

PARALLELLFILTRE FRA ARBEIDSATMOSFÆREN
I ALUMINIUMINDUSTRIEN FOR INTER-
LABORATORIEKONTROLL AV ANALYSE PÅ
PAH OG FLUORID

ROLV BJØRGO*, PER E.FJELDSTAD,
KALMAN NAGY** OG YNGVAR THOMASSEN.

MED TEKNISK ASSISTANSE AV
KRISTIN HALGARD, ALF MILDE* OG
HELGE OLSEN.

HD 833/800703

YRKESHYGIENISK INSTITUTT

1980

* ÅRDAL OG SUNNDAL VERK A/S, HØYANGER VERK

** SINTEF

PARALLELLFILTRE FRA ARBEIDSATMOSFÆREN
I ALUMINIUMINDUSTRIEN FOR INTER-
LABORATORIEKONTROLL AV ANALYSE PÅ
PAH OG FLUORID

ROLV BJØRGO*, PER E.FJELDSTAD,
KALMAN NAGY** OG YNGVAR THOMASSEN.

MED TEKNISK ASSISTANSE AV
KRISTIN HALGARD, ALF MILDE* OG
HELGE OLSEN.

HD 833/800703

YRKESHYGIENISK INSTITUTT

1980

* ÅRDAL OG SUNNDAL VERK A/S, HØYANGER VERK

** SINTEF

1. SAMMENDRAG

En prøvetaker utviklet ved Yrkeshygienisk institutt er blitt benyttet for prøvetaking av parallelle reelle filter fra arbeidsatmosfæren i ovnshallen ved Høyanger Verk A/S.

Filtrene ble analysert for tjære, partikulært og gassformig fluorid. Resultatene viste at spredningen for de analyserte komponenter i de forskjellige seriene lå i området 5-10% (relativt standard avvik). Mesteparten av denne spredningen skyldes tilfeldige feil i den kjemiske analysen.

Prøvetakeren gir mulighet for framstilling av filtre fra hallgass og gasskanal for interlaboratoriekontroll av fluorid og PAH.

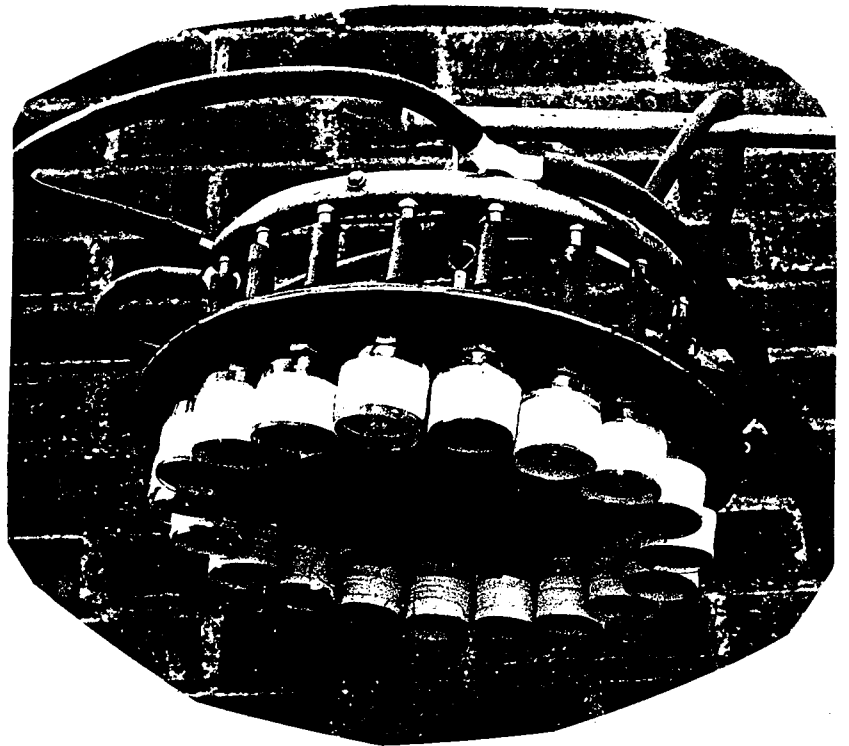
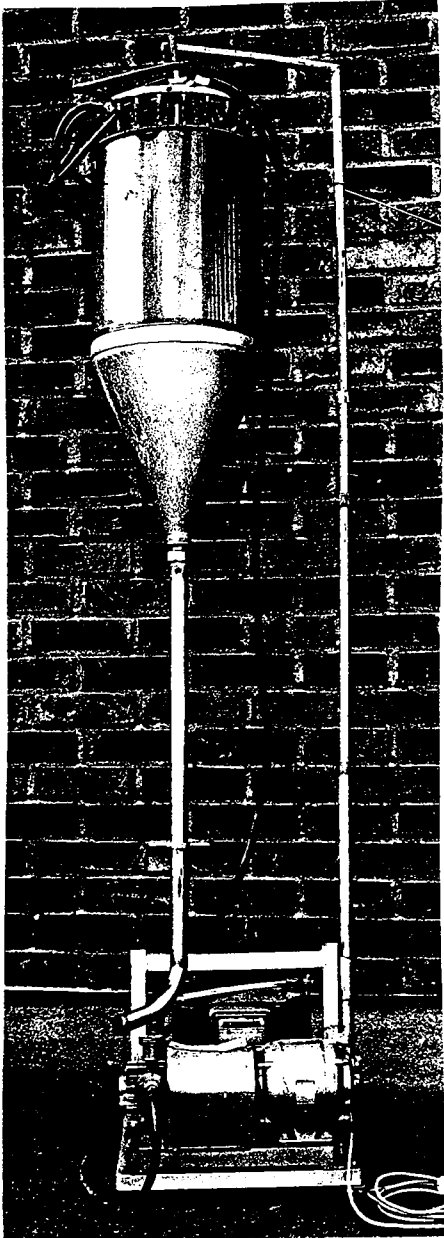


Fig.1.: Prøvetakeren ("Sputniken") øverst er påmontert sonderør for tilkopling til gasskanal.
Bildet nederst viser plassering av filtrene.

Siden nøyaktigheten ved luftvolummålinger ikke er vesentlig i denne sammenheng, er det kun den relative luftgjennomstrømning som må kontrolleres. Ved bruk av egnet flowmeter vil presisjonen ved bestemmelsene være god. Viktigst er det imidlertid at luftgjennomstrømningen er stabil. Dette oppnås ved å eliminere motstandsvariasjonen på filterne ved å legge et motstandskapilar mellom pumpen og manifolden.

3.3. Eksempel på presisjon for en serie parallellfiltre

Presisjonen for prøvetakingen er vanskelig å bestemme. Et estimat kan en likevel få ved å analysere en serie parallellfiltre for en komponent med en metode med god presisjon.

Prøvetaking:

19 parallellfiltre fra hytta på Hadeland Glassverk.

Analysemetoder:

Totalstøv er bestemt etter rutinemetode ved YHI. Etter veiing er filterne løst i 2.5 ml konsentrert saltpetersyre og fortynnet til 25 ml. Løsningene er analysert ved atomabsorpsjonsspektroskopi med atomisering i flamme.

Tabell 1: Fordeling av Pb og totalstøv på filterserie fra Hadeland Glassverk

Filter nr.	Flow (flowmeteravlesn.)		Luftvolum i m ³	µg Pb/m ³	mg støv/m ³
	Start kl 11.20	Stopp kl 16.30			
1	11.40	11.00	0.449	0.286	1.9
2	11.35	11.05	0.449	0.302	1.7
3	11.05	10.85	0.442	0.290	1.8
4	11.65	11.40	0.459	0.293	1.8
5	11.50	11.10	0.452	0.293	1.8
6	11.75	11.45	0.461	0.301	1.7
7	10.55	10.55	0.459	0.286	1.6
8	12.45	11.70	0.476	0.292	1.7
9	10.95	10.35	0.417	0.288	1.7
10	9.85	9.85	0.408	0.296	1.7
11	9.45	9.45	0.395	0.295	1.8
12	10.30	10.25	0.421	0.289	-
13	10.05	10.15	0.415	0.296	1.8
14	10.10	10.20	0.417	0.302	1.7
15	10.00	9.95	0.412	0.296	1.8
16	11.25	11.05	0.447	0.296	1.7
17	9.10	10.40	0.404	0.294	1.7
18	10.25	10.40	0.421	0.282	1.7
19	10.00	10.00	0.412	0.335*	1.8
x̄ Middelerdi			0.432	0.293	1.74
s Standard avvik			0.029	0.0056	0.071
R.S.D. Relativt standard avvik i %			5.5	1.9	4.1

* Forkastet som grov feil (etter Graf og Henning).

Resultatene i tabell I viser at

Luftgjennomstrømningen for hvert filter er tilnærmet konstant.

Luftgjennomstrømningen varierer mellom filtrene og nødvendigjør individuelle volummålinger.

Avsatt mengde bly på hvert filter er tilnærmet identisk. Variasjonen (ett std. avvik) iberegnet prøvetaking, dekomponering og analyse er 1.9%

Totalstøvbestemmelsen bekrefter homogeniteten. Veiepresisjonen er vanligvis ikke bedre enn dette for det veide støvnivået (0.7-0.8 mg).

4. PRØVETAKING - HØYANGER VERK

4.1. Tjære i hallatmosfære

To 0.8 μm 37 mm Acroporefilterserier ble eksponert for hallatmosfære. Luftgjennomstrømningen ble målt henholdsvis like etter start og like før stopp. De eksponerte filterne ble transportert til YHI for analyse.

4.2. Partikulært og gassformig fluorid i hallatmosfære

To 0.8 μm 37 mm Milliporefilterserier ble eksponert for hallgass. En av seriene hadde Na-formiatimpregnerte pappskiver for adsorpsjon av gassformig fluorid. Luftgjennomstrømningen ble målt henholdsvis like etter start og like før stopp. De eksponerte filterne ble sendt til SINTEF for analyse.

4.3. Partikulært og gassformig fluorid i gasskanal

Prøvetakeren ble påmontert et sonderør i rustfritt stål som sto vinkelrett på og med åpningen mot gass-strømmen i en av gasskanalene fra smelteovnene.

En serie 0.8 μm 37 mm Milliporefilter og impregnert pappskiver (Na-formiat) ble eksponert i ca. 20 min for gass fra gasskanalen. Gassgjennomstrømningen ble kun målt etter prøvetaking p.g.a. geografiske problemer. Filterne ble sendt til SINTEF for analyse.

5. ANALYSEMETODER

5.1. Tjærekonsentrasjon

Filterne ble ekstrahert med etanol, sentrifugert og løsningen ble målt på optisk tetthet ved 254 nm. (1).

5.2. Fluorid

Bestemmelsen av partikulært og gassformig fluorid ble utført etter SINTEF's metode med SINTALYZER.

6. RESULTATER

6.1. Partikulært og gassformig fluorid

Tabell 2, 3, og 4 viser en samlet oversikt over analysedataene fra filterseriene tatt i hallatmosfære og gasskanal.

Tabell 2: Analysedata fra parallellfiltre for partikulært og gassformig fluorid i hallgass.

Filter nr.	Flow (flowmeteravlesn)			Luftvolum i m ³	mg partikulært F ⁻ /m ³	mg gassformig F ⁻ /m ³
	Start 12.25	13.50	Stopp 14.15			
19	10.40	10.30	10.30	0.189	0.71	0.78
20	12.05	11.75	11.80	0.210	0.62	0.81
22	10.40	10.20	10.20	0.189	0.67	0.81
23	10.30	10.15	10.15	0.187	0.58	0.82
24	10.95	10.65	10.70	0.196	0.56	0.80
25	12.60	12.25	12.30	0.216	*	0.81
26	10.30	10.30	10.30	0.189	0.52	0.91
28	11.65	13.90	13.70	0.223	0.71	0.85
29	10.10	10.00	10.00	0.186	0.60	0.86
30	9.60	9.50	9.50	0.177	0.58	0.76
31	11.85	11.65	11.65	0.208	0.55	0.79
32	10.30	10.25	10.10	0.188	0.54	0.79
34	12.10	11.80	11.90	0.211	0.57	0.82
35	12.05	11.80	11.70	0.210	0.55	0.91
36	12.15	11.80	11.90	0.211	0.58	0.75
37	12.30	12.00	12.00	0.213	0.58	0.75
38	11.25	10.55	10.50	0.196	0.52	0.77
39	11.00	11.00	10.90	0.199	0.55	0.84
40	9.50	9.50	9.40	0.176	0.63	0.83
\bar{x}	Middelverdi				0.590	0.814
s	Standardavvik				0.058	0.046
R.S.D.	Relativt standardavvik i %				9.8	5.7

* Spolert ved analyse

Tabell 3: Analysedata fra parallellfiltre for partikulært fluorid i hallgass.

Filter nr.	Flow (flowmeteravlesning)		Volum i m ³	mg partikulært F ⁻ /m ³
	Start kl 09.25	Stopp kl 21.15		
166	13.90	13.30	0.482	0.30
171	8.90	9.45	0.361	0.32
174	10.20	10.50	0.397	0.35
178	8.70	9.05	0.350	0.31
179	9.05	9.50	0.364	0.26
180	11.70	11.40	0.431	0.33
181	12.25	12.50	0.452	0.30
182	12.00	12.10	0.444	0.31
183	10.60	10.90	0.410	0.32
184	12.60	12.75	0.460	0.32
185	11.10	11.40	0.420	0.33
186	14.40	13.15	0.486	0.28
187	8.70	9.00	0.350	0.30
188	8.70	9.25	0.353	0.34
189	9.10	9.50	0.364	0.34
190	9.00	9.45	0.361	0.29
196	10.80	11.25	0.419	0.31
198	10.60	11.05	0.413	0.34
x̄ Middelferdi				0.314
s Standardavvik				0.023
R.S.D. Relativt standardavvik i %				7.4

Tabell 4: Analysedata fra parallellfiltre for partikulært og gassformig fluorid fra gasskanal.

Filter nr.	Flow (flowmeteravlesning)		Volum i m ³	mg partikulært F ⁻ /m ³	mg gassformig F ⁻ /m ³
	Start kl 09.10	Stopp kl 09.34			
1		6.70	0.0289	59.2	16.3
2		5.40	0.0236	52.5	18.2
3		5.40	0.0233	52.8	15.0
4		5.85	0.0252	61.5	20.6
5		6.65	0.0286	58.4	18.5
6		5.50	0.0237	56.5	17.3
7		5.60	0.0241	62.6	18.7
8		5.40	0.0233	62.7	16.7
9		6.20	0.0267	57.3	19.1
11		5.50	0.0237	51.5	17.7
12		6.20	0.0267	60.7	19.5
13		5.70	0.0246	58.5	19.2
14		5.55	0.0239	54.0	15.1
15		5.65	0.0243	48.6	13.6
17		6.05	0.0261	55.6	18.4
18		Filter sprukket ved prøvetaking			
21		6.10	0.0263	61.6	19.4
27		6.70	0.0289	61.9	15.9
33		6.40	0.0276	58.0	18.5
x̄ Middelerdi				57.4	17.7
s Standard avvik				4.2	1.9
R.S.D Relativt standardavvik i %				7.3	10.5

6.2. Tjære

Tabell 5 og 6 viser variasjonen av tjæremengden mellom filterne fra smeltehallen. Tjæremengden er uttrykt ved absorpsenheter pr. m³.

Tabell 5: Analysedata fra parallellfiltre for tjære i hallgass.

Filter nr.	Flow (flowmeteravlesning)		Volum i m ³	Absorbans/m ³
	Start kl 10.00	Stopp kl 12.15		
21	7.00	6.70	0.166	110
24	6.75	6.60	0.162	113
25	6.50	6.30	0.155	122
26	5.40	5.40	0.131	106
27	6.70	6.45	0.159	121
28	6.60	6.75	0.161	106
29	6.95	6.90	0.167	109
30	5.35	5.30	0.128	115
31	5.55	5.60	0.134	114
32	5.50	5.45	0.133	110
34	6.70	6.50	0.160	104
35	6.70	6.50	0.160	110
36	5.60	5.50	0.134	112
37	5.50	5.35	0.132	111
38	5.60	5.70	0.137	110
39	6.75	6.55	0.161	118
40	5.50	5.50		113
41	5.75	5.75	0.139	117
15*	4.80	5.00	0.119	128*
\bar{X}	Middelerverdi			112
S	Standard avvik			5.0
R.S.D.	Relativt standard avvik i %			4.4

* Forkastet. Filterholder sprukket.

Tabell 6: Analysedata for parallellfibre for tjære
i hallgass.

Filter nr	Flow (flowmeteravlesning)		Volum i m ³	Absorbans/m ³
	Start kl.14.20	Stopp kl.17.05		
1	8.45	9.25	0.251	80.9
2	8.75	9.05	0.250	77.7
3	9.00	9.30	0.257	72.3
4	9.85	10.15	0.275	70.8
5	12.70	12.70	0.330	71.9
6	9.05	9.90	0.265	73.6
7	9.10	10.00	0.266	70.9
8	14.30	13.15	0.348	55.2 *
9	12.55	12.25	0.325	70.9
10	12.55	12.65	0.328	70.4
11	8.90	10.00	0.264	73.9
12	12.00	12.10	0.319	68.0
13	9.65	10.50	0.277	70.8
14	11.70	11.90	0.314	70.0
15	9.35	9.70	0.265	73.1
16	11.80	12.05	0.316	70.8
17	12.25	12.15	0.321	79.2
18	11.65	11.55	0.310	74.6
19	12.05	12.20	0.320	72.0
\bar{X}	Middelverdi			72.9
S	Standard avvik			3.4
R.S.D.	Relativt standard avvik i %			4.6

* Forkastet, utett filter, støvgjennomslag til pappskive.

7. DISKUSJON

Prøvetakerens enkle og robuste oppbygging har vist seg meget velegnet til prøvetaking av reelle støvprøver fra arbeidsatmosfæren. Stabiliteten av luftgjennomstrømningen i filtrene har vist seg ved de fleste målingene å være tilnærmet konstant. Dette betyr at motstandsvariasjonen i filtrene ved eksponering spiller en ubetydelig rolle ved de aktuelle støvnivåer. Den ustabilitet som her viste seg, f.eks. i en av PAH-seriene (tabell 6), skyldes dårlig stabilitet i en av de to benyttede vakuumpumper.

Den endelige analyse av tjære i hallgass uttrykt som absorbans/m³ viser en total presisjon som inkluderer tilfeldige feil ved prøvetaking, volummåling, prøveforsendelse, prøveopparbeiding og instrumentell analyse i området 4-5%.

Presisjonen for partikulært og gassformig fluorid ligger noe høyere, i området 5-10%. En må anta at denne økningen ikke skyldes prøvetakingen, men tilfeldige feil ved analyse av fluorid. Ved prøvetaking av fluoridseriene ble det benyttet Millipore membranfiltre. Disse viste seg for noen av prøvene å sprekke ved uttak av filterholder. Det bør vurderes om Acropor membranfiltre er bedre egnet.

Resultatene viser at utstyret er godt egnet for framstilling av reelle filtre for interlaboratoriekontroll av fluorid og PAH.

8. VIDERE ARBEID

Ved Yrkeshygienisk institutt er det under konstruksjon en modifisert utgave av prøvetakeren for 36 parallelle filtre. Et slikt antall filtre vil også gi mulighet for at 10 - 12 deltakende laboratorier i en interlaboratoriekontroll kan analysere 3 filtre fra samme serie.

9. REFERANSER

1. K.Doerffel: Beuerteilung von Analysenverfahren und Ergebnissen.
Springer Verlag 1965, side 35.
2. Per E.Fjeldstad og Kristin Halgard:
Optisk tetthet ved 254 nm som mål for tjære-
konsentrasjon i ekstrakter.
Yrkeshygienisk institutt. HD 706/770603