



PROVNINGSJÄMFÖRELSE
2007

Bestämning av Petroleumkolväten i
standardlösningar, vatten och jord
med GC/MS

Tomas Alsberg
Anne-Sofie Kärsrud
Sandra Broms
Magdalena Gleisner

Enheten för analytisk miljökemi i
samarbete med SPIMFAB

Institutionen för tillämpad miljövetenskap

Department of Applied Environmental Science

ITM Rapport 172x

Bestämning av petroleumkolväten i standardlösningar, vatten och jord med GC/MS

- en provningsjämförelse

Tomas Alsberg och Anne-Sofie Kärsrud

Enheten för analytisk miljökemi
Institutionen för tillämpad miljövetenskap (ITM)
Stockholms universitet, 106 91 Stockholm

Sandra Broms och Magdalena Gleisner

Svenska Petroleum Institutets Miljösaneringsfond AB (SPIMFAB)
Nybrogatan 11, 114 39 Stockholm

Oktober 2007

ISSN 1103-341
Tryckeri ITM, 2007-10-11
ISRN SU-ITM-R-172x-SE

ITM-rapport 172x

Provningsjämförelse 2007 - Bestämning av petroleumkolväten i standardlösningar, vatten och jord med GC/MS

Tomas Alsberg och Anne-Sofie Kärsrud
Enheten för analytisk miljökemi, Institutionen för tillämpad miljövetenskap, ITM,
Stockholms universitet, 106 91 Stockholm.

Sandra Broms och Magdalena Gleisner
Svenska Petroleum Institutets Miljösaneringsfond AB, SPIMFAB, Nybrogatan 11
114 39 Stockholm

Innehållsförteckning	sida
Sammanfattning.....	3
Bakgrund.....	4
Genomförande.....	4
Standardlösningar.....	4
Jordprov.....	5
Provbehandling.....	5
Resultat och diskussion.....	6
Svarstider.....	6
Dataluckor.....	6
Noggrannhet.....	7
Precision.....	7
Principalkomponentanalys (PCA).....	8
Labvisa resultat.....	9
Slutsatser och rekommendationer.....	10
Referenser.....	11

Tabeller	sida
Tabell 1. Svarstider.....	6
Tabell 2. Jämförelse med referensvärden för jordprover.....	8
Tabell 3. Resultat standardlösningar	13
Tabell 4. Medelvärden standardlösningar.....	14
Tabell 5. Resultat jordprov.....	15
Tabell 6. Medelvärden jord.....	16

Figurer	sida
Figur 1. Objektplot standardlösningar.....	17
Figur 2. Objektplot jordprov.....	17
Figur 3. Standard: Kvoter Medelv.Lab/Facit.....	18
Figur 4. Jordprov: Medelv. Lab/Medelv. Alla.....	19
Figur 5. Total RSD för alifater i standardlösningar 2004-2007.....	20
Figur 6. Total RSD för aromater i standardlösningar 2004-2007.....	20
Figur 7. Total RSD för alifater i jordprover 2003-2007.....	21
Figur 8. Total RSD för aromater i jordprover 2003-2007.....	21
Figur 9-18. Resultat Standardlösningar.....	22
Figur 19-24. Resultat Jordprov: alifater och oorg. Bly.....	23
Figur 25-30. Resultat Jordprov: Aromater, s:a 7PAH och benso(a)pyren.....	24
Figur 31-36. Resultat Jordprov: Enskilda PAH och S:a 16PAH.....	25

Sammanfattning

En provningsjämförelse avseende bestämning av petroleumkolväten har genomförts inom ramen för SPIMFABs (Svenska Petroleum Institutets Miljösaneringsfond AB) arbete med att markundersöka och sanera nedlagda bensinstationer.

Bestämningstekniken var GC/MS enligt SPIMFABs Kvalitetsmanual Version 2006/08. Proverna utgjordes dels av syntetiska standardblandningar i igensmälta glasampuller och head-space-vialer (vatten), och dels av tre certifierade jordprover. Lättflyktiga alifatiska kolväten, >C5-C8 och >C8-C10, MTBE samt flyktiga aromatiska kolväten, dvs bensen och s:a TEX (toluen, etylbensen och xylen) bestämdes med head-space-teknik (HS), alternativt med "Purge and trap". Övriga kolväten bestämdes med split-splitless eller on-column-injektion. Alla bestämningar gjordes i triplikat. Fem laboratorier deltog i provningsjämförelsen. Resultaten presenteras i tabeller och figurer.

Bestämningen av lättflyktiga alifatiska kolväten var den mest besvärliga analysen. Ett lab lyckades ändå bestämma både Al>C5-C8 och Al>C8-C10 i standardlösningen med godtagbar precision och noggrannhet. Även för övriga alifater var spridningen mellan laboratorerna anmärkningsvärt stor, både i standardlösningar (RSD: 29–47 %) och jordprov (RSD: 43-109%). Medelvärdena för bensen och TEX i standardlösningar uppvisade liten spridning med undantag för enstaka "outliers". Spridningen för aromater >C8-C10 och >C10-C35 var mindre för standardlösningarna (ca 30 %) än för jordproven (58 resp. 47 %)

Standardavvikelsen för PAH i standardlösningar var 28 % och det samlade medelvärdet avvek med 33 % från det sanna värdet. Bestämningen av PAH i jord uppvisade bättre noggrannhet (medelvärdet avvek med ca 10% från det certifierade för S:a 7PAH) och precision (RSD: 15% för s:a 7PAH).

Generellt kan sägas att precisionen är något bättre för aromater än för alifater, och något bättre för standardlösningar än för jordprov. Vid jämförelse med tidigare provningsjämförelser ses ingen tidstrend mot bättre precision för de senare provningsjämförelserna. För tyngre alifater går trenden snarare mot sämre precision i de senare genomförda provningsjämförelserna.

Bakgrund

Inom ramen för SPIMFABs (Svenska Petroleum Institutets Miljösaneringsfond AB) arbete med att markundersöka och sanera nedlagda bensinstationer genomförs kemiska analyser av jord och vattenprover. Analystjänsterna upphandlas centralt av SPIMFAB.

Föreliggande rapport redovisar resultaten från en femte provningsjämförelse, genomförd i februari 2007. Denna omgång omfattade standardblandningar, i organiska lösningsmedel och vatten, samt certifierade jordprov. Synpunkter som framförs i rapporten är författarnas egna och speglar inte nödvändigtvis SPIMFABs åsikter. Undersökningen leddes av **Sandra Broms, Spimfab** och slutfördes i september 2007 av **Magdalena Gleisner, Spimfab**. ITM ansvarade för beredning och utskick av standardlösningar och jordprov, sammanställning och utvärdering av resultaten, samt rapportskrivning.

Genomförande

Följande fem laboratorier deltog i provningsjämförelsen:

Alcontrol AB, Linköping; **Lantmännen AnalyCen AB**, Lidköping; **Analytica AB**, Täby; **Eurofins Sverige AB**, Jönköping och **Milana A/S**, Helsingör, Danmark. SPIMFAB anlitar för närvarande alla fem av dessa laboratorier.

Alla analys svar sändes till Institutionen för Tillämpad Miljövetenskap (ITM) vid Stockholms Universitet. ITM sammanställde resultaten och bearbetade dessa statistiskt.

I enlighet med rapporten NV 4889 "Förslag till riktvärden för förorenade bensinstationer" bestämdes följande parametrar:

Alifater: >C5-C8; >C8-C10; >C10-C12; >C12-C16; S:a>C16-C35

Aromater: Bensen och S:a TEX; >C8-C10; >C10-C35; 16 enskilda PAH; S:a PAH .

Dessutom bestämdes i jordproverna: MTBE (metyl-tertiärbutyl-eter) och oorganiskt bly.

Standardlösningar

Standardlösningarna utgjordes av igensmälta glasampuller innehållande kommersiella kolväteblandningar som späts till lämplig koncentration och satts på ampull vid ITM:

i) alifatiska och aromatiska kolväten i vatten för bestämning av alifater >C5-C8 och >C8-C10 (0.1 ug/ml per komponent), samt bensen och summa TEX (toluen, etylbensen och xylen), 0.2 ug/ml per komponent. Lösningarna levererades i head-space-vialer för bestämning med head-space eller purge-and-trap teknik.

ii) alifatiska kolväten i normal-hexan för bestämning av alifater >C8-C35, 2 ug/ml per komponent.

iii) aromatiska kolväten i normal-hexan för bestämning av aromater >C8-C35, 1 ug/ml per komponent.

iv) polycykliska aromatiska kolväten (PAH) i toluen för bestämning av 16 individuella PAH, 0.67 ug/ml per komponent.

Koncentrationerna i standardlösningarna valdes så att de varken skulle vara extremt låga eller extremt höga. Laboratorierna erhöll tre HS-vialer med vattenstandard plus ett blankprov (*i*) och en ampull vardera av *ii-iv*). Deltagarna uppmanades att leverera analysvar inom två veckor från erhållandet av proverna.

Jordprov

Tre olika certifierade jordprov från Promochem användes:

1. HS-jord för bestämning av lättflyktiga alifater, bensen, TEX och MTBE
 ”**BTEX in soil**” (CRM307-030) med referensvärden för Bensen (13.0 mg/kg), etylbensen (9.2), MTBE (2.92, ej certifierat värde), toluen (39.0), m+p-xylen (36.0), o-xylen (13.2), xylen total (49.9) och Gasoline Range Organics (C6 - C10, GRO, 414 mg/kg). TEX blir med dessa värden 98.1 mg/kg (wet weight). Detta prov är typiskt för jord som tagits från mark som kontaminerats av läckage från en nedgrävd bensinförvaringstank.

2. AlAr-jord för bestämning av semi-volatila alifater och aromater
 ”**Diesel in soil**” (CRM560-100) med haltangivelsen Diesel Range Organics (DRO, C₁₀- C₂₈): 661 mg/kg (wet weight). Detta prov ska vara typiskt för jord från mark som kontaminerats av läckage från en nedgrävd dieselförvaringstank.

3. PAH-jord för bestämning av polycykliska aromatiska kolväten (PAH)
 ”**Polycyclic aromatic hydrocarbons in soil**” (CRM 121-100), lufttorkad och homogeniserad jord (”loamy sandy soil”) från en industritomt förorenad av åtminstone 7 PAH:er med en sammanlagd halt av 44 mg/kg. Koncentrationen av individuella PAH framgår av **Tabell 6**.

Provbehandling

HS-jord

Dessa prover iordningställdes till 2005 års provningsjämförelse, och HS-vialerna förvarades vid -18 °C tills de togs i bruk i denna provningsjämförelse.

Provbehandlingen är således identisk med den som beskrevs i 2005 års provning (3):

”Tre burkar à 30 g jord köptes in. Delprover på ca 2 g togs ut till nummerade och vägda HS-vialer med tillhörande nummerade och vägda lock med septum. All materiel som användes vid provuppdeleningen förvarades i kylrum, där även själva uppdeleningen utfördes. Varje laboratorium fick 4 st prov, av vilka ett var avsett för att testa koncentrationsnivån. Testvialen innehöll prov från burk nr 1. Övriga tre HS-vialer härrörde från burk nr 2 och 3, och var avsedda för bestämning av flyktiga kolväten och MTBE i triplikat.”

AlAr-jord

Fyra burkar à 100 g jord köptes in. Cirka 18 g per prov vägdes in vid rumstemperatur i nummerade och vägda 25 ml glasburkar. Laboratorierna fick 3 prov var, vart och ett från olika 100 g-burkar.

PAH-jord

Fyra burkar à 100 g jord köptes in. Cirka 18 g per prov vägdes in vid rumstemperatur i numrerade och vägda 25 ml glasburkar. Laboratorierna fick 3 prov var, vart och ett från olika 100 g-burkar.

Resultat och diskussion

Svarstider

Anmodad svarstid var 2 veckor, vilket är något längre än de tio dagar som har varit det normala vid markinventeringar. Svaren skulle vara inne senast 2007.02.16, vilket klarades av Lab 1, 3, 4 och 5, se Tabell 1. Senaste ändringen inkom 2007.09.28 från Lab1, som missat att applicera faktorer på aromatfraktionerna.

Tabell 1. Datum för inlämning av resultat, svar på begärda kompletteringar, kontroll av dataöverföring, och eventuella ytterligare kompletteringar.

Labkod	Datleverans	Kompletteringar	Datakollsvär	Antal dataluckor
Lab 1	2007.02.15	2007.02.28 2007.09.28		6
Lab 2	2007.02.19	2007.02.20	2007.03.09	0
Lab 3	2007.02.13		2007.03.07	12
Lab 4	2007.02.15		2007.03.09	63
Lab 5	2007.02.16		2007.03.07	6

På grund av att provmängderna var mindre än vad som är brukligt vid markinventeringar, instruerades deltagarna att ange koncentrationerna i jordproverna på våtviktbasis samt att bestämma oorganiskt bly i PAH-jordproverna efter extraktion av PAH.

Dataluckor

Med dataluckor avses att data saknas. Orsaken till detta kan vara analysutrustning som krånglat eller metod som inte fungerat av någon anledning. Trasiga provkärl ses inte som ett giltigt skäl, eftersom deltagarna uppmanades att beställa nya prov om prover förolyckats i transporten.

Luckor i resultaten för standardblandningarna fördelades som följer:

Lab1: 3 luckor avseende alifater >C8-C10 (Isn.m.inj)

Lab 2: inga luckor

Lab 3: 6 luckor avseende alifater >C5-C8 och >C8-C10 (HS)

Lab 4: 8 luckor avseende alifater >C5-C8 och >C8-C10 (HS), bensen och summa TEX, samt 51 luckor avseende PAH (individuella och summa 16PAH)

Lab 5: 3 luckor avseende alifater>C8-C10 (Isn.m.inj)

Luckor i resultaten för jordproverna fördelades som följer:

Lab 1: 3 luckor avseende alifater >C8-C10 (lsn.m.inj)

Lab 2: inga luckor

Lab 3: 6 luckor avseende alifater >C5-C8 och >C8-C10 (HS)

Lab 4: 12 luckor avseende alifater >C5-C8 och >C8-C10 (HS), bensen och summa TEX

Lab 5: 3 luckor avseende alifater >C8-C10 (lsn.m.inj).

Det anmärkningsvärt stora antalet dataluckor för Lab 4 beror framförallt på att de ej redovisade data för PAH i standardblandningen. Som skäl till detta anför de att labets metod för bestämning av PAH fungerar dåligt med toluen som lösningsmedel.

Noggrannhet

Noggrannheten, dvs labens förmåga att bestämma rätt värde, illustreras i figur 3, som visar kvoten mellan rapporterat värde och standardlösningarnas koncentration. Outliers i figur 3 utgörs av staplar som avviker mer än +/- 0.5 från 1, dvs avviker med mer än 50 % från Facit..

Motsvarande jämförelse, för jordproverna, mellan labens medelvärden och totala medelvärdet ses i Figur 4. Tabell 2 ger jämförelsen mellan labens värden och referensvärdena, samt motsvarande jämförelse i 2005 års provningsjämförelse. Överensstämmelsen är god för flertalet parametrar. Undantagen utgörs av MTBE och benso(a)pyren. Det kan inte uteslutas att koncentrationerna av MTBE och benso(a)pyren sjunkit under lagringen.

För samlingsparametrarna GRO (C6 - C10) och DRO (C10 - C28) var medelvärdena av uppmätta värden 43 % respektive 33 % av referensvärdena. GRO för uppmätta värden i provningsjämförelsen konstruerades genom att summera alifater och aromater från HS-bestämningen (dvs alifater >C5-C10 och bensen + TEX). DRO för uppmätta värden konstruerades på liknande sätt genom att summera alifater >C10-C35 och aromater >C10-C35 i AIAr-provet. Jämförelsen indikerar att det inte är problemfritt att jämföra summaparametrar på detta sätt. För bensen stämmer jämförelsen relativt väl, vilket även gäller för medelvärdet av TEX, men här är spridningen för stor för att man ska kunna dra några slutsatser.

Precision

Liksom vid tidigare provningsjämförelser är spridningen större mellan laboratorierna än inom laboratorierna. Precisionen, uttryckt som relativ standardavvikelse, jämfört med tidigare provningsjämförelser ses i Figur 5 och 6 för standardlösningar och i Figur 7 och 8 för jordprover. Generellt kan sägas att precisionen är något bättre för aromater än för alifater, och något bättre för standardlösningar än för jordprov. Man ser ingen tidstrend mot bättre precision för de senare provningsjämförelserna. För tyngre alifater går trenden snarare mot sämre precision i de senare genomförda provningsjämförelserna. Av Tabell 4 framgår hur mycket standardavvikelsen för bestämning av standardlösningarnas koncentrationer förbättras om outliers exkluderas. I flera fall är det uppenbart att den höga standardavvikelsen beror på enstaka labs resultat,

Tabell 2. Jämförelse mellan referensvärden för jordprover och resultat i provningsjämförelsen. Kvoten för provningsjämförelsen 2005 är inkluderade för jämförelse.

	Facit	Lab1	Lab2	Lab3	Lab4	Lab5	Medelv	2007 Medelv/Facit	2005 Medelv/Facit
GRO i HS	414	475	256	105	38	270	229	0.55	0.64
DRO (C10-C28) i AIAr	661	66	64	340	110	301	176	0.27	0.43
Bensen	13	18	10	8	n.a.	15	13	1.0	0.85
TEX	98	226	101	38	n.a.	67	108	1.1	1
MTBE	2.9	1.0	0.49	0.46	n.d	n.d	0.6	0.2	0.14
7PAH exkl. Acenaften	44	42	35	45	40	38	40	0.9	1.1
+B(a)antracen		6.3	4.1	6.9	5.1	4.9	5		1.2
+Chrysen	4.9	7.5	4.4	5.8	4.7	4.5	5	1.1	1
+B(b)fluoranten		nd	0.7	nd	nd	nd	n.d		1.1
+B(k)fluoranten		nd	1.8	nd	nd	nd	n.d		1.1
+B(a)pyren	5.3	3.9	2.6	4.1	3.3	3.0	3	0.6	1
+Ind(1,2,3-cd)pyren		nd	nd	nd	nd	nd	n.d		1.1
+DB(a,h)antracen		nd	nd	nd	nd	nd	n.d		1.2
Naftalen	8.63	6.4	6.8	6.8	6.3	7.5	7	0.8	0.89
Acenaftylen		3.5	2.6	3.5	3.3	2.9	3		
Acenaften		6.8	5.0	7.2	6.4	6.2	6		1.1
Fluoren	5.4	6.0	4.1	5.4	5.0	4.7	5	0.9	1.2
Fenantren	5.87	5.8	4.9	6.9	6.4	5.4	6	1.0	1.1
Antracen		2.8	1.7	3.0	2.4	2.0	2		1.2
Fluoranten	5.65	6.0	4.8	6.6	6.2	5.4	6	1.0	1
Pyren	8.2	6.1	7.1	9.0	8.2	7.2	8	0.9	1
B(ghi)P		n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d		0.91

Principalkomponentanalys (PCA)

En "score-plot" i PCA bygger på att objekten (=varje labs resultat, dvs tre analyser per lab) placeras i en rymd som spänns ut av de ingående variablerna (parametrarna, n st). Objekten (proverna) projiceras sedan i det plan som bäst beskriver punktmängden i den n-dimensionella rymden. Analysen inleds med att parametervärdena skalas för att ge alla variabler samma viktning. Resultatet blir att objekt med likartad profil plottas nära varandra. I Figur 1 och 2 ses resultatet av PCA-analys av standardlösningar respektive jordprover. I figur 1 har alifater bestämda med HS och individuella PAH exkluderats från PCA-modellen. Detta gjordes för att den stora variationen av dessa parametrar annars skulle skymma mer subtila skillnader mellan labben. I modellen för jordprover ingår inte heller lättflyktiga alifater från HS-analysen, däremot individuella PAH. I figur 1 och 2 har även de parametrar som bidrar mest till variationen indikerats.

Plotten i Figur 1 visar att

- laboratorierna går att särskilja mha av de profiler deras resultat genererar
- profilerna från Lab4 och Lab5 stämmer bäst med Facit
- Lab5, Lab3 och Lab4 uppvisar minst variation (replikaten ligger tätt)
- resultaten från Lab1 avviker m a p BTEX
- resultaten från Lab2 avviker m a p Al>C16-C35, Ar>C8-C10 och Ar>C10-C35
- resultaten från Lab3 avviker m a p Al>C10-C12, Al>C12-C16 och 16PAH

I Figur 2 ses motsvarande plot för jordproverna. Denna visar att

- profilerna från de olika laben skiljer sig åt
- Lab4:s profil liknar ”medelprofilen” mest (den är närmast origo), följd av Lab5
- den interna variationen är likartad för alla lab (replikaten ligger nära varandra)
- resultaten från Lab1 avviker m a p BTEX
- resultaten från Lab2 avviker m a p Ar>C8-C10 och Ar>C10-C35
- resultaten från Lab3 avviker m a p Al>C10-C12, Al>C12-C16 och Al>C16-C35

Att laboratoriernas profiler skiljer sig åt är ett tecken på att systematiska fel föreligger. Samstämmigheten mellan Figur 1 och 2 avseende vilka parametrar som styr modellerna stärker denna slutsats. Ovanstående slutsatser om vilka lab som avviker m a p vissa parametrar kan enkelt verifieras genom att jämföra med analysdata i Tabell 3 – 6.

Labvisa resultat

Resultaten redovisas i tabeller och figurer. I tabellerna 3 och 5 redovisas mätdata, i övriga tabeller redovisas bearbetade data.

Resultat Lab 1

Standardlösningar: Höga värden för lättflyktiga kolväten bestämda med HS. Låga värden för PAH.

Jordprov: Höga värden för alifater>C5-C8, bensen och TEX bestämda med HS.

Resultat Lab 2

Standardlösningar: Höga värden rapporterade för alifater >C16-C35 (ca 2*Facit), och högst värden för aromater>C8-C10 och >C10-C35 (ca 1.5*Facit resp. 1.25*Facit).

Jordprov: Låga värden för alifater. Bensen och TEX låg nära referensvärdena. Jämförelsevis höga värden för aromater>C8-C10 och >C10-C35.

Resultat Lab 3

Standardlösningar: Höga värden för alifater >C10-C12 (2.5*Facit) och alifater >C12-C16 (1.5*Facit)

Jordprov: Inga resultat för alifater >C5-C8 och >C8-C10. Jämförelsevis höga värden för övriga alifater. Låga värden för bensen och TEX. Övriga aromater nära medelvärdet.

Resultat Lab 4

Standardlösningar: Endast en analys utfördes avseende lättflyktiga kolväten med HS. Rapporterade värden från denna enda analys stämmer väl med Facit. Värden för PAH saknas. Övriga värden stämmer väl med Facit.

Jordprov: Inga resultat från bestämning med HS. Övriga alifater var nära medelvärdet utom alifater >C16-C35 som var låga. Aromater >C8-C10 och >C10-C35 var nära medelvärdet.

Resultat Lab 5

Standardlösningar: Rapporterade data överensstämmer huvudsakligen väl med Facit.

Jordprov: Alifater var genomgående högre än medelvärdet. Bensen var nära referensvärdet medan TEX var underskattat med 32 %. Övriga aromater var nära medelvärdet.

Slutsatser och rekommendationer

Bestämningen av lättflyktiga alifatiska kolväten är den analys som är mest besvärlig. Ett lab lyckades ändå bestämma både Al>C5-C8 och Al>C8-C10 i standardlösningen med godtagbar precision och noggrannhet. Ett lab lyckades med ett av tre replikat, och ett lab lyckades bestämma Al>C8-C10 i tre replikat. För övriga alifater är spridningen mellan laboratorerna anmärkningsvärt stor. Liksom vid tidigare provningsjämförelser uppvisar bestämningen av PAH den bästa noggrannheten och precisionen. Bestämning av PAH i standardlösningen uppvisade dock lägre precision jämfört med tidigare provningsjämförelser, troligen beroende på att koncentrationerna var lägre denna gång.

Syftet med dessa provningsjämförelser är dels att SPIMFAB vill få en möjlighet att bedöma deltagarnas förmåga att utföra dessa analyser, men också för att ge deltagande laboratorier en möjlighet att jämföra sig med övriga. Deltagande laboratorier rekommenderas att jämföra sina resultat med övriga laboratoriers. I de fall tveksamheter och större avvikelser förekommit, bör metoder, utrustning och standardlösningar kontrolleras och vid behov åtgärdas.

Referenser

1. Odham, G. och Alsberg, T. Provningsjämförelse 2003 – Bestämning av petroleumkolväten, MTBE och oorganiskt bly i jord med GC/MS respektive AA, ITM rapport 119 (2003), ISSN 1103-341.
2. Alsberg, T. och Kärsrud, A-S. Provningsjämförelse 2004 - Bestämning av petroleumkolväten med GC/MS, ITM-rapport 120 (2004), ISSN 1103-341, ISRN SU-ITM-R-120-SE.
3. Alsberg, T., Kärsrud, A-S. och Broms, S. Provningsjämförelse 2004 - Bestämning av petroleumkolväten i standardlösningar och jord med GC/MS, ITM-rapport 141 (2005), ISSN 1103-341, ISRN SU-ITM-R-141-SE.
4. Alsberg, T., Kärsrud, A-S. och Broms, S. Provningsjämförelse 2005 - Bestämning av petroleumkolväten i standardlösningar och jord med GC/MS, ITM-rapport 148 (2006), ISSN 1103-341, ISRN SU-ITM-R-148-SE.
5. Tilläggsinstruktion för kalibrering och kvantifiering i samband med analys av kolväten i mark i SPIMFABs prov. SPIMFABs Kvalitetsmanual Version 2006/08, avsnitt 11, 8 pp.

Ringtest Mark Februari 2007

		Standardlösningar, ug/ml															
Teknik	Alifater	Facit	Lab1			Lab2			Lab3			Lab4			Lab5		
			1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
HS	C5-C8	0.4	5.5	4.1	3.1	0.13	0.12	0.10	n.a	n.a	n.a	n.a	n.a	0.36	0.31	0.35	0.23
HS	>C8-C10	0.2	0.9	0.6	0.7	0.18	0.16	0.16	n.a	n.a	n.a	n.a	n.a	0.16	0.17	0.19	0.16
inj	>C8-C10	2	n.a	n.a	n.a	5.4	5.2	5.4	3.1	3.6	3.7	2.2	2.5	2.4	n.a.	n.a.	n.a.
inj	>C10-C12	2	1.7	1.6	1.5	2.9	2.9	2.7	4.9	5.4	5.7	2.1	2	2.1	2.6	2.9	2.6
inj	>C12-C16	4	2.8	2.6	2.5	4.9	4.6	4.8	6.1	6.7	7.0	3.9	4.1	4.4	4.7	5.1	4.9
inj	>C16-C35	18	16	15	17	41	41	42	25	26	29	16	18	18	18	18	18
Aromater																	
HS	Bensen	0.2	0.42	0.66	0.31	0.18	0.17	0.16	0.21	0.21	0.21	n.a	n.a	0.19	0.22	0.21	0.20
HS	S:a TEX	1	1.9	3.1	1.3	0.89	0.92	0.87	1.1	1.0	1.1	n.a	n.a	0.93	0.93	0.93	0.85
inj	>C8-C10	10	8.2	6.3	7.1	19	12	12	9.5	9.4	9.3	9.4	9.6	10	9	9	9
inj	>C10-C35	14	8.5	6.2	7.3	19	20	20	14	14	14	15	14	15	13	13	13
Övriga																	
GC/MS	MTBE																
AA	Bly (oorganiskt)																
gravim.	TS (%)																
inj	S:a 16PAH	10.7	4.2	4.3	4.0	7.8	8.0	8.0	9.8	9.6	9.3	n.a	n.a	n.a	7.9	7.9	7.9
inj	+B(a)antracen	0.67	0.30	0.36	0.30	0.49	0.48	0.49	0.61	0.58	0.56	n.a	n.a	n.a	0.44	0.45	0.44
inj	+Chrysen	0.67	0.29	0.28	0.30	0.74	0.80	0.78	0.57	0.56	0.56	n.a	n.a	n.a	0.48	0.49	0.48
inj	+B(b)fluoranten	0.67	0.36	0.38	0.36	0.12	0.13	0.14	0.6	0.57	0.55	n.a	n.a	n.a	0.49	0.49	0.49
inj	+B(k)fluoranten	0.67	0.00	0.00	0.00	0.35	0.32	0.28	0.57	0.55	0.55	n.a	n.a	n.a	0.50	0.49	0.49
inj	+B(a)pyren	0.67	0.28	0.30	0.27	0.48	0.46	0.49	0.55	0.52	0.49	n.a	n.a	n.a	0.40	0.42	0.42
inj	+Ind(1,2,3-cd)p	0.67	0.28	0.29	0.28	0.62	0.63	0.66	0.58	0.54	0.47	n.a	n.a	n.a	0.48	0.44	0.45
inj	+DB(a,h)antrac	0.67	0.27	0.24	0.27	0.60	0.67	0.67	0.54	0.51	0.47	n.a	n.a	n.a	0.47	0.47	0.47
inj	Naftalen	0.67	0.56	0.63	0.56	0.53	0.52	0.51	0.93	0.94	0.95	n.a	n.a	n.a	0.66	0.66	0.65
inj	Acenaftylen	0.67	0.17	0.17	0.17	0.53	0.54	0.54	0.66	0.65	0.62	n.a	n.a	n.a	0.50	0.50	0.50
inj	Acenaften	0.67	0.16	0.14	0.16	0.45	0.46	0.45	0.57	0.57	0.57	n.a	n.a	n.a	0.45	0.45	0.44
inj	Fluoren	0.67	0.20	0.23	0.20	0.47	0.49	0.47	0.61	0.61	0.6	n.a	n.a	n.a	0.51	0.51	0.50
inj	Fenantren	0.67	0.29	0.27	0.22	0.53	0.56	0.56	0.68	0.68	0.68	n.a	n.a	n.a	0.52	0.53	0.52
inj	Antracen	0.67	0.20	0.18	0.18	0.46	0.49	0.46	0.57	0.56	0.56	n.a	n.a	n.a	0.41	0.41	0.41
inj	Fluoranten	0.67	0.27	0.26	0.24	0.46	0.47	0.47	0.6	0.58	0.58	n.a	n.a	n.a	0.52	0.53	0.52
inj	Pyren	0.67	0.25	0.26	0.24	0.43	0.44	0.47	0.57	0.55	0.55	n.a	n.a	n.a	0.55	0.56	0.55
inj	B(ghi)P	0.67	0.30	0.26	0.30	0.53	0.58	0.56	0.61	0.58	0.54	n.a	n.a	n.a	0.52	0.52	0.52

Tabell 3. Resultat från bestämning av petroleumkolväten i standardlösningar, ug/ml.

Ringtest Mark Februari 2007

Medelvärden, standardlösningar, ug/ml										
Teknik	Alifater	Facit	Lab					Alla		Exkl.outliers RSD,%
			Lab1	Lab2	Lab3	Lab4	Lab5	Medelv	RSD,%	
HS	>C5-C8	0.3	4.2	0.12	n.a	0.36	0.29	1.4	141	49
HS	>C8-C10	0.2	0.69	0.17	n.a	0.16	0.17	0.33	81	4
inj	>C8-C10	2	n.a	5.3	3.5	2.4	n.a	3.7	35	
inj	>C10-C12	2	1.6	2.8	5.4	2.1	2.7	2.9	47	25
inj	>C12-C16	4	2.6	4.8	6.6	4.1	4.9	4.6	29	25
inj	>C16-C35	18	16	41	27	17	18	24	41	25
Aromater										
HS	Bensen	0.2	0.47	0.17	0.21	0.19	0.21	0.26	54	10
HS	S:a TEX	1	2.1	0.89	1.1	0.93	0.91	1.2	51	9
inj	>C8-C10	10	7.2	15	9.4	10	9.0	9.9	29	13
inj	>C10-C35	14	7.3	20	14	15	13	14	30	
Övriga										
GC/MS	MTBE									
AA	Bly (oorganiskt)									
gravim.	TS (%)									
inj	S:a 16PAH	11	4.2	7.9	9.6	n.a	7.9	7.4	28	11
inj	+B(a)antracen	0.67	0.32	0.49	0.58	n.a	0.44	0.46	22	
inj	+Chrysen	0.67	0.29	0.77	0.56	n.a	0.48	0.53	34	
inj	+B(b)fluoranten	0.67	0.37	0.13	0.57	n.a	0.49	0.39	45	
inj	+B(k)fluoranten	0.67	0.00	0.32	0.56	n.a	0.49	0.34	66	
inj	+B(a)pyren	0.67	0.28	0.48	0.52	n.a	0.41	0.42	23	
inj	+Ind(1,2,3-cd)pyren	0.67	0.28	0.64	0.53	n.a	0.46	0.48	29	
inj	+DB(a,h)antracen	0.67	0.26	0.65	0.51	n.a	0.47	0.47	31	
inj	Naftalen	0.67	0.58	0.52	0.94	n.a	0.66	0.67	25	
inj	Acenaftilen	0.67	0.17	0.54	0.64	n.a	0.50	0.46	40	
inj	Acenaften	0.67	0.15	0.45	0.57	n.a	0.45	0.41	40	
inj	Fluoren	0.67	0.21	0.48	0.61	n.a	0.51	0.45	34	
inj	Fenantren	0.67	0.26	0.55	0.68	n.a	0.52	0.50	32	
inj	Antracen	0.67	0.19	0.47	0.56	n.a	0.41	0.41	36	
inj	Fluoranten	0.67	0.26	0.47	0.59	n.a	0.52	0.46	28	
inj	Pyren	0.67	0.25	0.45	0.56	n.a	0.55	0.45	29	
inj	B(ghi)P	0.67	0.29	0.56	0.58	n.a	0.52	0.48	25	

"outliers"

Tabell 4. Medelvärden och relativ standardavvikelse (RSD) av bestämning av petroleumkolväten i standardlösningar.

Ringtest Mark februari 2007

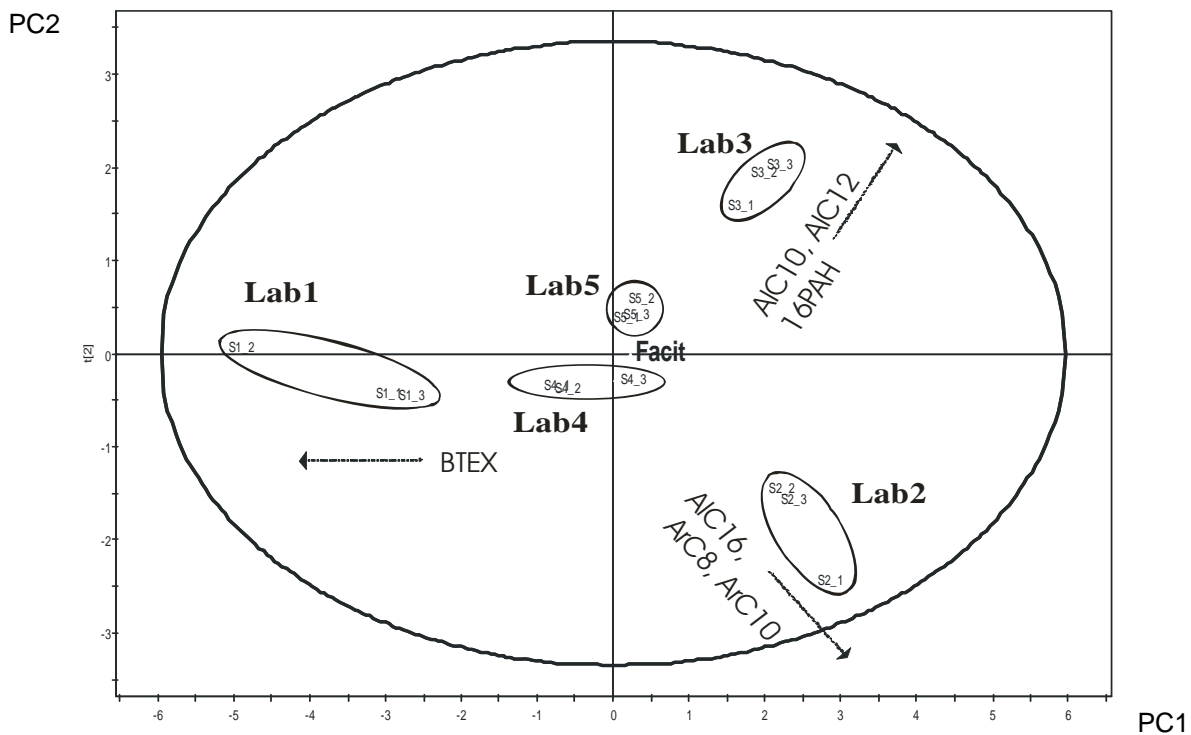
		Jordprov, mg/kg våtvikt														
Teknik	Alifater	Lab1			Lab2			Lab3			Lab4			Lab5		
		1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
HS	C5-C8	241	139	200	31	43	40	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	78	139	161
HS	>C8-C10	5.7	4.9	6.4	18	23	22	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	17	23	22
inj	>C8-C10	n.a.	n.a.	n.a.	3.6	3.8	4.0	8.1	9.1	8.9	11	12	12	n.a.	n.a.	n.a.
inj	>C10-C12	22	19	17.2	7.6	7.0	7.6	44	46	44	29	30	32	58	58	56
inj	>C12-C16	22	21	17.9	8.9	8.0	8.5	125	129	124	42	43	44	109	109	108
inj	>C16-C35	7.6	6.7	6.8	3.4	2.8	3.2	136	142	132	14	14	15	113	114	112
Aromater																
HS	Bensen	15	21	18.4	9.0	11.2	11	7.6	9.4	7.4	n.a.	n.a.	n.a.	12	17	17
HS	S:a TEX	213	238	227	95	108	101	37	42	36	n.a.	n.a.	n.a.	57	72	71
inj	>C8-C10	31	32	33	83	86	88	57	61	59	34	40	39	42	42	39
inj	>C10-C35	19	18	18	44	44	46	32	33	32	23	23	23	22	22	21
Övriga																
HS	MTBE	1.1	1.0	0.93	0.39	0.56	0.53	0.36	0.57	0.45	<0.1	<0.1	<0.1	<0,3	<0,3	<0,3
AA	Bly (oorganiskt)	15	15	14.8	<0,01	<0,01	<0,01	10	10	17	8.9	12	13	13	13	13
gravim.	TS (%)															
inj	S:a 16PAH	60	66	57	54	47	51	62	68	66	56	55	60	54	51	56
inj	+B(a)antracen	5.9	7.2	5.8	4.1	4.2	4.1	6.5	7.3	6.7	5.1	5.1	5.1	5.1	4.8	4.8
inj	+Chrysen	5.6	11	5.5	4.4	4.4	4.4	5.5	6.1	5.8	4.6	4.6	4.8	4.7	4.5	4.4
inj	+B(b)fluoranten	<0,01	<0,01	<0,01	0.7	0.7	0.8	<0,05	<0,05	<0,05	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03
inj	+B(k)fluoranten	<0,01	<0,01	<0,01	1.7	1.9	1.7	<0,05	<0,05	<0,05	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03
inj	+B(a)pyren	4.0	3.8	4.0	2.5	2.8	2.6	3.8	4.5	4.1	3.2	3.2	3.4	3.2	3.0	3.0
inj	+Ind(1,2,3-cd)pyren	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,05	<0,05	<0,05	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03
inj	+DB(a,h)antracen	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,05	<0,05	<0,05	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03
inj	Naftalen	7.0	6.0	6.3	9.3	4.2	6.9	6.7	6.1	7.8	6.4	5.1	7.5	6.9	6.2	9.3
inj	Acenaftylen	3.8	3.3	3.5	2.9	2.4	2.6	3.4	3.8	3.5	3.1	3.0	3.4	2.8	2.8	3.0
inj	Acenaften	7.5	6.2	6.8	5.5	4.5	5.2	6.9	7.4	7.3	6.3	6.1	6.9	6.1	6.0	6.5
inj	Fluoren	6.4	5.5	6.1	4.4	3.8	4.1	5.2	5.6	5.4	4.9	4.8	5.3	4.6	4.5	4.8
inj	Fenantren	5.6	6.5	5.4	5.0	4.8	4.9	6.6	7.3	6.9	6.3	6.3	6.6	5.4	5.4	5.3
inj	Antracen	3.1	2.4	2.8	1.8	1.6	1.6	2.8	3.2	2.9	2.3	2.3	2.5	2.0	1.9	2.2
inj	Fluoranten	5.6	6.8	5.4	4.7	4.8	5.0	6.4	6.9	6.5	6.1	6.0	6.4	5.6	5.3	5
inj	Pyren	5.7	7.2	5.6	7.1	7.0	7.2	8.7	9.4	9.0	8.1	8.1	8.5	7.4	7.2	7.0
inj	B(ghi)P	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,1	<0,1	<0,1	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03
n.a.	not analysed															

Tabell 5. Resultat från bestämning av petroleumkolväten i jordprov, mg/kg.

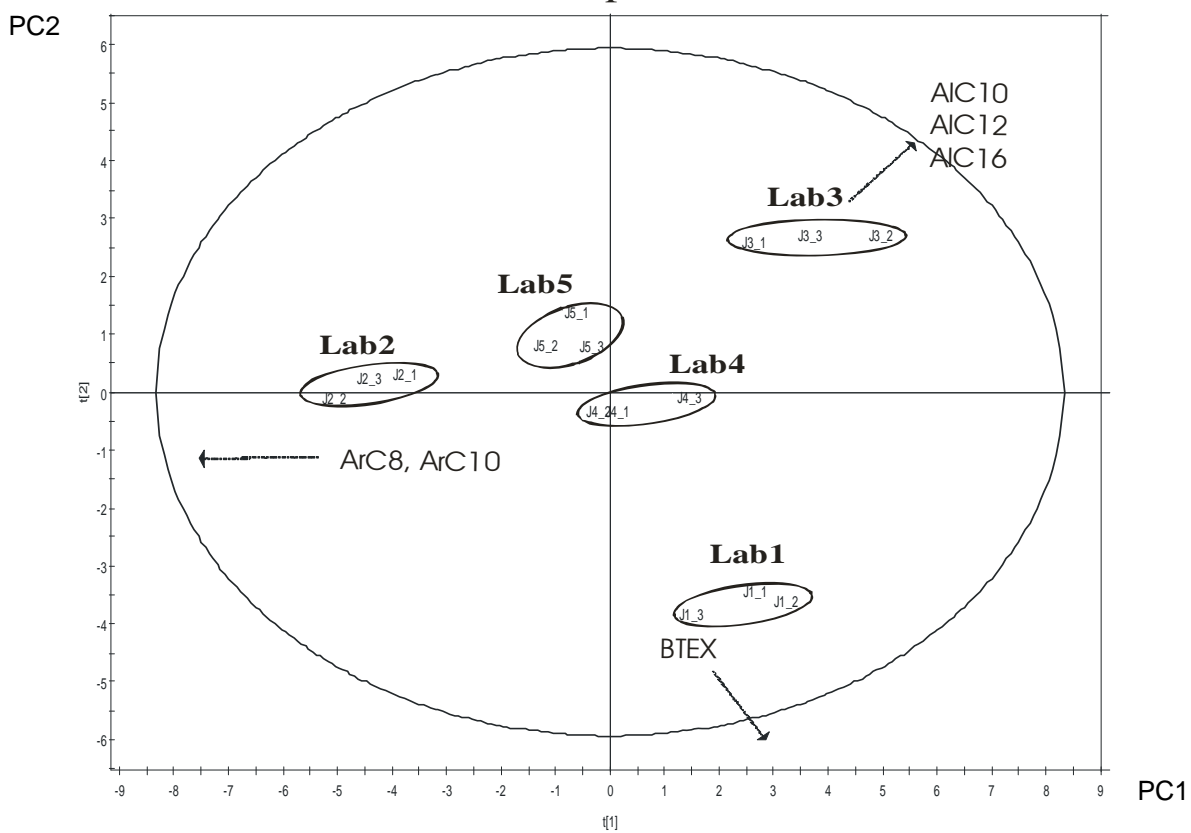
Medelvärden jordprov, mg/kg												
Teknik	Alifater	Facit	Lab1	Lab2	Lab3	Lab4	Lab5	Alla Medelv	RSD%	Riktvärde KM*,mg/kg genomsläpplig	tät	
HS	C5-C8		193	38	n.a.	n.a.	126	119	63		50	
HS	>C8-C10		5.7	21.0	n.a.	n.a.	20.7	16	50	10	100	
inj	>C8-C10		n.a.	n.a.	8.7	9.7	n.a.	8.1	43	10	100	
inj	>C10-C12		19	7.4	45	30	57	32	58	35	100	
inj	>C12-C16		20	8.5	126	43	109	61	80		100	
inj	>C16-C35		7.0	3.2	137	14	113	55	109		100	
Aromater												
HS	Bensen	13	18	10	8.1	n.a.	15.2	13	35	0.01	0.08	
HS	S:a TEX	98	226	101	38	n.a.	67	108	70		10	
inj	>C8-C10		32	86	59	38	41	46	58	8	40	
inj	>C10-C35		19	45	32	23	22	26	47	20		
Övriga												
HS	MTBE	2.9	1.0	0.49	0.46	n.d	n.d	0.64	41	3	6	
AA	Bly (oorganiskt)		15	<0.01	12.3	11.0	13.0	13	19		100	
gravim.	TS (%)											
inj	S:a 7PAH	44	42	35	45	40	38	40	15	S:a kanc.PAH: 0.3		
inj	+B(a)antracen		6.3	4.1	6.9	5.1	4.9	5.5	20	S:a övr. PAH: 20		
inj	+Chrysen	4.9	7.5	4.4	5.8	4.7	4.5	5.4	33			
inj	+B(b)fluoranten		nd	0.7	nd	nd	nd	n.d				
inj	+B(k)fluoranten		nd	1.8	nd	nd	nd	n.d				
inj	+B(a)pyren	5.3	3.9	2.6	4.1	3.3	3.0	3.4	18			
inj	+Ind(1,2,3-cd)pyren		nd	nd	nd	nd	nd	n.d				
inj	+DB(a,h)antracen		nd	nd	nd	nd	nd	n.d				
inj	Naftalen	8.6	6.4	6.8	6.8	6.3	7.5	6.8	20			
inj	Acenaftylen		3.5	2.6	3.5	3.3	2.9	3.1	13			
inj	Acenaften		6.8	5.0	7.2	6.4	6.2	6.3	13			
inj	Fluoren	5.4	6.0	4.1	5.4	5.0	4.7	5.0	14			
inj	Fenantren	5.9	5.8	4.9	6.9	6.4	5.4	5.9	13			
inj	Antracen		2.8	1.7	3.0	2.4	2.0	2.4	22			
inj	Fluoranten	5.7	6.0	4.8	6.6	6.2	5.4	5.8	12			
inj	Pyren	8.2	6.1	7.1	9.0	8.2	7.2	7.5	15			
inj	B(ghi)P		n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d				
S:a 16PAH			61	51	65	57	54	57				

Tabell 6. Medelvärden och relativ standardavvikelse (RSD) av bestämning av petroleumkolväten i jordprov

Standardlösningar

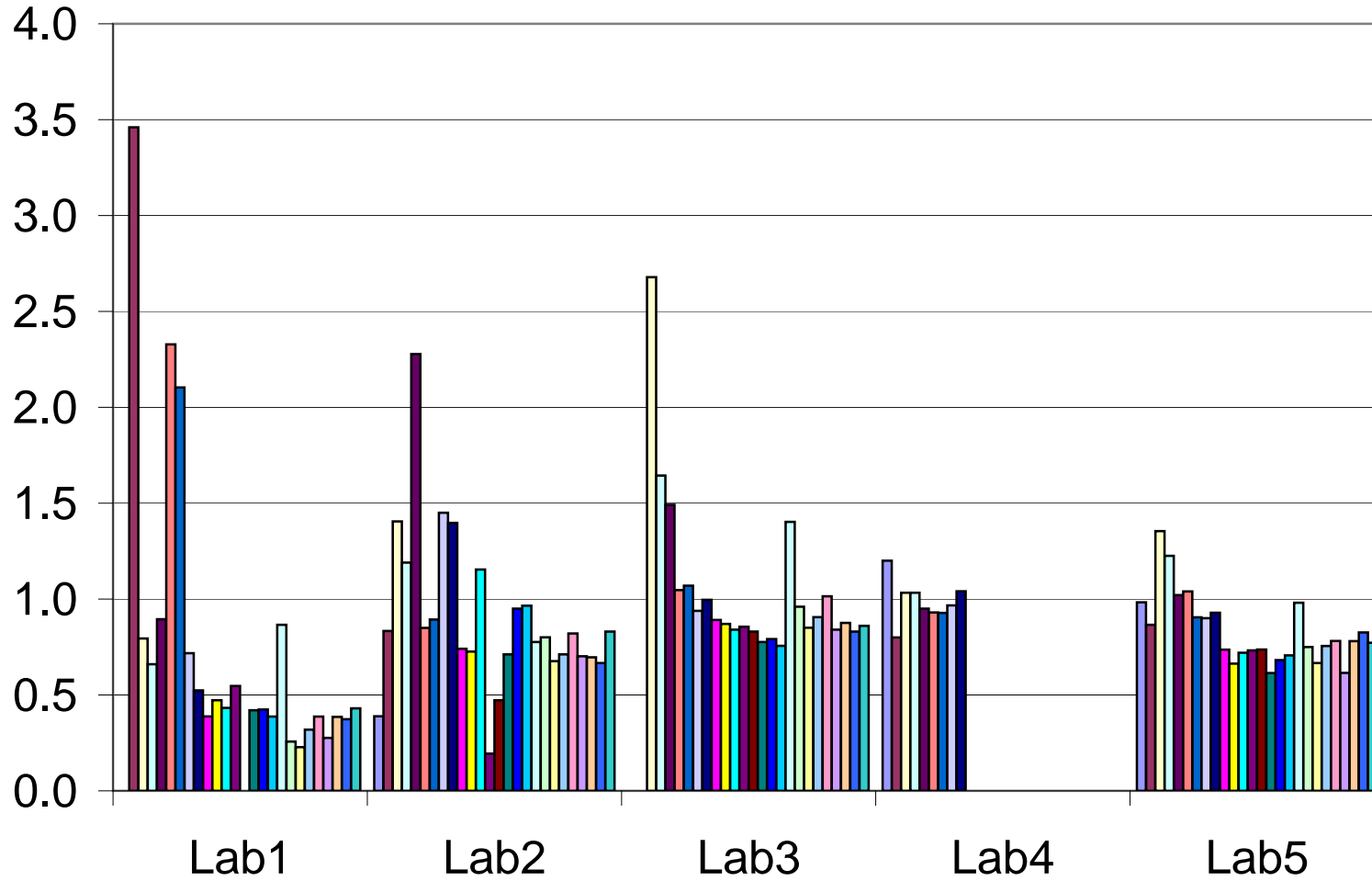


Jordprov



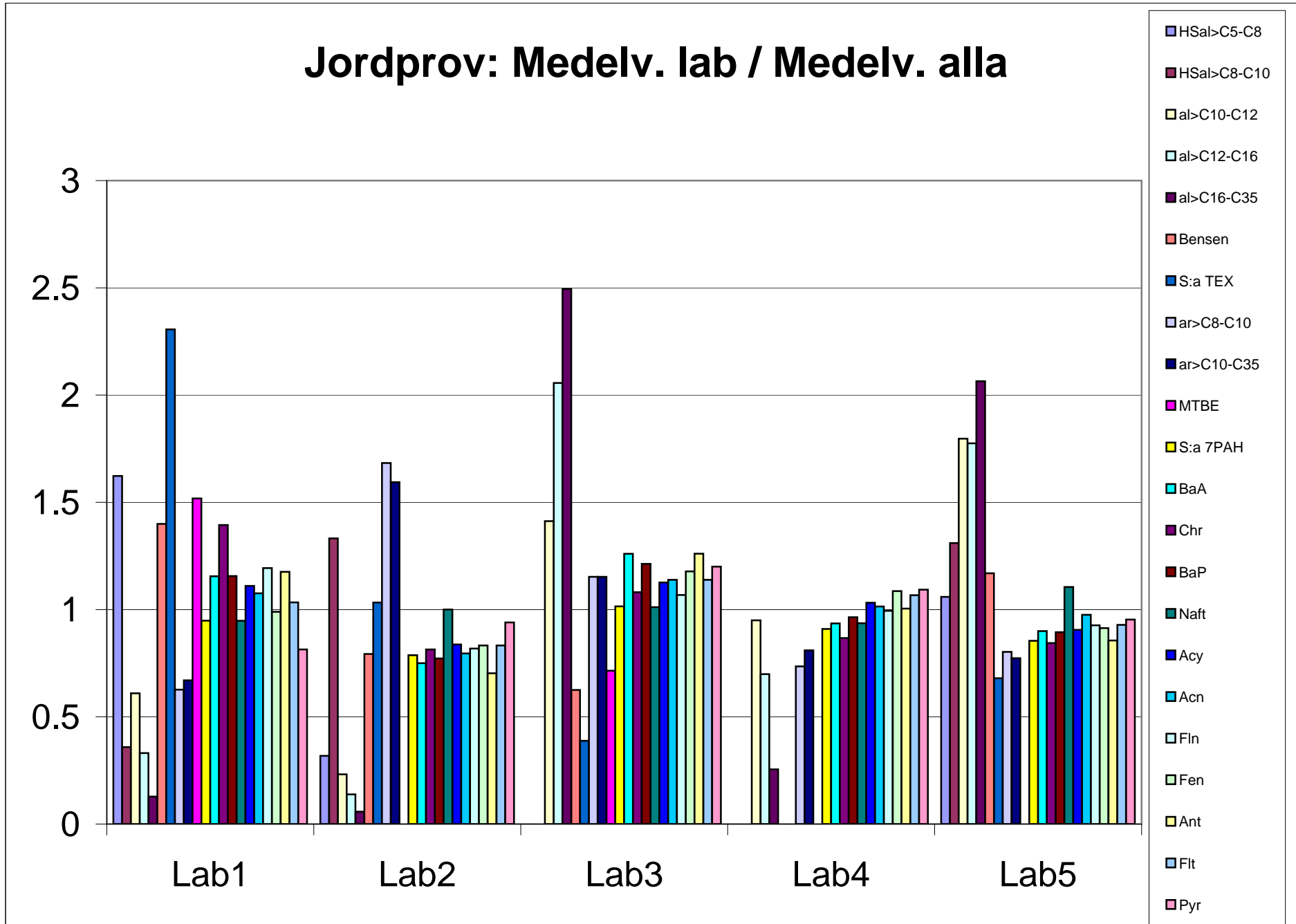
FOTNOT: PC-modellerna är baserade på alifater >C10-C12, >C12-C16, >C16-C35; bensen, TEX; aromater >C8-C10, >C10-C35; 16PAH (samt för jord även enskilda PAH)

Std: Medelvärde lab / Facit



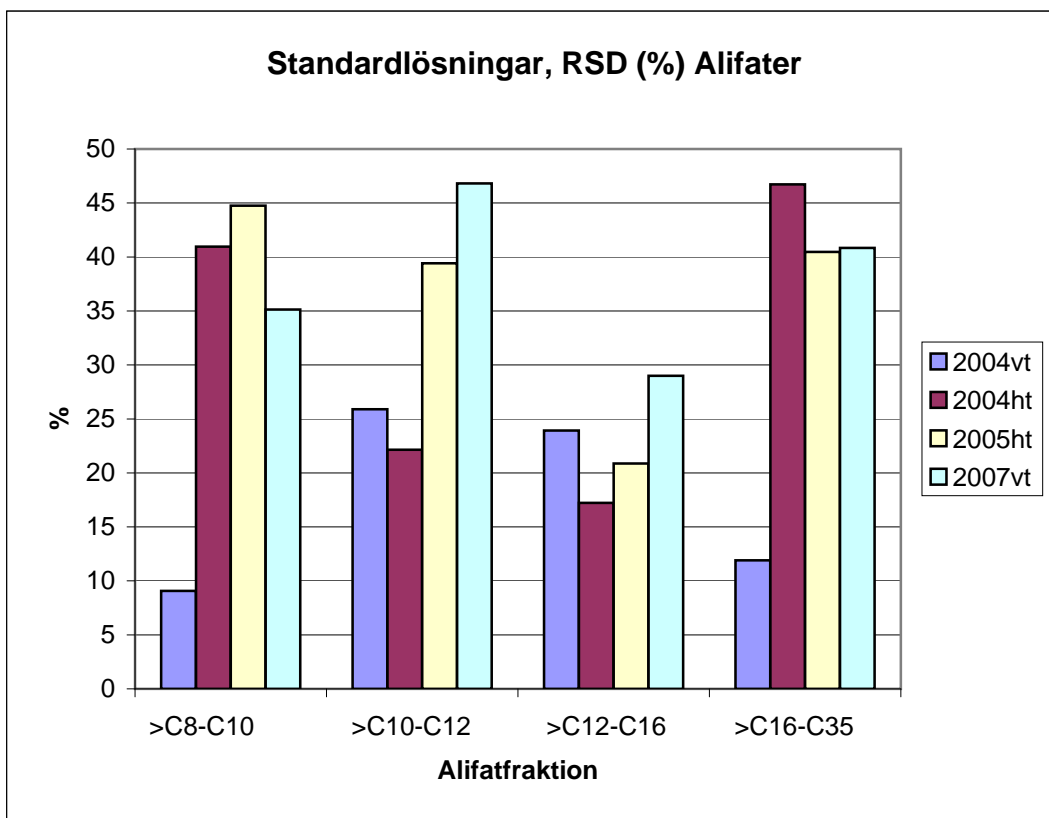
Figur 3. Kvot mellan medelvärde för respektive lab och koncentration i standardlösningar.

Jordprov: Medelv. lab / Medelv. alla

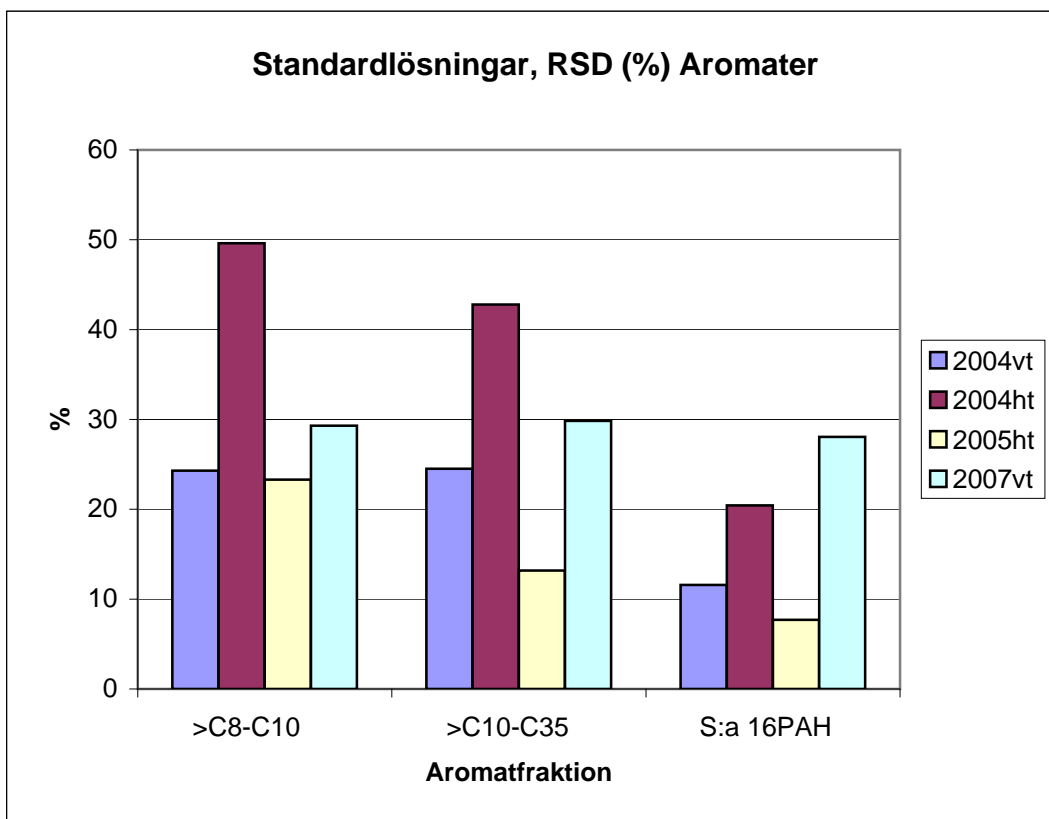


Figur 4. Kvot mellan medelvärde för respektive lab och medelvärdet för alla lab för jordprover.

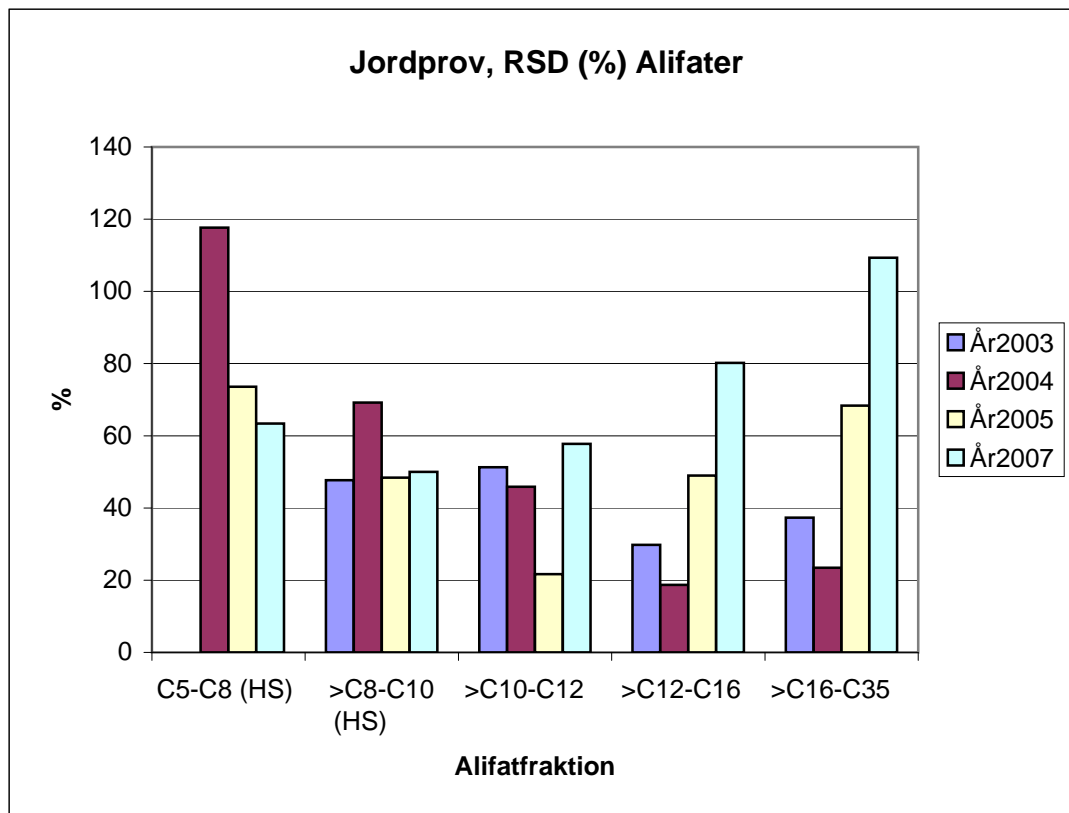
Feb 2007



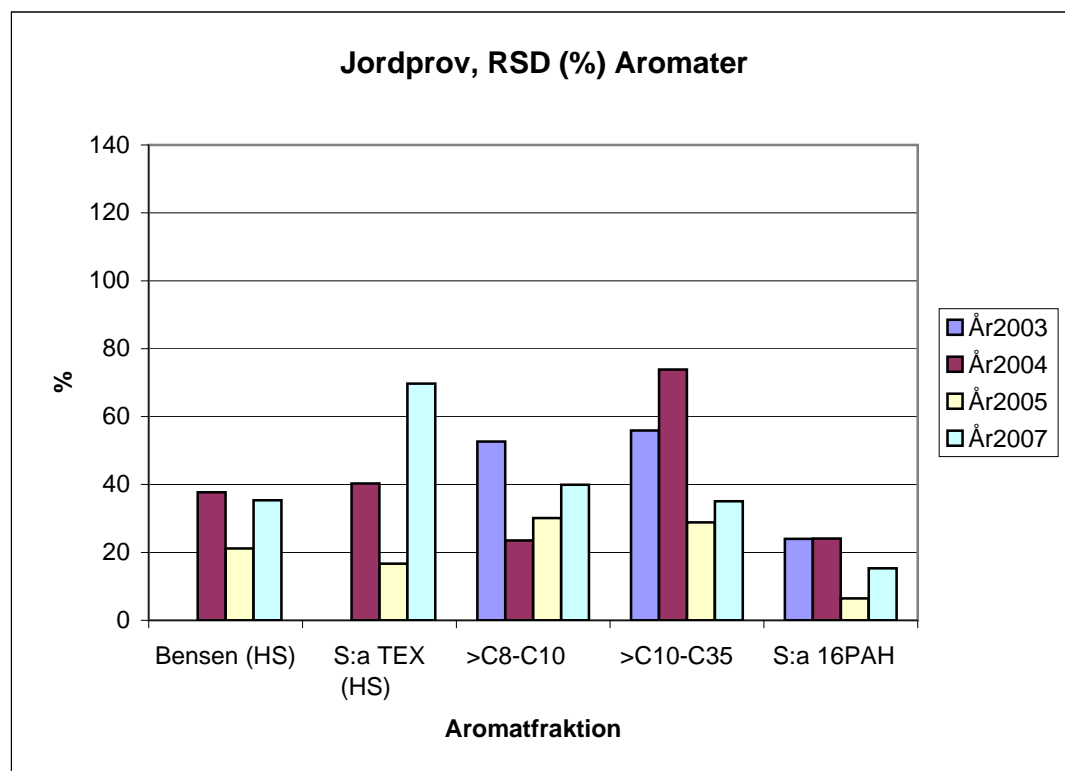
Figur 5. Relativ standardavvikelse för alla lab för alifater i standardlösningar 2004-2007



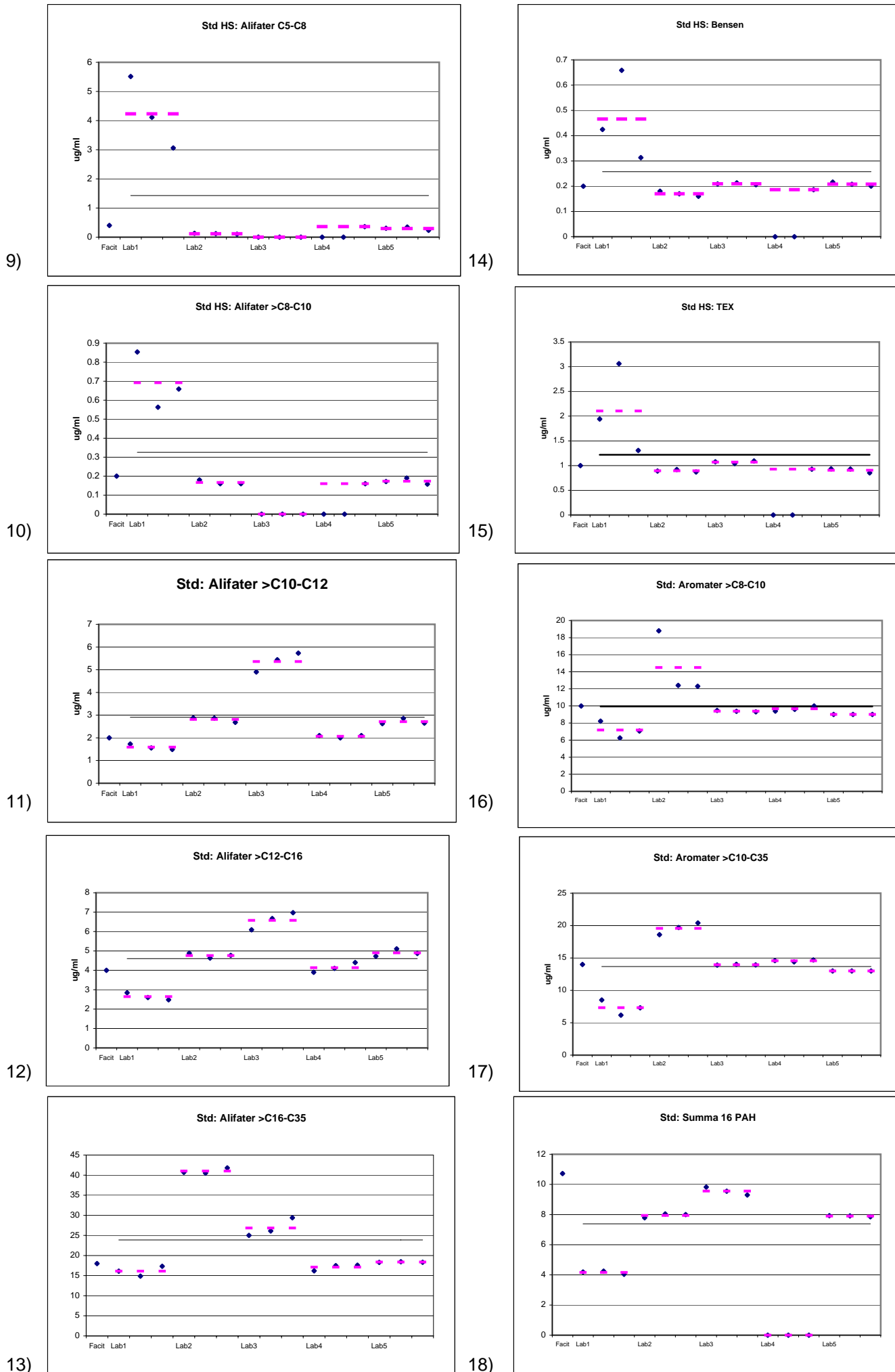
Figur 6. Relativ standardavvikelse för alla lab för aromater i standardlösningar 2004-2007



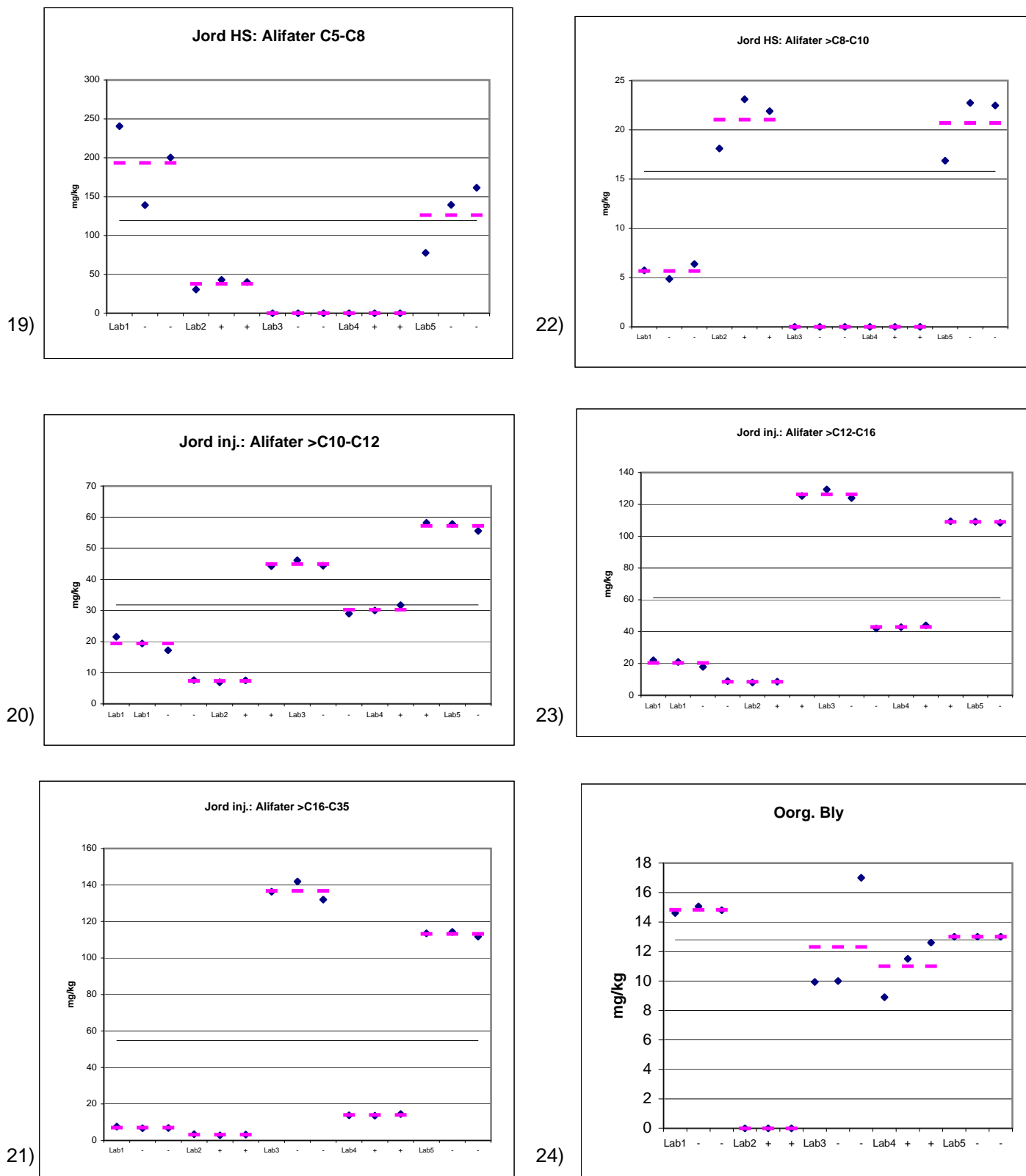
Figur 7. Relativ standardavvikelse för alla lab för alifater i jordprover 2003-2007



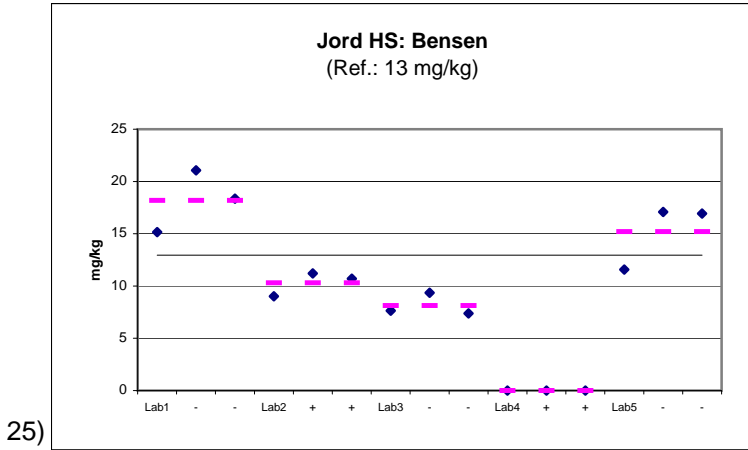
Figur 8. Relativ standardavvikelse för alla lab för aromater i jordprover 2003-2007



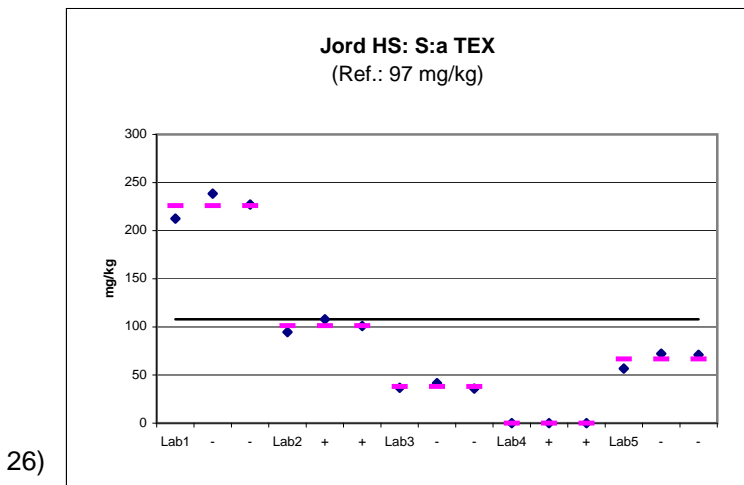
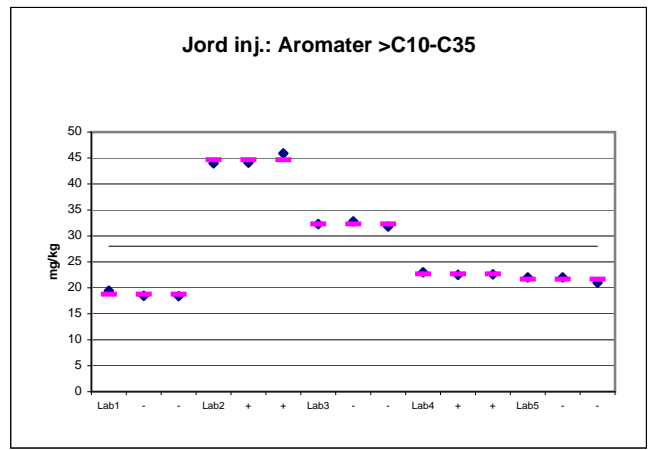
Figur 9-18. Resultat standardlösningar



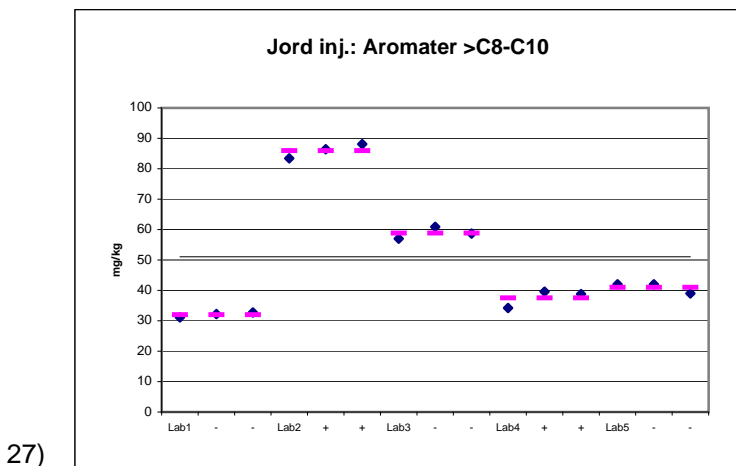
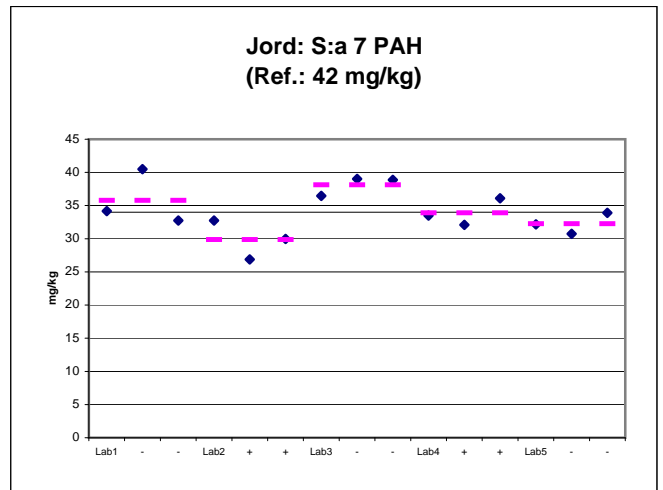
Figur 19-24. Resultat Jordprov: alifater och oorg. Bly



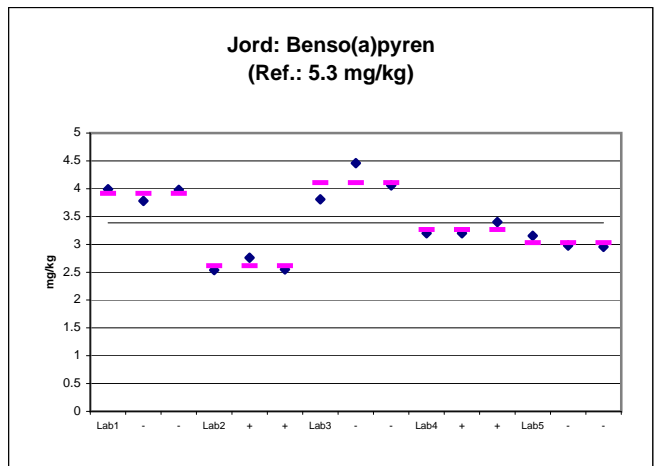
28)



29)



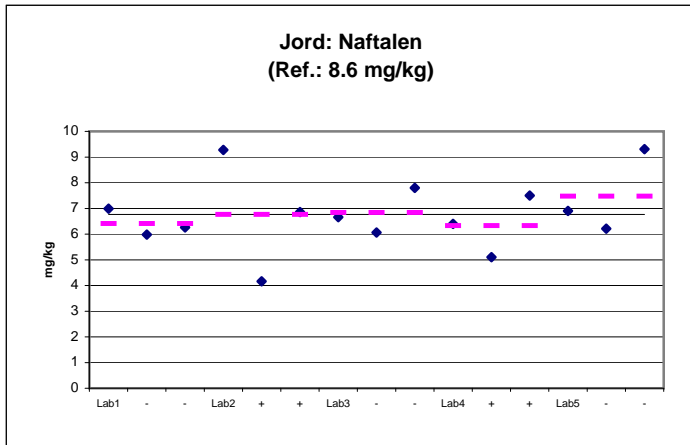
30)



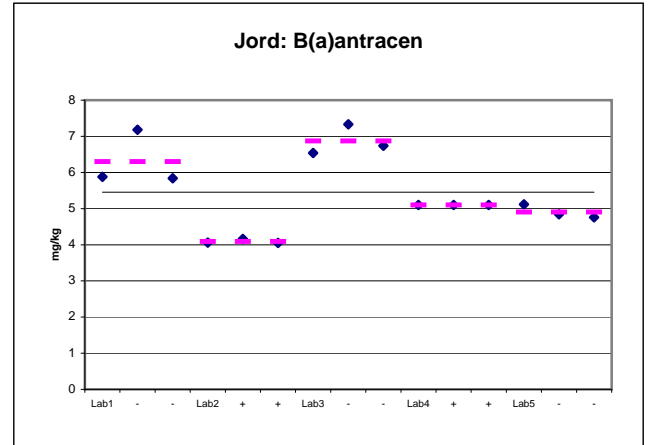
Figur 25-30. Resultat Jordprov: Aromater, s:a 7PAH och benso(a)pyren

Feb 2007

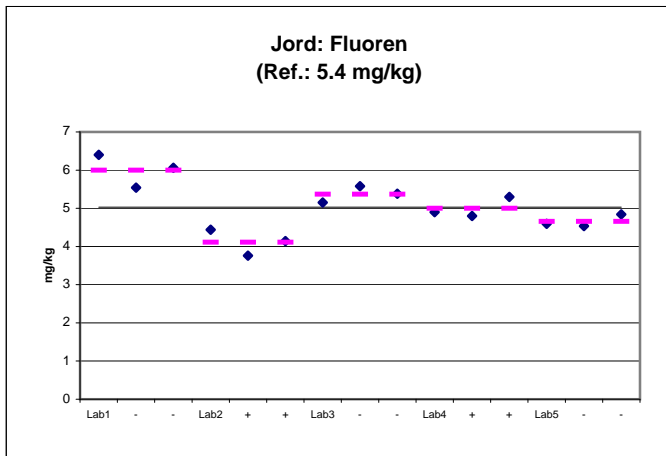
31)



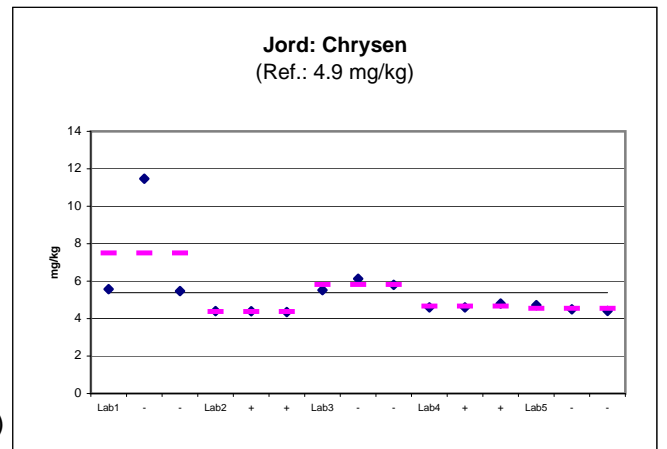
34)



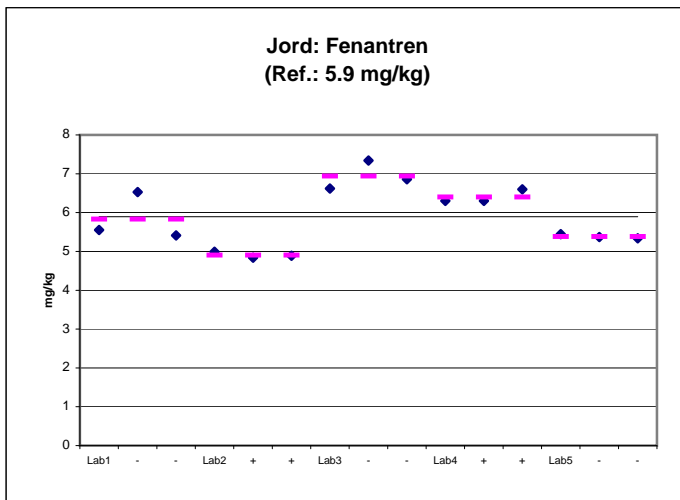
32)



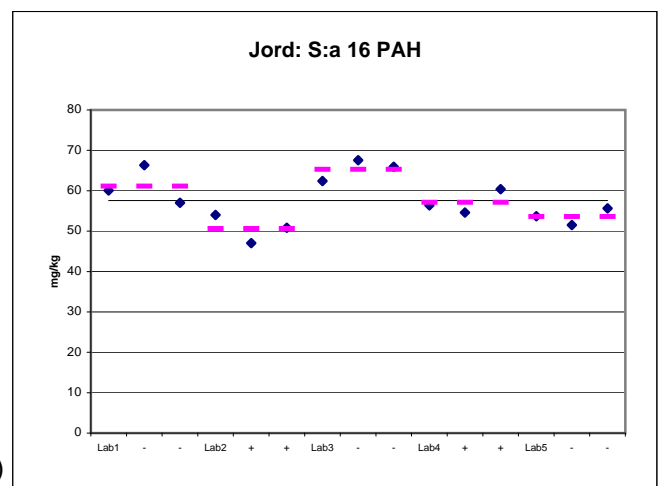
35)



33)



36)



Figur 31-36. Resultat Jordprov: Enskilda PAH och S:a 16PAH