

NILU  
TEKNISK NOTAT NR 9/79  
REFERANSE: 23477  
DATO: APRIL 1979

INTERKALIBRERING AV FENOLANALYSE MELLOM  
A/S GLASSVATT OG NILU

AV

B.M. WATHNE

NORSK INSTITUTT FOR LUFTFORSKNING  
POSTBOKS 130, 2001 LILLESTRØM  
NORGE

INTERKALIBRERING AV FENOLANALYSE MELLOM  
A/S GLASSVATT OG NILU

1 INNLEDNING

Norsk institutt for luftforskning (NILU) og kjemilaboratoriet ved A/S Glassvatt har samarbeidet om å analysere fenolprøver i forbindelse med undersøkelse av luftforurensninger i Askim (NILU prosjekt nr. 23477). I den forbindelse var det nødvendig med en interkalibrering mellom de to laboratoriene. Interkalibreringen besto av to deler. Første del tok for seg laboratorieprøver og annen del ble utført med feltprøver.

2 GJENNOMFØRING OG RESULTATER AV LABORATORIEPRØVENE

Hvert laboratorium laget fem prøver med fenolinnhold i området 0-500 µg/l. En av prøvene var en blindprøve uten fenoltilsetning. Prøvene ble laget i fortynnet natriumhydroksyd som ble brukt som absorpsjonsløsning under prøvetakingen i felt. Før prøvene ble sendt, ble de surgjort med fosforsyre og tilsatt kobbersulfat. Det ble laget 200 ml prøve som ble delt i to. Den ene delen ble sendt det andre laboratoriet for analyse, den andre delen ble beholdt for analyse i eget laboratorium. Denne delen av interkalibreringen ble utført før måleprogrammet startet.

Prøver laget ved NILU (prøveserie A) ble analysert ved begge laboratoriene og resultatet er vist i tabell 1.

Tabell 1: Prøveserie A. Enhet: µg fenol/l.

Prøve nr.	Teor.verdi	Målt NILU	Avvik	%Avvik	Målt Glassvatt	Avvik	%Avvik
1	401	376	-25	-6.2	259	-142	-35.4
2	201	212	+11	+5.5	147	-54	-26.9
3	50	50	0	0.0	50	0	0.0
4	20	22	+2	+10.0	16	-4	-20.0

Midlere avvik blir henholdsvis 5.4% (9.5 µg fenol/l) og 20.6% (50 µg fenol/l) for resultatene fra de to laboratoriene. NILUs resultater ligger gjennomsnittlig høyere enn de teoretiske verdiene, mens A/S Glassvatts resultater gjennomsnittlig ligger lavere.

Ved NILU ble det benyttet kloroformekstraksjon (1) under opparbeidningen av alle prøvene. Normalt skulle prøve 1 vært analysert direkte uten kloroformekstraksjon. Det ville gitt større målenøyaktighet for denne prøven. Ved A/S Glassvatt ble alle prøvene stående ca 14 dager før de ble analysert. Senere lagringsforsøk har vist at dette ikke skulle spille noen rolle for resultatet. Ved NILU ble prøvene analysert i løpet av et par dager.

Ved A/S Glassvatt ble det også laget fire standardprøver (prøveserie B), og analyseresultatet er vist i tabell 2. På grunn av en fortynningsfeil da prøvene ble laget, har en ikke korrekte teoretiske verdier for fenolinnholdet. De målte verdier fra hvert av laboratoriene er derfor sammenlignet direkte.

Tabell 2: Prøveserie B. (% avvik regnet av den høyeste av de to målte verdier).  
Enhet: µg fenol/l.

Prøve nr.	Målt, NILU	Målt A/S Glassvatt	Avvik	%Avvik
II	85	85	0	0.0
III	190	172	18	9.5
IV	$250 \cdot 10^2$	$191 \cdot 10^2$	59	23.6
V	$460 \cdot 10^2$	$325 \cdot 10^2$	135	29.3

Midlere avvik blir 15.6% (53 µg fenol/l).

Prøve IV og V inneholdt så mye fenol at en ikke hadde gode kalibreringskurver for dem. De lå utenfor konsentrasjonsområdet på 0-500 µg/l som var avtalt, og usikkerheten i resultatene er derfor større. Vi ser også at avviket er størst for disse prøvene.

Samme analysemetode (1) ble benyttet ved de to laboratoriene. Det eneste som ikke er helt identisk er selve spektrofotometeret. NILU har spektrofotometer med momokromator, mens A/S Glassvatt benytter filtre i sitt spektrofotometer. Det filter som ble benyttet til analysene i denne del av interkalibreringen var beregnet på et annet konsentrasjonsområde enn det aktuelle. Resultatene fra A/S Glassvatt inneholder derfor en ekstra usikkerhet.

Denne delen av interkalibreringen foregikk ved oppstartingen av prosjektet og var det første analysearbeidet som ble utført. Det var rimelig å anta at det etterhvert ville bli jevnere resultater og mindre avvik. Derfor ble det besluttet å lage en ny prøveserie som ble analysert ved begge laboratorier. I tillegg laget A/S Glassvatt en egen prøveserie som bare de analyserte. Fenolinnholdet lå i området 10-50 µg/l. Resultatene er satt opp i tabell 3.

Tabell 3: Prøveserie C og D. Enhet: µg fenol/l.

Prøve nr.	Teor.verdi	Målt NILU	Avvik	%Avvik	Målt A/S Glassvatt	Avvik	%Avvik
1c	10	8	-2	-20.0	14	+4	+40.0
2c	20	19	-1	- 5.0	20	0	0.0
3c	30	27	-3	-10.0	45	+15	+50.0
4c	40	39	-1	- 2.5	53	+13	+32.5
5c	50	52	+2	+ 4.0	55	+5	+10.0
1d	10				14	+4	+40.0
2d	20				24	+4	+20.0
3d	30				55	+25	+83.3
4d	40				43	+3	+ 7.5
5d	50				50	0	0.0

Midlere avvik blir henholdsvis 8.3% (1.8 µg fenol/l) og 28.3% (7.3 µg fenol/l).

En gjennomgående tendens for disse resultatene ser ut til å være at målingene ved NILU ligger lavere enn målingene ved A/S Glassvatt. Ved A/S Glassvatt hadde de i denne perioden opplæring av en ny medarbeider i fenolanalyse. Erfaringsmessig vil det i en opplæringsperiode være større variasjon i analyseresultatene enn normalt.

### 3 GJENNOMFØRING OG RESULTATER AV FELTPRØVER

Ved A/S Glassvatt og NILU ble det analysert prøver tatt ved parallellprøvetaking med to prøvetakere på målestedet Kollen. De to prøvetakerne ble merket A og B. Prøvene ble fordelt slik at laboratoriene analyserte prøver fra prøvetaker A og B annenhver gang. I tillegg til prøvene som ble fordelt mellom A/S Glassvatt og NILU analyserte A/S Glassvatt i en periode prøvene fra begge prøvetakerne selv. En systematisk feil ved en av prøvetakerne skulle derfor komme frem i resultatene.

Prøvene ble tatt i tidsrommet fra 16. januar til 14. februar. I tabellene 4 og 5 er resultatene satt opp.

Tabell 4: Fenolprøver fra parallellprøvetaking på Kollen. Analysert av NILU og A/S Glassvatt. Enhet:  $\mu\text{g fenol/m}^3$ .

Dato	A/S Glassvatt	NILU	Avvik
16.1	1.9	0.4	+1.5
17.1	0.4	0.9	-0.5
18.1	0	0.2	-0.2
19.1	1.0	0.3	+0.7
23.1	1.0	0.3	+0.7
24.1	0.7	0.3	+0.4
30.1	0.6	0.4	+0.2
31.1	0	0.6	-0.6
6.2	0.6	0.3	+0.3

Gjennomsnittlig ligger A/S Glassvatt's resultater noe høyere enn NILUs. Midlere avvik blir  $0.6 \mu\text{g fenol/m}^3$ .

Tabell 5: Fenolprøver fra parallellprøvetaking på Kollen.  
Analysert av A/S Glassvatt.  
Enhet:  $\mu\text{g fenol/m}^3$ .

Dato	Prøvetaker A	Prøvetaker B	Avvik
25.1	0.5	0.8	-0.3
26.1	0.5	1.3	-0.8
1.2	0	0	0
2.2	0.2	0.3	-0.1
7.2	0.3	0.3	0
8.2	0.2	0	+0.2
9.2	0.4	0.2	+0.2
14.2	0.3	0.3	0

Midlere avvik blir på  $0.2 \mu\text{g/m}^3$  fenol som er tredjeparten av avviket vi får når prøvene blir delt mellom NILU og A/S Glassvatt. Det er ingen systematiske forskjeller (variasjoner) i resultatene fra prøvetaker A og B som skulle tyde på feil ved en av dem.

#### 4 SAMMENDRAG OG KONKLUSJON

Det er utført en interkalibrering av fenolanalyse mellom A/S Glassvatt og NILU. En interkalibrering var nødvendig fordi både A/S Glassvatt og NILU skulle analysere fenolprøver fra et målenett rundt A/S Glassvatt, og resultatene skulle brukes i en samlet vurdering i prosjekt 23477 "Luftforurensning A/S Glassvatt, Askim. Interkalibreringen besto av to deler. Første del omfattet laboratorieprøver, og annen del ble utført med feltprøver tatt ved en målestasjon i nærheten av A/S Glassvatt.

Alle målingene som er utført gir lave fenolverdier. Analysemetoden brukes helt nede ved deteksjonsgrensen som presses så langt ned som mulig. I dette området må en vente mindre analysenøyaktighet og større variasjoner enn ved høyere nivåer.

Variasjonene i analyseresultatene er imidlertid ikke større enn at de kan brukes direkte til vurdering av luktende utslipp fra A/S Glassvatt.

5 LITTERATUR

(1) Wathne, B.M.

Bestemmelse av vanndampdestillerbare fenoler i luft.  
NILU Forskrift FOG 2/77  
Lillestrøm 12.10.77.