 30 ml h⁻¹. Effekten av denna förändring studerades sedan med avseende på pH, turbiditet, DOC, konduktivitet, utlakade halter, fördelning av utlakade föreningar till partikelfraktioner respektive vätskefas samt med hjälp

av konservativa spårämnesförsök. Jämförelser avser bara Luleå 1 och Luleå 2 (inte Luleå 3, eftersom Luleå 3 utfördes med en längre återcirkulation).

Det ökade flödet i Luleå 2 orsakade inte någon ökad mobilisering av kolloider. En något lägre turbiditet erhöles i Luleå 2 än i Luleå 1 (se tabell 14). Skillnaden kan vara en indikation på att det förekom en ökad självfiltrering av lakvattnet i jordkolonnen med ökat flöde och fler återcirkulationer. Turbiditetsmätningarna utfördes å andra sidan mer än 24 timmar efter provtagning (3 till 5 dagar), vilket kan ha påverkat resultaten. Turbiditetsmätningar ger ingen exakt bestämning av hur mycket suspenderat material som fanns i lösningarna, utan en uppfattning om inbördes förhållanden av mängden partikulärt material i lakvätskan för lakningsförsök utförda på samma testmaterial. Flödet sjönk något under experimentets gång i alla Luleå-försök och det gjorde även pH (se tabell 14). Sänkningen i pH beror förmodligen på att jordens pH var lägre än lakvätskan (se tabell 1). Sänkningen i flöde kan bero på en ökande grad av igensättning i jorden samt på att hastigheten vid försökets start uppmättes utan kolonn och när lakvätskan sedan återcirkulerade genom kolonnen utövade testmaterialet ett mottryck som kan ha sänkt flödet något. DOC var något högre i Luleå 2a än i de andra Luleå-försöken, vilket kan bero på det något högre pH-värdet i den kolonnen (se tabell 14). Det finns däremot inget som tyder på att de små skillnader som observerats i fysikaliska och kemikaliska parametrar mellan de olika Luleå-försöken skulle vara orsakade av ökningen av flödet i Luleå 2.

En jämförelse av resultaten från de konservativa spårämnesförsöken ger information om huruvida flödesregimerna genom kolonnerna påverkats av det förändrade flödet. Genombrottskurvorna från både Luleå 1 och Luleå 2 är symmetriska vilket indikerar att flödesfältet varit homogent i alla kolonner (se figur 10). Fördelningen av transporttider för bromidpulsens front var dessutom lika och genombrottskurvan nådde $C/C_0 = 0,5$ vid ungefär en porvolym i både Luleå 1 och Luleå 2. Skillnaden mellan den modellerade porvattenhastigheten och den beräknade var liten i alla försök, men störst i Luleå 1a vilket indikerar att det förkommit fler immobiliserade zoner i den mobila fasen i den kolonnen än i de andra Luleå-försöken. Eftersom bromidpulsens längd var olika lång i de olika försöken börjar genombrottskurvorna inte avta samtidigt i Luleå 1 och Luleå 2. Genombrottskurvorna nådde aldrig $C/C_0 = 1$ i något av försöken, vilket förmodligen beror på att det förekom en retardation av bromidjoner genom diffusivt massutbyte mellan mobila och immobiliserade zoner i kolonnerna, vilket resulterade i en liten svans på genombrottskurvorna. Den modellerade förlustfaktorn i kolonnerna (som representerar bromidjoner som hålls kvar i den immobiliserade zonen och ej hunnit transporteras ut i den mobila zonen under den tid som försöken pågick) var lika stor i Luleå 1 som i Luleå 2. Den var inte heller någon direkt skillnad i den modellerade dispersiviteten mellan de olika försöken. Sammantaget indikerar de konservativa spårämnesförsöken att det ökade flödet i Luleå 2 inte påverkade flödesmönstret genom jorden i kolonnerna samt att packningen av jorden varit likvärdig mellan replikaten.

Som nämnts i avsnitt 4.2.1 var det ingen direkt skillnad i den totala utlakningen av CP mellan Luleå 1 och Luleå 2 (se tabell 10), vilket indikerar att en ökning av flödet med 50 % inte påverkade utlakningen av de föreningar som huvudsakligen transporterats i löst form (se avsnitt 5.3). Utlakningen av PCDE och PCDD/F skiljde sig däremot åt mellan Luleå 1 och Luleå 2 (se figur 5, 6 och 7). Dessa skillnader antas däremot vara orsakade av andra faktorer än förändringen av flödet. Den betydligt mycket högre utlakningen av PCDE och PCDF i Luleå 2b än i Luleå 1 antas vara orsakad av hävertef-

fekten som mobiliserade partikulärt bundna HOC som annars inte hade transporterats med lakvåtskan (se avsnitt 5.1.2) och inte av det ökade flödet i Luleå 2. Utlakningen av PCDE och PCDF var något lägre i Luleå 2a än i Luleå 1, men i samma storleksordning, och antas därför inte ha påverkats av förändringen i flöde. De stora skillnaderna i utlakade halter av PCDD mellan Luleå 1 och Luleå 2 beror förmodligen inte heller på det ökade flödet i Luleå 2 utan antas vara orsakade av den stora föroreningsheterogeniteten i jorden. Resultaten från utlakningen av PCDD skulle kunna tyda på en ökad självfiltrering av kolloider i kolonnen och minskad utlakning av partikulärt transporterade föroreningar med ökat flöde, men om så var fallet borde samma trend även ha setts för PCDE och PCDF som också huvudsakligen transporterades partikulärt (se avsnitt 5.3). Den beräknade procentuella utlakningen (andel av totalmängden i jorden som återfanns i lakvattnet) indikerar att utlakningsprocessen för PCDD varit annorlunda än utlakningsprocessen för PCDE och PCDF i både Luleå 1 och Luleå 2. I Luleå 1 var den totala procentuella utlakningen av PCDD ungefär tio gånger större än den procentuella utlakningen av PCDE och PCDF, och i Luleå 2 var den totala utlakningen av PCDD ungefär tio gånger lägre (se tabell 11, 12 och 13). Den här studien kan inte redovisa någon annan förklaring för denna trend än föroreningsheterogenitet i jorden och på de mobiliserade kolloiderna.

Fraktioneringen av lakvattnet i partikulära fraktioner och vätskefas visade inte några skillnader mellan försöken som kan anses vara orsakade av det ökade flödet i Luleå 2 (se figur 9). De observerade skillnaderna i partikulärt transporterade föroreningar ses framförallt för PCDD samt i Luleå 2b även för PCDE och PCDF. Dessa skillnader tros, som nämnts ovan, däremot bero på häverteffekten i Luleå 2b samt på föroreningsheterogenitet i jorden, och inte på en ökad mobilisering eller ökad självfiltrering av kolloider orsakade av ett ökat flöde.

Sammanfattningsvis dras slutsatsen att ER-H-metoden verkar vara robust mot en ökning av flödet med 50 % eftersom inga skillnader i fysikaliska och kemiska parametrar, förändringar i flödesregim, skillnader i utlakade halter eller förändringar i den partikulära transporten av föroreningarna föreföll vara orsakade av förändringen i flödet.

5.3 Fördelningen mellan partikulär fas och verkligt löst fas i lakvattnet

Fraktioneringen av lakvattnet från försök Luleå 1 och Luleå 2 i partikelfraktioner och vätskefas ($< 0,2 \mu\text{m}$) visade en tydlig trend med ökad betydelse av partikulärt bunden transport i utlakningsprocessen med ökad hydrofobicitet hos föreningarna (se figur 9). CP, med lägst K_{ow} av de undersökta föreningarna, återfanns nästan uteslutande i vätskefasen medan PCDD, med högst K_{ow} , nästan uteslutande återfanns i partikelfraktionerna. Samma trend har tidigare setts för bl.a. PCB (Burgess et al., 1996) och för PAH (Mackay och Gschwend, 2001). För dessa ämnen ökade associationen till kolloider med ökat K_{ow} hos de undersökta ämnena. En fördjupad utvärdering av fördelningen av HOC mellan partikulär fas och löst fas (i de lakförsök som presenteras i föreliggande studie) har gjorts av Hemström (2007), Persson (2007) och Persson m fl. (2008).

Eftersom CP är svaga organiska syror kan de föreligga i både neutral och joniserad form, och deras löslighet och affinitet för partikulärt och organiskt material kan variera och är beroende av pH. Fingler et al. (2004) visade att sorptionsintensiteten av CP minskade med ökat pH. I denna studie var pH i den CP-förorenade jorden 6,5 och tetra- och pentaklorerade CP, 98–99 % av de utlakade CP (se tabell 10), förelåg därför huvudsakligen i joniserad form. Om lakningsförsök görs på surare CP-förorenade jordar minskar

joniseringsgraden av CP och sorptionsintensiteten ökar. Inverkan av den partikulära transporten på utlakningsprocessen av CP kan då förmodas spela en större roll än den gjorde i den här studien. Eftersom metodens repeterbarhet är sämre vid utlakning av mer hydrofoba organiska ämnen (partikulärt transporterade föreningar) skulle en tillämpning av ER-H-metoden på en surare jord troligtvis resultera i en försämring av repeterbarhet för utlakning av CP.

Hansen et al. (2004) rekommenderar att lakvattnet från kolonnlakningsexperimentet inte filtreras före analys så att de partikelbundna föreningarna i lakvattnet tas hänsyn till vid uppskattningen av lakbarheten i den undersökta jorden. De partiklar som finns i lakvattnet har inte filtrerats bort av jorden vid återcirkulationen och kan därför antas vara mobila även under fältförhållanden. Denna studie visar tydligt vikten av att ta hänsyn till partikulärt transporterade föroreningar vid riskbedömningar av läckage av HOC från förorenade områden, framförallt för de med $\log K_{ow} > 6$ (Persson, m fl., 2008). Annars är risken stor att lakbarheten i jorden underskattas. Att filtrera lakvattnet före analys kan däremot ha fördelar om filterna, som i denna studie, sedan extraheras och analyseras. Hänsyn tas då till de partikulärt transporterade föreningarna och information fås även om hur stor andel av de utlakade föreningarna som transporterats partikulärt respektive löst i vätskefasen. Denna information kan sedan vara viktig vid riskbedömningen av det förorenade området i fråga, både med avseende på biotillgänglighet och på transportpotential av föroreningarna. Lösta föroreningar är mer biotillgängliga än partikulärt bundna (Semple m fl., 2004) och utgör därför en större direkt risk. Hydrofoba HOC kan å andra sidan transporteras längre och fortare och vara potentiellt biotillgängliga på platser längre bort än väntat utifrån deras vattenlöslighet om de är bundna till mobila kolloider (de Jonge m fl., 2004). Fraktionering av de utlakade föreningarna i partikulär och löst fas kan därför förbättra riskbedömningen genom att ge information om både vad som är direkt och vad som är potentiellt biotillgängligt.

5.4 Kontroll av jämvikt

Genom att förlänga återcirkulationen från 7 dagar till ca 3 veckor, och därefter jämföra de utlakade halterna, gjordes en grov uppskattning om huruvida kemisk jämvikt nåtts i de olika undersökta jordarna.

5.4.1 PAH-förorenad jord

ER-H-metoden har tidigare utvärderats med avseende på olika lång återcirkulation; 1–21 dygn för fluoranten och bens(a)pyren, (Gamst, m fl., 2003) och 1–19 dygn för naftalen, fluoranten, fenantren och bens(a)pyren, (Gamst, m fl., 2007). Gamst m fl. (2003) fann att den utlakade halten av dessa ämnen bara ökade upp till en återcirkulation på ungefär sju dygn vilket indikerar att jämvikt då har nåtts i systemet. Gamst m fl. (2007) fann att ökningen från sju till 19 dygn var liten och svår att bestämma.

Ringsted

För Ringsted antyder resultaten i föreliggande studie att jämvikt inte uppnås efter sju dygns återcirkulation. För samtliga PAH, förutom naftalen, var de utlakade halterna högre i 22-dygnsförsöket (30–80 % högre) jämfört med i 7-dygnsförsöken (se tabell 3). Skillnaden i utlakad halt var för alla studerade ämnen utanför metodens beräknade relativa standardavvikelse för respektive ämne. I 22-dygnsförsöket med Ringsted var halten DOC nästan dubbelt så hög som i 7-dygnsförsöken (tabell 4), och med ökad DOC-halt kan även lösligheten av HOC öka (Chiou et al., 1987). Turbiditeten var också något

högre i Ringsted 2 än i Ringsted 1 (tabell 4). Den ökade utlakningen i 22-dygnsförsöket skulle därför kunna bero på att mängden DOC och partiklar i lakvattnet var högre då en längre återcirkulation tillämpades, vilket gör det svårt att dra någon säker slutsats om huruvida jämvikt uppnåtts efter sju dygns återcirkulation eller ej.

Flödesregimen genom Ringsted 2 var lik den i Ringsted 1. Genombrottskurvan var relativt symmetrisk, men hade en tydlig svans, precis som i Ringsted 1 (se figur 3). Det förekom däremot mer immobiliserade zoner i den mobila fasen i Ringsted 2; skillnaden mellan den modellerade och beräknade porvattenhastigheten var större, och fronten på genombrottskurvan kom lite tidigare, i Ringsted 2 än i Ringsted 1. Dispersiviteten var ungefär lika stor som i Ringsted 1b. De små skillnaderna i flödesregim mellan Ringsted 1 och 2 behöver däremot inte vara orsakade av den förlängda återcirkulationen, utan kan t.ex. bero på att luftbubblor stängts inne i materialet vid packning.

Om den ökade utlakningen i 22-dygnsförsöket beror på att jämvikt inte uppnåtts efter sju dygn skulle det vid en riskbedömning av ett PAH-förorenat område finnas en risk att lakbarheten skulle underskattas om återcirkulationstiden i kolonnlakningsförsöket utförts enligt rekommendationer av Hansen et al. (2004). Vid riskbedömningar används däremot säkerhetsmarginalerna och en underskattning av den maximala porvattenhalten på 30–80 % kan då eventuellt vara acceptabel.

Grimstorp och Åsbro

I anslutning till utlakningsförsöken med 7 dygns återcirkulation på jordproven Gr3:50-70 och Å8J55:80 startades även ett 21-dygns utlakningsförsök för vardera prov. Av okänd anledning försvann dessa lakvattenprover vid ankomst till det kommersiella lab som skulle utföra vattenanalysen och nya 21-dagarsförsök fick utföras. Av praktiska skäl kunde inte dessa försök startas förrän ca 5–8 månader efter tidigare utförda försök. För att kontrollera att ingen förändring i ursprungsproverna hade skett under denna tid togs även nya prover ut för totalhaltsanalys av PAH (resultat visas i tabell 5 och tabell 7). För det senare inskickade provet av Gr3:50-70 var halten av samtliga PAH, förutom benso(ghi)perylen, högre eller likvärdig den som kvantifierats i provet vid tidigare analys. Det gick således inte att påvisa en mätbar förändring av materialet (i form av förlust av flyktiga ämnen eller mikrobiell nedbrytning). För Å8J55:80 hade nio av studerade PAH en lägre halt i det prov som analyserades vid det senare tillfället. Resterande sju PAH hade högre eller likvärdig halt. Ingen korrelation fanns mellan uppmätta halter och ämnernas molekylvikt (hydrofobicitet). Det är därför svårt att säga om materialet har förändrats över tiden, men eftersom ingen korrelation fanns mellan lägre kvantifierade halter och ämnernas molekylvikt beror skillnaden troligtvis till störst del på föroreningsheterogenitet.

Utlakade halter i försöket med 21-dygns återcirkulation på jord från Grimstorp var lägre för samtliga PAH, med undantag för naftalen, i förhållande till halter i lakvatten från försök med rekommenderad tid för återcirkulation. Detta trots att 50 % högre halt DOC uppmättes i lakvattnet från försöket med en längre återcirkulation. Någon jämförelse av ökad/minskad förekomst av partiklar i de olika försöksupställningarna kan inte göras eftersom turbiditetsanalysen utfördes på filtrerade prover. De lägre utlakade halterna var för några PAH inom metodens relativa standardavvikelse, men för flertalet studerade ämnen var skillnaden något större (0–87 % högre utlakning vid rekommenderad tid för återcirkulation jämfört med 21 dygn). Att de utlakade halterna inte var högre vid 21-dygns återcirkulation ger en antydning om att kemisk jämvikt kan ha uppnåtts vid endast

7 dygns återcirkulation. Att de uppmätta halterna för flera av ämnena var lägre och även utanför metodens relativa standardavvikelse ger en indikation om att repeterbarheten i vissa fall kan vara sämre än den här angivna. Att försöken utfördes med så långt mellanrum kan även ha påverkat resultaten.

I försöken med den finkorniga kreosot-förorenade jorden från Åsbro är det svårt att avgöra om jämvikt kan ha uppnåtts efter 7 dygn eller ej. Utlakade halter för samtliga PAH var avsevärt lägre i 21-dygnsförsöket (i medeltal för 16PAH så mycket som ca 7 ggr lägre) jämfört med i 7-dygnsförsöken (se tabell 7). Skillnaden i utlakad halt var för alla studerade ämnen således utanför metodens beräknade relativa standardavvikelse för respektive ämne. Denna tydliga avvikelser från förväntat resultat (halter i samma storleksordning, eller högre) skulle kunna bero på att det skett en ökad självfiltrering av kolloider och små partiklar i försöket med den längre återcirkulationstiden, eftersom lakvattnet cirkulerat fler varv genom systemet. Skillnaden mellan försöken borde i så fall teoretiskt vara störst för PAH med hög molekylvikt jämfört med de med låg (eftersom de är mer hydrofoba och därmed mer benägna för partikeltransport). Någon sådan trend kunde inte påvisas, och generellt sett gällde det motsatta; större skillnad i utlakade halter för ämnen med låg molekylvikt. Likväl hade Åsbro-provet som lakades med 21-dygns återcirkulation en något lägre turbiditet än genomsnittet vid lakning med rekommenderad återcirkulationstid. Halten DOC i lakvatten från 21-dygnsförsöket var dock 36 % högre än utlakad halt (i medeltal) vid lakförsök med rekommenderad återcirkulation. Detta resultat strider mot de uppmätta lägre halterna av PAH. Att det var större skillnad i utlakade halter för ämnen med låg molekylvikt skulle kanske istället kunna förklaras med att 21-dygns försöket utfördes ca åtta månader efter 7-dygns försöket och att under denna tid har en förlust på grund av mikrobiell nedbrytning och evaporation av lågmolekylära PAH skett. Utifrån totalhaltsanalyserna (beskrivna ovan) gick det inte att dra någon klar slutsats om huruvida materialet förändrats i föroreningssammansättning över tiden. Totalhalten bestäms emellertid endast utifrån ett fåtal gram medan laktestet vanligen baseras på ca 0,5 kg.

Att resultaten skiljer sig åt för de studerade PAH-förorenade jordarna beror med stor sannolikhet på de olika föroreningssituationerna och materialens karaktäristika så som tex föroreningens ålder, organiskt material och kornstorleksfördelning. Generellt sett är en återcirkulation på sju dygn eventuellt tillräcklig för att nå en acceptabel grad av jämviktsinställande mellan den fasta fasen och lakvattnet. Önskvärt är dock att fler material undersöks med en förlängd återcirkulationstid, samt karaktäriseras, så att en databas över olika material och föroreningssituationer kan byggas upp i framtiden.

5.4.2 Klorfenol-förorenad jord

I försöken med klorfenol-förorenad jord kan jämvikt ha uppnåtts efter sju dygn för Di- och TrCP. De utlakade halterna ökade inte för dessa ämnen när återcirkulationstiden förlängdes (se tabell 10). För TeCP ökade däremot utlakningen med förlängd återcirkulationstid. Detta tyder på att olika CP har olika sorptions/desorptions-isotermer och att det tar längre tid för högklorerade CP att ställa in sig i jämvikt mellan den fasta fasen och vätskefasen jämfört med lågklorerade ämnen. Resultaten för PCP är däremot motstridiga. Det verkar som om jämvikt har uppnåtts i Luleå 2, men inte i Luleå 1, efter sju dygns återcirkulation, jämfört med Luleå 3 (se tabell 10). Detta kan eventuellt bero på att föroreningsheterogeniteten var väldigt stor i jordproverna med avseende på PCP. Analysen av lakvattnet i Luleå 3 var dessutom annorlunda än analysen av lakvattnet i Luleå 1 och Luleå 2. Lakvattnet i Luleå 3 filterades inte och vid filtrering, extraktion av

filter och analys av lakvattnet i Luleå 1 och 2 kan förlusterna vid analysen ha varit större än i Luleå 3. Det är därför svårt att säga om ämnesgruppen CP uppnått jämvikt eller ej efter sju dygns återcirkulation, eller om de observerade skillnaderna i utlakade halter beror på föroreningsheterogenitet i jorden eller på förluster vid analysen av lakvätskan. Det finns emellertid inget som tyder på att skillnaderna i utlakade halter skulle bero på förändringar i fysikaliska och kemikaliska parametrarna. Uppmätta parametrar var i princip opåverkade av förlängningen i återcirkulationstid (se tabell 14). Flödesregimen genom kolonnen påverkades inte heller av den förlängda återcirkulationen. Precis som för de andra Luleå-försöken var genombrottskurvan från Luleå 3 symmetrisk och hade en front där en 50 % återfinningsgrad uppkom vid ungefär en porvolym (se figur 10). Den modellerade nettoförlusten och dispersiviteten var dessutom i samma storleksordning som i de andra försöken.

Eftersom PCDD/F nästan uteslutande transporterades partikulärt (se figur 9) är det inte särskilt intressant att diskutera om jämvikt mellan jorden och lakvattnet uppnåts för dessa föreningar efter sju dygns återcirkulation. För dessa ämnen är det mer relevant att utvärdera om den partikulära transporten påverkats av en förlängd återcirkulation. Utlakningen av PCDF var betydligt högre efter 22 dygns återcirkulation än efter sju dygns återcirkulation (se figur 6) om man bortser från halterna i Luleå 2b som förmodligen inte är tillförlitliga. Den partikulära transporten av PCDF förefaller ha ökat med en ökad återcirkulationstid. Detta syns däremot inte i turbiditetsmätningen som faktiskt är lägre i Luleå 3 än i de andra Luleå-försöken (se tabell 14). Turbiditeten mättes däremot inte i lakvattnet i flaskan som skickades på analys utan i lakvattnet som fanns kvar i kolonnen och i rören efter avslutat lakningsförsök. Turbiditeten antogs vara densamma i hela systemet, men detta antagande har inte testats. Turbiditetsvärdena i tabell 14 visar bara vad som kommer in i flaskan från kolonnens utloppsrör. Det är fullt möjligt att mängden partiklar som lämnar flaskan genom pumpens inloppsrör vid återcirkulationen är mindre än mängden som kommer in och att det därför sker en ansamling av partiklar i flaskan. En ansamling snarare än en ökad mobilisering av partiklar skulle därför kunna vara förklaringen till de förhöjda halterna av PCDF i 22-dygnsförsöket.

Det är svårt att avgöra vilken påverkan den förlängda återcirkulationen har haft på den partikulära transporten av PCDD eftersom föroreningsheterogeniteten i jorden tros ha haft en avgörande betydelse för utlakningen av dem. Jämfört med Luleå 2a verkar den förlängda återcirkulationen ha gett en ansamling av partikulärt bundna PCDD likt den för PCDF (se figur 9). Denna trend kan däremot inte ses när Luleå 3 jämförs med Luleå 1.

Sammanfattningsvis så är återcirkulation på sju dygn sannolikt tillräcklig för att jämvikt mellan den fasta och flytande fasen ska uppnås för CP, men detta behöver studeras vidare och för fler testmaterial. Vidare rekommenderas att det även bör utvärderas hur stor avvikelser från jämviktshalterna som är acceptabel ur ett riskbedömningsperspektiv eftersom ER-H-metoden är betydligt mer praktisk om den kan köras i sju istället för 22 dygn. Slutsatsen dras även att en förlängd återcirkulation förmodligen inte ökar mobiliseringen av kolloider, men att det kan ske en ansamling av kolloider, och partikulärt transporterade HOC, i glasflaskan som kan öka med tiden för vissa jordar. För den finkorniga och slamliknande organiska jorden kan dock en ökad självfiltrering skett.

5.4.3 Utlakning av DOC

Halten DOC verkar inte ha uppnått jämvikt efter utlakning i 7 dygn. För samtliga fyra försök med förlängd återcirkulation (21 eller 22 dygn) återfanns en högre halt DOC (33–100 %) i lakvattnet jämfört med då jordprovet lakades med normal återcirkulations-tid (7 dygn).

5.5 Utvärdering av förluster

5.5.1 Adsorptionsförluster till lakustrutningen

Lågmolekylära PAH är relativt flyktiga ämnen och kors-kontaminering av prover inom ett laboratorium kan därför förekomma. Uppmätta halter av naftalen, acenaften och fluoren i det ”rena” kontrollprovet av lösningsmedel (heptan från flaska A, se tabell 15) tyder på att det har funnits en bakgrundshalt av PAH i luften på labbet. De båda heptan-kontrollproverna dunstades in vid två olika tillfällen. Vid indunstningen av det heptan-prov som uppvisade halter av PAH pågick lufttorkning av förorenade kreosotjordprover på labbet och det är troligtvis detta som orsakat korskontaminering. Detta har med stor sannolikhet även påverkat övriga prover som indunstades vid samma tillfälle (båda proverna från Grimstorp och eventuellt samtliga från Åsbro) och gör att uppskattade adsorptionsförluster av lättflyktiga ämnen (och särskilt de i heptankontrollprovet detekterade; naftalen, acenaften och fluoren) kan ha överskattats.

HOC med en hög molekylvikt har generellt sett en större adsorptionsbenägenhet jämfört med ämnen med låg molekylvikt på grund av sin större hydrofobicitet. I tidigare försök att uppskatta adsorptionen av PAH till glas har större procentuella förluster noterats för högmolekylära PAH jämfört med lågmolekylära (Gamst, m fl., 2007). Utifrån kvantifierbara PAH, i föreliggande studie, verkar våra resultat stämma överens med Gamst m fl. (2007) dvs. den procentuella förlusten ökar till glasväggarna med ökad hydrofobicitet hos ämnena. Samma trend erhöles även för de studerade klorerade föreningarna (Persson, 2007). Att adsorptionen av högmolekylära HOC är större, än för lågmolekylära ämnen, kan teoretiskt sett leda till att lakvätskan får en annan sammansättning än under lakning i en fältsituation, där den experimentella lakningen i så fall underskattar andelen mer hydrofoba ämnen i lakvattnet.

Resultaten visar även att adsorptionsförlusterna skiljer sig åt för de olika jordmaterial som lakats. Vid lakförsök med jord från Ringstedt verkar inte adsorptionen av PAH till utrustningens väggar och rör vara något problem; förlusten var inte större än 0,4 % för någon av de undersökta 16 ämnena. Det skall dock noteras att dessa resultat är avsevärt lägre än de övriga erhållna, och tidigare rapporterade (t ex. Gamst, m fl., 2003), vilket kan betyda att förlusten underskattats vid dessa försök. Försöken med jord från Grimstorp uppvisade förluster på 7–20 % för tre- till fyraringade PAH och 35–53 % för femringade PAH. För Åsbro är resultaten svårtolkade och kombinationen av låga utlakade halter, hög rapporteringsgräns och eventuell korskontaminering av prover begränsar möjligheten till utvärdering. Om man bortser från lättflyktiga ämnen (naftalen, acenaften, acenaftalen och fluoren) och enbart ser till övriga kvantifierbara ämnen uppgick förlusterna till mellan 10–14 % för tre- till fyraringade PAH och 19 % för femringade (benso(a)pyren). För den betydligt mer hydrofoba ämnesgruppen PCDD/F var adsorptionen inte anmärkningsvärt mycket högre; 39 respektive 63 % av total utlakad mängd PCDD/F adsorberades till kolonnens väggar i de två studerade systemen.

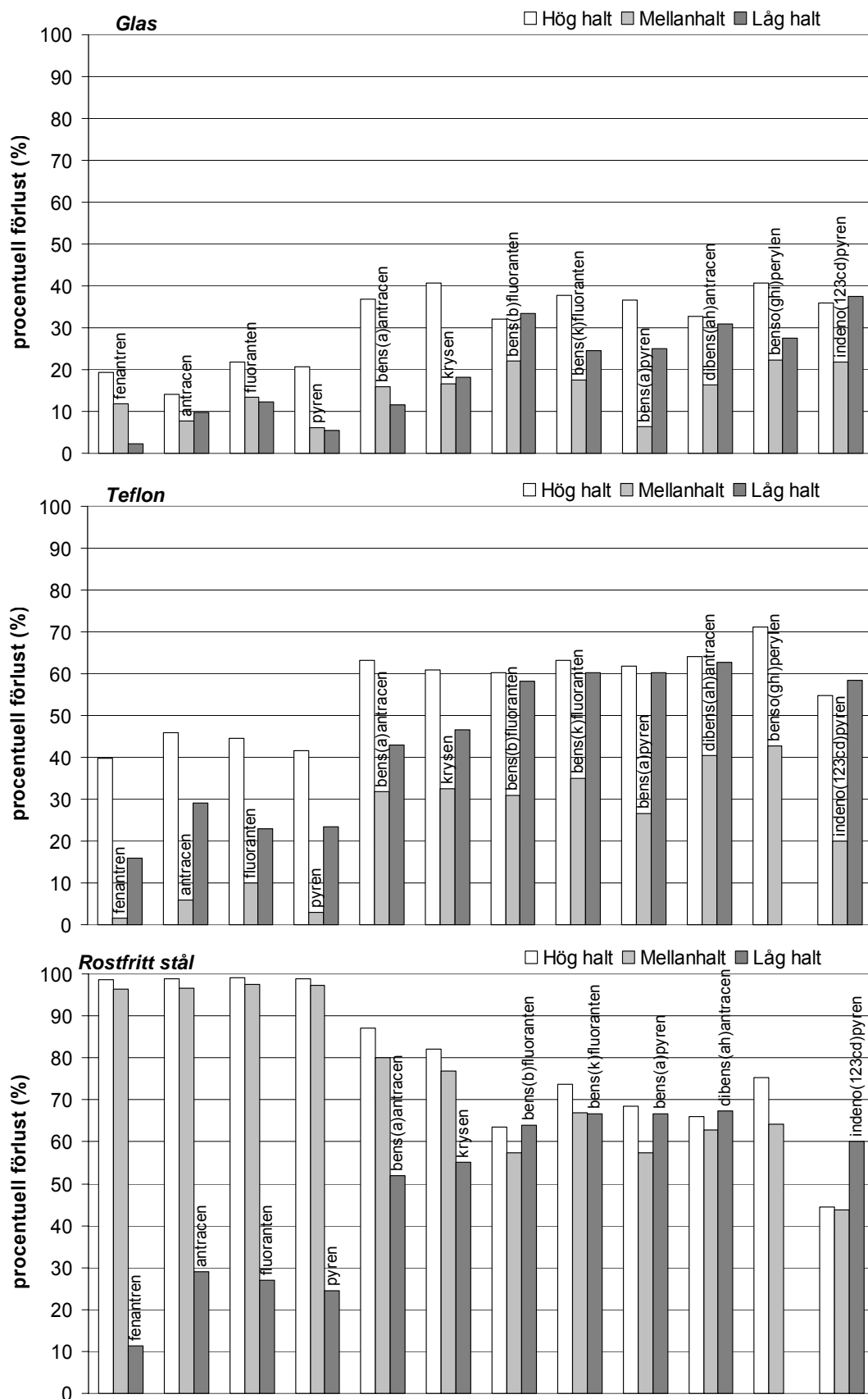
Adsorptionen till glasväggar eller rostfritt stål är dock sannolikt en snabb ytprocess med snabbt inställande av jämvikt. Det är därför högst troligt att en jämvikt mellan ytor och vätskefasen har infunnit sig under de 7 dagar som vattnet återcirkuleras genom kolonnen (Gamst m fl., 2007). Om den utlakbara fraktionen i jorden därtill kan anses vara betydligt större än den fraktion som adsorberas till utrustningens väggar kommer endast adsorptionen till väggarna ha en initial effekt på desorptionshastigheten (högre koncentrationsgradient mellan lakvätskan och den förorenade jorden, pga. att sorptionen av utlakade ämnen till kolonnen väggar sänker koncentrationen av ämnen i lakvätskan under början av utlakningen). Under dessa förutsättningar kommer inte adsorptionen till lakutrustningen att ha någon större inverkan på den slutliga jämviktshalten i lakvattnet. Om den utlakbara fraktionen är mycket liten kan dock adsorptionsförlusterna leda till att halterna i lakvattnet, av framförallt mycket hydrofoba ämnen, underskattas.

Sammanfattningsvis, adsorptionen kan leda till att jämviktshalten av ämnen med hög hydrofobicitet underskattas (baserat på dessa resultat med en faktor maximalt på 2,7 och 2,1 för PCDD/F respektive PAH), då utlakningen uppskattas för jordar med mycket låg tillgänglighet av föroreningen (t ex jordar som innehåller höga halter av t ex. sotkol).

5.5.2 Adsorptionsförluster till olika material

Eftersom HOC försöker att undvika vattenfasen i så stor utsträckning som möjligt sker alltid en mindre eller större förlust genom adsorption till försöksuppställningens väggar vid lakförsök. I föreslagna metoder för lakning av organiska ämnen rekommenderas därför att lakutrustningen består av glas eller rostfritt stål och att plastmaterial helt undviks (t ex. Enell, m fl., 2004; Gamst, m fl., 2007; ISO, 2007a; b; c). Här studerades adsorptionsförlusterna av PAH till tre olika material (glas, teflon och rostfritt stål) för att avgöra vilket material som är bäst lämpat att använda vid lakning av HOC. Resultat från dessa försök visade att glas är det material till vilket PAH adsorberas i minst omfattning (tabell A1-A4 samt figur 11 i avsnitt 4.3.2 och figur 12 nedan) och bör därför väljas framför rostfritt stål och teflon.

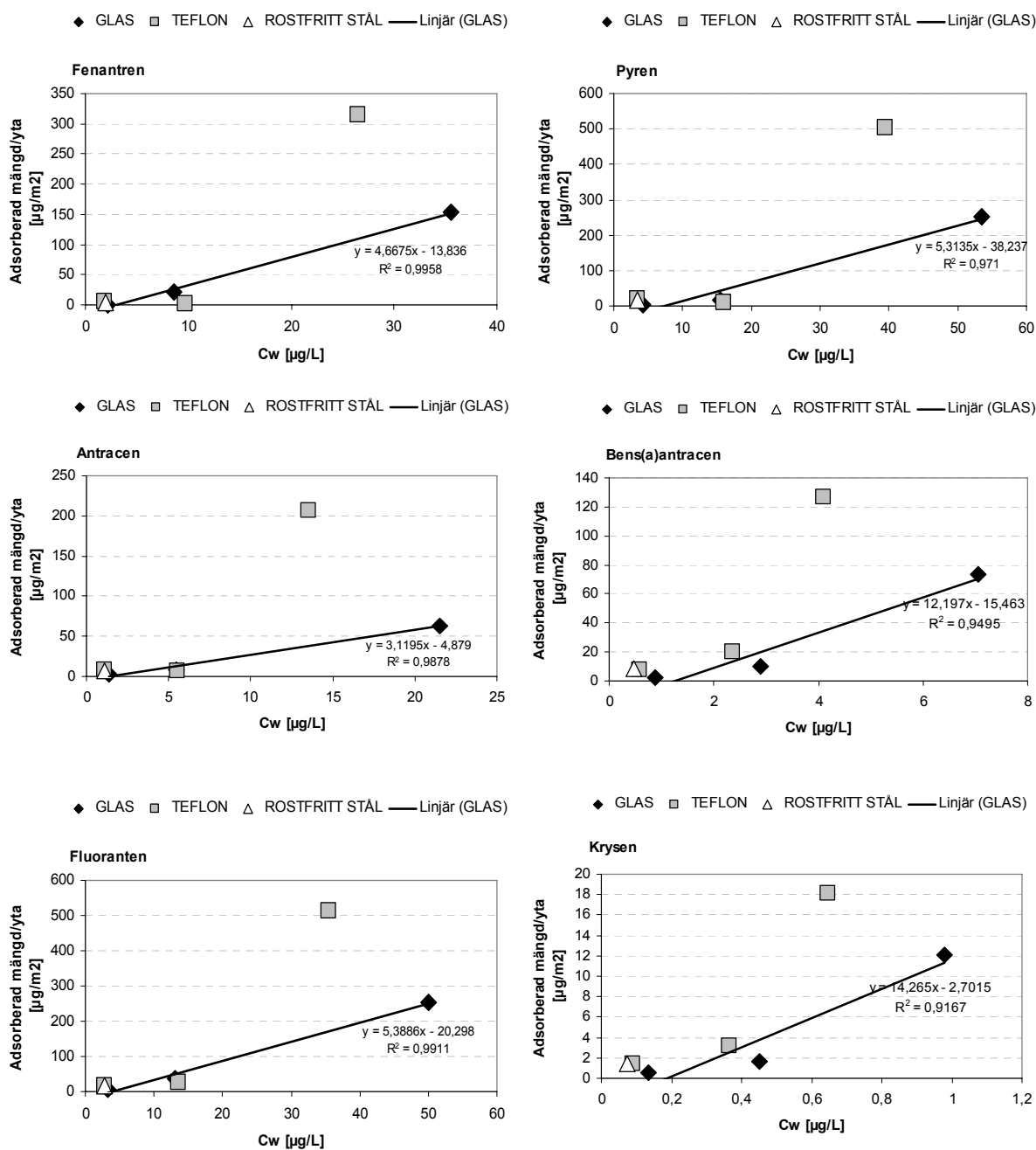
Det låga antalet försök (endast tre koncentrationsnivåer) och osäkerheten vid kvantifieringen av halterna (de beräknade relativa standardavvikelserna, tabell A1-A4) gör att det inte går att avgöra om de procentuella förlusterna skiljer sig signifikant åt mellan de studerade koncentrationsnivåerna. Resultaten ger dock en fingervisning om att de procentuella förlusterna troligen ökar med ökad hydrofobicitet oberoende av koncentrationsnivå (figur 12). Denna trend var tydlig för glas men även för teflon. Det gick inte heller att se ett samband mellan ökad procentuell förlust med minskad halt PAH i vattenfasen. Snarare gällde det omvända för ämnen med få ringar (tre- till fyra ringade) då adsorptionen till glas studerades. Den procentuella förlusten till teflon var, liksom för glas, störst för försöket med *hög halt*, men för flera ämnen var förlusten i samma storleksordning (endast något lägre) då vatten med *låg halt* var i kontakt med teflonväggarna (figur 12). För rostfritt stål går det ej att utvärdera koncentrationens inverkan eftersom de två högre koncentrationsnivåerna utfördes på utrustning som innehöll o-ring av gummi.



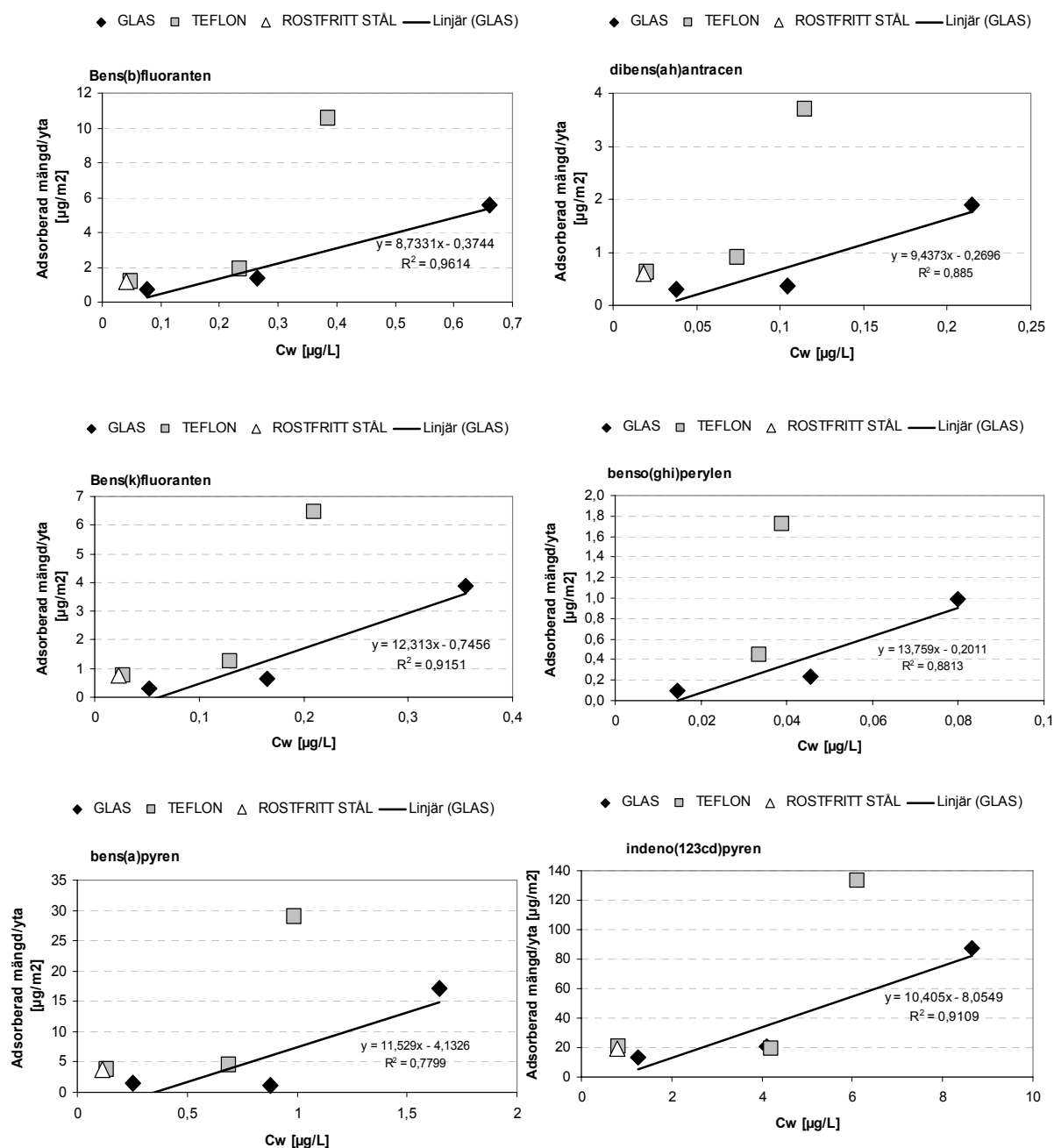
Figur 12. Procentuella förluster av PAH till olika material.

Försöket med olika koncentrationsnivåer pekar på att adsorptionen av PAH till glasvägarna inte begränsas av antalet sorptionsplatser (dvs inte ett monolager av PAH som fäster till glasets yta) utan styrs mer av en fördelningsjämvikt (figur 13a och 13b). För tre- till fyrringade PAH (figur 13a) kunde en linjär adsorptionsisoterm anpassas med relativt gott resultat ($R^2 = 0,917-0,996$) medan för större PAH (figur 13b) var resultatet något sämre ($R^2 = 0,780-0,961$).

Adsorptionen av PAH till teflon per ytenhet ökar också med ökad koncentration i vattnet, men inte lika linjärt som för glas. Om detta beror på teflonets egenskaper, eller är ett resultat av det begränsade underlaget (tre koncentrationsnivåer, om två replikat) går inte att avgöra. Inverkan av halten av PAH i vattnet på adsorptionsförlusten till rostfritt stål går ej att utvärdera på grund av att flaskorna av misstag förslöts med o-ringar i korkarna till koncentrationsnivåerna *hög-* och *mellanhalt*. Resultaten från försöken ger dock en klar förevisning om att gummi är ett material som helt bör undvikas vid lakförsök och hantering av HOC-innehållande vattenprover då gummi är en mycket god sorbent för dessa ämnen (förlusterna av PAH uppgick till 99 % i dessa försök, se figur 11 och 12).



Figur 13a. Adsorption av PAH (tre- till fyrringade ämnen) per ytenhet ($\mu\text{g}/\text{m}^2$) till glas, teflon eller rostfritt stål vid olika koncentrationer. För rostfritt stål visas bara resultat för den lägsta koncentrationen låg halt, eftersom försöken vid de två högre nivåerna utfördes med o-ring, gjord av gummi som är en mycket starkare sorbent än den rostfria ytan.



Figur 13b. Adsorption av PAH (fem- till sexringade ämnen) per ytenhet ($\mu\text{g}/\text{m}^2$) till glas, teflon eller rostfritt stål vid olika koncentrationsnivåer. För rostfritt stål visas bara resultat för den lägsta koncentrationsnivån låg halt, eftersom försöken vid de två högre nivåerna utfördes med o-ring, gjord av gummi som är en mycket starkare sorbent än den rostfria ytan. Halten benso(ghi)perylen var under kvantifieringsgränsen i försöket med teflon vid låg halt.

5.5.3 Eventuella övriga förluster

Övriga förluster i systemet har inte utvärderats. Tillsatsen av natriumazid för att hämma den mikrobiella nedbrytningen av PAH har tillsynes fungerat tillfredställande. Ingen tillväxt av t ex. alger eller biomassa var synlig och i de fall där strykningar med lakvätska respektive lakvatten utfördes på odlingsplattor sågs ingen tillväxt av kolonier.

6 SLUTSATSER

ER-H-metodens repeterbarhet (den relativa standardavvikelsen) för utlakning av PAH bedöms vara tillräckligt god för att metoden skall kunna tillämpas för uppskattning av utlakning av dessa ämnen från förorenad jord. Det bör dock noteras att uppskattning gjorts utifrån ett starkt begränsat underlag ($n = 3$ för tre av de undersökta jordarna och $n = 2$ för referensjorden från Ringsted). Resultaten visar generellt på en något bättre repeterbarhet för det undersökta referensmaterialet Ringsted (5–21 %) än vad som tidigare rapporterats (19–59 %) och repeterbarheten för övriga sandiga material var också tillfredställande (0–48 %). Lakning av finkornigt material eller avsteg från metodbeskrivningen kan dock ge upphov till försämrade repeterbarhet (den relativa standardavvikelsen var 7–88 % för utlakning från den undersökta siltiga organiska jorden som torrpäckades i kolonnen). Någon trend mellan ökad molekylvikt och en sämre repeterbarhet (högre relativ standardavvikelse) gick inte att påvisa för någon av de lakade jordarna.

Vidare pekar våra resultat på att ER-H-metoden kan fungera tillfredställande, med avseende på repeterbarhet, för CP, men inte för PCDE och PCDD/F. Utlakningen av starkt hydrofoba organiska ämnen påverkas kraftigt av föroreningsheterogeniteten i jorden och vilka partiklar som mobiliseras i laktestet, eftersom dessa ämnen transporteras huvudsakligen bundna till partiklar.

Metoden är robust mot en ökning av flödet med 50 %. Inga skillnader i fysikaliska och kemiska parametrar, förändringar i flödesregim, skillnader i utlakade halter eller förändringar i den partikulära transporten av föroreningarna föreföll vara orsakade av förändringen i flödet.

En återcirkulation på sju dygn är eventuellt tillräcklig för att nå en acceptabel grad av jämviktsinställande mellan den fasta fasen och lakvattnet vid utlakning av PAH och CP. Önskvärt är dock att fler material undersöks med en förlängd återcirkulationstid, samt karaktäriseras, så att en databas över olika material och föroreningsituationer kan byggas upp i framtiden. Resultaten visar på vikten av att ta hänsyn till den partikulära transporten av HOC från förorenade områden. Annars finns risk att lakningspotentialen och därmed föroreningarnas omgivningspåverkan underskattas.

Adsorptionen av utlakade organiska ämnen till lakutrustningens väggar kan leda till att halterna av hydrofoba ämnen i lakvattnet underskattas. Förutsatt att jämvikt råder, och att den totala lakbara fraktionen kan anses stor, blir dock adsorptionsförlusterna av mindre betydelse för resultatet. Utifrån resultat redovisade i denna rapport uppskattas de procentuella förlusterna till utrustningens glasväggar vara 2–41 % för PAH och 39–63 % för PCDD/F. Lågmolekylära PAH och CP har inte samma benägenhet, som mer hydrofoba ämnen, att adsorbera till utrustningens väggar och risken att utlakade halter av dessa ämnen underskattas är därmed lägre.

Lakutrustningen skall helst vara utförd i glas för att undvika förluster i form av adsorption till dess väggar. I jämförelse med förlusterna till glas (2–41 %) var förlusten till teflon mellan 2–64 % och till rostfritt stål mellan 11–67 %.

7 REKOMMENDATIONER

Metoden är tillämpbar för att uppskatta utlakning av CP i jordar med relativt neutralt pH. Det bör dock utredas om metoden även kan tillämpas på surare CP-förorenade jordar, eftersom joniseringsgraden av CP minskar och sorptionsintensiteten ökar med minskat pH. Inverkan av den partikulära transporten på utlakningsprocessen av CP kan då förmodas spela en större roll än den gjorde i föreliggande studie vilket skulle kunna leda till en försämrad repeterbarhet.

Repeterbarheten för utlakning av PCDE och PCDD/F var i detta försök oacceptabelt låg, vilket beror på att dessa föreningar huvudsakligen transporterades bundna till partiklar i kombination med stor föroreningsheterogenitet i den undersökta jorden. ER-H-metoden kan ha potential att fungera för starkt hydrofoba organiska ämnen om förorenings-spridningen är mer homogen och därför rekommenderas att metodens tillämpbarhet på dessa, och andra hydrofoba klorerade föreningar, utvärderas vidare. För att undersöka graden av föroreningsheterogeniteten i provet som skall lakas föreslås att flera delprover tas ut med t ex. slumpmässig provtagning och att totalhaltsanalys genomförs i flera replikat.

Baserat på resultaten från adsorptionsförlusttesterna med opolära lösningsmedel rekommenderas att liknande tester i framtiden utförs helt åtskilt från övrig verksamhet med förorenade jordprover så att korskontaminering undviks. Därtill bör all kontakt med plast och gummi material undvikas i alla analyssteg!

All utrustning och kvartssand bör glödgas vid en temperatur > 550 °C för att bränna bort eventuella organiska föroreningar. Om möjlighet till glödning vid denna höga temperatur saknas, är det troligtvis bättre att avstå glödning och avsluta diskningen av utrustningen med ursköljning med ett opolärt lösningsmedel (av minst p.a. kvalitet). Organiska föroreningar så som t ex. PAH bildas vid ofullständig förbränning och risk föreligger att dessa kan bildas på utrustningens ytor om det förekommer lösningsmedelsrester på utrustning som glödgas vid endast 200 °C.

För att hämma eventuell mikrobiell nedbrytning av de organiska föroreningarna som lakas ut tillsätts en biocid (NaN_3). Alla biocider är giftiga och utgör en hälsorisk för laboranten som utför lakförsöket. NaN_3 kan också utgöra en explosionsrisk på labbet om substansen kombineras med klorerade organiska lösningsmedel eller tungmetaller. Därtill kan det finnas vidare applikationer av lakmetoden som gör att en biocid i systemet helt måste uteslutas, t ex. då metoden används för att generera ett lakvatten för ekotox-testning. Därför rekommenderas att vidare studier utförs för att hitta bättre alternativ än NaN_3 för att hämma den mikrobiella aktiviteten.

För att vidareutveckla metoden kan det vara intressant att utföra kolonnlakningsförsöken i större skala. Om en större volym lakningsvätska används kan inverkan av adsorptionen av HOC till glasväggar bli jämförelsevis mindre, och en större mängd testmaterial kan minska inverkan av föroreningsheterogenitet på utlakningen. I de fall där utlakningen förväntas vara liten skulle även analysen av utlakade ämnen gynnas av en uppskalning eftersom en större volym vatten då kan extraheras. En större volym lakvatten skulle också möjliggöra provuttag direkt ur flaskan för analys av turbiditet och pH (istället för ur lakvattnet som finns kvar i kolonnen och rören efter avslutat lakförsök

som i denna studie). En större skala skulle även kunna förbättra möjligheten att extrapolera de experimentella resultaten till fältsituationer.

Adsorptionens inverkan på resultatet, i form av för höga uppmätta halterna av mer hydrofoba ämnen i lakvattnet pga adsorption till flaskan, kan minskas genom att lakvattnet i glasflaskan dekanteras vid analys (dvs flaskan sköljs inte ur med lösningsmedel). De föreningar som adsorberat till glasväggarna och som eventuellt gör att halten i flaskan är högre än jämviktshalten i systemet följer då inte med. Vid anlitage av externa laboratorium för vattenanalysen är det, oavsett vilken metod som väljs, viktigt att ta reda på vilken metod som använts så att en korrekt tolkning av analysvaren kan göras. Om flera prover skall undersökas och jämföras bör samtliga prover självklart analyseras på samma sätt. Båda metoderna kan likväl förekomma inom samma ackrediterade laboratorium och det är därför viktigt att kommunicera vikten av att använda samma metod för alla prover till det laboratorium som anlitas.

Baserat på våra resultat från testerna av olika material (glas, teflon och rostfritt stål) rekommenderas att utrustningen består av glas. Att tillverka kolonnen i rostfritt stål kan dock ha vissa fördelar. T ex. skulle risken för luftintag och häverteffekter kunna minskas, eftersom kopplingarna i systemet lättare skulle kunna göras täta. I flera av våra försök har det dessutom varit svårt att öppna kolonnen efter utförd lakning och i några fall har glaskolonnen gått sönder vilket kan bli kostsamt i längden om metoden används på rutinbasis. I en kolonn av rostfritt stål går det däremot inte ha kontroll på om materialet i kolonnen "skjuter" eller om luftfickor bildas.

Eftersom förekomsten av kolloider påverkar både transportpotentialen och biotillgängligheten av HOC vore det intressant att vid varje lakförsök veta hur stor andel av de utlakade föreningarna som varit partikulärt bundet respektive verkligt lösta. Filtrering och analys av filter, som har gjorts för en del av proverna i den här studien, ger intressant information, men tolkningen av resultaten försvåras av den stora adsorptionen av mycket hydrofoba föreningar till filtren. Eventuellt skulle filter tillverkat i ett annat material där adsorptionen är ett mindre problem kunna användas. Alternativt skulle analysen av de utlakade halterna i flaskan, både partikulärt och verkligt löst, om möjligt kunna kombineras med analys av den fritt lösta halten med hjälp av passiva provtagare så som t.ex. polyoxymethylene (POM)-strips (Cornelissen m fl., 2008).

8 REFERENSER

- Bergendahl, J. (2005).** Batch leaching tests: Colloid release and PAH leachability. *Soil & Sediment Contamination* 14, 527-543.
- Cornelissen, G., Pettersen, A., Broman, D., Mayer, P., Breedveld, G.D. (2008).** Field testing of equilibrium passive samplers to determine freely dissolved native polycyclic aromatic hydrocarbon concentrations. *Environmental Toxicology and Chemistry* 27, 499-508.
- de Jonge, L.W., Kjaergaard, C., Moldrup, P. (2004).** Colloids and colloid-facilitated transport of contaminants in soils: An introduction. *Vadose Zone Journal* 3, 321-325.
- De Vos, B., Vandecasteele, B., Deckers, J., Muys, B. (2005).** Capability of loss-on-ignition as a predictor of total organic carbon in non-calcareous forest soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 36, 2899-2921.
- Elert, M., Berggren Kleja, D., Eliaeson, K., Gustafsson, J.P., Wadstein, E., Enell, A. (2008a).** Releases from contaminated sites – Methods to assess leaching and transport, ConSoil 2008, Milano, Italy, 3-6 June.
- Elert, M., Eliaeson, K., Strandberg, J., Nilsson, S., Wadstein, E., Enell, A., Berggren Kleja, D., Gustafsson, J.P. (2008b).** Metoder för uppskattning av lakning och spridning av föroreningar från förorenade områden – Tillämpning och utvärdering i fallstudie. Huvudrapport: Föroreningsspridning -Tillämpning och utvärdering av metoder, Naturvårdsverket, Kunskapsprogrammet Hållbar Sanering. Kemakta, IVL, SGI, SLU och KTH. Rapport nummer 5834-0.
- Eliaeson, K., Berggren Kleja, D. (2008).** Metoder för uppskattning av lakning och spridning av föroreningar från förorenade områden – Tillämpning och utvärdering i fallstudie. Delrapport 1: Redovisning av fältarbete och analysresultat, Naturvårdsverket, Kunskapsprogrammet Hållbar Sanering. IVL Svenska Miljöinstitutet AB och Sveriges Lantbruksuniversitet. Rapport nummer 5862-3.
- Enell, A., Reichenberg, F., Warfvinge, P., Ewald, G. (2004).** A column method for determination of leaching of polycyclic aromatic hydrocarbons from aged contaminated soil. *Chemosphere* 54, 707-715.
- Enell, A., Wadstein, E., Bendz, D. (2008).** Föroreningsspridning – tillämpning och utvärdering av metoder: Delrapport 2. Lakning av förorenad jord – resultat och utvärdering av metoder, Naturvårdsverket, Hållbar Sanering. Rapport nummer 5863-0.
- Fortkamp, U., Wallström, S. (2006).** Standard leaching tests for soil testing -Results of the work within ISO, 1st Joint Nordic Meeting on Remediation of Contaminated Sites, NORDROCS Malmö, Sweden, 20-21 september.
- Gamst, J., Kjeldsen, P., Christensen, T.H. (2007).** Determination of solute organic concentration in contaminated soils using a chemical-equilibrium soil column system. *Water Air and Soil Pollution* 183, 377-389.
- Gamst, J., Kjeldsen, P., Hansen, J.B., Broholm, K., Christensen, T.H. (2003).** Leaching of PAH's from soil: Comparison of two conceptually different column tests and a batch tests, in: D. Halm, P. Grathwohl (Eds.), *Proceedings of the 2nd International Workshop on Groundwater Risk Assessment at Contaminated Sites (GRACOS) and Integrated Soil and Water Protection (SOWA)*. Center for Applied Geosciences, Tübingen, Germany, pp. 173-177.

- Hansen, J.B., Grøn, C., Hjelmar, O., Asmussen, O., Klem, S., Mizutani, S., Gamst, J., Wahlström, M., Håkkanson, K., Breedweld, G. (2004).** Leaching tests for non-volatile organic compounds - development and testing. DHI Water & Environment, Report number 1643-03, Hørsholm, Nordtest.
- Hemström, K. (2007).** Utvärdering av ett laktest för jordar kontaminerade med icke-flyktiga organiska föroreningar, Avdelningen för kemisk ekologi och ekotoxikologi Lunds universitet, Lund, pp. 1-53.
- ISO (2007a).** Soil quality -Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials -Part 1: Batch test using a liquid to solid ratio of 2 l/kg dry matter. ISO/TS 21268-1:2007.
- ISO (2007b).** Soil quality -Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials -Part 2: Batch test using a liquid to solid ratio of 10 l/kg dry matter. ISO/TS 21268-2:2007.
- ISO (2007c).** Soil quality -Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials -Part 3: Up-flow percolation test. ISO/TS 21268-3:2007.
- ISO (2007d).** Soil quality -Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials -Part 4: Influence of pH on leaching with initial acid/base addition. ISO/TS 21268-4:2007.
- Jernlås, R. (2007).** Vattenfall Power Consultants AB. Muntlig kommunikation april 2007.
- Loehr, R.C., Webster, M.T. (1996).** Behavior of fresh vs. aged chemicals in soil. *Journal of Soil Contamination* 5, 361-383.
- Persson, Y. (2007).** Chlorinated organic pollutants in soil and groundwater at chlorophenol-contaminated sawmill sites, Department of Chemistry. Umeå university, Umeå.
- Persson, Y., Hemström, K., Öberg, L., Tysklind, M., Enell, A. (2008).** Use of a column leaching test to study the mobility of chlorinated HOCs from a contaminated soil and the distribution of compounds between soluble and colloid phases. *Chemosphere* 71, 1035-1042.
- Reichenberg, F. (2007).** The accessibility and chemical activity of polycyclic aromatic hydrocarbons in soils, *Analytical Chemistry*. Lund University, Lund.
- Semple, K.T., Doick, K.J., Jones, K.C., Burauel, P., Craven, A., Harms, H. (2004).** Defining bioavailability and bioaccessibility of contaminated soil and sediment is complicated. *Environmental Science & Technology* 38, 228A-231A.
- Wadstein, E., Enell, A., Carlsson, C., Bendz, D. (2007).** Karaktärisering av förorenat jordmaterial från Åsbro, Statens geotekniska institut, S., Uppdrag åt Vattenfall power consultant AB.
- Weber, W.J., Miller, C. (1988).** Modeling the sorption of hydrophobic contaminants by aquifer materials - 1. *Water Research* 22, 457-464.
- Yeom, I., Ghosh, M. (1998).** Mass transfer limitation in PAH-contaminated soil remediation. *Water Science and Technology* 37, 111-118.



Statens geotekniska institut
Swedish Geotechnical Institute

SE-581 93 Linköping, Sweden

Tel: 013-20 18 00, Int + 46 13 201800

Fax: 013-20 19 14, Int + 46 13 201914

E-mail: sgi@swedgeo.se Internet: www.swedgeo.se