

INTERKALIBERING AV POLYSYKLISKE
AROMATISKE HYDROKARBONER - II

Per Einar Fjeldstad
Kristin Halgard
Yngvar Thomassen

HD 881/83

Avdeling: Avdeling for organisk kjemi
Ansvarshavende: Per Einar Fjeldstad
Stikkord: Interkalibrering, PAH

ARBEIDSFORSKNINGSINSTITUTTENE
BIBLIOTEKET
Gylden valg 8
Postboks 8140 Oslo Dep. Oslo 1

543.089: 547.68

Underwood, 1981, *Journal of Paleontology*,
55(4), p. 740-747, figs. 1-10.

Calcareous nannofossil
assemblage
biostratigraphy

Calcareous nannofossil
biostratigraphy

Calcareous nannofossil biostratigraphy
and biofacies analysis of the uppermost
Cretaceous and lowermost Paleogene
of the Tethys margin of the Asian
continent

INNHOLDSFORTEGNELSE

	Side
SAMMENDRAG	3
1. INNLEDNING	4
2. EKSPERIMENTELT	5
2.1 Prøvetaking	5
2.2 Preparering av prøveserien	5
2.2.1 Beskrivelse av prøveserien	5
2.2.2 Opparbeidelse av etanolekstrakt	6
2.3 Analysemetoder	6
3. RESULTATER OG DISKUSJON	6
3.1 Gass- og væskekromatografisk analyse av enkeltkomponenter	6
3.2 Analyse av total PAH med tynnskiktmetoden	7

VEDLEGG 1 Resultater ved bruk av gasskromatografi og høy-
trykksvæskekromatografi

VEDLEGG 2 Resultater av total PAH ved bruk av tynnskikt-
metoden

VEDLEGG 3 Analysemetoder og resultater fra de enkelte
laboratorier

SAMMENDRAG

Det er foretatt en interkalibrering av PAH-prøver mellom 8 forskjellige laboratorier. 4 av laboratoriene har benyttet en tynnskikt-metode. 3 har brukt gasskromatograf med kapillarkolonne og 1 har benyttet høytrykks-væskekromatograf.

Prøvene er tatt på filter i hallatmosfære ved Høyanger Verk, Årdal og Sunndal Verk A/S, ved hjelp av et prøvetakingsutstyr som gir 36 tilnærmet likt eksponerte filtre. Det ble tatt to serier med filterprøver.

Noen filtre fra hver serie ble veiet før og etter prøvetaking, og støvmengden var for begge seriene ca. 1 mg.

Resultatene viser at spredningen (S.D.) mellom laboratoriene for bestemmelse av total PAH ved gass- og væskekromatografi er 10-17%, mens den ved bruk av tynnskiktsmetoden er 22-26%.

Yrkeshygienisk institutt har forberedt og sendt ut prøvene og bearbeidet resultatet.

Arbeidet er støttet økonomisk av Nordisk Ministerråd som del av prosjekt 170.21-1.20 Kvalitetskontroll av yrkeshygieniske rutineanalyser.

I. INNLEDNING

Aluminiumverkene og Norsk Koksverk A/S utfører PAH-analyser ved egne laboratorier etter en tynnskiktmetode (Ref. HD 696/76 II22, revidert 10.2.78). Metoden innebærer en kvantifisering mot en kjent PAH-løsning. Denne løsningen skal ha tilnærmet samme sammensetning som de aktuelle prøvene, og man benytter kapillær gasskromatografi til å bestemme referanseløsningen.

For at systemet skal fungere, må de laboratorier som bestemmer referanse-løsningen analysere likt. Dessuten må spredningen i resultater som skyldes forskjellige analyselaboratorier, være kjent.

For å kunne kontrollere dette, samt avdekke metodesvakheter, har man i samarbeid med aluminiumindustriens miljøsekretariat satt i gang denne interkalibrering som tenkes utført ca. 1 gang pr. år.

Prøvene ble sendt ut 17.-20. september 1982 til følgende bedrifter:

1. Lista Aluminiumverk, Postboks 128, 4551 FARSUND
2. Sunndal Verk, Postboks 51, 6601 SUNNDALSØRA
3. Sentralinstitutt for industriell forskning, Forskningsveien 1, Postboks 350 Blindern, OSLO 3
4. SINTEF, 7034 TRONDHEIM - NTH
5. Yrkeshygienisk institutt, Postboks 8149 Dep, OSLO 1
6. Gränges Aluminium, Sundsvallverken, S-85 101 SUNDSVALL, Sverige
7. Mosjøen Aluminiumverk, Postboks 348, 8651 MOSJØEN
8. Norsk Koksverk A/S, Postboks 203, 8601 MO I RANA
9. Sør-Norge Aluminium A/S, 5460 HUSNES
10. Årdal Verk, 5870 ØVRE ÅRDAL

Resultater er mottatt fra laboratoriene 1-8. De resterende har ikke oppgitt resultater p.g.a. vanskeligheter med filtrene og permitteringer.

2. EKSPERIMENTELT

2.1 Prøvetaking

Prøvetakeren som ble benyttet ved innsamling av parallele filter av hall-atmosfære, er utviklet ved Yrkeshygienisk institutt. Den filtrerer luft gjennom 36 filterholdere som er plassert på to sirkulære manifolder inne i en konisk formet prøvetaker. Luftgjennomstrømningen for hvert filter ved de aktuelle trykksfall over filtrene er tilnærmet konstant. På grunn av forskjell i luftgjennomstrømning mellom filtrene og for å ha kontroll med denne, måles luftgjennomstrømningen ved start og stopp av prøvetakingen.

Prøvetakingen foregikk i en varmeperiode i august 1982. Dette skapte en del problemer som bl.a. førte til at man ikke kjenner den totale luftgjennomstrømning pr. filter for Serie II. For Serie I er den i området 553-600 l. På grunnlag av rotameteravlesninger er den relative spredning i luftvolum for de utsendte filtrene beregnet til $\pm 2,1\%$ for Serie I og $\pm 1,2\%$ for Serie II.

Filtrene som ble benyttet ved denne interkalibreringen var av polyamid. Disse var undersøkt ved YHI og funnet brukbare med den metoden som benyttes der. Det viste seg imidlertid at flere av laboratoriene hadde problemer med ekstraksjonen av filtrene da disse mer eller mindre "løste" seg.

2.2 Preparering av prøveserien

2.2.1 Beskrivelse av prøveserien

Til hvert laboratorium ble det sendt en prøveserie på 5 prøver og et ueksponert filter. Serien besto av:

- 2 filtre fra prøvetakingsserie I
- 2 filtre fra prøvetakingsserie II
- 1 PAH-ekstrakt i etanol

For de laboratorier som benytter tynnskiktmetoden ble etanolekstrakten benyttet som referanseløsning med verdien $310 \mu\text{g PAH/ml}$.

2.2.2 Opparbeidelse av etanolekstrakt

Støv fra elektrolysehallen hvor filterprøvene ble eksponert, ble ekstrahert med etanol i ultralydbad og centrifugert. Konsentrasjonen av PAH ble bestemt ved bruk av gasskromatograf med kapillarkolonne til 310 g PAH/ml.

2.3 Analysemetoder

Som ved forrige interkalibrering ble det ikke anbefalt noen analyseprosedyre hverken for de laboratorier som benyttet tynnskiktmetoden eller de som brukte gass- eller høytrykks væskekromatograf. Laboratoriene ble derimot oppfordret til å benytte den rutinemetoden som praktiseres ved hvert enkelt laboratorium. Beskrivelser av de benyttede metoder finnes i Vedlegg 3.

3. RESULTATER OG DISKUSJON

3.1 Gass- og væskekromatografisk analyse av enkeltkomponenter

Analyseresultatene finnes i Vedlegg I.

Laboratoriene 3, 4, 5 og 6 har utført analyse av enkeltkomponenter. En sammenlikning av resultatene er noe vanskelig fordi laboratoriene bestemmer et varierende antall komponenter. Som utgangspunkt for sammenlikningen har vi derfor valgt å bruke sum av de komponenter som alle laboratoriene har bestemt.

Middelverdi og relativ spredning blir da

for etanolekstraktet:	280	µg/ml	± 17%
for filterprøver Serie I:	142	µg	± 10%
" " " II:	143	µg	± 15%

Resultatene viser dels store forskjeller mellom laboratoriene også med hensyn på verdiene av enkeltkomponenter.

3.2 Analyse av total PAH med tynnskiktmetoden

Laboratoriene 1, 2, 7 og 8 brukte etanolekstraktet som standard ved beregning av total PAH. Verdien for ekstraktet var oppgitt til $310 \mu\text{g}/\text{ml}$ bestemt på forhånd ved YHI med GC-analyse.

Middelverdi og relativ spredning for de innsendte resultater uten hensyn til at noen filtre er parallellfiltre ble

for Serie I: $96 \mu\text{g} \pm 22\%$

for Serie II: $105 \mu\text{g} \pm 26\%$.

VEDLEGG I

RESULTATER VED BRUK AV GASSKROMATOGRAFI
OG HØYTRYKKSVÆSKEKROMATOGRAFI

Gass- og væskekromatografisk analyse av etanolekstraktet ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

PAH-komponent	Laboratorium nr.	3	4	5	6
	Analysemetode	GC	GC	GC	HPLC
	Filter nr.	-	-	-	-
Naftalen		0	0.3	0	0
1-metylnaftalen		0.72	0	0	0
Bifenyl		0.55	0	0.62	0
Acenaften		1.2	1.3	0.95	1.6
Dibenzofuran		0.53	0.7	0.72	-
Fluoren		3.2	2.4	1.93	2.5
2-metylfluoren		1.4	1.5	0.89	-
1-metylfluoren		1.3	1.6	1.42	-
Dibenzotiofen		4.1	2.9	4.61	3.3
Fenantron		96	56.4	53.2	52.6
Antracen		10	5.4	7.56	3.3
Karbazol		0	2.5	3.44	13.7
3-metylfenantron		9	9.0	9.75	-
2-metylfenantron		12	10.7	12.3	-
2-metylantracen		0.30	}	1.20	0
4,5-metylénfenantron		5.3		-	-
4-/9-metylfenantron		2.9		-	-
1-metylfenantron		3.6		4.89	11.3
Ukjent		-	15.3	-	-
Fluoranten		119	75.8	86.4	70.3
Benz(a)acenaftylen		0	2.3	-	-
Benzo(def)dibenzotiofen		3.0	2.2	-	-
Pyren		70	47.9	49.3	47.9
Ukjent		-	11.4	-	-
Etylmetylenfenantron		7.8	-	-	-
Benzo(a)fluoren		4.3	9.5	10.7	-
Benzo(b)fluoren		}	3.1	1.88	-
4-metylpyren			-	-	-
2-metylpyren/metylfluoranten		2.2	}	-	-
1-metylpyren		1.7		1.82	-
Benzo(ghi)fluoranten		1.7	-	-	-
Benzotionaften		4.2	5.4	-	-
Benzo(c)fenantron		1.4	4.4	-	-
Benzofenantridin		1.5	-	-	-
Benz(a)antracen		3.0	10.6	9.96	6.7
Krysen/Trifenylen		19	20.1	15.6	10.1
Benzo(b)fluoranten		}	10.0	8.10	7.5
Benzo(j)fluoranten			-	3.01	2.9
Benzo(k)fluoranten		7.2	4.7	-	2.5
Benzo(e)pyren		6.2	7.1	5.63	6.6
Benzo(a)pyren		3.5	5.7	2.38	3.3
Perylen		1.0	1.2	1.18	1.0
Indeno(1,2,3-cd)pyren		3.0	4.8	2.89	3.3
Dibenzantracener		0.71	1.8	1.08	0.61
Benzo(ghi)perlylen		2.7	4.9	3.08	3.2
Antantron		0.42	-	2.09	0.59
Coronen		0	-	0	0.40
Sum		421	367.8	308.58	255.2
Sum av felles komponenter		351	265.8	260.92	242.9

GC = gasskromatograf med kapillarkolonne
 HPLC= høytrykksvæskekromatograf

Gass- og væskekromatografisk analyse av filtre fra Serie I (μg)

PAH-komponent	Filter nr.	Laboratorium nr.		Analysemetode	
		3 GC		4 GC	
		2 V	56	46 V	49
Naftalen		0	0	0	0
1-metylnaftalen		0	0	0	0
Bifenyl		0	0	0	0
Acenaften		0.22	0	0	0
Dibenzofuran		0	0	0	0
Fluoren		0.41	0	0	0
2-metylfluoren		0	0	0	0
1-metylfluoren		0.27	1.2	0	0
Dibenzotiofen		0.71	0.66	0	0
Fenantren		15	16	9.7	10.2
Antracen		1.6	1.5	1.6	1.3
Karbazol		0	0	2.2	2.5
3-metylfenantren		1.4	1.4	1.7	1.6
2-metylfenantren		1.9	1.8	2.0	1.9
2-metyltracen		0.20	0.13	6.4	5.0
4,5-metylenfenantren		1.2	1.1		
4-/9-metylfenantren		0.83	0.46		
1-metylfenantren		0.47	0.40		
Ukjent		-	-		
Fluoranten		42	42	25.3	28.2
Benz(e)acenaftylen		0	0	0.7	0.6
Benzo(def)dibenzotiofen		1.3	1.2	0	1.1
Pyren		30	30	18.8	22.0
Ukjent		-	-		
Etylmetylenfenantren		4.6	3.7	-	-
Benzo(a)fluoren		7.8	7.4	10.4	11.5
Benzo(b)fluoren		6.0	5.9	5.8	5.8
4-metylpyren					
2-metylpyren/metylfluoranten		1.3	1.2	7.0	7.2
1-metylpyren		1.2	1.2		
Benzo(ghi)fluoranten		0.54	0.46	-	-
Benzotionaften		3.4	3.2	3.7	5.0
Benzo(c)fenantren		0.91	0.91	2.6	3.1
Benzofenantridin		0.97	0.90	-	-
Benz(a)antracen		9.3	8.9	10.0	12.1
Krysene/Trifenylen		16	15	19.6	21.2
Benzo(b)fluoranten		7.0	7.3	11.9	16.3
Benzo(j)fluoranten				0	9.6
Benzo(k)fluoranten		6.3	6.5	12.0	10.9
Benzo(e)pyren				11.8	10.5
Benzo(a)pyren				6.3	2.3
Perylen		1.3	1.2		
Indeno(1,2,3-cd)pyren		2.9	2.6	3.8	4.8
Dibenzantracener		0.79	0.71	0	0
Benzo(ghi)perylene		2.8	2.5	12.0	10.2
Antantren		0.52	0.33	-	-
Coronen		0	0	-	-
Sum		176	172	185.3	204.9
Sum av felles komponenter		141	140	145.0	162.1

GC = gasskromatograf med kapillarkolonne

HPLC = høytrykksvæskekromatograf

Gass- og væskekromatografisk analyse av filtre fra Serie I (μg)

PAH-komponent	Filter nr.	Laboratorium nr.		Analysemetode	
		5		6	
		GC	35 V	HPLC	24
Naftalen		0	0	0	0
1-metylnaftalen		0	0	0	0
Bifenyl		0	0	0	0
Acenaften		0	0	0.43	0.46
Dibenzofuran		0	0	-	-
Fluoren		0	0	0.69	0.64
2-metylfluoren		0	0	-	-
1-metylfluoren		0	0	-	-
Dibenzotiofen		0.56	0	0	0
Fenantron		7.23	0.35	13.4	12.8
Antracen		0.49	0	1.6	1.7
Karbazol		2.88	1.29	16.9	16.2
3-metylfenantren		1.28	0.37	-	-
2-metylfenantren		1.65	0.19	-	-
2-metylantracen		0.51	0.23	2.8	2.5
4,5-metylifenantren		-	-	-	-
4-/9-metylfenantren		-	-	-	-
1-metylfenantren		0.69	0	4.2	4.1
Ukjent		-	-	-	-
Fluoranten		25.8	6.57	31.2	32.3
Benz(e)acenaftylen		-	-	-	-
Benzo(def)dibenzotiofen		-	-	-	-
Pyren		18.6	5.84	26.1	25.8
Ukjent		-	-	-	-
Etylmetylenfenantren		-	-	-	-
Benzo(a)fluoren		6.42	2.69	-	-
Benzo(b)fluoren		1.38	0.58	-	-
4-metylpyren		-	-	-	-
2-metylpyren/methylfluoranten		-	-	-	-
1-metylpyren		1.10	0.48	-	-
Benzo(ghi)fluoranten		-	-	-	-
Benzotionaften		-	-	-	-
Benzo(c)fenantren		-	-	-	-
Benzofenanthridin		-	-	-	-
Benz(a)antracen		9.04	5.00	7.7	8.1
Krysene/Trifenylen		16.2	8.51	13.4	14.2
Benzo(b)fluoranten		9.54	5.35	8.0	10.1
Benzo(j)fluoranten		3.50	1.85	2.8	2.3
Benzo(k)fluoranten		6.82	3.88	2.7	2.9
Benzo(e)pyren		3.84	2.20	6.3	6.8
Benzo(a)pyren		1.46	0.90	4.8	5.2
Perylen		3.41	2.08	1.4	1.5
Indeno(1,2,3-cd)pyren		1.40	0.93	3.1	3.6
Dibenzantracener		3.67	2.11	0.57	0.61
Benzo(ghi)perlylen		0	0	3.3	3.6
Antantren		0	0.41	0.54	0.52
Coronen		0	0.41	0.45	0.53
Sum		127.47	51.81	152.4	156.5
Sum av felles komponenter		114.44	46.86	144.4	148.8

GC = gasskromatograf med kapillarkolonne

HPLC = høytrykksvæskekromatograf

*Resultatet er ikke tatt med i videre beregninger

Gass- og væskekromatografisk analyse av filtre fra Serie II (μg)

PAH-komponent Filter nr.	Laboratorium nr. Analysemetode	3		4	
		GC	3	11	GC
Naftalen		0	0	0	0
1-metylnaftalen		0	0	0	0
Bifenyl		0	0	0	0
Acenafthen		0.22	0.22	0	0
Dibenzofuran		0	0	0	0
Fluoren		0.39	0.37	0	0
2-metylfluoren		0	0	0	0
1-metylfluoren		0.39	0.08	0	0
Dibenzotiofen		0.73	0.66	0	0
Fenantron		16	14	6.7	10.7
Antracen		1.5	1.4	0.6	1.0
Karbazol		0	0	1.7	2.7
3-metylfenantron		1.6	1.4	1.7	1.3
2-metylfenantron		2.1	1.8		1.6
2-metylantracen		0.21	0.15	4.2	6.2
4,5-metylenfenantron		1.4	1.5		
4-/9-metylfenantron		1.1	0.84		
1-metylfenantron		0.53	0.44		
Ukjent		-	-	-	-
Fluoranten		49	42	17.1	32.1
Benz(a)acenaftylen		0	0	0	0.4
Benzo(def)dibenzotiofen		1.4	1.2	0	1.4
Pyren		35	30	13.5	25.9
Ukjent		-	-	-	-
Etylmetylenfenantron		5.2	4.5	-	-
Benzo(a)fluoren		8.5	7.8	9.0	11.5
Benzo(b)fluoren		6.3	5.8	4.3	7.7
4-metylpyren				-	-
2-metylpyren/methylfluoranten		1.4	1.3	0	14.2
1-metylpyren		1.3	1.2		
Benzo(ghi)fluoranten		0.48	0.44	-	-
Benzotionaften		3.2	3.0	3.6	4.6
Benzo(c)fenantron		0.86	0.82	3.2	2.9
Benzofenantridin		0.84	0.80	-	-
Benz(a)antracen		8.2	7.8	8.1	12.1
Krysene/Trifenylen		14	14	14.8	20.8
Benzo(b)fluoranten		5.8	5.6	10.8	13.1
Benzo(j)fluoranten				-	-
Benzo(k)fluoranten				0	6.0
Benzo(e)pyren				9.0	11.3
Benzo(a)pyren		4.2	4.2	6.0	6.9
Perylen		1.1	1.1	2.3	4.6
Indeno(1,2,3-cd)pyren		2.4	2.3	0	2.4
Dibenzantracener		0.65	0.64	0	0
Benzo(ghi)perylene		2.4	2.3	13.3	9.2
Antantren		0.46	0.43	-	-
Coronen		0	0	-	-
Sum		184	165	129.9	210.6
Sum av felles komponenter		147	132	103.9	158.8

GC = gasskromatograf med kapillarkolonne

HPLC = høytrykksvæskekromatograf

Gass- og væskékromatografisk analyse av filtre fra Serie II (μg)

PAH-komponent Filter nr.	Laboratorium nr. Analysemetode	5		6	
		GC 9 V	48 V	HPLC 10 V	14
Naftalen		0	0	0	0
1-metylnaftalen		0	0	0	0
Bifenyl		0	0	0	0
Acenaften		0	0	0	0.41
Dibenzofuran		0	0	-	-
Fluoren		0.27	0.32	0.71	0.63
2-metylfluoren		0.15	0.15	-	-
1-metylfluoren		0.14	0.16	-	-
Dibenzotiofen		0.66	0.79	0	0
Fenantron		9.07	11.0	18.6	13.4
Antracen		1.23	1.58	1.7	1.5
Karbazol		5.28	4.69	23.5	19.1
3-metylfenantron		1.76	1.92	-	-
2-metylfenantron		2.21	2.49	-	-
2-metylantracen		1.02	0.67	0	0
4,5-metylenfenantron		-	-	-	-
4-/9-metylfenantron		-	-	-	-
1-metylfenantron		0.94	1.08	5.7	4.1
Ukjent		-	-	-	-
Fluoranten		33.7	38.7	46.2	33.4
Benz(e)acenaftylen		-	-	-	-
Benzo(def)dibenzotiofen		-	-	-	-
Pyren		23.5	26.5	29.0	27.9
Ukjent		-	-	-	-
Etylmetylenfenantron		-	-	-	-
Benzo(a)fluoren		9.38	10.6	-	-
Benzo(b)fluoren		1.88	2.21	-	-
4-metylpyren		-	-	-	-
2-metylpyren/metylfluoranten		-	-	-	-
1-metylpyren		1.41	1.72	-	-
Benzo(ghi)fluoranten		-	-	-	-
Benzotionaften		-	-	-	-
Benzo(c)fenantron		-	-	-	-
Benzofenantridin		-	-	-	-
Benz(a)antracen		11.3	12.0	8.9	7.4
Krysen/Trifenylen		17.5	18.0	12.0	13.1
Benzo(b)fluoranten		8.89	8.39	9.4	8.2
Benzo(j)fluoranten	{}	2.99	3.42	3.6	2.5
Benzo(k)fluoranten		6.13		2.8	2.4
Benzo(e)pyren		3.50	3.41	6.8	5.6
Benzo(a)pyren		2.10	1.50	4.6	4.2
Perylen		3.04	2.92	1.3	1.3
Indeno(1,2,3-cd)pyren		1.06	1.10	0.56	0.46
Dibenzantracener		3.31	3.20	3.6	3.1
Benzo(ghi)perlylen		0.72	0.35	0.44	0.43
Antantron		0.44	0.44	0.47	0.45
Coronen		153.58	165.31	183.9	152.9
Sum		133.53	143.52	177.3	147.9
Sum av felles komponenter					

GC = gasskromatograf med kapillarkolonne

HPLC = høytrykksvæskékromatograf

VEDLEGG 2

**RESULTATER AV TOTAL PAH VED BRUK AV
TYNNSKIKTMETODEN**

Resultater av total PAH ved bruk av tynnskiktmetoden

Lab. nr.	Serie I		Serie II	
	μg	μg	μg	μg
1	67	68	81	67
2	106	122	133	134
7	86,4	115,0	119,0	120,5
8	117,8	83,5	78,9	106,1

VEDLEGG 3

**ANALYSEMETODER OG RESULTATER
FRA DE ENKELTE LABORATORIER**



Lista Aluminiumverk

Laboratoriet

Analyserapport

Fordeling:

| Dato 01.10.82

| L.nr.

| Prøve mottatt

ARBEIDSFORSKNINGSMÅTTOTTENE VILKESHYGIENISK INST.	
YH 001657	06.10.82
org → arkiv	

Oppdragsgiver

Prøve

Analyse

INTERKALIBRERING AV PAH

Prøve nr.	µg PAH / filter
29	81
42	67
66 V	68
77 V	67

YHI's forskrift.

DK/rah



ARBEIDSFORSKN. INSTITUTTENE
VRKESHYGIENTISK INST.
YN 001616 14.05.82
PF

Yrkeshygienisk Institutt
Gydas vei 8
Boks 8149 Dep.
OSLO 1

Årdal og Sunndal Verk a.s.
Sunndal Verk

Postadresse : Postboks 51,
6601 Sunndalsøra
Telefon : (073) 91 011
Telegr.adr. : Årdalverk, Sunndalsøra
Telex : 55222 Sual n

Deres ref.: .

Deres brev av:

Vår ref.: .

Sunndalsøra

KDa/HTa
Arkiv

12. oktober 1982

Attn. P. Fjeldstad

INTERKALIBRERING AV PAH.

Sender herved analyseresultatene på prøvene som vi mottok
21. september 1982.

Prøvene er analysert ved hjelp av tynnsjiktmetoden.
Filteret ble løst i etanol.

Støvfilter	8.	106 µg	PAH
"	27.	122 "	"
"	37.	133 "	"
"	67.	134 "	"

Med hilsen
for Årdal og Sunndal Verk a.s.

N. Nilsen

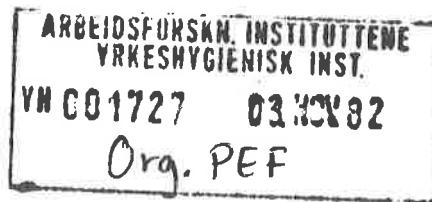
Kj. Danielsen



SENTRALINSTITUTT FOR INDUSTRIELL FORSKNING

FORSKNINGSV. 1, P.B. 350 BLINDERN, OSLO 3, NORWAY - TLF. (02) 69 58 80 - TELEX 71536 SI N - CABLE: SENTRALFORSK

Per Einar Fjeldstad
Kristin Halgard
Yrkeshygienisk institutt
Gydas v 8
OSLO 3



Deres ref.

Deres brev av

Vår ref.

Dato

CHB/hst

1 november 1982

INTERKALIBRERING AV PAH

Hermed oversendes resultatene av PAH-interkalibrering og filterholderne.

Analyseprosedyren er eksakt den samme som er beskrevet tidligere i SIs rapport, vedlegg 5 i "Interkalibrering av polycykiske aromatiske hydrokarboner - I (H.D. 864/81). Den eneste forskjellen er at ekstraksjonene er ristet i 30 min istedet for 15 min.

Beregning av PAH-verdiene er også gjort slik som beskrevet i rapporten.

Med vennlig hilsen

SENTRALINSTITUTT FOR
INDUSTRIELL FORSKNING

Christel Benestad
Christel Benestad

Vedl.

Table . Determination of bicyclic and polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) and other polycyclic organic matter (POM).

			(µgr)
	Sample: Eksponerte filtre 2V og 3		2V : 3
Bicyclic			
1	Naphthalene		
2	2-Methylnaphthalene		
3	1-Methylnaphthalene		
4	Biphenyl		
	Sum identified Bicyclic		ND
5	Acenaphthylene		ND
6	Acenaphthene		0.22
7	Fluorene		0.41
8	2-Methylfluorene		ND
9	1-Methylfluorene		0.27
10	Phenanthrene		15.
11	Anthracene		1.6
12	3-Methylphenanthrene		1.4
13	2-Methylphenanthrene		1.9
14	2-Methylanthracene		0.20
15	4,5-Methylenephenanthrene		1.2
16	4- and/or 9-Methylphenanthrene		0.43
17	1-Methylphenanthrene		0.47
18	Fluoranthene		42.
19	Benz(e)acenaphthylene ?		ND
20	Pyrene		30.
21	Ethylmethylenephenanthrene ?		4.6
22	Benzo(a)fluorene		7.8
23	Benzo(b)fluorene		6.0
24	4-Methylpyrene		6.3
25	2-Methylpyrene and/or Methylfluoranthene		1.3
26	1-Methylpyrene		1.2
27	Benzo(ghi)fluoranthene		0.54
28	Benzo(c)phenanthrene		0.91
29	Cyclopenteno(cd)pyrene		ND
30	Benz(a)anthracene		9.3
31	Chrysene and Triphenylene		16.
32	Benzo(b)fluoranthene		7.0
33	Benzo(j)fluoranthene		5.8
34	Benzo(k)fluoranthene		6.3
35	Benzo(e)pyrene		5.1
36	Benzo(a)pyrene		5.1
37	Perylene		1.3
38	Indeno(1,2,3-cd)pyrene		2.9
39	Dibenz(a,c and/or a,h)anthracenes		0.79
40	Benzo(ghi)perylene		2.8
41	Anthanthrene		0.52
42	Coronene*		ND
	Sum identified PAH		170.
Other POM			178..
a	Dibenzofuran		ND
b	Dibenzothiophene		0.71
c	Carbazole		ND
d	Benzo(def)dibenzothiophene ?		1.3
e	Benzothionaphthene ?		3.4
f	Benzophenanthridine ?		0.97
g	Benzo(cd)pyren-6-one		ND
	Sum identified Other POM		6.4
	Sum identified Bicyclic, PAH and Other POM		176.
			184..

? Identification based on earlier mass spectrometric data; not verified due to the lack of commercially available standards

* High relative standard deviation

ND = ikke målbare mengder

Table . Determination of bicyclic and polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) and other polycyclic organic matter (POM).

(µgr)

Sample: Ehsponerte filtre

		:	11	:	56	:
Bicyclic	1 Naphthalene					
	2 2-Methylnaphthalene					
	3 1-Methylnaphthalene					
	4 Biphenyl					
	Sum identified Bicyclic					
			ND		ND	
			ND		ND	
PAH	5 Acenaphthylene				ND	
	6 Acenaphthene		0.22		ND	
	7 Fluorene		0.37		ND	
	8 2-Methylfluorene		ND		ND	
	9 1-Methylfluorene		0.08		1.2	
	10 Phenanthrene		14.		16.	
	11 Anthracene		1.4		1.5	
	12 3-Methylphenanthrene		1.4		1.4	
	13 2-Methylphenanthrene		1.8		1.8	
	14 2-Methylanthracene		0.15		0.13	
	15 4,5-Methylenephenanthrene		1.5		1.1	
	16 4- and/or 9-Methylphenanthrene		0.84		0.46	
	17 1-Methylphenanthrene		0.44		0.40	
	18 Fluoranthene		42.		42.	
	19 Benz(e)acenaphthylene ?		ND		ND	
	20 Pyrene		30.		30.	
	21 Ethylmethylenephenanthrene ?		4.5		3.7	
	22 Benzo(a)fluorene		7.8		7.4	
	23 Benzo(b)fluorene		5.8		5.9	
	24 4-Methylpyrene					
	25 2-Methylpyrene and/or Methylfluoranthene		1.3		1.2	
	26 1-Methylpyrene		1.2		1.2	
	27 Benzo(ghi)fluoranthene		0.44		0.46	
	28 Benzo(c)phenanthrene		0.62		0.91	
	29 Cyclopenteno(cd)pyrene		ND		ND	
	30 Benz(a)anthracene		7.8		8.9	
	31 Chrysene and Triphenylene		14.		15.	
	32 Benzo(b)fluoranthene		5.6		7.3	
	33 Benzo(j)fluoranthene					
	34 Benzo(k)fluoranthene					
	35 Benzo(e)pyrene		5.1		6.5	
	36 Benzo(a)pyrene		4.2		4.7	
	37 Perylene		1.1		1.2	
	38 Indeno(1,2,3-cd)pyrene		2.3		2.6	
	39 Dibenz(a,c and/or a,h)anthracenes		0.64		0.71	
	40 Benzo(ghi)perylene		2.3		2.5	
	41 Anthanthrene		0.43		0.33	
	42 Coronene*		ND		ND	
	Sum identified PAH		160.		167.	
Other POM	a Dibenzofuran				ND	
	b Dibenzothiophene				0.66	
	c Carbazole				ND	
	d Benzo(def)dibenzothiophene ?				1.2	
	e Benzothionaphthene ?				3.0	
	f Benzophenanthridine ?				0.80	
	g Benzo(cd)pyren-6-one				ND	
	Sum identified Other POM				5.7	
	Sum identified Bicyclic, PAH and Other POM				165.	
						172.

? Identification based on earlier mass spectrometric data; not verified due to the lack of commercially available standards

* High relative standard deviation

ND = ikke måltone mængder

Table . Determination of bicyclic and polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) and other polycyclic organic matter (POM).

($\mu\text{g}/\text{ml}$)

Sample: Etanol extrakt

Bicyclic	1 Naphthalene	ND	.
	2 2-Methylnaphthalene	ND	.
	3 1-Methylnaphthalene	0.72	.
	4 Biphenyl	0.55	.
	Sum identified Bicyclic	1.3	.
PAH	5 Acenaphthylene	ND	.
	6 Acenaphthene	1.2	.
	7 Fluorene	3.2	.
	8 2-Methylfluorene	1.4	.
	9 1-Methylfluorene	1.3	.
	10 Phenanthrene	96.	.
	11 Anthracene	10.	.
	12 3-Methylphenanthrene	9.	.
	13 2-Methylphenanthrene	12.	.
	14 2-Methylnaphthalene	0.30	.
	15 4,5-Methylenephthalene	5.5	.
	16 4- and/or 9-Methylphenanthrene	2.9	.
	17 1-Methylphenanthrene	3.6	.
	18 Fluoranthene	119.	.
	19 Benz(e)acenaphthylene ?	ND	.
	20 Pyrene	70.	.
	21 Ethylmethylenephthalene ?	7.8	.
	22 Benzo(a)fluorene	4.3	.
	23 Benzo(b)fluorene	} 5.4	.
	24 4-Methylpyrene
	25 2-Methylpyrene and/or Methylfluoranthene	2.2	.
	26 1-Methylpyrene	1.7	.
	27 Benzo(ghi)fluoranthene	1.7	.
	28 Benzo(c)phenanthrene	1.4	.
	29 Cyclopenteno(cd)pyrene	ND	.
	30 Benzo(a)anthracene	3.0	.
	31 Chrysene and Triphenylene	19.	.
	32 Benzo(b)fluoranthene	} 7.2	.
	33 Benzo(j)fluoranthene
	34 Benzo(k)fluoranthene
	35 Benzo(e)pyrene	6.2	.
	36 Benzo(a)pyrene	3.5	.
	37 Perylene	1.0	.
	38 Indeno(1,2,3-cd)pyrene	3.0	.
	39 Dibenz(a,c and/or a,h)anthracenes	0.71	.
	40 Benzo(ghi)perylene	2.7	.
	41 Anthanthrene	0.42	.
	42 Coronene*	ND	.
	Sum identified PAH	406.	.
Other POM	a Dibenzofuran	0.53	.
	b Dibenzothiophene	4.1	.
	c Carbazole	ND	.
	d Benzo(def)dibenzothiophene ?	3.0	.
	e Benzothionaphthene ?	4.2	.
	f Benzophenanthridine ?	1.5	.
	g Benzo(cd)pyren-6-one	ND	.
	Sum identified Other POM	13.	.
	Sum identified Bicyclic, PAH and Other POM	421.	.

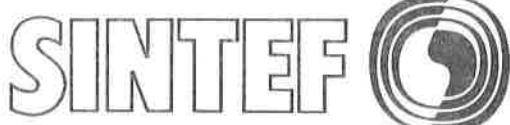
? Identification based on earlier mass spectrometric data; not verified due to the lack of commercially available standards

* High relative standard deviation

ND = keine messbare Menge.

YRKESHYGIENISK INST.
VH C01748 05 NOV 82
aag

Stiftelsen for industriell og
teknisk forskning ved
Norges tekniske høgskole



Yrkeshygienisk institutt
Postboks 8149, Dep.

Avdeling for
teknisk kjemi

OSLO 1

Att.: Per E. Fjeldstad

Deres ref:	Vår ref:	Direkte innvalg:	TRONDHEIM
YH 1468/OR-71/ 82-KH/AEE	041.24-21/82/ 82/BM/es		1982-11-03

INTERKALIBRERING PAH.

./. Vedlagt oversendes resultatene for interkalibrering av PAH.

Med hilsen
for SINTEF

Bjørne Malvik

Postadresse:
7034 Trondheim- NTH

Sentralbord:
(075) 93 000
Telex:
55 620 sintf n

INTERKALIBRERING AV PAH OKTOBER 1982.

1. OPPARBEIDELSE AV PRØVER.

1.1. Filter.

Filtrene er ekstrahert med etanol i ultralydbad ved romtemperatur.

Opparbeidelse av etanolekstrakt er utført etter metoden skissert i fig. 1.

1.2. Etanolekstrakt.

Tilsatt like mengder vann og opparbeidet etter metoden skissert i fig. 1.

Indre standard 1: 3,6 - dimetylfenantren.

Indre standard 2: 1,1 -binaftyl

2. ANALYSE

2.1. GC-analyse.

Gasskromatograf: Perkin Elmer F-33

Integrator : Hewlett Packard 3390A

Injektorsystem : Unijector (SGE, Australia)

Kolonne : 30m DB-5 (SE-54) fused silica

Detektor : FID

Bæregass : Helium

Injektortemp. : 300°C

Detektortemp. : 100°C (4 min) 4°C/min - 300°C

Injeksjon : 2 ul, splitless

2.1. HPLC-analyse.

Væskekromatograf: Varian 5000

Kolonne : Supelcosil LC-PAH 25 cm x 0,4 cm

Detektor : 254 nm UV

Elueringsmiddel : H₂O/Acetonitril Gradient 50-100%
Acetonitril

Injeksjon : 10 ul

Integrator : Hewlett Packard 3390 A

3. RESULTATER.

Resultatene for GC-analysene er gjengitt i tabell 1. For HPLC-analysen fremgår resultatene av diagram i figur 2.

Kromatogram av GC- og HPLC-analysene følger vedlagt.

INTERKALIBRERING PAH
1982 HØST

RESULTATER GC-ANALYSE

PAH-forbindelse	Filter 31 μg	Filter 44 μg	Filter 46 V μg	Filter 49 μg	EtOH-1øsn. μg/ml
Naftalen					0,3
2-metylnaftalen					
1-metylnaftalen					
Bifenyl					
Acenaftylen					
Acenaften					1,3
Dibenzofuran					0,7
Fluoren					2,4
2-metylfluoren					1,5
1-metylfluoren					1,6
Dibenzothiofen					2,9
Fenantron	6,7	10,7	9,7	10,2	56,4
Antracen	0,6	1,0	1,6	1,3	5,4
Karbazol	1,7	2,7	2,2	2,50	2,5
3-metylfenantren } 2-metylfenantren }	1,7	1,3	1,7	1,6	9,0
Metylfenantrener } Metylantracener }	4,2	6,2	6,4	5,0	12,6
Ukjent					15,3
Fluoranten	17,1	32,1	25,3	28,2	75,8
Benz(e) acenaftylen		0,4	0,7	0,6	2,3
Benzo(d,e,f) diben- zothiofen		1,4		1,1	2,2
Pyren	13,5	25,9	18,8	22,0	47,9
Ukjent					11,4
Benzo(a) fluoren	9,0	11,5	10,4	11,5	9,5
Benzo(b) fluoren	4,3	7,7	5,8	5,8	3,1
Metylpyrener } Metylfluorantener }		14,2	7,0	7,2	12,3
Benzothionaften	3,6	4,6	3,7	5,0	5,4
Benzo(c) fenantren	3,2	2,9	2,6	3,1	4,4
Benzo(a) antracen	8,1	12,1	10,0	12,1	10,6
Krysen } Trifenylen }	14,8	20,8	19,6	21,2	20,1
Benzo (b) fluoranten	10,8	13,1	11,9	16,3	10,0
Benzo(k) fluoranten		6,0		9,6	4,7
Benzo(e) pyren	9,0	11,3	12,0	10,9	7,1
Benzo(a) pyren	6,0	6,9	11,8	10,5	5,7
Perylen	2,3	4,6	6,3	2,3	1,2
Indeno(1,2,3-c,d)pyren		2,4	3,8	4,8	4,8
Dibenz(a,h) antracen					1,8
Benzo(g,h,i)perlylen	13,3	9,2	12,0	10,2	4,9
SUM PAH	129,9	210,6	185,3	204,9	367,8

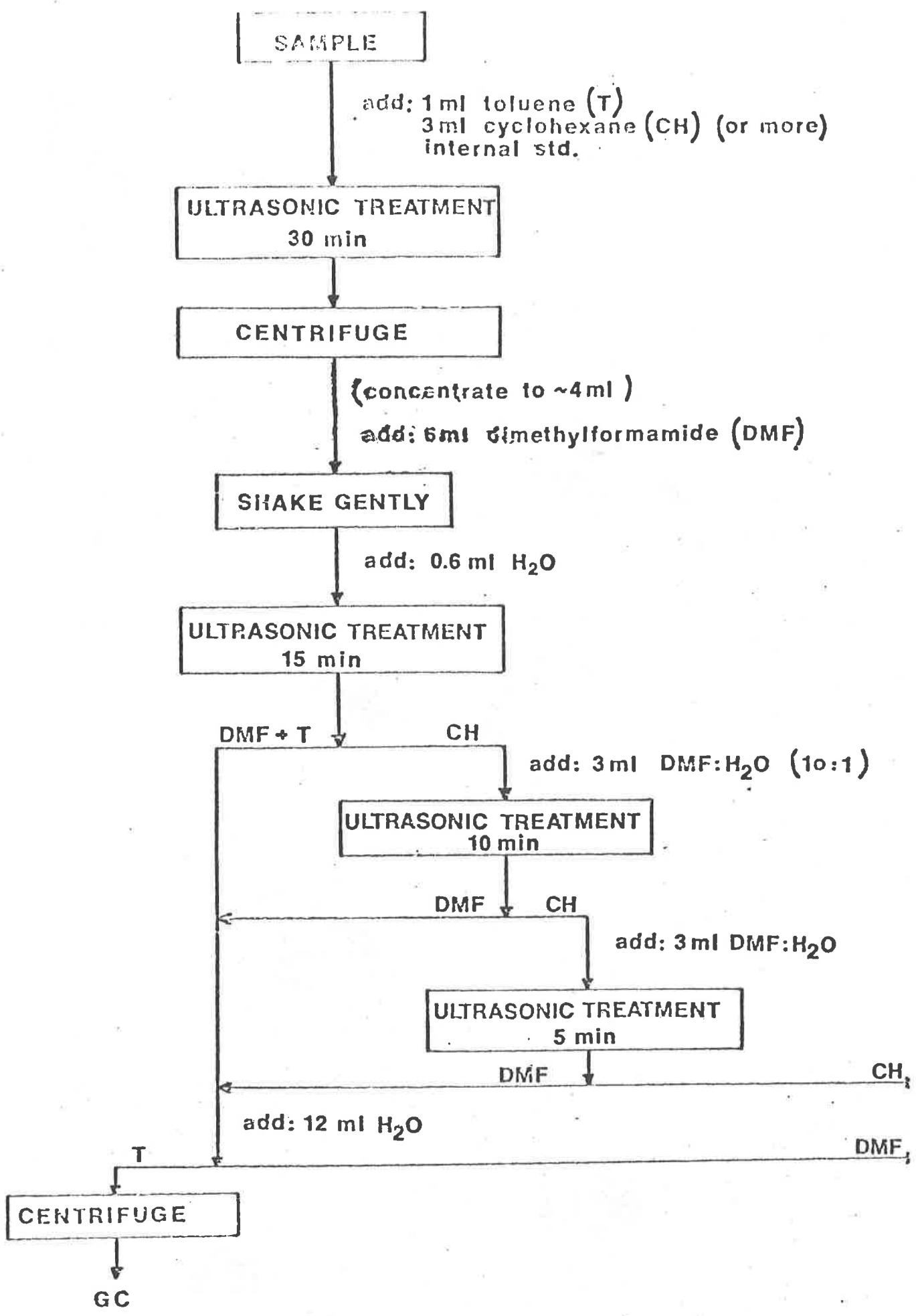
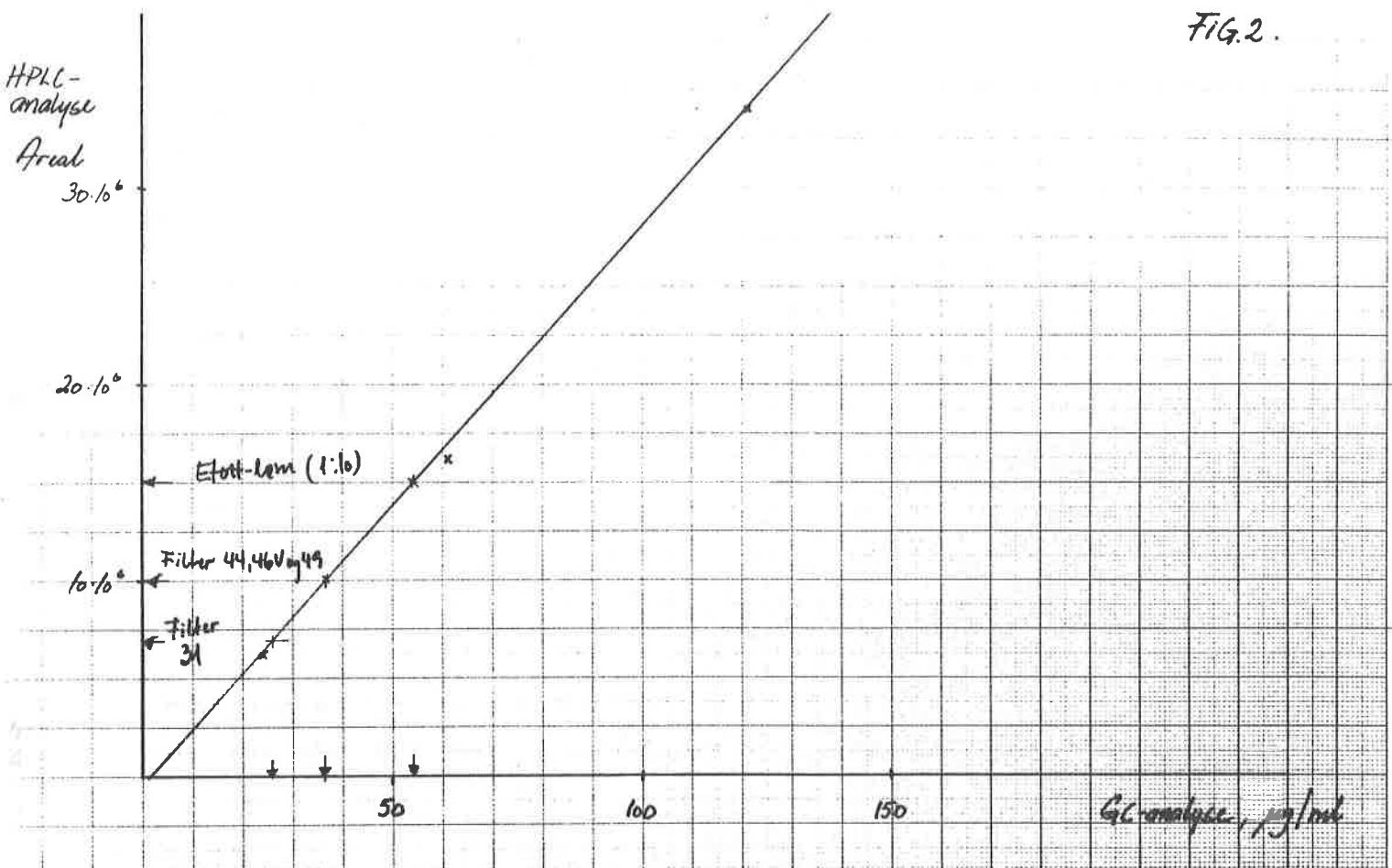


Figure 1. Schematically clean-up procedure

FIG.2.

HPLC-
analyse
Areal
 $30 \cdot 10^6$



	GC-ANALYSE		HPLC-ANALYSE
	μg	$\mu\text{g}/\text{ml}$	$\mu\text{g}/\text{ml}$
FILTER 31	129.9	26	26
FILTER 44	210.6	42.1	36.5
FILTER 46V	185.3	37	36.5
FILTER 49	204.9	41	36.5
ETOH-løsning		367.8	540

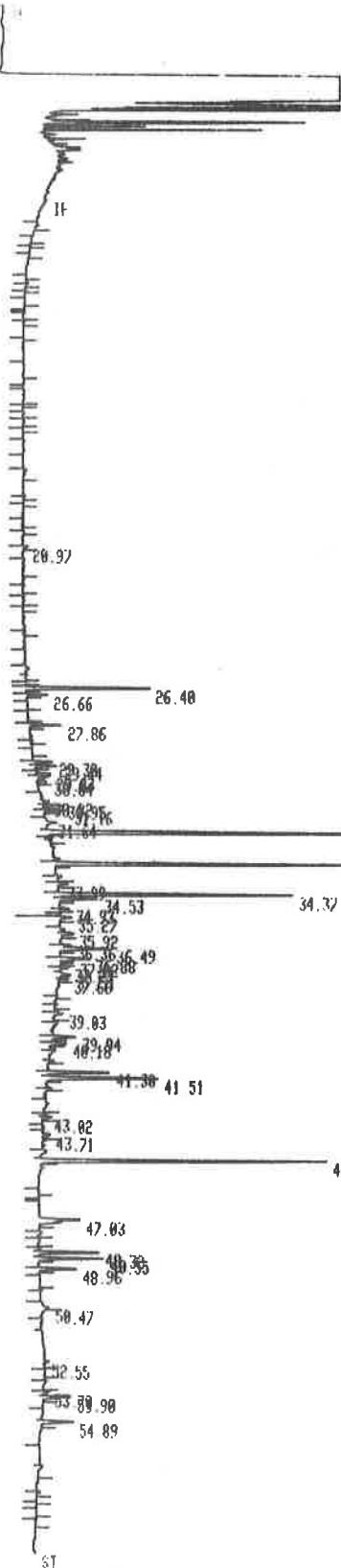
Sammenhengen mellom HPLC og GC er satt opp ut i fra en fortynningsserie av 14 ulike PAH-komponenter i tilnærmet samme mengdeforhold.

Analyseresultatene for HPLC og GC viser god overenstemmelse for filterprøvene, dårlig for ETOH-løsningen. Årsaken til dette er ETOH-løsningens helt forskjellige PAH-profil. Høyt innhold av fenantren gir meget høy UV-respons): for mange arealenheter til å passe den oppsatte korrelasjonskurve.

LIST: LIST
PEAK CAPACITY: 1158

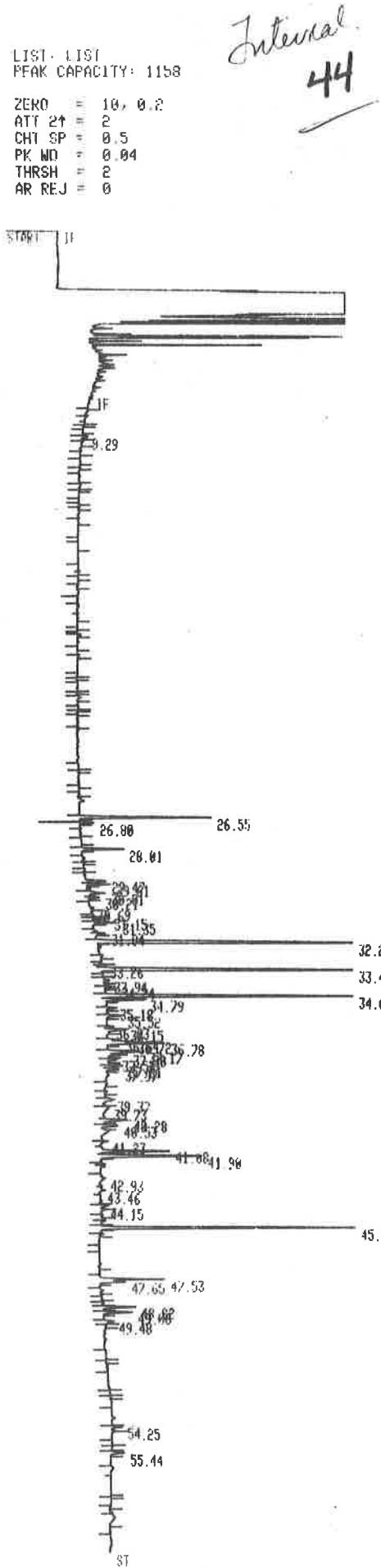
ZENO = 10, 0.2
ATT 2↑ = 2
CHT SP = 0.5
PK WD = 0.04
THRSH = 2
AR REJ = 0

Interval
46V



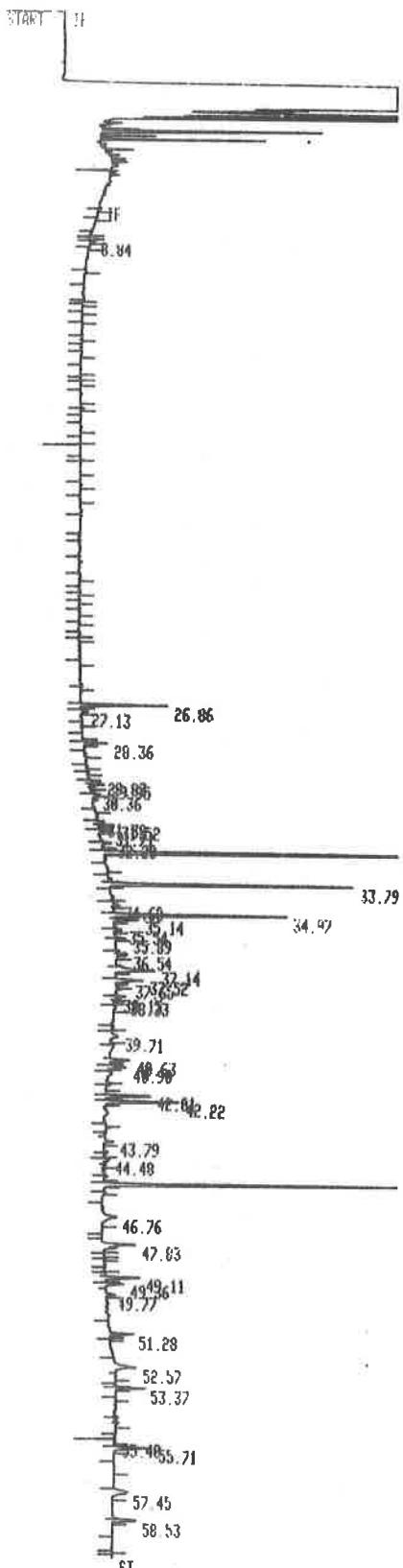
LIST: LIST
PEAK CAPACITY: 1158

ZERO = 10, 0.2
ATT 2↑ = 2
CHT SP = 0.5
PK WD = 0.04
THRSH = 2
AR REJ = 0



LIST: LIST
PEAK CAPACITY: 1158

ZERO = 10, 0.2
ATT 2↑ = 2
CHT SP = 0.5
PK WD = 0.04
THRSH = 2
AR REJ = 0



Interval

3L

LIST = LIST
PEAK CAPACITY: 1158

ZERO = 10, 0.0
ATT 2↑ = 2
CHT SP = 0.5
PK WD = 0.04
THRSH = 2
AR REJ = 0

Initial
ETOH Loss

①

START

IF

IF

IF

14.20

18.13

19.07

21.01

22.10

24.22 26.42

25.26

26.56

26.88 26.61 26.41

27.12 27.79

28.52 28.88

29.07 29.77 29.22 29.32

30.78

31.04

31.84

31.88

32.04

33.14

34.10

34.40 34.28

34.95 35.18

35.10 35.05

36.22

37.49

38.81

39.16

39.69

40.40

41.27

42.26

42.74

43.68

44.41

45.89

47.88 46.98

48.88

49.68

50.36

52.43

53.60

54.77

57.49

ST

Initial

49

START

IF

Interkalisering P4H - HPLC kromatogram.

EtoH-losn

LIST : LIST

PEAK CAPACITY: 1158

ZERO = 10, 1.0

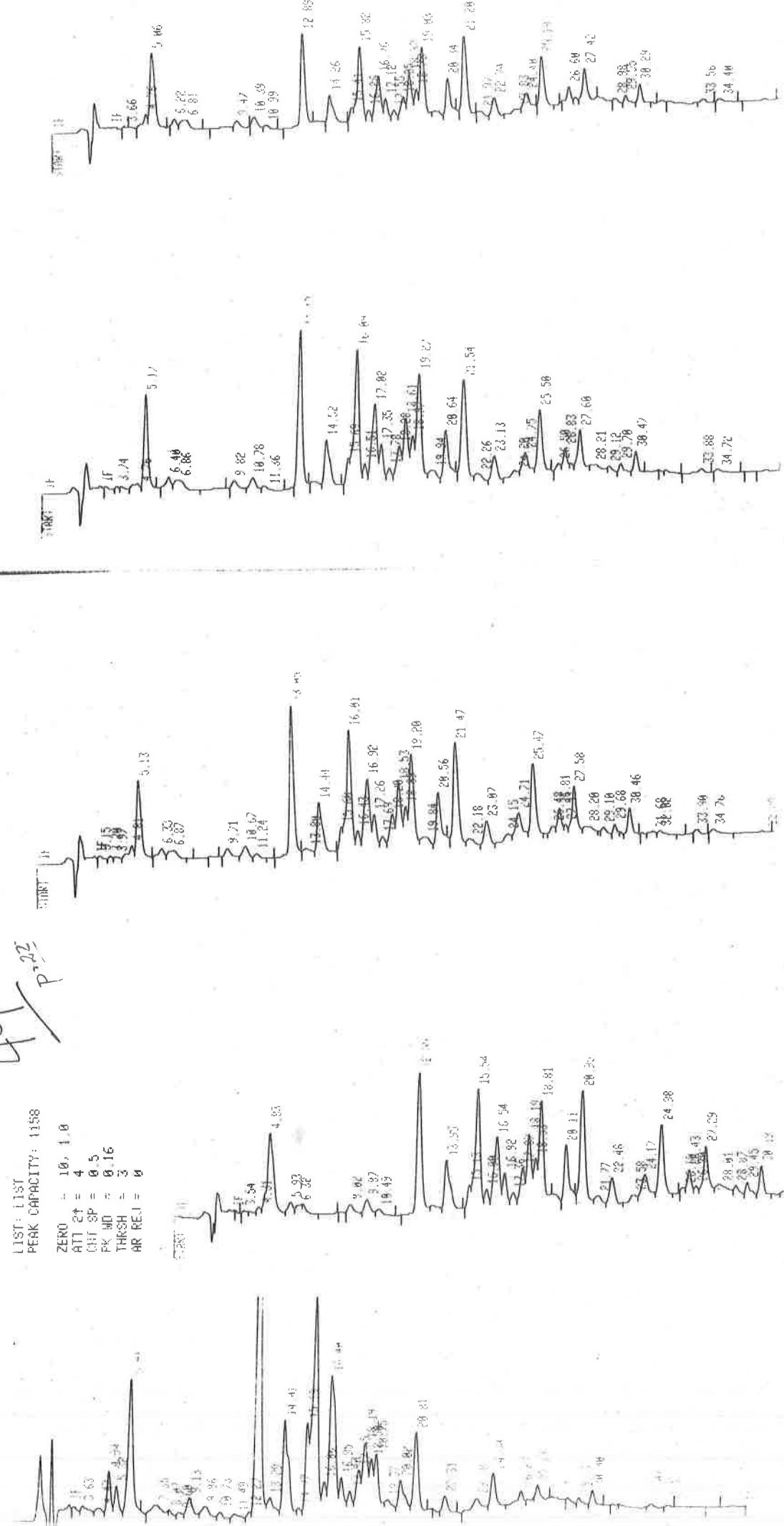
ATL SP = 4

GHT SP = 0.5

PK MD = 0.16

THRESH = 3

AR REJ = 0



BESKRIVELSE AV ANALYSEMETODE - YRKESHYGNIENISK INSTITUTT

1. Opparbeidelse av etanolekstrakt

I ml etanolekstrakt ble konsentrert til ca. 0,6 ml (50 °C, N₂-strøm) og tilsatt 5,4 ml Cyclohexan og indre standard (3,6-dimetylfenentren og α,β -binafyl). Cyclohexanoløsningen ekstraheres med 4 x 1 ml DMF m/3% H₂O. De samlede DMF-ekstraktene tilsettes dest. H₂O til dobbelt volum og ekstraheres med 3 x 1 ml cyclohexan. Deretter vaskes cyclohexanekstraktet med 2 x 1 ml dest. H₂O og tørkes med vannfri, cyclohexanvasket natriumsulfat.

2. Opparbeidelse av filterprøver

Filterprøvene ekstraheres med abs. etanol i ultralydbad 3 x 20 min. Ekstraktene samles, centrifugeres og konsentreres til 0,6 ml (50 °C, N₂-strøm). Den videre ekstraksjonen er som beskrevet for etanolekstrakt.

3. Gasskromatografisk analyse

Kromatograf:	Hewlett Packard 5710 A
Kolonne:	SE-54, fused silica, 25 m x 0,33 mm i.d.
Bæregass:	Helium, 1,0 ml/min.
Injektortemperatur:	250 °C
Injeksjon:	2 μ l splitless
Detektor:	FID
Dektortemperatur:	300 °C
Programmering av ovn:	115 °C (2 min) - 280 °C, 3 °C/min.

PAH-komponent Prøve	Etanol- ekstrakt μg/ml	9 V μg	35 V μg	48 V μg	57 V μg
Naftalen					
2-metylnaftalen					
1-metylnaftalen					
Bifenyl	0.62				
Acenaftylen	-				
Acenaften	0.95				
Dibenzofuran	0.72				
Fluoren	1.93	0.27		0.32	
9-metylfluoren	-	-		-	
2-metylfluoren	0.89	0.15		0.15	
1-metylfluoren	1.42	0.14		0.16	
Dibenzotiofen	4.61	0.66	0.56	0.79	
Fenantren	53.2	9.07	7.23	11.0	0.35
Antracen	7.56	1.23	0.49	1.58	-
Karbazol	3.44	5.28	2.88	4.69	1.29
Metylfenantrene	{ 9.75	{ 1.76	{ 1.28	{ 1.92	{ 0.37
2-metylantracen	{ 12.3	{ 2.21	{ 1.65	{ 2.49	{ 0.19
1-metylfenantren	1.20	1.02	0.51	0.67	0.23
Fluoranten	86.4	33.7	25.8	38.7	6.57
Pyren	49.3	23.5	18.6	26.5	5.84
Benzo(a)fluoren	10.7	9.38	6.42	10.6	2.69
Benzo(b)fluoren	1.88	1.88	1.38	2.21	0.58
4-metylpyren/1-metylpyren	1.82	1.41	1.10	1.72	0.48
Benz(a)antracen	9.96	11.3	9.04	12.0	5.00
Krysen/Trifenylen	15.6	17.5	16.2	18.0	8.51
Benzo(b)fluoranten	8.10	8.89	9.54	8.39	5.35
Benzo(j/k)fluoranten	3.01	2.99	3.50	3.42	1.85
Benzo(e)pyren	5.63	6.13	6.82	6.00	3.88
Benzo(a)pyren	2.38	3.50	3.84	3.41	2.20
Perylen	1.18	2.10	1.46	1.50	0.90
Indeno(1,2,3-cd)pyren	2.89	3.04	3.41	2.92	2.08
Dibenz(a,c/a,h)antracen	1.08	1.06	1.40	1.10	0.93
Benzo(ghi)perylene	3.08	3.31	3.67	3.20	2.11
Antantren	2.09	0.72		0.35	-
Dibenzo(a,e)pyren		-		-	-
Coronen		0.44		0.44	0.41
Sum	308.58	153.58	127.47	165.31	51.81
Sum PAH/m ³ luft					

GRÄNGES ALUMINIUM

METALL AB

Handläggare

M Tunturivuori/AR

Datum

1982-11-11

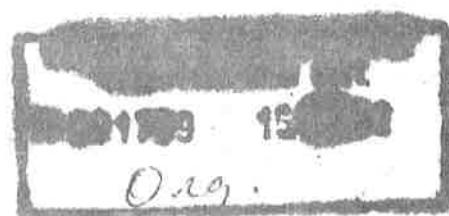
Beteckning

E 1

Ert datum

Er beteckning/Referens

Yrkeshygienisk institutt
Postboks 9149 Dep
OSLO 1
Norge



Attention: P-E Fjeldstad

Härmed skickar vi våra analysresultat av interkalibrering av PAH. Proven är analyserade med högtrycksvätskekromatograf med fluorescensdetektor.

Med vänlig hälsning

Majulda Tunturivuori

GRÄNGES ALUMINIUM
METALL AB

Tjänsteatöle, handläggare
MT/M Tunturivuori/AR

Mottagare/Ärende

Dokumentnamn
RAPPORT

Datum
1982-11-09

Blad nr
1 (2)

Beteckning, Reg nr e d
F 92

Kopia till

INTERKALIBRERING AV PAH

Provberedning

På filterproven tillsattes inre standard β,β' -binafetyl och proven extraherades med 25 ml abs etanol i ultraljudsbädd 2 x 15 min. (Vanligtvis extraherar vi proven med metanol, men Sartoriusfiltren löser sig i metanol).

Etanolextrakt: Till 1 ml extrakt tillsattes β,β' -binafetyl och extrakten späddes ut till 25 ml.

Analys

Proven analyserades med vätskekromatograf.

Pump	Perkin Elmer Series 3B
detektor	"- modell 3000 fluorescence spectrometer
integrator	Perkin Elmer Sigma 10 Chromatography data station
injektor	Perkin Elmer modell 420 auto sampler
kolonn	2 st Vydac 201TP54.6 C ₁₈ reverse phase columns

elueringsmedel	vatten/acetonitril
kolonntemperatur	36°C
flöde	1,4 ml/min
gradient	konkav gradient från 48% ACN till 100% ACN tid 65 min 100% 20 " linjärt från 100% till 48% 5 " ekvibreringstid 48% 20 " <hr/> 110 min

provvolym	10 µl
våglängder	detektionsvåglängderna är angivna på tabellen nedan

	exitation	emission
λ 1	250 nm	acenaften, fluoren
λ 2	255	karbazol, fenantren, trifenylen
λ 3	260	antrasen, benso(a)antrasen, krysen, benso(b)fluoranten, benso(k)fluoranten, benso(a)pyren, benso(ghi)perylene
λ 4	284	fluoranten, benso(k)fluoranten, benso(a)-pyren, dibenso(a,h)antrasen, benso(ghi)-perylene, antantren, koronen

GRÄNGES ALUMINIUM
METALL AB

Dokumentnamn
RAPPORT
Datum
1982-11-09

Bled nr
2

Beteckning, Reg nr e d
F 92

Tjänsteställe, handläggare

MT/M Tunturivuori/AR
Mottagare/Arende

Kopia till

INTERKALIBRERING AV PAH (forts)

	excitation	emission	
λ_5	285 nm	385 nm	benso(a)antrasen, krysen, benso(e)-pyren
λ_6	308	506	indeno(1, 2, 3-cd)pyren, benso(j)-fluoranten
λ_7	313	385	antrasen, pyren
λ_8	360	427	benso(k)fluoranten, benso(a)pyren, benso(ghi)perylene
λ_9	402	440	perylene, antantren

GRÄNGES ALUMINIUM
METALL AB

Dokumentnamn

Blad nr

Datum

Beteckning Reg nr e d

Tjänsteärlle, handläggare

Mottagare/Ärende

Kopia till

RESULTAT AV INTERKALIBRERING AV PAH

	extrakt µg/ml	10 V µg/filter	14 µg/filter	16 µg/filter	24 V µg/filter	
Karbazol	13,7	23,5	19,1	16,9	16,2	
Naftalen	-	-	-	-	-	
1-metylnaftalen	-	-	-	-	-	
Bifenyl	-	-	-	-	-	
Acenaften	1,6	-	0,41	0,43	0,46	
Fluoren	2,5	0,71	0,63	0,69	0,64	
Dibensotiofen	3,3	-	-	-	-	
Fenantren	52,6	18,6	13,4	13,4	12,8	
Antrasen	3,3	1,7	1,5	1,6	1,7	
Fluoranten	70,3	46,2	33,4	31,2	32,3	
1-metylferantren	11,3	5,7	4,1	4,2	4,1	
Pyren	47,9	29,0	27,9	26,1	25,8	
2-metylantrasen	-	-	-	2,8	2,5	
Trifenylen	-	-	2,6	2,7	2,7	
Benso(a)antrasen	6,7	8,9	7,4	7,7	8,1	
Krysen	10,1	12,0	10,5	10,7	11,5	
Benso(j)fluoranten	2,9	3,6	2,5	2,8	2,3	
Benso(e)pyren	6,6	6,8	5,6	6,3	6,8	
Benso(b)fluoranten	7,5	9,4	8,2	8,0	10,1	
Perylen	1,0	1,3	1,3	1,4	1,5	
Benso(k)fluoranten	2,5	2,8	2,4	2,7	2,9	
Benso(a)pyren	3,3	4,6	4,2	4,8	5,2	
Dibenso(a;h)antrasen	0,61	0,56	0,46	0,57	0,61	
Benso(ghi)perlylen	3,2	3,6	3,1	3,3	3,6	
Indeno(1, 2, 3-cd)pyren	3,3	4,0	3,3	3,1	3,6	
Antantren	0,59	0,44	0,43	0,54	0,52	
Koronen	0,40	0,47	0,45	0,45	0,53	
Summa PAH	255,2	183,9	152,9	152,4	156,5	

Mosal Aluminium
Mosjøen Aluminiumverk

Deres ref.

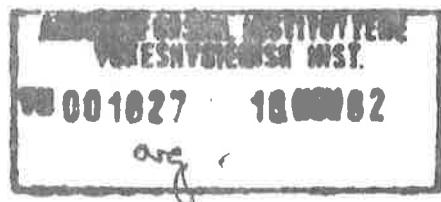
Vår ref.

KS/KMo
Dato

15. november 1982

Yrkeshygienisk Institutt
Postboks 8149, Dep.

OSLO 1



Att.: P.E. Fjellstad

—
INTERKALIBRERING AV PAH

./. Vi viser til Deres brev av 16. september d.å. og oversender vedlagt våre analyseresultater på de tilsendte filterprøver.

Prøvene er analysert etter tynnsjiktmetoden, og det mottatte PAH-ekstrakt er analysert på samme måte som filterprøvene.

./. Vedlagt er resultatene på de tilsendte prøvene og en beskrivelse av analysemetoden.

Med hilsen
for Mosal Aluminium
Mosjøen Aluminiumverk

A. Tøndel
A. Tøndel

K. Solheim
K. Solheim

—
VEDLEGG

Tilsluttet Elkem-gruppen

Mosal Aluminium
Elkem als & Co.
Mosjøen Aluminiumverk

Postadresse:
Postboks 348
8651 Mosjøen

Telefon:
(087) 70 111

Telex:
55051 alumo n

Telegram:
Mosalverk, Mosjøen

MOSJØEN ALUMINIUMVERK
Laboratoriet

INTERKALIBRERING - PAH

Pr.nr.	Total PAH i prøven (μ g)
18	86,4
20	115,0
39	119,0
41	120,5

Anm: Mottatt ueksponert filter er benyttet ved analyse på blindprøveverdi.

Laboratoriet, 15. november 1982

K. Solheim

ANALYSEMETODE - INTERKALIBRERING - PAH

Prøvene er analysert etter følgende metode:

a. Ekstraksjon av filter

Filterprøven ekstrakeres i 2 ml abs. EtOH ved hjelp av ultralydbad i 20 min. Løsningen sentrifugeres.

b. Påsetting av prøven

20 µl av prøven appliceres på tynnsjiktplaten. Løsningsmidlet dampes av med hårtørre.

c. Eluering

Tynnsjiktplaten plasseres i et elueringskar med kloroform for kromatografering i ca. 1 time.

d. Identifisering og kvantifisering

Platen lufttørkes med hårtørre og PAH-flekken identifiseres ved hjelp av en UV-lampe (366 nm).

PAH-flekken avmekkes, avskrapes, overføres og gelen tilsettes 2 ml abs. EtOH. Løsningen behandles med ultralyd i 20 min. og overføres til en kuvette for måling på et spektrofotometer ved 254 nm med blindprøveløsningen i referansekuvetten.

e. Kalibrering

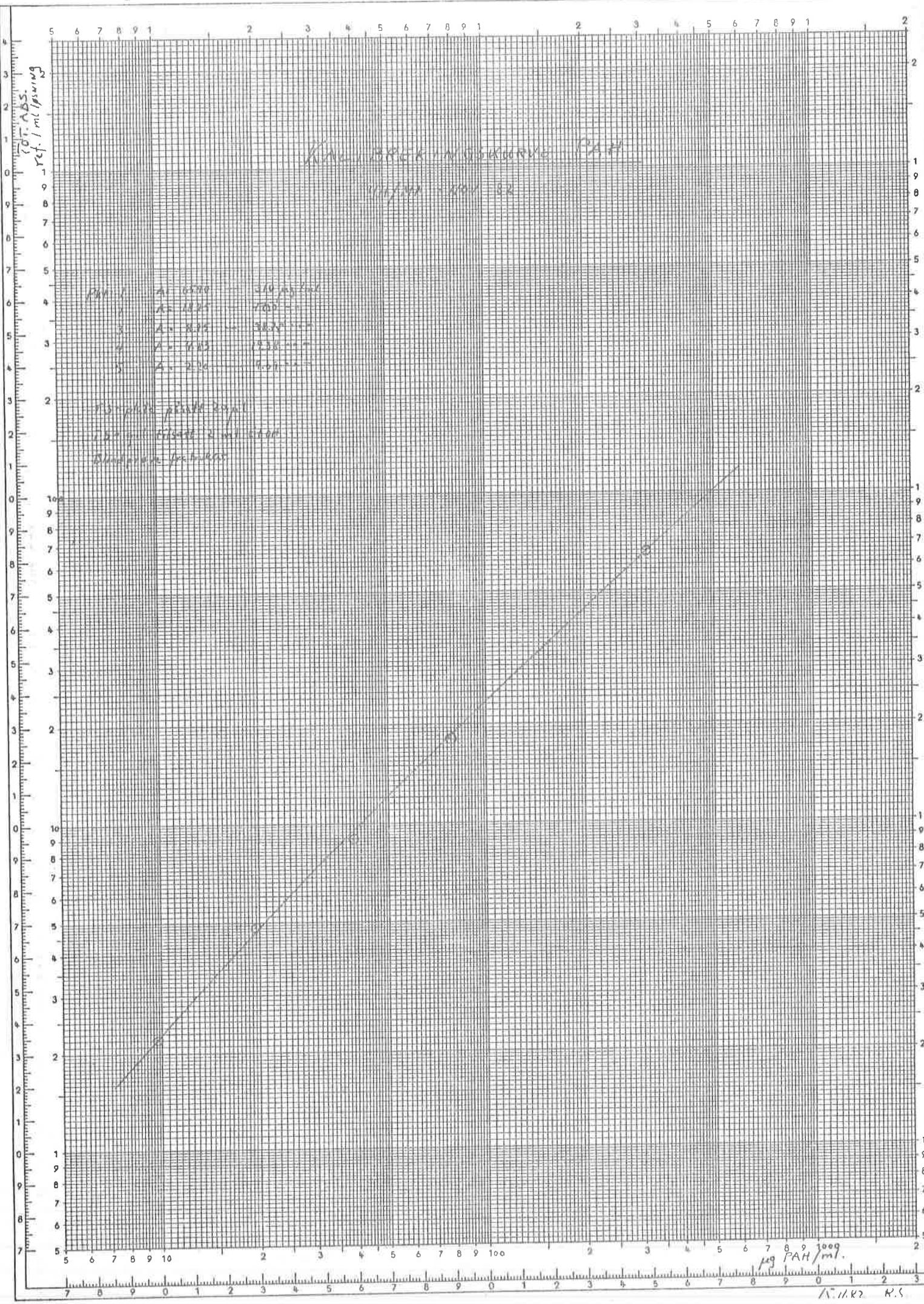
Kalibreringskurve for systemet ble laget ved at en del av det mottatte ekstrakt på 310 µg PAH/ml ble fortynnet til standardløsninger på henholdsvis 77.50, 38.75, 19.38, og 9.69 µg PAH/ml. Disse løsningene og den mottatte standardløsning ble videre analysert på samme måte som filterprøvene (pkt b - d).

På kalibreringskurven har vi beregnet total absorbans pr. milliliter løsning mot µg PAH pr. milliliter løsning (kurve vedlagt).

Laboratoriet, 15. november 1982

K. Solheim

44 100 33 3



NORSK KOKSVERK A/S



Yrekshygienisk Institutt
Postboks 8149 DEP

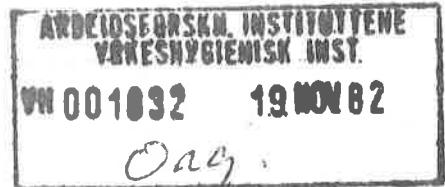
O S L O 1

POSTBOKS 203
TELEFON (087) 51 555
TELEX 55 253
BANKGIRO 5387.08.00971 BERGEN BANK A/S
POSTGIRO 5 73 61 86

DERES REF.:

VAR REF.: 180.2 CHB/Sæ

8601 MO I RANA. 15. november 1982



INTERKALIBRERING AV PAH 1982

De mottatte 4 eksponerte filtre er analysert med følgende resultat:

Filter nr. 12 V	78,9	ng PAH
" " 79 V	83,5	" "
" " 76	106,1	" "
" " 28	117,8	" "

I motsetning til tidligere, fikk vi denne gangen ikke tilsendt acroporfiltrer, men Sartorius polyamidfiltre (SM 11904) som viste seg å ha avvikende egenskaper overfor etanol eller etanol m/310 ng PAH/ml.

Normalt behandler vi filtrene i ultralydbad med 0,5 ml etanol. Sentrifugerer og bruker noe av det klare ekstraktet i den videre analyse.

Forsøk med de nye filtrene viste imidlertid at de dannet en grøt, og noen fornuftig mengde klar ekstrakt lot seg ikke sentrifugere ut.

Problemet lot seg lett løse ved å øke etanolmengden og vi valgte å øke den til 1 ml.

Behandling av referanse-ekstraktet.

0,5 ml av det tilsendte ekstraktet ble blandet med 0,5 ml etanol. Et ueksponert Sartoriusfilter ble tilsatt og prosedyren deretter fulgt som ved vanlig analysering.

Forøvrig vises til vedlagte analysebeskrivelse.

Med hilsen
for NORSK KOKSVERK A/S

C.H. Baklund

Vedlegg.

PAH - analyse etter tynnsjiktmetoden.

Detaljer ved metoden slik den praktiseres ved NK A/S pr. 8.5.1981.

1. Filteret brettes sammen og legges i bunnen av et lite sentrifugeglass (3 ml). 0,5 ml etanol tilsettes.
2. Ved hjelp av en liten stav (utbrettet binders) sørges for at filteret blir godt fuktet, dvs. kommer under væskenvået og at eventuelle luftlommer blir presset ut og fjernet.
3. Prøven kjøres 15. min i ultralydbad. I denne perioden flyttes prøven til et annet sted i badet hvert 5. min., dvs. 2 ganger, for å sikre at prøven ikke blir stående i en mer eller mindre "død" sone i badet i hele perioden.
4. Filteret stampes, dvs. at det presses godt sammen nede i væskeren, for å presse ut eventuell konsentrert ekstrakt. Filteret beveges også litt opp og ned for å sørge for jevn konsentrasjon.
5. Det som er nevnt under pkt. 3 gjentas.
6. Det som er nevnt under pkt. 4 gjentas.
7. Prøven sentrifugeres i 10 min. (Hvis partikler henger igjen på veggen når mikropipetten tømmes bindeS forholdsvis mye ekstrakt.)
8. 20 /ul (eller 50 /ul) avsettes på tynnsjiktplaten.
9. Elueres i tynnsjiktkar m/kloroform.
10. PAH-flekken gjøres synlig og avmerkes med 4 punkter. Ved hjelp av en fast mal risses deretter en sirkel med 20 mm diameter om flekken.
11. Kiselgelen innenfor sirkelen skrapes av og tilsettes 3 ml etanol.

12. Kjøres i ultralydbad i 15. min. Hvert 5. min forandres stedet i ultralydbadet.
13. Sentrifugeres i 20 min. med 4000 omdr. pr. min.
14. Ca. 2 ml overføres med pipette til kyvette og måles ved 254 nm.
15. Brutto absorbans fratrekkes den til enhver tid gjeldende blind-verdi.
16. Dersom 50 /ul er brukt i steden for 20 /ul, multipliseres netto absorbansen med 0,4 for å få sammenlignbar verdi.



C.H.Baklund

