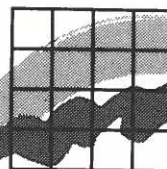


Miljøministeriet



Danmarks
Miljøundersøgelser

Danmarks Miljøundersøgelser
Afd. for Flora- og Faunaøkologi
Kalø, Grønåvej 12, 8410 Rønde

12. Juni 1991

Test af olie- identifikations- analyser

Feltforsøg af olieudslip på havet ved
Haltenbanken, Norge 1989

Faglig rapport fra DMU, nr. 12
Tommy Cederberg
Per Wrang
Afdeling for Miljøkemi

Miljøministeriet
Danmarks Miljøundersøgelser
Marts 1991

Bitte beachten Sie die Regeln
des Hauses des Landtags
auf der Homepage

Indhold

	Forord	5
	Resume	7
	Summary	9
1	Indledning	11
2	Eksperimentelt	15
3	Resultater og diskussion	20
4	Konklusion	34
5	Litteratur	35
6	Figure and table captions	39
7	Bilagsindholdsfortegnelse	41
	Bilag 1: Prøveoversigt	1-5
	Bilag 2: Instrumentparametre	6-7
	Bilag 3: Gaschromatografi	8-13
	Bilag 4: GC/MS (forvittringsdiagrammer)	14-38
	Bilag 5: Arealer fra ionchromatogrammer	39-54
	Bilag 6: GC/MS-ionchromatogrammer	55-85
	Danmarks Miljøundersøgelser	87

TITEL: Test af olieidentifikations-analyser.

UNDERTITEL: Feltforsøg af olieudslip på havet ved Haltenbanken, Norge 1989

SERIETITEL, NR: Faglig rapport fra DMU, nr. 12

FORFATTERE: Tommy Cederberg og Per Wrang

DMU-AFDELING: Afdeling for Miljøkemi

BEDES CITERET: Cederberg, Tommy & Wrang, Per (1991). Test af olieidentifikations-analyser. Feltforsøg af olieudslip på havet ved Haltenbanken, Norge 1989. Danmarks Miljøundersøgelser. 41 sider plus 87 sider bilag. - Faglig rapport fra DMU, nr. 12

LABORATORIE-ANALYSER: Inge Merete Worsøe og Dorte Adamsen

UDGIVELSESMÅNED OG -ÅR: Marts 1991

OPLAG: 60 EKS.

PAGINERING: 41 sider plus 87 sider bilag.

ISBN: 87-7772-011-3

ISSN: 0905-815X

EMNEORD: Olieanalyser, olieforurening, forvitring, identifikation, biomarkør, gaschromatografi, massepektrometri

COPYRIGHT: © Miljøministeriet, Danmarks Miljøundersøgelser
Gengivelse kun tilladt med tydelig kildeangivelse

KØBES HOS: Danmarks Miljøundersøgelser, Afdeling for Miljøkemi, Mørkhøj Bygade 26, bygn. H., 2860 Søborg.
Tlf. 31 69 70 88

PRIS: Kr. 150 (incl. moms og forsendelse)

Forord

I denne rapport beskrives resultaterne af de kemiske identifikationsanalyser, der er udført, for at følge en olies forvitring på havet ved en eksperimentelt påført forurening.

Olieprøverne stammer fra et norsk feltforsøg gennemført juli 1989 ved Haltenbanken i norsk farvand.

Planlægningen af antallet af olieprøver, arten af prøvetagningsteknikker og tidspunktet for prøvetagningen er sket i en Nordtest projektgruppe under Nordisk Ministerråd med deltagelse af repræsentanter fra Norge, Sverige, Finland og Danmark.

Per S. Daling, IKU, Norge, deltog på togtet og har stået for den endelige udformning af prøveplanen og for selve prøveudtagningen samt forsendelse af prøverne til DMU.

Analyserne er foretaget ved DMU og til dette arbejde har Nordisk Ministerråd ydet økonomisk støtte.

Til rapporten er der knyttet et omfattende bilagsmateriale. Det er ikke normal kutyme, at der ved afrapportering af analyseresultater følger næsten komplet dokumentation af basisdata, men i dette tilfælde har det været meningen, at alle interesserede skal kunne dykke ned i talmaterialet, og følge alle trin i databehandlingen.

Resume

Fra et feltforsøg med en olieforurening på havet er der udtaget en serie prøver, for at følge ændringen i oliens kemiske sammensætning. Kemiske olieanalyser bruges til at identificere kilden til forureningen, og med en simuleret olieforurening er det muligt under kontrollerede forhold at teste prøvetagningsteknikker og analysemetoder.

Der blev i forsøget anvendt 30 tons Osebjerg råolie, og det var muligt at udtage prøver i 3.5 døgn. Prøvetagningstidspunkterne efter udslippet var 3 og 10 timer, samt 1, 2 og 3.5 døgn. Til hvert tidspunkt blev der udtaget prøver i tynd og tyk oliefilm; defineret ved filmtykkelser på hhv. $< 1\mu$ og > 1 mm. Udvalgte prøver blev analyseret med gaschromatografi (58 stk.) og kombineret gaschromatografi og massepektrometri (31 stk.).

Evalueringen af metoderne til prøvetagning viste, at der for tynd oliefilm både er problemer med at få opsamlet tilstrækkelig med olie og med kontaminering fra plasticmaterialer anvendt ved prøvetagningen. Oil sorbent af polyethylen og polypropylen blev testet, og de var effektive til at opsuge olie, men ikke uden kontaminering. Det bedste resultat af de afprøvede metoder, opnåedes med et kommercielt system kaldet "Hydroil", der er baseret på et lille stykke metalvæv belagt med teflon. Forsøg i laboratoriet viste, at et teflonvæv på 5×10 cm er i stand til at adsorbere $10 \mu\text{l}$ olie fra en vandoverflade, så der er grund til at tro, at det er muligt at designe en effektiv prøveopsamler til tynd oliefilm.

Fra den tykke film kunne der opsamles så meget olie, at der ikke var problemer med kontami-

nering, uanset prøvetagningsmetode. For under alle omstændigheder at minimere risikoen for kontaminering, anbefales det at opsamle olieprøver fra tyk film direkte i glasflasker. Ved sammenligning af GC og GC/MS "fingerprint" fra den friske olie og forureningen, kunne der ikke konstateres andre forskelle, end den forventede lavere koncentration af komponenter fra den letkogende del pga. fordampning og udvaskning. Beregning af den relative genfindning i forhold til frisk olie viste sig velegnet til at dokumentere udviklingsforløbet af forvitringen. Herved afsløredes en stigende relativ koncentration af de tungere n-alkaner fra C_{23} og opefter, i prøverne efter 3.5 døgn. Denne stigning tilskrives en refordeling af stof i olien som en følge af den fremskredne forvitningsproces. Steran og hopan biomarkerforbindelserne i samme område fulgte ikke denne tendens.

De analyserede aromatiske stoffer, dvs. naphthalener, phenanthrener og dibenzothiophener, viser ikke helt det samme pæne forvitningsforløb, som n-alkanerne og de alifatiske og alicykliske biomarkerforbindelser. Årsagen til det formodes at være analytisk betonet ved at den massespektrometriske detektion påvirkes af co-eluerende stof.

Summary

Test of oil identification analysis. Field experiment of an oil spill at sea at Haltenbanken, Norway 1989.

A field experiment has been conducted simulating an oil spillage at sea, and in order to follow the changing chemical composition of the oil a series of samples were analyzed. Chemical analysis of oils is used for identification purposes in the search for the source to the pollution, and with a controlled experiment it is possible to test different sampling techniques and analysis methods. 30 ton of Osebjerg crude oil were used and it was possible to sample the oil slick for 3.5 days. Sampling intervals after the spill were 3 and 10 hours, plus 1, 2, and 3.5 days. Samples were taken from thin and thick oil film, defined as a film thickness of $< 1 \mu$ and > 1 mm, respectively. 58 samples were analyzed by gas chromatography and 31 by combined gas chromatography - mass spectrometry. The evaluation of sampling techniques showed for the thin film that it is difficult to get enough oil sampled and polymer materials used for sampling contaminated the oil. Oil sorbents manufactured by polyethylene and polypropylene were tested and they are effective to absorb oil but not without contamination problems. The best results was achieved with a commercial system named "Hydroil", which is based on oil adsorption to a small teflon coated metal screen. Test in the laboratory demonstrated that a piece of teflon sieve, 5 by 10 cm, could adsorb at least 10 μ l of oil from a water surface. Thus there is reason to believe that it is practical to design an effective sampling device for thin oil films.

From the thick film so much oil could be recovered that no contamination interferences were observed, regardless of the applied sampling methods. In order to minimize the risk for contamination it is recommended to collect samples, from thick oil film, directly into glass bottles.

Comparison of the GC and GC/MS fingerprint of fresh oil and pollution exhibited no other differences than could be attributed to the expected decreasing concentrations of components, from the low-boiling fraction, due to evaporation and water-washing. Calculation of relative recovery against the fresh oil documented very well the weathering process. From these data it was revealed that the relative concentration was increasing for higher n-alkanes, above C₂₃, in samples after 3.5 days. This increase is attributed to a redistribution of components in the oil as a result of the advancement of the weathering process. Sterane and hopane biomarkers did not show this trend.

The measured aromatic components, i.e. naphthalenes, phenanthrenes and dibenzothiophenes, did not display the same fine weathering path as n-alkanes and aliphatic and alicyclic biomarkers. The reason for that is probably analytical because the mass spectrometric detection can be influenced by co-eluting components.

N.B. English translations of table and figure captions used in running text are placed on page 39. Most of the text in appendices is in english.

1 Indledning

Olieforurening

Forurening med olie¹ har i årtier været et stort miljøproblem (Pritchard, 1987). Den omfattende transport af olie og olieprodukter med skib medfører, at specielt kystområder er udsatte for forurening. Udover den forurening der sker på grund af skibulykker, hænder det ofte, at skibe renser deres tanke for olierester ved at skylle med havvand og pumpe det direkte ud på havet. Forureningen opdages som regel først, når den er drevet ind på stranden, og det er forbundet med store omkostninger, at få det olieholdige sand og jord fjernet og enten deponeret eller destrueret.

Da det er ulovligt at forurene med olie, er myndighederne interesserede i at kunne placere ansvaret for forureningen. Derved kan sagen eventuelt følges op retsligt, og det vil samtidigt have en præventiv effekt, at vise det ikke er risikofrit at forurene med olie.

Forureningskilde

Forurenerne tages meget sjældent på fersk ger-ning, så i praksis vil det være nødvendigt analytisk-kemisk, at kunne sammenligne prøver fra en olieforurening og prøver fra en eller flere mistænkte kilder, for at være i stand til at identificere forureningssynderen.

Kemi

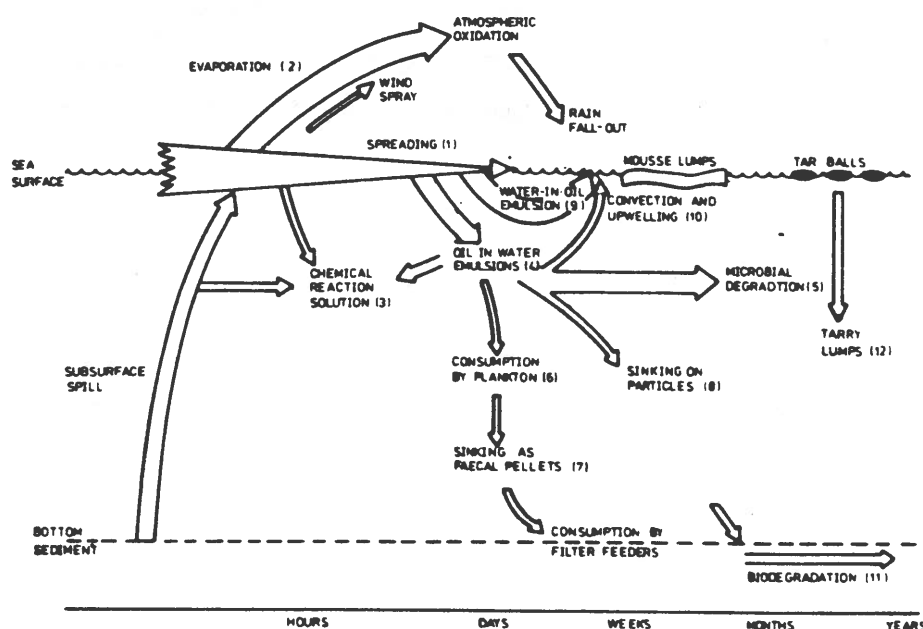
Kemisk er olie en kompleks blanding af flere hundrede forskellige, hovedsagligt, organiske stoffer (Drews, 1989; Butt et al., 1986). Sammensætningen er bestemt af de geologiske forhold under hvilke olien er dannet, så selv om de samme kemiske forbindelser indgår i forskellige olier, vil deres indbyrdes forhold være anderledes og olierne er derfor ikke helt ens.

1 I denne rapport bruges betegnelsen olie i betydningen mineralsk olie. Dvs. hydrocarbonblandingerne af fossil oprindelse.

- Selv indenfor samme oliiefelt, kan der være forskelle - de er måske små, men signifikante.
- Olieanalyser**
GC/MS Der er altså gode muligheder for en kemisk karakterisering af olier, og i årenes løb er mange forskellige analytiske metoder taget i anvendelse (Butt et al., 1986; Bentz, 1976). I takt med de analytiske instrumenters udvikling og udbredelse i laboratorierne har de mere specialiserede metoder vundet indpas, og i dag er kombineret gaschromatografi og massespektrometri (GC/MS) den mest anvendte analysemetode til karakterisering af olie (Philp & Gilbert, 1986).
- Oliegeologi** Udviklingen af olieanalyser er først og fremmest sket indenfor den organiske geokemi, hvor de i olieeftersforskningen bl.a. bruges til olie/olie-korrelationsstudier. GC/MS-teknikken er velegnet, fordi der i én analysegang detekteres et stort antal karakteristiske kemiske forbindelser for olie, så resultatet er et unikt "fingeraftryk" af den enkelte olie. De ionmasser der monitoreres er ionfragmenter af forbindelser, der under ét kaldes biomarkører; det er forbindelser afledt af biologiske molekyler fra de organismer, som olie er dannet af. (For en oversigt se f.ex. Johns, 1986 og Philp, 1985).
- Miljøkemi** GC/MS-fingeraftryk har også fundet vej til brug ved miljøkemiske analyser. Specielt i forbindelse med olie, er GC/MS blevet brugt til at prøve at identificere forureningskilder og til at fastslå tilstedeværelsen af oliekomponenter i det marine miljø (Albaigés & Albrecht, 1979; Albaigés, 1980; Brassel & Eglinton, 1980; Carter, 1982; Jones et al., 1986; Farrán et al., 1987; Grahl-Nielsen & Lygre, 1990).
- Forvitring** Ved identifikationsanalyser af olie, som har været eksponeret til det eksterne miljø, må forvitring af olien tages i betragtning. Fra

det øjeblik olien kommer ud på havet ændrer den sammensætning, og en prøve fra forureningen vil totalt set ikke være identisk med en prøve fra forureningskilden.

Forvitring er betegnelsen for de fysiske, kemiske og biologiske processer, der påvirker olien efter eksponeringen på havet, dvs. spredning, fordampning, opløsning, fotooxidation, biologisk nedbrydning m.m.. Figur 1 illustrerer skematisk forvitringens påvirkning af olien som en funktion af tiden.



Figur 1. Forvitring af olieplet på havet.
(Figuren er fra Rasmussen, 1985).

I de første dage efter et oliespild vil fordampning være den dominerende faktor i forvittringsprocessen, mens udvaskning og udfældning har mindre, men stigende betydning (Rasmussen, 1985). Da det typisk er i dette tidsrum en forurening opdages, er det denne del af forvitringen, det i første række er nødvendigt, at kunne gøre rede for ved sammenligning af olieanalyser.

Feltforsøg

Et eksperimentelt olieudslip på havet, er den eneste mulighed for, under kontrollerede betingelser, at iagttage oliens tiltagende forvittringsgrad, som den ville kunne forløbe ved en egentlig forureningssituation. Det er forbundet med store omkostningerne at afholde disse feltforsøg, men de er vigtige for at kunne teste forvittringsteorier og modeller.

Formål

Formålet med dette arbejde, var at afprøve forskellige prøvetagningsmetoder, og vha. GC- og GC/MS-analyser at følge olieforvittringen i hhv. tyk og tynd oliefilm. Udtagningen af prøver var tilrettelagt så ændringen i oliesammensætningen kunne observeres både i tid og rum; med mest vægt lagt på tidsfaktoren.

2 Eksperimentelt

Prøvetagning

Prøvetagningen er beskrevet i detaljer i Daling og Brandvik (1989). Det eksperimentelle udslip bestod af 30 tons Oseberg råolie. Der blev udtaget prøver efter følgende tidspunkter fra udslippet: 3 og 10 timer samt 1, 2 og 3.5 døgn. På grund af hårdt vejr med stærk blæst og høje bølger spredtes olien så hurtigt, at det efter 3.5 døgn ikke var muligt at udtage flere prøver.

I tabel 1 er de anvendte prøvetagningsteknikker beskrevet. De mange forskellige metoder er fremkommet som følge af ønsket af at afprøve en i enkelte lande allerede beskrevet prøvetagning, og også at afprøve nye metoder. Endelig er de også resultatet af, hvad der var praktisk realisabelt under de forhold, der gjorde sig gældende på havet (Daling & Brandvik, 1989).

Direkte på glasflaske overført med aluminiumsform
Oil sorbent (3M) - polypropylen
Oil sorbent (Svensk) - polyethylen
Hydroil med teflongitter
Hydroil uden teflongitter
Norsk hov - overført til glasflaske
Svensk hov - overført til polyethylenflaske
Rød plastbøtte med hul
Blå plastkigte/hvid plastbøtte
Metalsigte

Tabel 1. Anvendte prøvetagningsteknikker. (Hydroil er et kommercielt system, baseret på et tefloncoated metalgitter. Hov - betyder tragtformet plastik af polyethylen).

Replikater	<p>Bilag 1, side 1 indeholder den samlede oversigt for prøvetagningen sammen med en signaturforklaring til de anvendte prøvetagningsteknikker for hhv. tyk og tynd oliefilm. (Tyk oliefilm er defineret som > 1 mm, og tynd oliefilm $< 1 \mu$). Til et givet tidspunkt er der udtaget et antal replikater. Der er tale om prøver udtaget forskellige steder i oliefilmen og altså <u>ikke</u> gentagne opsamlinger af olie fra samme sted til samme tidspunkt.</p>
Opbevaring	<p>Prøverne har været opbevaret nedkølet ved ca. 5°C, undtagen under transport. Der er ikke tilsat biosid efter prøvetagningen.</p>
Tyk oliefilm	<p>Prøverne fra den tykke oliefilm fik tid til at opnå stuetemperatur før de blev homogeniseret ved omrøring. En delmængde blev udtaget og den blev med CCl_4 elueret gennem et papirfilter, hvori der var placeret vandfrit Na_2SO_4.</p>
Tynd oliefilm	<p>Prøverne fra den tynde oliefilm blev hurtigst muligt, dvs. indenfor ca. to uger ekstraheret med CH_2Cl_2, for at undgå mikrobiel nedbrydning. De fleste tyndfilmsprøver var "vandprøver", og de blev ekstraheret ved at hælde vandet over i en skilletragt, skylle glasset med CH_2Cl_2 og tappe den organiske fase fra skilletragten. Oil sorbent prøverne blev soxhletekstraheret i 24 timer med CH_2Cl_2.</p> <p>CH_2Cl_2-faser blev i begge tilfælde tørret med vandfrit Na_2SO_4.</p>
Opsamlet oliemængde	<p>For at gennemføre en olieanalyse med GC eller GC/MS skal der bruges nogle få milligram olie. Det var derfor ikke et problem af få tilstrækkeligt med olie opsamlet fra den tykke oliefilm.</p> <p>Fra den tynde oliefilm derimod varierede mængden af olie af den valgte opsamlingsteknik. Det viste sig, at kun de to oil sorbent materialer gav større oliemængder, end hvad der var nød-</p>

vendig til analyserne. Den direkte opsamling i glas var helt utilstrækkelig, mens "Hydroil"-teknikken balancerede på kanten af den nedre grænse for nødvendig oliemængde.

Effektiviteten af oil sorbents til at opsamle olie fremgår af tabel 2. Den totale oliemængde adsorberet er bestemt ved vejning af inddampningsresten af en aliquot udtaget fra soxhlet-ekstraktet. Imidlertid er den ekstraherede olie kontamineret med rest-monomere fra oil sorbent materialet (Se diskussionsafsnittet).

Oliemængderne fra de øvrige opsamlingsteknikker, anvendt på den tynde oliefilm, er ikke bestemt kvantitativt, fordi der ikke er opsamlet tilstrækkeligt med olie til, at de kan anbefales i fremtiden.

Prøve nr.	Oil sorbent	Tid	Oliemængde (g)
18	PP	3t	0.162
19	PE	3t	0.152
38	PP	10t	0.189
42	PE	10t	0.127
62	PP	1d	0.301
63	PP	1d	0.449
64	PP	1d	0.254
65	PP	1d	0.461
66	PE	1d	0.204
86	PP	3.5d	0.189
90	PE	3.5d	0.145

Tabel 2. Oliemængde opsamlet med oil sorbent teknik fra tynd oliefilm. (PP: polypropylen, PE: polyethylen).

GC og GC/MS

Side 2 i bilag 1 viser, hvilke prøver der er analyseret med GC, og på side 3 og 4 hvilke prøver der er analyseret med GC/MS, med hhv. descriptor A, B, C og D. Udvalgelsen af de monitorerede ionmasser er beskrevet i Wrang, 1989. GC og GC/MS instrumentbetingelserne er beskrevet i bilag 2.

Koncentrationen af olie i den injicerede prøve var som udgangspunkt 0.5 g pr. 10 ml CCl_4 . Herfra blev der evt. fortyndet yderligere, indtil der var gaschromatografisk separation mellem $n\text{-C}_{17}$ -alkanen og pristan. CH_2Cl_2 -ekstrakterne fra oil sorbents blev inddampet og genopløst i CCl_4 , de andre ekstrakter indeholdt så lidt olie, at inddampningen kunne resultere i tab af letflygtige komponenter, så de blev analyseret opløst i CH_2Cl_2 . Starttemperaturen for GC-temperaturprogrammet blev i de tilfælde ændret til 40°C .

Hver dag blev den gaschromatografiske funktion kontrolleret ved at injicere en standardblanding indeholdende n -alkanerne $\text{C}_6\text{-C}_{36}$ og pristan. Med jævne mellemrum blev der analyseret en laboratorieblank, som viste en neglignelig baggrundsforurening.

GC
kvantificering

Fra GC-analyserne er alle detekterede n -alkaner kvantificeret, ligeledes er toppene fra isoprenoiderne phytan, pristan, nor-pristan, $n\text{-C}_{16}$ - og $n\text{-C}_{15}$ -isoprenoid integreret.

GC/MS
kvantificering

Fra GC/MS-analyserne er der, foruden n -alkaner, phytan, pristan og nor-pristan, integreret et antal toppe fra hvert af de monitorerede massespor. De udvalgte toppe er vist i bilag 6, side 55-85, hvor der er ionfragmentogrammer fra hhv. udgangsolien og prøve nr. 78, der er en prøve fra den tykke oliefilm efter 3.5 døgn.

Alle toparealer fra alle GC/MS-kørsler er vist i bilag 5.

GC-analyserne er kørt som enkeltbestemmelser,

mens GC/MS-analyserne er kørt som dobbeltbestemmelser. Dobbeltbestemmelserne er foretaget på den måde, at de tre replikater fra samme tidspunkt er analyseret som følger:

- Udgangsolie, replikat 1, 2, 3, udgangsolie.
- Udgangsolie, replikat 3, 2, 1, udgangsolie.

På denne måde bliver et evt. systematisk drift i massespektrometret udlignet, mens variationen på dobbeltbestemmelsen af den enkelte analyse, kan blive større.

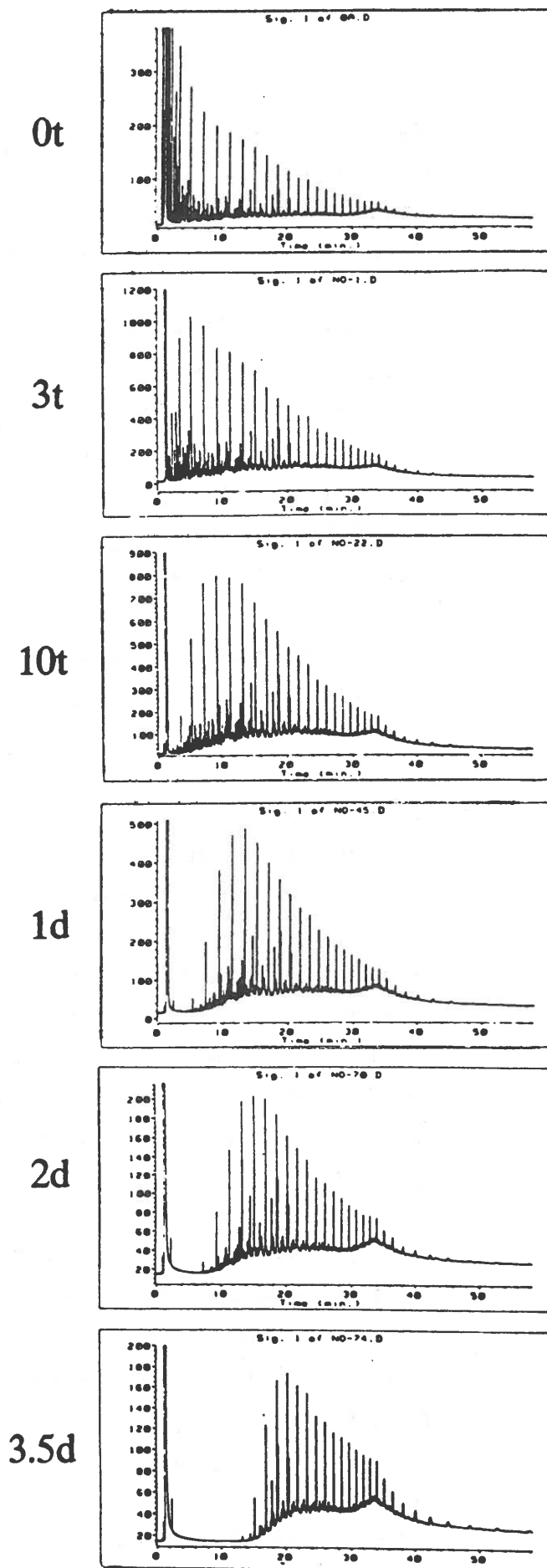
3 Resultater og diskussion

Der er i alt udført 58 GC og 31 GC/MS analyser. Heri er ikke medregnet dobbeltbestemmelser på de enkelte prøver ved GC/MS analyserne. GC-analyserne er blevet brugt til at vurdere prøvetagningsmetoderne og til at udvælge de prøver, der skulle analyseres med GC/MS.

GC-profiler

Figur 2 viser GC-profilerne af prøver opsamlet fra den tykke oliefilm. Øverst er udgangsolien afbilledet, og det er et typisk GC-profil af en råolie analyseret på en upolær kolonne. Chromatogrammet er domineret af n-alkanernes skarpe toppe, som er højest i begyndelsen af chromatogrammet, den lavtkogende del, og jævnt faldende mod den højere kogende del. Der er vist ét GC-profil fra hvert af de tidspunkter, der er opsamlet prøver ved, og der ses en jævn fremadskridende fjernelse af stof fra udgangsolien, begyndende fra den lettest kogende del af olien. Da størstedelen af stofferne er meget lidt vandopløselige, skyldes denne ændring i oliens sammensætning overvejende fordampning. På grund af en råolies sammensætning, med en stor del af letkogende komponenter, er ændringen som funktion af tiden, særlig tydelig i dette forsøg. Ved vurderingen af prøveopsamlingen viser GC-profilerne fra den tykke oliefilm, at der for alle metoderne var prøve nok, det er kun et spørgsmål om, hvor meget der aktuelt blev samlet op, og ingen af GC-analyserne viser tegn på kontaminering. I bilag 3, side 11 er som eksempel afbilledet chromatogrammerne for de fire prøveopsamlinger for dag 1, med henholdsvis direkte opsamling i glasflaske og med den "Norske hov". De øvrige opsamlingsmetoder viste samme konsistente analyseresultat.

Prøvetagning tyk oliefilm



Figur 2. Gaschromatogrammer af olie opsamlet fra tyk oliefilm. Øverste chromatogram er fra den friske råolie, og der ses en jævn fremadskridende fordamning med stigende antal timer og dage olien har ligget i vandet.

Når alle metoder tilsyneladende kan opsamle olieprøver fra tyk film uden kontaminering, imodsætning til det der viste sig for den tynde film, er det fordi oliemængden er så stor, at en eventuel kontaminering fortyndes meget. Da det under de fleste omstændigheder er problemfrit at opsamle olieprøver fra en tyk oliefilm direkte i glasflasker, og da det foregår med mindst risiko for kontaminering, anbefales denne prøveopsamlingsmetode.

GC/MS-analyserne fra den tykke film er i dette arbejde udført på prøver opsamlet direkte i glas.

Prøvetagning
tynd oliefilm

Prøveopsamling fra tynd oliefilm er mere vanskelig. Bilag 3, side 8, 9 og 12 viser GC-profilerne for hhv. Hydroil, direkte i glas, "Norsk hov" og de to oil sorbents.

Hydroil (tefloncoated metalgitter) gav det mest tilfredsstillende resultat. Dvs. tilstrækkelig med prøve uden kontaminering fra opsamlingsmaterialet.

Opsamling direkte i glas gav ikke tilstrækkelig med prøve, det gjorde "Norsk hov" og øvrige metoder bortset fra oil sorbents heller ikke, og desuden afgav de kontaminerende stoffer. Oil sorbents af polyethylen og polypropylen opsuger mere end rigeligt med olie (tabel 2, side 15), men efter ekstraktion af olien er den kontamineret. Mest tydeligt ses det for den polypropylenbaserede sorbent fra 3M, hvor oliekomponenterne helt er overskygget af restprodukter i polypropylenen. Den i dette forsøg afprøvede polyethylen sorbent gav et pænt profil af oliekomponenter, men der ses en forvrængning af n-alkan mønsteret i fronten af chromatogrammet. En analyse af den rene sorbent uden olie gav forklaringen på det (bilag 3, side 10). Polyethylenen indeholder, hvad der sandsynligvis er en række n-alkaner i dette område. På samme

side i bilaget er blank-analysen for polypropylenen også vist, og kontamineringsmønsteret fra olieprøverne genkendes.

Naturlig
kontaminering

I alle GC-analyserne fra den tynde film ses der enkelte skarpe toppe, der ikke er en del af olien. Der er også her tale om kontaminering af olieprøverne, dog ikke fra prøvetagningen, men fra stoffer der er tilstede i havvandet. Disse stoffer, hovedsagligt naturligt forekommende biologisk forbindelser fra alger o.lign., ekstraheres af olien på havet, og adsorberes også til prøvetagningsudstyret. Hvis små oliemængder skal analyseres, vil denne form for kontaminering uundgåeligt være relativ stor i forhold til oliekomponenterne. Så længe der er tale om få veldefinerede toppe, spiller de dog ingen rolle i forbindelse med identifikationsanalyser.

Laboratorieforsøg
med teflonvæv

De afprøvede prøvetagningsteknikker viste, at adsorption til teflon var den mest effektive metode til opsamling fra tynde oliefilm. Brug af teflon- og glasfiberbaseret prøvetagning er rapporteret før (Bentz, 1980; Guard et al., 1980; Butt et al., 1986), men der har ikke været angivet en nedre grænse for opsamlet oliemængde. For at få et indtryk af hvor effektivt olien adsorberes til teflon, er der efterfølgende udført et mindre laboratorieeksperiment. Et stykke teflonvæv på 5x10 cm blev ført igennem en oliefilm på ca. 1 μ , dannet ved at sprøjte 10 μ l olie ud på en vandoverflade i et bægerglas med 12 cm i diameter. Teflonvævet blev holdt lodret og hævet og sænket, mens det blev ført igennem vandet. Visuelt kunne det observeres at olien blev adsorberet til teflonvævet og på denne måde "støvsuget" fra vandoverfladen. Teflonvævet blev skyllet med CCl₄, og resultatet af GC-analysen fremgår af bilag 3, side 13; et tydeligt og kontamineringsfrit gaschromatogram. De 10 μ l olie er nok til mere

end hundrede GC og GC/MS analyser, så opsamling af små oliemængder er derfor i sig selv ikke et problem.

Når det med Hydrooil-teknikken ikke lykkedes at opsamle mere olie end tilfældet var, på trods af at det tefloncoatede areal er på størrelse med det, der blev anvendt i laboratorieforsøget, skyldes det nok at olien på havet ikke er jævnt fordelt. Måske kunne der være opsamlet mere olie, hvis prøvetageren var ført rundt omkring i et større vandareal, men det kan også være, at det er nødvendigt med et andet design. Flere målrettede forsøg er derfor påkrævet.

GC/MS-analyser

Ved en olieidentifikation er det resultatet af GC/MS-analyserne, der er afgørende for om to olier kan anses for at være identiske. De forskelle der observeres må kunne forklares ved forvitring af den forurenende olie, bortset herfra skal "fingeraftrykkene" indenfor analyseusikkerheden være ens.

Med en eksperimentelt påført forurening er der ikke tvivl om identiteten af olierne, og analyserne skal derfor vise dette.

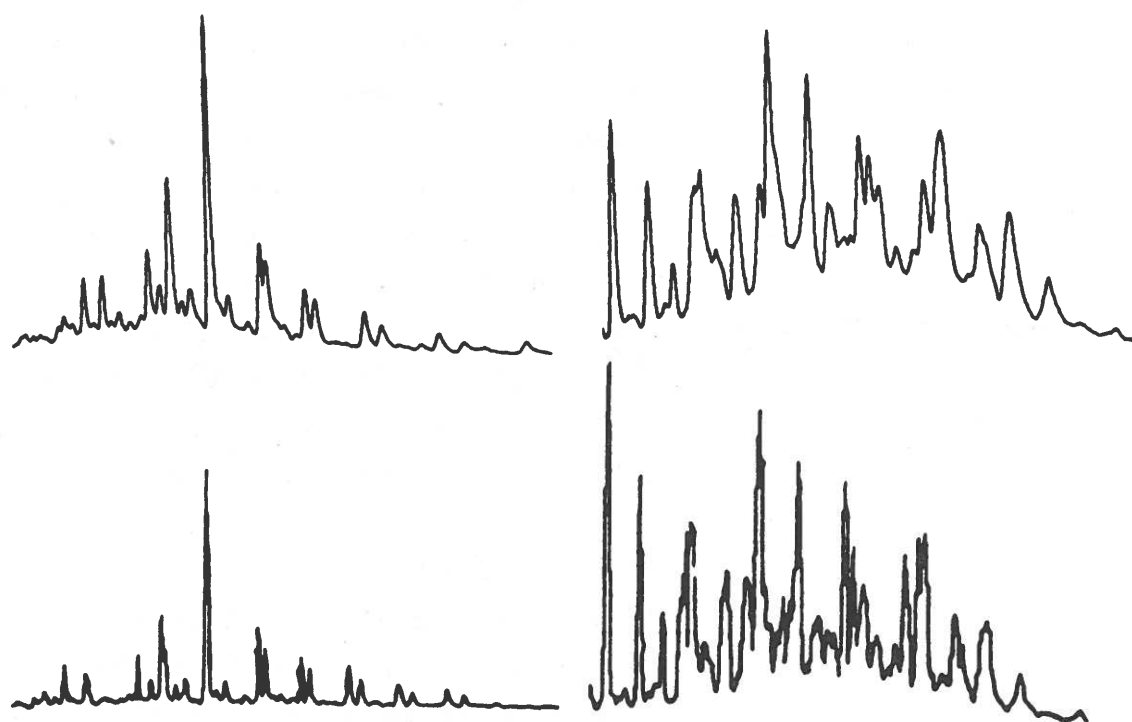
I bilag 6, side 55-85 kan ionchromatogrammerne sammenlignes fra hhv. udgangsolien og en prøve fra den tykke film efter 3.5 døgn. Ligesom GC-profilerne viste, er der efter 3.5 døgn sket en kraftig fordampning og/eller udvaskning fra den lettere del af olien, mens den højt kogende del kvalitativt kan ses at være identisk med udgangsolien. (Sammenlign ionsporerne på f.eks. bilag 6, siderne 55, 56, og 57, der repræsenterer et nor-hopan ionfragment med massen 177.16. Bemærk at der er stigende retentionstid fra siderne 55-57. Indtil tiden 20 min. er der tydeligt forsvundet stof fra olieprøven efter 3.5 døgn, men herefter er ionchromatogrammerne kvalitativt ens).

Udover den forventede effekt af fordampning og

udvaskning kan der ikke observeres anden nedbrydningen i form af f.eks. selektiv fjernelse af komponenter. Photooxidation har været mistænkt for at kunne vanskeliggøre identifikationsanalyser, men i overensstemmelse med konklusionen fra Johnsen og Brandvik (1989) er det ikke tilfældet.

Sammenligning af analysedata

Ved identifikation af olier vha. "fingerprinting" er det vigtigt, at de to olier sammenlignes med analysedata opnået ved kørsel på samme instrument og under ens analysebetingelser. Det kan ikke forventes, at analyser foretaget i forskellige laboratorier viser fuld overensstemmelse. Alligevel er det værd at bemærke, at der i Dahl og Speers (1985) er vist ionchromatogrammer fra Osebjerg råolie af steran- og hopan-ionfragmenter. I figur 3 er de sammenlignet med de tilsvarende chromatogrammer fra dette arbejde, og der er en virkelig god overensstemmelse. Der er forskel på den chromatografiske separationen i de to sæt chromato-



Figur 3. GC/MS-ionfragmentogrammer af Osebjerg råolie.
 Øverst: Dette arbejde. Nederst: Dahl & Speers, 1985
 Venstre: m/e 191, triterpaner. Højre: m/e 217, steraner.

- grammer, fordi der i Dahl og Speers (1985) er analyseret på den mættede fraktion af råolien, og der er anvendt split-injektionsteknik.
- MS-instrumenttype** GC/MS-analyserne er i dette arbejde udført på et højopløseligt magnetisk-sektor massespektrometer (VG 70-250S). Det er en fordel at benytte højopløselig massespektrometri, fordi det derved er muligt at analysere olieprøver uden forudgående fraktionering og alligevel undgå interfererende toppe fra ionfragmenter med nærliggene masser (Brorøy et al., 1981). Til rutinebrug er det ikke altid muligt at få tilgang til et højopløseligt massespektrometer og fornylig har Hwang, 1990 demonstreret, at et lavopløseligt quadrupolinstrument af bench-top typen (HP GC/MSD), kan præstere biomarkøranalyser, der kan sammenlignes med tilsvarende målt på et magnetisk massespektrometer.
- Forvitring** Den tiltagende forvitring af olien på havet, som en funktion af tiden, introducerer en forskel i forhold til udgangsolien, som der må tages hensyn til ved identifikationsanalyser. Det er almindeligt kun at fokusere på den tunge del af olien, der antages at være upåvirket af forvitring (Shen, 1984), men da chromatogrammerne indeholder information til en, i det mindste, semikvantitativ beskrivelse, må det være målet at kunne gøre dette.
- Databehandling** Ved oliekorrelationsstudier er det almindeligt, at underkaste de chromatografiske data en eller anden form for normalisering. Det sker for at lette visuel sammenligning, og det giver mulighed for computerbaseret databehandling (Butt et al., 1986).
- Normalisering af retentionstid sker oftest ved at standardisere retentionsakserne til antallet af n-alkanernes kulstofatomer. Tophøjder skales til højeste top i chromatogrammet eller til en intern standard; det kan være en udvalgt

komponent i olien (sædvanligvis en n-alkan) eller et tilsat standardstof. De normaliserede tophøjder (eller toparealer) kan udtrykkes i procent i forhold til den valgte interne standard (Delvigne, 1985), men da resultaterne skal sammenlignes med den uforvitrede olie, er det mere informativt med det samme at beregne genfindingsprocenten af de enkelte komponenter i forhold til den uforvitrede olie (Harrison et al., 1975; Bentz, 1980).

I dette feltforsøg er databehandlingen foretaget som beskrevet i Wrang et al, 1990, med normaliseringsformlerne:

$$N_x = \frac{A_x}{\frac{1}{5} (A_{20} + A_{21} + A_{22} + A_{23} + A_{24})}$$

$$G_x = \frac{N_{x(\text{forvitret olie})}}{N_{x(\text{frisk olie})}} \times 100\%$$

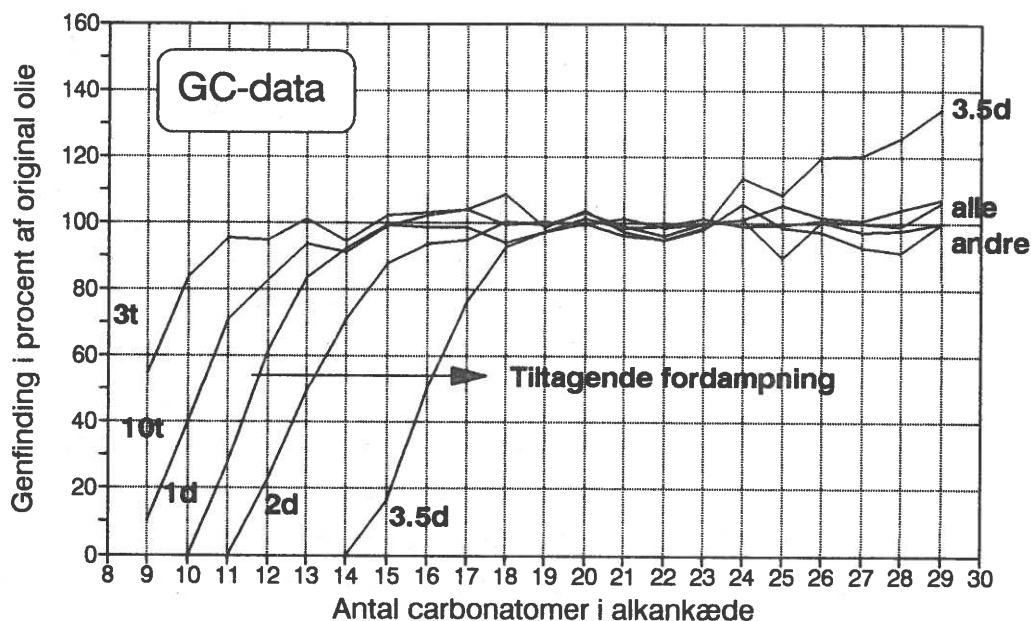
- N_x = Normeret koncentration af komponent x
 (relativ i forhold til intern standard)
 A_x = Areal af komponent x
 A_{20} = Areal af n-alkan med 20 kulstofatomer
 G_x = Genfindingsprocent af komponent x i forhold
 til den friske olie

Normeringen sker i forhold til et gennemsnit af n-alkaner med 20 til 24 kulstofatomer, fordi de ligger uden for fordampningszonen og derfor kan bruges som olieprøvernes egne interne standarder. Der anvendes et gennemsnit for at udjævne tilfældig analytisk variation på bestemmelsen af hver enkelt n-alkan.

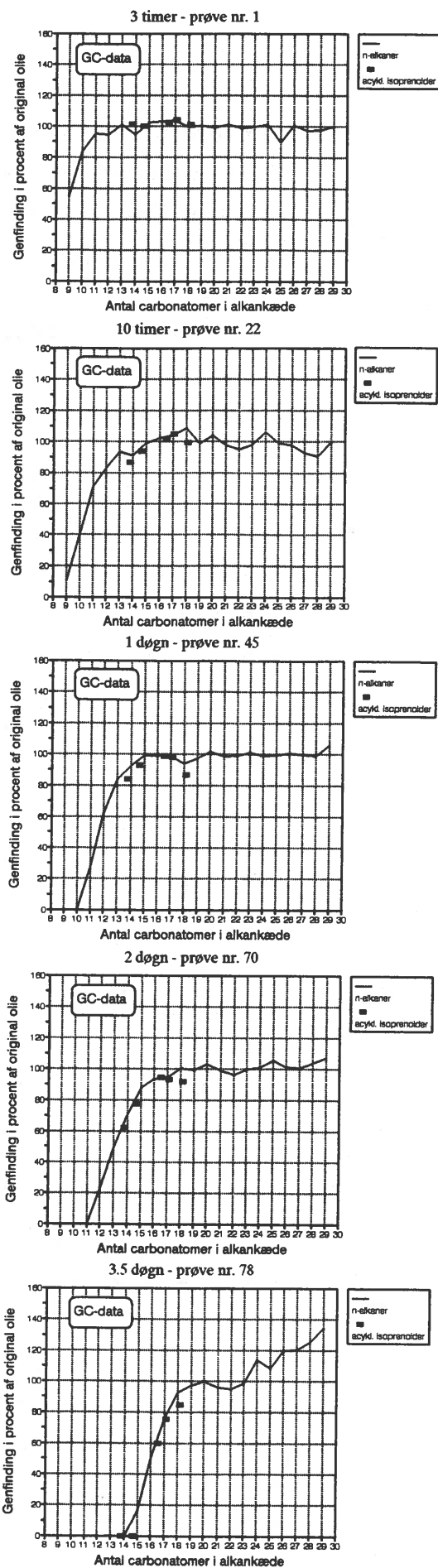
Forvittrings-
diagrammer

Fra gaschromatogrammerne er genfindingsprocenterne beregnet for n-alkanerne og de mest forekommende acykliske isoprenoider. I figur 4 og 5 er de beregnede værdier for prøver fra den tykke oliefilm plottet. Figur 4 viser alle n-al-

kankurverne samlet, så den fremadskridende fordamningsproces mere illustrativt fremgår. I løbet af de 3.5 døgn oliepletten er fulgt, er der fra den lette del af olien, op til C_{18} , sket en jævn tiltagende fordamning. C_{18} til C_{29} ligger på 100% linjen og er derfor ikke påvirket af forvitringen. Det gælder dog ikke for den tungeste del af n-alkanerne i prøven fra 3.5 døgn, de ligger over 100% linjen. Det kan umiddelbart forklares ved, at der er sket en refordeling i olien, så den del af oliepletten, prøven er taget fra har fået et større indhold af tungere n-alkaner, end den friske olie oprindeligt havde. De acykliske isoprenoider (figur 5) følger kurven for n-alkanerne, i overensstemmelse med, at de ligesom n-alkanerne ikke er særligt vandopløselige, og derfor fordamper i samme takt som dem. Den tungeste isoprenoid, phytan, har en tendens til at ligge lidt for lavt. Det er fordi phytans GC-top i disse prøver har en "skulder", så en nøjagtig integration af toparealet i dette tilfælde er vanskelig.



Figur 4. Fordampning fra tyk oliefilm. Den relative koncentration af n-alkaner som funktion af tiden, beregnet fra GC-data.



Figur 5. Fordampning fra tyk oliefilm. Den relative koncentration af n-alkaner (-) og acykliske isoprenoider (-) som funktion af tiden, beregnet fra GC-data.

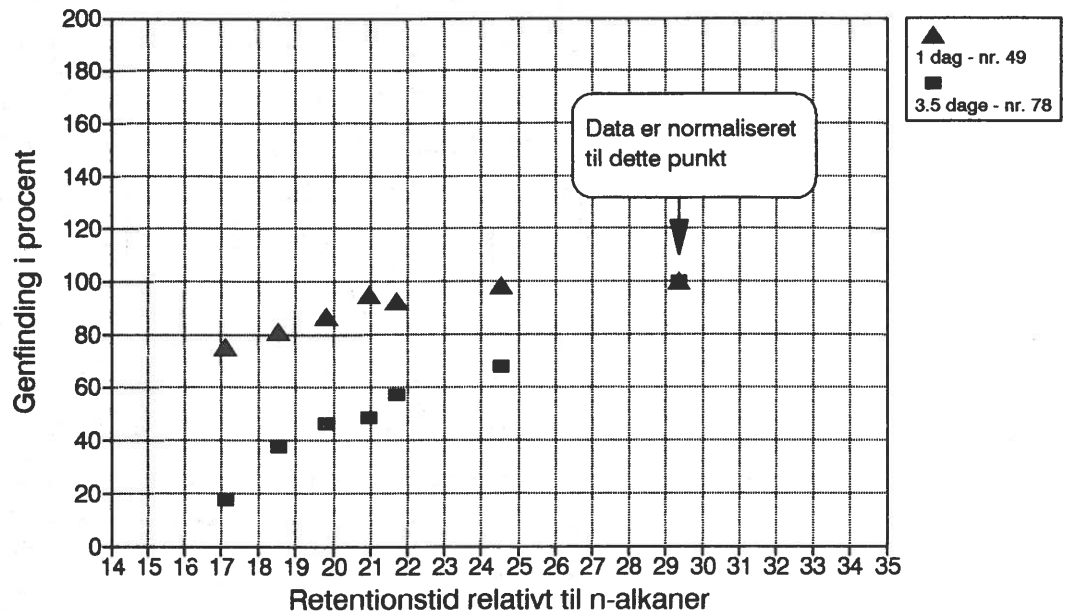
Beregning af genfindingsprocenter for GC/MS-data foregår på samme måde som for GC-data. Imidlertid er ionchromatogrammerne for de enkelte ionfragmenter ofte meget detaljeret, så det er ikke realistisk at kvantificere alle toppe. Det er heller ikke nødvendigt, prøverne er jo oprindelig fra samme olie, så bortset fra forvitring skal ionchromatogrammerne være ens. Fra de enkelte ionchromatogrammer udvælges derfor kun repræsentative toppe. De udvalgte toppe fremgår af bilag 6, side 55-85. Forvittringsdiagrammerne er afbilledet i bilag 4. Hvert diagram er et gennemsnit af dobbeltbestemmelsen på de enkelte prøver analyseret med GC/MS. Til hvert prøvetagningstidspunkt er der for prøverne fra den tykke oliefilm analyseret tre prøver, dvs. fra tre forskellige prøvetagningssteder. Bilag 4, side 14-34 indeholder diagrammerne for prøver fra tyk oliefilm, mens side 35-38 indeholder diagrammerne fra den tynde oliefilm.

De traditionelle biomarkører, dvs. hopaner og steraner følger det forventede forvittringsforløb. De er lidt vandopløselige, og skal derfor fordampe sideløbende med n-alkaner og acykliske isoprenoïder (Bilag 4, side 14-25 - bemærk, at punktet for C₁₉ afviger en del fra de omkringliggende, det er fordi der er en coeluerende forbindelse, som ved GC/MS-analysen interfererer med denne n-alkan). Efter 3.5 døgn, hvor de tungere n-alkaner ligger over 100% linjen, forbliver biomarkørerne på 100%.

De mere polære stofgrupper, naphthalenerne (bilag 4, side 26-28), phenanthrenerne (bilag 4, side 29-31) og dibenzothiophenerne (bilag 4, side 32-34), opfører sig generelt set på samme måde. Dag 1 og 2 ligger de over 100% linjen (optil 150%), mens de efter 3.5 døgn ligger under.

Det forventede forvittringsforløb af polære forbindelser, vil være et fordampningsprofil i lighed med de alifatiske komponenter, men at genfindingsprocenterne vil være lavere, fordi de polære forbindelser tillige er udsatte for udvaskning (Wrang et al., 1990). De lavere værdier efter 3.5 døgn kan altså forklares ved en øget udvaskning (foruden øget fordampning, naturligvis). Værdier over 100% kan fysisk forklares ved en refordeling i olien, men det er ikke sandsynligt allerede efter 3 timer. Det formodes, at der er tale om en analytisk-kemisk effekt ved detektionen af disse forbindelser i massespektrometret, en såkaldt matrix-effekt. Tilstedeværelsen af coeluerende stoffer påvirker ioniseringen i massespektrometrets ionkilde med en ændring af responsen tilfølgende (Charles og Tondeur, 1990). Pga. oliens komplekse kemiske sammensætning er der ikke chromatografisk adskillelse af stofferne, så det er rimeligt at forvente en matrixeffekt. Hvis to olieprøver, der sammenlignes, er næsten ens i sammensætning vil en matrix-effekt påvirke de to analyser lige meget, men i tilfældet med en forvitret olie, der skal sammenlignes med en frisk olie, er der stor forskel i sammensætningen. For at få et fingerpeg om formodningen af en matrix-effekt er korrekt, er phenanthrenerne blevet analyseret efter fraktionering af olieprøverne på en silikagelsøjle. Aromatfraktionen indeholder ikke n-alkanerne, så de kan ikke bruges som interne standarder, derfor er der normaliseret til den målte top med størst retentionstid (figur 6). 100% niveauet kan ikke sammenlignes med de øvrige diagrammer, men det ses, at der er opnået et mere jævnt forløb af forvittrings-

profilerne for de to tidspunkter. Disse analyser indikerer en matrix-effekt, men det er nødvendigt med flere systematiske undersøgelser.



Figur 6. Analyse af aromatfraktion med MS-descriptor C: Phenanthrener. Data er fra enkeltbestemmelser af frisk olie sammenlignet med prøver efter 1 døgn og 3.5 døgn udtaget fra tyk film.

Refordelingen af de tungere n-alkaner er derimod reel nok. GC-analyserne viser den samme tendens, og den ses først efter en fremskreden forvitring af olien, så det er en følge af den forandring olien gennemløber. Endvidere er udfældning af paraffin et velkendt fænomen i f.eks. sloptanke i skibe, og de såkaldte "tar balls" på havet (Albaigés og Albrecht, 1979). Bilag 6, side 35-38 viser forvittringsdiagrammerne for den tynde film, og her er refordelingen af n-alkanerne mere udtalt, og ses i prøverne fra alle tidsintervallerne. Den tynde oliefilm er udsat for en kraftig forvitring selv efter kort tid, så det at refordelingen observeres i alle prøverne, støtter antagelsen fra tykfilmsprøverne om, at det er en konsekvens af en fremskreden forvitring. Fra den

tynde film kan der også forventes stor spredning i forvittringsgrad uafhængig af prøvetagningstidspunkt, hvilket også ses at være tilfældet. Det er interessant, at også for disse prøver, ligger biomarkerne stadig på 100% linjen. Dog er prøven efter 3 timer en undtagelse. I intervallet C_{17} til C_{24} har n-alkanerne en unormal fordeling, mens biomarkerkurven har et normalt fordampningsforløb. Det tyder på, at n-alkanerne har været udsat for biodegradering efter prøvetagningen, og det er ikke usandsynligt med de små mængder olie, der blev udtaget af den tynde oliefilm. Da biomarkerne normaliseres i forhold til C_{20} - C_{24} , vil kurven for dem rykkes opad, når der er fjernet n-alkaner i dette interval i forhold til udgangsolien. Uden biodegradering ville biomarkerne også for denne prøve ligge på 100% linjen.

Ved en anden fordeling af stof i olien på havet, vil komponenter der forekommer i øget koncentration ét sted mangle et andet. Refordelingen af n-alkaner skulle derfor kunne spores til andre dele af olien, hvis prøveudtagningen har været repræsentativ for hele olien. Da den samme refordeling observeres både i tyk og tynd film, må der mindst være én yderligere fase af olieudslippet tilstede i havet, hvor en modsatrettet refordeling kan findes.

4 Konklusion

De afprøvede prøvetagningsteknikker for tynd oliefilm ($< 1\mu$) viste sig ikke at være brugbare. Polymermaterialer kontaminerer olieprøven og uden oil sorbents er det et problem at få samlet nok olie op. Hydroil-systemet baseret på adsorption til teflon gav de bedste resultater, og en laboratorietest af teflonvæv viste, at det skulle være muligt at designe en effektiv prøveopsamler til tynd film, der fungerer ved adsorption af olien til teflon.

Kontaminering af prøver fra tyk oliefilm kunne ikke konstateres, men for at være sikker i alle tilfælde, anbefales det at samle prøver op i glasflasker.

Identifikation af forvitret olie med frisk olie vha. GC og GC/MS "fingerprinting" kunne uden problemer foretages på alle prøver fra 3 timer til 3.5 dage efter udslippet. Beregning af den relative genfindning i forhold til frisk olie viste sig at være velegnet til dokumentation af forvittringsforløbet.

Efter 3.5 dage viste prøver fra tyk oliefilm en fordeling af højere n-alkaner, så indholdet steg relativt sammenlignet med udgangsolien. Den samme udvikling kunne konstateres i alle prøverne fra tynd film.

MS-detektionen af naphthalener, phenanthrener og dibenzothiophener formodes at være påvirket af co-eluerende stoffer, så vurderingen af forvittringsforløbet blev vanskeliggjort.

5 Litteratur

- Albaigés, J. (1980) Fingerprinting petroleum pollutants in the Mediterranean Sea. I: Albaigés, J. (ed.) Analytical Techniques in Environmental Chemistry. Proceedings of the International Congress, Barcelona, Spain, November 1978, Pergamon Press. s.69-81.
- Albaigés, J. og Albrecht, P. (1979) Fingerprinting marine pollutant hydrocarbons by computerized gas chromatography-mass spectrometry. Int. J. Environ. Anal. Chem. 6: 171-190.
- Bentz, A.P. (1980) Oil spill identification and remote sensing. I: Petrakis, L. og Weiss, F.T. (eds.) Petroleum in the Marine Environment. Advances in Chemistry Series 185. American Chemical Society, Washington. s. 55-86.
- Bentz, Alan P. (1976) Oil spill identification. Anal. Chem. 48 (6): 455A-472A.
- Brassel, S.C. og Eglinton, G. (1980) Environmental chemistry - an interdisciplinary subject. Natural and pollutant organic compounds in contemporary aquatic environments. I: Albaigés, J. (ed.) Analytical Techniques in Environmental Chemistry. Proceedings of the International Congress, Barcelona, Spain, November 1978, Pergamon Press. s.1-22.
- Brorøy, M., Brooks, P.W. og Hall, K. (1981) An Oil/Oil Correlation Study Utilising High Resolution GC-MS. Advances in Organic Geochemistry 1981: 87-93.
- Butt, L.A., Duckworth, D.F. og Perry, S.G. (1986) Characterization of spilled oil samples: purpose, sampling, analysis and interpretation. Institute of Petroleum, Marine Environmental Committee. John Wiley. 95 s.
- Carter, Mike H. (1982) Capillary column chromatography-mass spectrometry-computer analysis of environmental spills. J. Chr. 235:165-172.

- Charles, Judith M. og Tondeur, Yves (1990) Choosing between high-resolution mass spectrometry and mass spectrometry/mass spectrometry: environmental applications. Environ. Sci. Technol. 1990(24): 1856-1860.
- Dahl, B. og Speers, G.C. (1985) Organic geochemistry of the Oseberg Field (I). I: Thomas B.M. et al. (eds.) Petroleum geochemistry in exploration of the Norwegian Shelf. Proceedings of a Norwegian Petroleum Society (NPF) conference held in Stavanger, 22-24 October 1984. Graham & Trotman, London. s. 185-195.
- Daling, Per S. og Brandvik, Per J. (1989) Oljeprøver for Nordtest i forbindelse med et eksperimentelt oljeutslipp på Haltenbanken, juli 1989. IKU rapport 89.080, Institutt for Kontinentalsokkelundersøkelser og Petroleumsteknologi AS, Trondheim, Norge. 16 s.
- Delvigne, Gerard A.L. (1985) Experiments on natural and chemical dispersion of oil in laboratory and field circumstances. Oil spill conference 1985, American Petroleum Institute Publication No. 4385. s. 507-514.
- Drews, A.W. (1989) Manual on hydrocarbon analysis: 4th edition. ASTM manual series, MNL 3. American Society for Testing and Materials. 820 s.
- Farrán, A., Grimalt, J., Albaigés, J., Botello, A.V. og Mqcko, S.A. (1987) Assessment of petroleum pollution in a Mexican river by molecular markers and carbon isotope ratios. Mar. Pollut. Bull. 18(6): 284-289.
- Grahl-Nielsen, Otto og Lygre, Terjre (1990) Identification of samples of oil related to two spills. Mar. Pollut. Bull. 21(4): 176-183.
- Guard, H.E., Disalvo, L.H. og Ng, J. (1980) Determination and identification of hydrocarbon pollutants by thin-layer chromatography. I: Albaiges, J. (ed.) Analytical techniques in environmental chemistry. Proceedings of the International Congress, Barcelona, Spain, November 1978, Pergamon Press. s. 63-68.

- Harrison, Wyman; Winnik, Mitchell; Kwong, Paul T.Y. og Mackay, Donald (1975) Crude oil spills. Disappearance of aromatic and aliphatic components from small sea-surface slicks. *Env. Sci. Tech.* 9(3): 231-234.
- Hwang, R.J. (1990) Biomarker analysis using GC-MSD. *J. Chr. Sci.* 28: 109-113.
- Jones, D.M.; Rowland, S.J. og Douglas, A.G. (1986) Steranes as indicators of petroleum-like hydrocarbons in marine environment. *Mar. Pollut. Bull.* 17(1): 24-27.
- Johns, R.B. (1986) Biological markers in the sedimentary record. *Methods in geochemistry and geophysics*, 24. Elsevier, Amsterdam. 364 s.
- Philp, R.P. (1985) Fossil fuel biomarkers. *Methods in Geochemistry and Geophysics* 23, Elsevier, Amsterdam. 294 s.
- Philp, R.P. og Gilbert, T.D. (1986) The detection and identification of biological markers by computerized-gas chromatography-mass spectrometry. I: Johns, R.B. (ed.) *Biological markers in the sedimentary record. Methods in geochemistry and geophysics*, 24. Elsevier, Amsterdam. s. 227-248.
- Pritchard, Sonia Zaide (1987) Oil pollution control. Croom Helm, London. 231 s.
- Rasmussen, Dorte (1985) Oil spill modeling - A tool for cleanup operations. Oil spill conference 1985, American Petroleum Institute Publication No. 4385. s. 243-249.
- Shen, Jacob (1984) Minimization of interferences from weathering effects and use of biomarkers in identification of spilled crude oils by gas chromatography/mass spectrometry. *Anal. Chem.* 56: 214-217.
- Johnsen, S. og Brandvik, P.J. (1989) Nordtest - identifisering av oljesøl. Betydning av fotooksydasjon for GC/MS - identifisering av oljesøl. IKU rapport 89.093, Institutt for Kontinentalsokkelundersøkelser og Petroleums-teknologi AS, Trondheim, Norge. 35 s.
- Wrang, Per (1989) Olieidentifikasjon ved GC/MS II, Fingerprinting af biomarkører, Generelle principper og metodebeskrivelse. DMU rapport 9-7001, Danmarks Miljøundersøgelser, Afdeling for Miljøkemi, København, Danmark. 33 s.

Wrang, Per; Cederberg, Tommy og Storr-Hansen, Eva (1990) Olieidentifikation ved GC/MS III, forvitring. DMU rapport 9-7001, Danmarks Miljøundersøgelser, Afdeling for Miljøkemi, København, Danmark. 80 s.

6 Figure and table captions

Table 1. Applied sampling techniques.
(Hydroil is the name of a commercial system based on adsorption to a teflon coated metal screen. "Hov" means a cone made of polyethylene polymer)

Table 2. Amount of oil sampled from thin oil film by the use of oil sorbents.
(PP: Polypropylene, PE: Polyethylene)

Figure 1. Weathering of an oil slick at sea.
(The figure is from Rasmussen, 1985)

Figure 2. Gas chromatograms of oil sampled from thick oil film. Upper chromatogram is the fresh crude oil, and the following chromatograms show the increasing weathering of the oil, as a function of exposure time to the sea.

Figure 3. GC/MS-ion chromatograms of Osebjerg crude oil. Upper traces: This work. Lower traces: Dahl & Speers, 1985. Left: m/e 191, triterpanes. Right: m/e 217, steranes.

Figure 4. Evaporation from thick oil film. Relative concentration of n-alkanes as a function of time. Calculated from GC-data.

Figure 5. Evaporation from thick oil film. Relative concentration of n-alkanes (-) and acyclic isoprenoids (•) as a function of time. Calculated from GC-data.

Figure 6. Analysis of aromatic fraction by MS-descriptor C: Phenanthrenes. Data are from single measurements of fresh oil compared with samples after 1 day and 3.5 days taken from thick film.

7 Bilagsindholdsfortegnelse

Bilag 1: Prøveoversigt	1
Signatur for prøvetagningsmetoder	1
GC-analyser	2
GC/MS-analyser: Descriptor A	3
GC/MS-analyser: Descriptor B, C og D	4
Prøvenummeroversigt	5
Bilag 2: Instrumentparametre	6
GC-instrumentparametre	6
GC/MS-instrumentparametre	6
MS-descriptor A, B, C og D	7
Bilag 3: Gaschromatografi	8
Tynd oliefilm: Hydroil, polyethylen oil sorbent	8
Tynd oliefilm: Glas, polypropylen oil sorbent	9
Blank: Polyethylen og polypropylen oil sorbent	10
Replikater tyk oliefilm 1 døgn: Glas, Norsk hov	11
Replikater tynd oliefilm 1 døgn: Glas, Norsk hov	12
Lab.eksperiment: Olieopsamling fra tynd oliefilm med teflonnet	13
Bilag 4: GC/MS (forvittringsdiagrammer)	14
Descriptor A: Tyk oliefilm, 10 timer, prøvenr.	26
-	27
-	28
Tyk oliefilm, 1 dag, prøvenr.	49
-	50
-	51
Tyk oliefilm, 2 dage, prøvenr.	70
-	71
-	72
Tyk oliefilm, 3.5 dage, prøvenr.	78
-	79
-	80
Descriptor B: Tyk oliefilm, 1 dag, prøvenr.	49
-	70
-	78
Descriptor C: Tyk oliefilm, 1 dag, prøvenr.	49
-	70
-	78
Descriptor D: Tyk oliefilm, 1 dag, prøvenr.	49
-	70
-	78
Descriptor A: Tynd oliefilm, 3 timer, prøvenr.	20
-	43
-	67
-	94
Bilag 5: Arealer fra GC/MS-ionchromatogrammer	39
Alle analyser	39-54
Bilag 6: GC/MS-ionchromatogrammer	55
Frisk olie OA og tyk oliefilm prøvenr. 78,	
Descriptor A, B, C og D	55-85

Prøveoversigt

Signatur for prøvetagningsmetode:

- α Direkte på glasflaske overført med aluminiumsform
- Φ Oilsorbent (3M) - polypropylen
- θ Oilsorbent (Svensk) - polyethylen
- ø Hydroil med teflongitter
- ε Hydroil uden teflongitter
- Ω Norsk hov - glasflaske
- ∩ Svensk hov - polyethylenflaske
- # Rød plastbøtte med hul
- * Blå plastiksigte/hvid plastbøtte
- ∞ Metalsigte

	3 timer	10 timer	1 døgn	2 døgn	3.5 døgn
tyk oliefilm > 1 mm:	α Ω ∩	α Ω ∩	α Ω ∩	#	∩ * ∞
	α Ω	α Ω	α Ω	#	* ∞
	α Ω	α Ω	α Ω	#	* ∞
	α Ω	α Ω	α Ω	#	* ∞
tynd oliefilm < 1 μ	α Ω Φ θ ø ε	α ∩ # Φ θ ø ε	α Ω Φ θ ø ε ∩		α ∩ Φ θ ø ε
	α Ω	α # Φ	α Ω Φ		α ∩ Φ θ
	α Ω	α # Φ	α Ω Φ		α Φ
	Ω	α Φ	α Ω Φ		α Φ
	Ω				

Frisk olie

Blanke

α	Φ	θ	Ω	∩	*	#
β	Φ	θ				
	Φ	θ				

GC - analyser:

	3 timer	10 timer	1 døgn	2 døgn	3.5 døgn
tyk oliefilm > 1 mm	□ Ω Π	□ Ω Π	□ Ω Π	#	Π * ∞
	□ Ω	□ Ω	□ Ω	#	* ∞
	□ Ω	□ Ω	□ Ω	#	* ∞
	□ Ω	□ Ω	□ Ω	#	* ∞
tynd oliefilm < 1 μ	□ Ω Φ Θ ∅ €	□ Π # Φ Θ ∅ €	□ Ω Φ Θ ∅ € Π		□ Π Φ Θ ∅ €
	□ Ω	□ # Φ	□ Ω Φ		□ Π Φ Θ
	□ Ω	□ # Φ	□ Ω Φ		□ Φ
	Ω	□ Φ	□ Ω Φ		□ Φ
	Ω				

Frisk olie

α
β

Blanke

Φ	Θ	Ω	Π	*	#
Φ	Θ				
Φ	Θ				

GC/MS - analyser: Descriptor A

	3 timer	10 timer	1 døgn	2 døgn	3.5 døgn
tyk oliefilm > 1 mm	α Ω Π	α Ω Π	α Ω Π	#	Π * ∞
	α Ω	α Ω	α Ω	#	* ∞
	α Ω	α Ω	α Ω	#	* ∞
	α Ω	α Ω	α Ω	#	* ∞
tynd oliefilm < 1 μ	α Ω φ θ ρ ∈	α Π # φ θ ρ ∈	α Ω φ θ ρ ∈ Π		α Π φ θ ρ ∈
	α Ω	α # φ	α Ω φ		α Π φ θ
	α Ω	α # φ	α Ω φ		α φ
	Ω	α φ	α Ω φ		α φ
	Ω				

Frisk olie

Blanke

α

β

φ θ Ω Π * #

φ θ

φ θ

GC/MS - analyser: Descriptor B, C og D

	3 timer	10 timer	1 døgn	2 døgn	3.5 døgn
tyk oliefilm > 1 mm	α Ω Π	α Ω Π	α Ω Π	#	Π * ∞
	α Ω	α Ω	α Ω	#	* ∞
	α Ω	α Ω	α Ω	#	* ∞
	α Ω	α Ω	α Ω	#	* ∞
tynd oliefilm < 1 μ	α Ω Φ Θ ρ ε	α Π # Φ Θ ρ ε	α Ω Φ Θ ρ ε Π		α Π Φ Θ ρ ε
	α Ω	α # Φ	α Ω Φ		α Π Φ Θ
	α Ω	α # Φ	α Ω Φ		α Φ
	Ω	α Φ	α Ω Φ		α Φ
	Ω				

Frisk olie

Blanke

α

β

Φ Θ Ω Π * #

Φ Θ

Φ Θ

Prøvenummer:

Frisk olie Blanke

α OA	φ 96	θ 99	Ω 102	# 107
β OB	φ 97	θ 100	Ω 103/106	
	φ 98	θ 101	* 104/105	

3 timer

tyk oliefilm	α 5	Ω 1	η 9
	α 6	Ω 2	
	α 7	Ω 3	
	α 8	Ω 4	

2 døgn

tyk oliefilm	# 70
	# 71
	# 72
	# 73

tynd oliefilm	α 15	Ω 10	φ 18	θ 19	ø 20	ε 21
	α 16	Ω 11				
	α 17	Ω 12				
		Ω 13				
		Ω 14				

10 timer

tyk oliefilm	α 26	Ω 22	η 30
	α 27	Ω 23	
	α 28	Ω 24	
	α 29	Ω 25	

3.5 døgn

tyk oliefilm	η 81B	* 74	ω 78
		* 75	ω 79
		* 76	ω 80
		* 77	ω 81

tynd oliefilm	α 34	η 37B	# 31	φ 38	θ 42	ø 43	ε 44
	α 35		# 32	φ 39			
	α 36		# 33	φ 40			
	α 37			φ 41			

tynd oliefilm	α 82	η 92	φ 86	θ 90	ø 94	ε 95
	α 83	η 93	φ 87	θ 91		
	α 84		φ 88			
	α 85		φ 89			

1 døgn

tyk oliefilm	α 49	Ω 45	η 53
	α 50	Ω 46	
	α 51	Ω 47	
	α 52	Ω 48	

tynd oliefilm	α 58	Ω 54	φ 62	θ 66	ø 67	ε 68	η 69
	α 59	Ω 55	φ 63				
	α 60	Ω 56	φ 64				
	α 61	Ω 57	φ 65				

GC-instrumentparametre

Instrument: HP 5890A med datasystem.

Kolonne: 25m fused silica, crosslinked methylsilikone (HP-1, ultra).
Indre diameter 0.32 mm.
Filmtykkelse af stationærfase 0.53 µm.

Bæregas: Helium.

Detektor: Flammeionisationsdetektor (FID), 320°C.
H₂: 20 psi.
Luft: 38 psi.
Make up gas: Nitrogen.

Temperaturprogram: 60°C i 0.5 min.
Rate 7°C/min til 290°C.
Sluttemperatur holdes i 25 min.

Injektion: 0.3 µl on-column.

GC/MS-instrumentparametre

GC-PARAMETRE:

Instrument: HP 5890.

Kolonne: 25m fused silica, crosslinked methylsilikone (HP-1, ultra).
Indre diameter 0.2 mm, filmtykkelse af stationærfase 0.11 µm.

Temperaturprogram: 60°C i 0.5 min.
6°C/min til 300°C.
Sluttemperatur holdes i 19 min.

Injektion: 0.3 µl on-column.

MS-PARAMETRE:

Instrument: VG 70-250S (Dobbeltfokuserende magnetisk-sektor).

Resolution: 2000.

Ioniseringsmetode: Electron impact (EI), 40 eV.

Interface: GC-kolonne direkte ind i ionkilde. Interface og ionkilde
300°C.

Mode: Selective ion recording (SIR), voltage switching.

SYSTEM:METODEA		Parameters for Selective Ion Recording (00 1 KVE) (Sector)		
DAT	Data filename	A:FILENAME	IAY Maximum volts	10000
REF	Reference filename	PFK	IAR Maximum mass at IAY	1686
INS	Instrument	1:70-250S	GTM TLine 0:03:00 1:00:00 Mode EI-1S Gas	
ACH	Customer account	NERI	CHN	PKamu) S(as) D(as) PKamu) S(as) D(as)
ACV	Accelerating volts	8000	A	177.1644 00 10 Norhopaner
RES	Instrument resolution	2000	B	183.2112 00 10 Alkaner, isoprenoider
SMP	#Samples	1	C	191.1800 00 10 Hopaner
INJ	#Injections	1	D	192.9888 50 10
GRP	#Groups	1	E	192.9888 20 10
CLS	#Calibration scans	2	F	205.1957 00 10 Methylhopaner
CST	Cal. scan time (s)	10	G	217.1956 00 10 14a(H)-steraner
CTL	Cal. tolerance (ppm)	100	H	218.2035 00 20 14a(H)-steraner
CEX	Cal. examination	Y		
PEX	Peak examination	Y		
LMS	Lock span (peak widths)	2.0		
LST	Lock step (peak widths)	0.02		
FLO	Fast Lock on	Y		
TXT Sample# 1: SAMPLE IDENTIFICATION				

SYSTEM:METODEB		Parameters for Selective Ion Recording (00 1 KVE) (Sector)		
DAT	Data filename	A:FILENAME	IAY Maximum volts	10000
REF	Reference filename	PFK	IAR Maximum mass at IAY	1686
INS	Instrument	1:70-250S	GTM TLine 0:03:00 1:00:00 Mode EI-1S Gas	
ACH	Customer account	NERI	CHN	PKamu) S(as) D(as) PKamu) S(as) D(as)
ACV	Accelerating volts	8000	A	113.1330 00 20 Alkaner
RES	Instrument resolution	2000	B	154.9920 50 10
SMP	#Samples	1	C	154.9920 20 10
INJ	#Injections	1	D	156.0939 00 10 C ₂ -naphthalener
GRP	#Groups	1	E	170.1096 00 10 C ₃ -naphthalener
CLS	#Calibration scans	2	F	183.2112 00 10 Alkaner, isoprenoider
CST	Cal. scan time (s)	10	G	184.1252 00 10 C ₄ -naphthalener
CTL	Cal. tolerance (ppm)	100	H	209.2191 00 20 Bicyclonaphthalener
CEX	Cal. examination	Y		
PEX	Peak examination	Y		
LMS	Lock span (peak widths)	2.0		
LST	Lock step (peak widths)	0.02		
FLO	Fast Lock on	Y		
TXT Sample# 1: SAMPLE IDENTIFICATION				

SYSTEM:METODEC		Parameters for Selective Ion Recording (00 1 KVE) (Sector)		
DAT	Data filename	A:FILENAME	IAY Maximum volts	10000
REF	Reference filename	PFK	IAR Maximum mass at IAY	1686
INS	Instrument	1:70-250S	GTM TLine 0:03:00 1:00:00 Mode EI-1S Gas	
ACH	Customer account	NERI	CHN	PKamu) S(as) D(as) PKamu) S(as) D(as)
ACV	Accelerating volts	8000	A	178.0783 00 10 Phenanthren, anthracen
RES	Instrument resolution	2000	B	183.2112 00 10 Alkaner, isoprenoider
SMP	#Samples	1	C	192.0939 00 10 C ₁ -phenanthren
INJ	#Injections	1	D	204.9888 50 10
GRP	#Groups	1	E	204.9888 20 10
CLS	#Calibration scans	2	F	206.1096 00 10 C ₂ -phenanthren
CST	Cal. scan time (s)	10	G	220.1252 00 10 C ₃ -phenanthren
CTL	Cal. tolerance (ppm)	100	H	231.1174 00 20 Triaromatiske steraner
CEX	Cal. examination	Y		
PEX	Peak examination	Y		
LMS	Lock span (peak widths)	2.0		
LST	Lock step (peak widths)	0.02		
FLO	Fast Lock on	Y		
TXT Sample# 1: SAMPLE IDENTIFICATION				

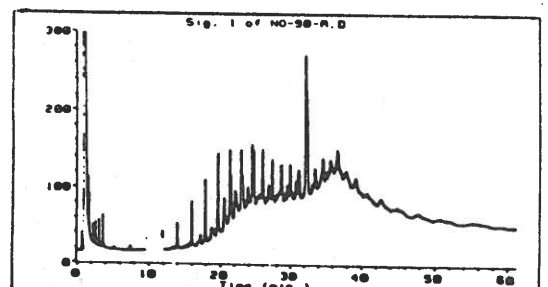
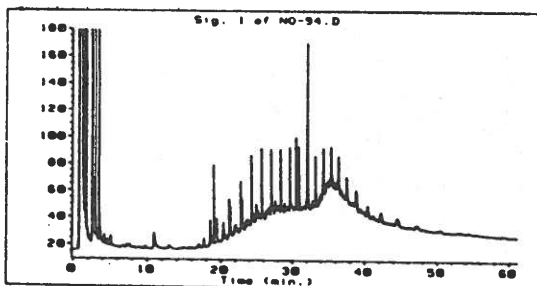
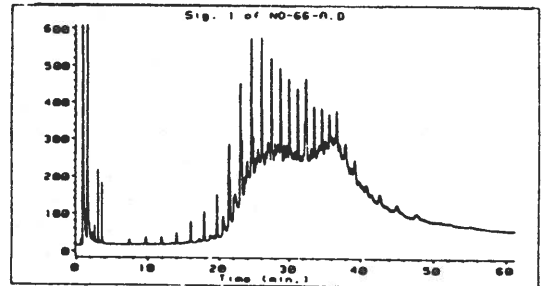
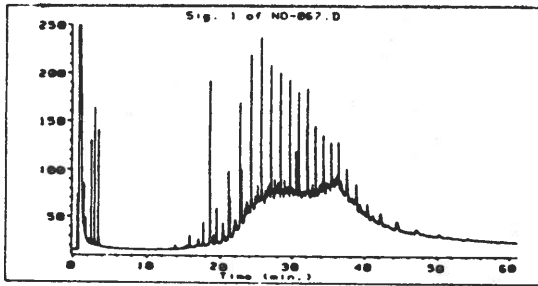
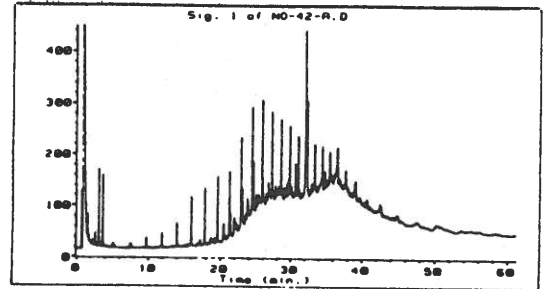
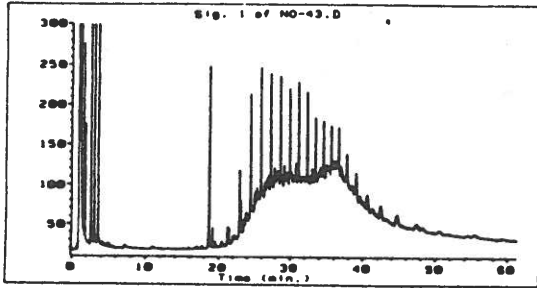
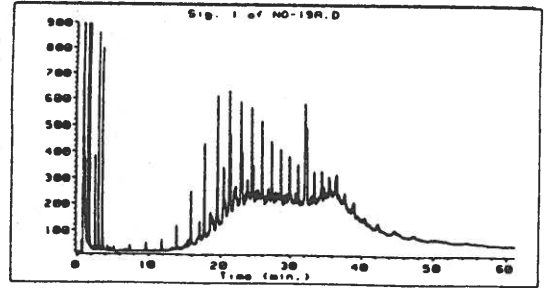
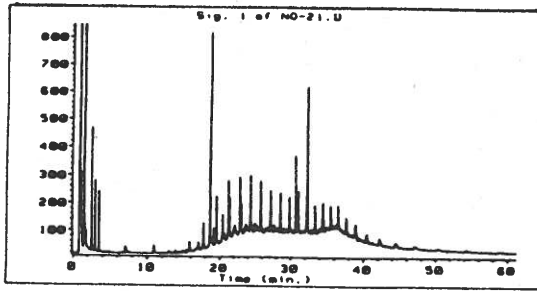
SYSTEM:METODED		Parameters for Selective Ion Recording (00 1 KVE) (Sector)		
DAT	Data filename	A:FILENAME	IAY Maximum volts	10000
REF	Reference filename	PFK	IAR Maximum mass at IAY	1686
INS	Instrument	1:70-250S	GTM TLine 0:03:00 1:00:00 Mode EI-1S Gas	
ACH	Customer account	NERI	CHN	PKamu) S(as) D(as) PKamu) S(as) D(as)
ACV	Accelerating volts	8000	A	183.2112 00 10 Alkaner, isoprenoider
RES	Instrument resolution	2000	B	184.0347 00 10 Dibenzothiophen
SMP	#Samples	1	C	190.0583 00 10 C ₁ -dibenzothiophen
INJ	#Injections	1	D	204.9888 50 10
GRP	#Groups	1	E	204.9888 20 10
CLS	#Calibration scans	2	F	212.0659 00 10 C ₂ -dibenzothiophen
CST	Cal. scan time (s)	10	G	226.0018 00 10 C ₃ -dibenzothiophen
CTL	Cal. tolerance (ppm)	100	H	253.2000 00 20 Monoaromatiske steraner
CEX	Cal. examination	Y		
PEX	Peak examination	Y		
LMS	Lock span (peak widths)	2.0		
LST	Lock step (peak widths)	0.02		
FLO	Fast Lock on	Y		

Haltenbanken - field experiment of an oil spill at sea

Thin oil film

Teflon coated metal grid (Hydroil)

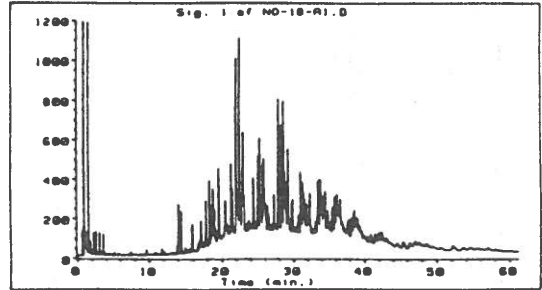
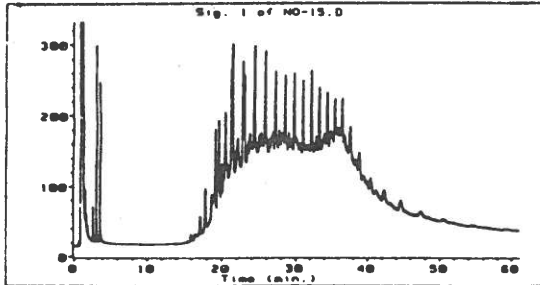
Oil sorbent (Polyethylene)



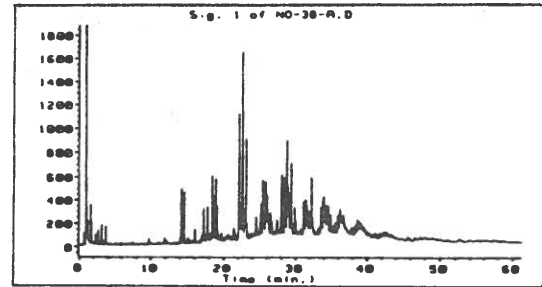
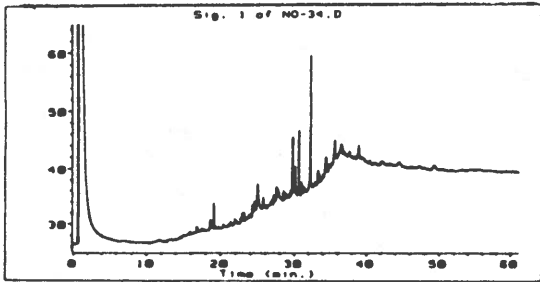
Thin oil film

Sampled directly in glass bottle

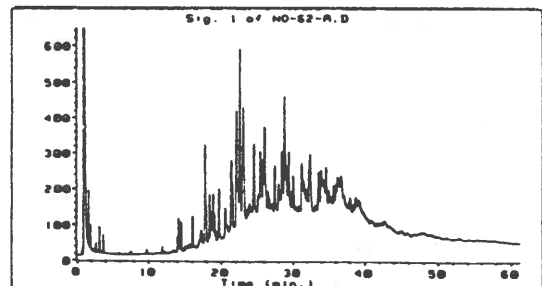
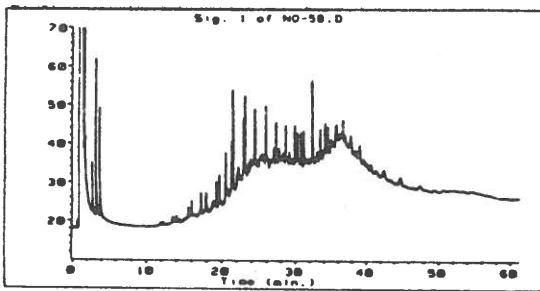
3M oil sorbent (polypropylene)



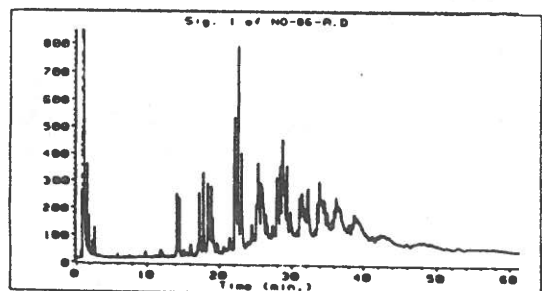
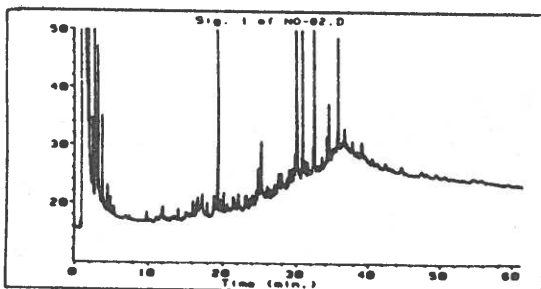
3t



10t



1d



3.5d

Date Filed: NO-15.D
File Type: GC DATA FILE
Name Info: 3 1100 1400 040210 P00 FLAME DET
Mass Info: 0.000 1.000 0.000 0.000
Operator: JMS
Date: 11 Nov 00 11:20 pm
Treatment: NONE
Total: 0.0

Date Filed: NO-18-R1.D
File Type: GC DATA FILE
Name Info: 3 11 300 00.00012 11000 1400 0
Mass Info: 0.000 1.000 0.000 0.000
Operator: JMS
Date: 11 Nov 00 11:22 pm
Treatment: NONE
Total: 0.0

Date Filed: NO-34.D
File Type: GC DATA FILE
Name Info: 10 1100 1400 040210 P00 FLAME DET
Mass Info: 0.000 1.000 0.000 0.000
Operator: JMS
Date: 11 Nov 00 11:50 pm
Treatment: NONE
Total: 0.0

Date Filed: NO-38-R.D
File Type: GC DATA FILE
Name Info: 10 11 300 00.00012 11000 1400 0
Mass Info: 0.000 1.000 0.000 0.000
Operator: JMS
Date: 11 Nov 00 12:32 pm
Treatment: NONE
Total: 0.0

Date Filed: NO-58.D
File Type: GC DATA FILE
Name Info: 1 0000 1400 040210 P00 FLAME DET
Mass Info: 0.000 1.000 0.000 0.000
Operator: JMS
Date: 11 Nov 00 12:00 pm
Treatment: NONE
Total: 0.0

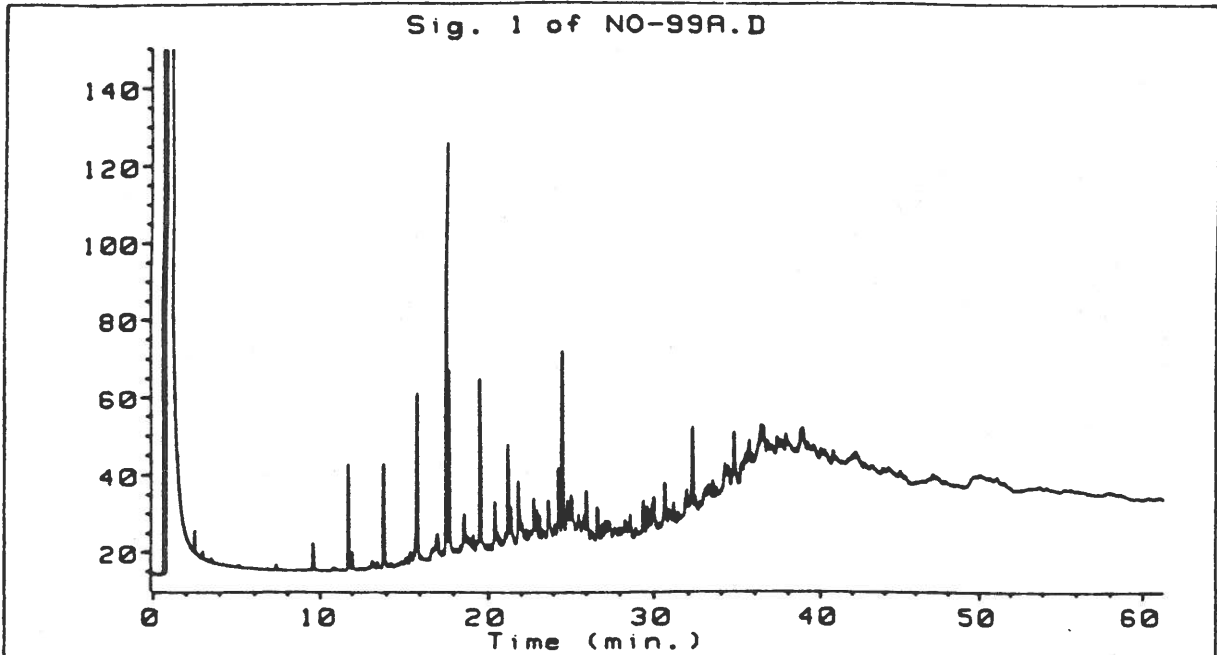
Date Filed: NO-62-R.D
File Type: GC DATA FILE
Name Info: 10 11 300 00.00012 11000 1400 0
Mass Info: 0.000 1.000 0.000 0.000
Operator: JMS
Date: 11 Nov 00 10:40 pm
Treatment: NONE
Total: 0.0

Date Filed: NO-82.D
File Type: GC DATA FILE
Name Info: 3 0 0000 1400 040210 P00 FLAME DET
Mass Info: 0.000 1.000 0.000 0.000
Operator: JMS
Date: 11 Nov 00 11:21 pm
Treatment: NONE
Total: 0.0

Date Filed: NO-86-R.D
File Type: GC DATA FILE
Name Info: 10 11 300 00.00012 11000 1400 0
Mass Info: 0.000 1.000 0.000 0.000
Operator: JMS
Date: 11 Nov 00 11:00 pm
Treatment: NONE
Total: 0.0

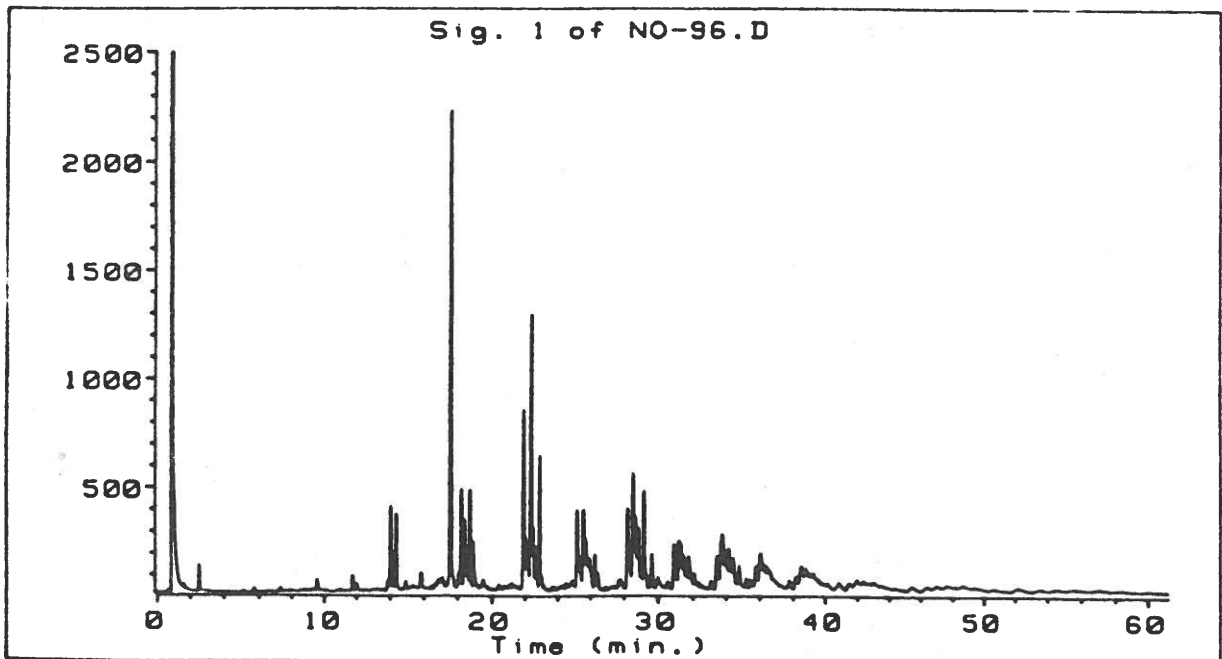
Blank

Oil sorbent (Polyethylene)



Date file: NO-99A.D
 File type: GC DATA FILE
 Name Info: BLANK 1 2 ML CH2CL2 (S)
 Misc Info: ULTRA 1 KOL. INJ. 0.3 MCL
 Operator : IMW
 Date : 25 Oct 89 1:56 pm
 Instrument: hp5890a
 Inlet : GC

3M oil sorbent (polypropylene)



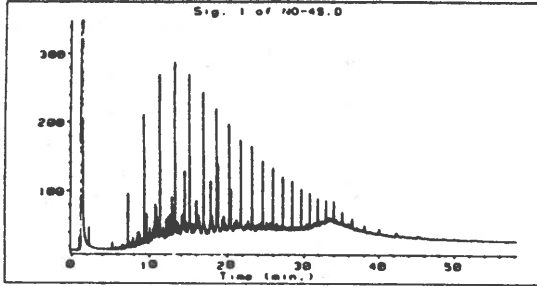
Date file: NO-96.D
 File type: GC DATA FILE
 Name Info: BLANK 10/50 TIL 400 MCL CH2CL2 3M
 Misc Info: ULTRA 1 KOL. INJ. 0.3 MCL
 Operator : IMW
 Date : 7 Nov 89 2:30 pm
 Instrument: hp5890a
 Inlet : GC

Sampling replication - 1d

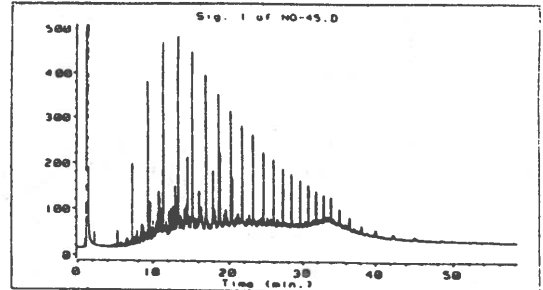
Thick oil film

Sampled directly in glass bottle

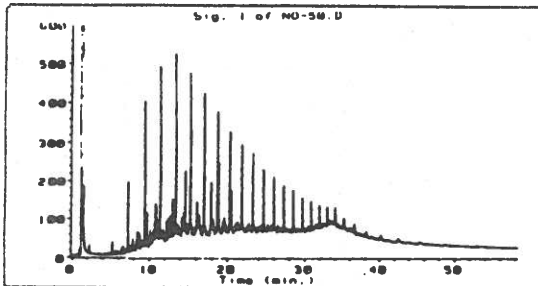
"Norsk hov"



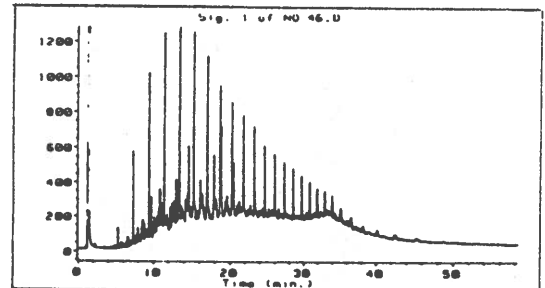
Data File: 00-49.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 0 00 00 100 000010 000 10000 10 1 10 0 0 0
 Mass Info: 40 100 1 000 0 0 0 0
 Operator: JH
 Date: 08 Aug 99 10:00 am
 Instrument: HP6890A
 Inlet: GC



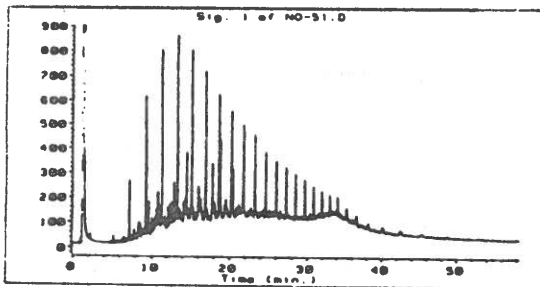
Data File: 00-45.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 0 00 00 100 000010 000 10 10 0 0 0
 Mass Info: 40 100 1 000 0 0 0 0
 Operator: JH
 Date: 08 Aug 99 0:12 am
 Instrument: HP6890A
 Inlet: GC



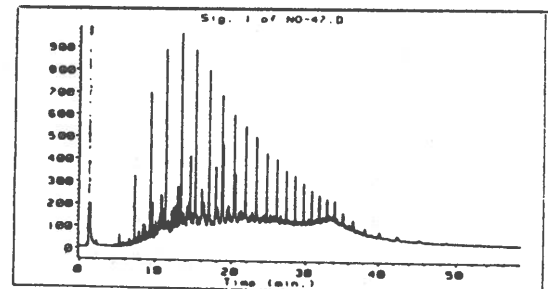
Data File: 00-50.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 0 0 01 0000 100 000010 000 10000 10 0 0 0
 Mass Info: 40 100 1 000 0 0 0 0
 Operator: JH
 Date: 10 Sep 99 11:26 am
 Instrument: HP6890A
 Inlet: GC



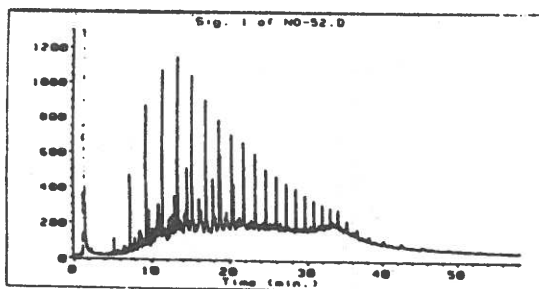
Data File: 00-46.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 0 00 00 100 000010 000 10 0 0 0 0
 Mass Info: 40 100 1 000 0 0 0 0
 Operator: JH
 Date: 10 Sep 99 10:00 am
 Instrument: HP6890A
 Inlet: GC



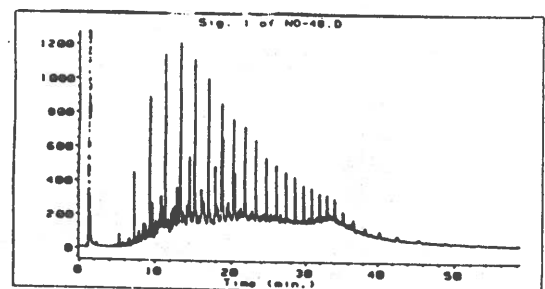
Data File: 00-51.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 0 0 01 0000 100 000010 000 10000 10 0 0 0
 Mass Info: 40 100 1 000 0 0 0 0
 Operator: JH
 Date: 10 Sep 99 10:00 am
 Instrument: HP6890A
 Inlet: GC



Data File: 00-47.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 0 0 01 0000 100 000010 000 10 0 0 0
 Mass Info: 40 100 1 000 0 0 0 0
 Operator: JH
 Date: 10 Sep 99 10:00 am
 Instrument: HP6890A
 Inlet: GC



Data File: 00-52.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 0 0 01 0000 100 000010 000 10000 10 0 0 0
 Mass Info: 40 100 1 000 0 0 0 0
 Operator: JH
 Date: 10 Sep 99 11:00 am
 Instrument: HP6890A
 Inlet: GC



Data File: 00-48.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 0 0 01 0000 100 000010 000 10 0 0 0
 Mass Info: 40 100 1 000 0 0 0 0
 Operator: JH
 Date: 10 Sep 99 11:10 am
 Instrument: HP6890A
 Inlet: GC

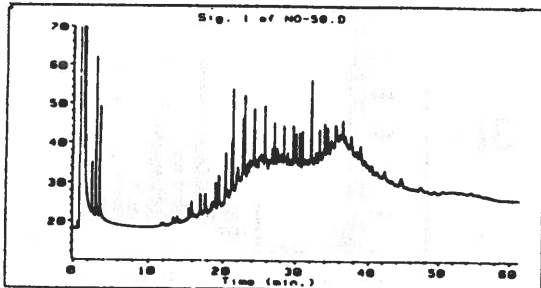
Haltenbanken - field experiment of an oil spill at sea

Sampling replication - 1d

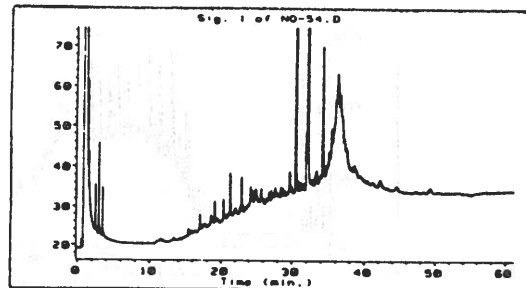
Thin oil film

Sampled directly in glass bottle

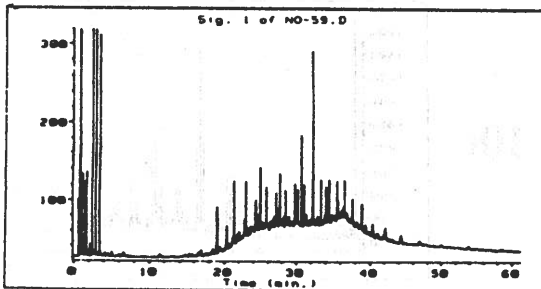
"Norsk hov"



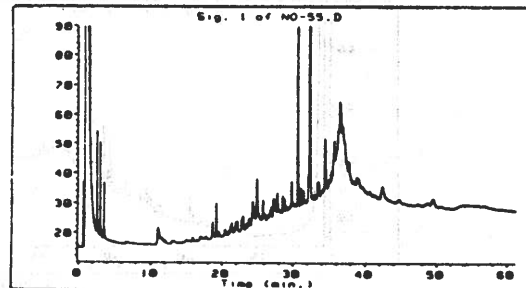
Data File: NO-50.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 1 0000 1MB 000010 FOR UNPLANNED DATA
 Run Info: 0.100 1.00 0.0 0.3 ML 100
 Operator: JMS
 Date: 13 Nov 00 17:05 pm
 Instrument: HP5890B
 Inlet: GC



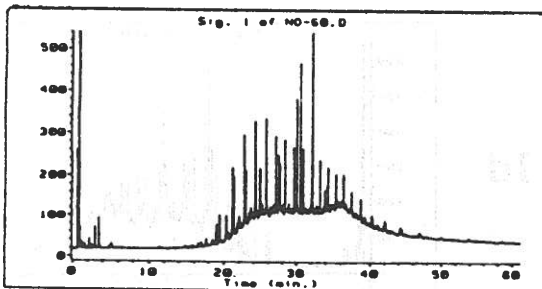
Data File: NO-54.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 1 0000 1MB 000010 FOR UNPLANNED DATA
 Run Info: 0.100 1.00 0.0 0.3 ML
 Operator: JMS
 Date: 13 Nov 00 17:38 pm
 Instrument: HP5890B
 Inlet: GC



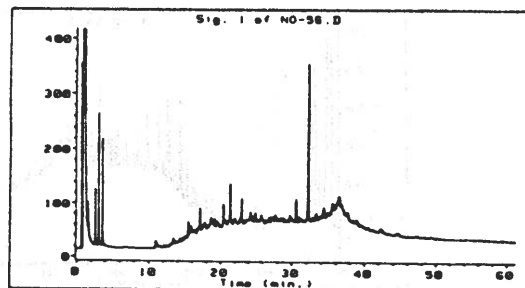
Data File: NO-59.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 1 0000 1MB 000010 FOR UNPLANNED DATA
 Run Info: 0.100 1.00 0.0 0.3 ML 100
 Operator: JMS
 Date: 13 Nov 00 11:00 am
 Instrument: HP5890B
 Inlet: GC



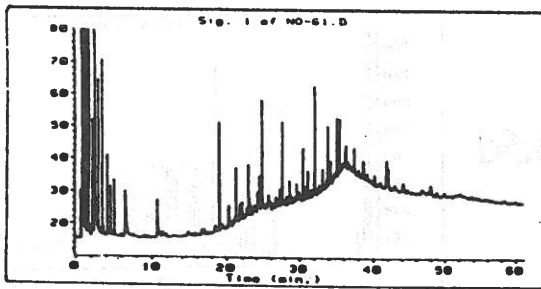
Data File: NO-55.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 1 0000 1MB 000010 FOR UNPLANNED DATA
 Run Info: 0.100 1.00 0.0 0.3 ML
 Operator: JMS
 Date: 13 Nov 00 11:10 am
 Instrument: HP5890B
 Inlet: GC



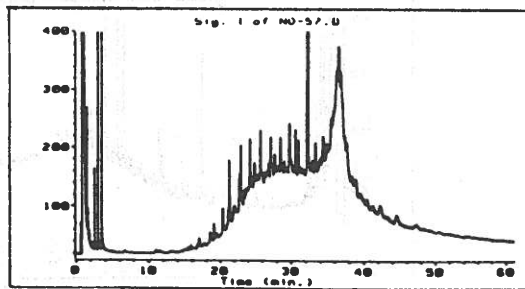
Data File: NO-60.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 1 0000 1MB 000010 FOR UNPLANNED DATA
 Run Info: 0.100 1.00 0.0 0.3 ML 100
 Operator: JMS
 Date: 13 Nov 00 11:02 am
 Instrument: HP5890B
 Inlet: GC



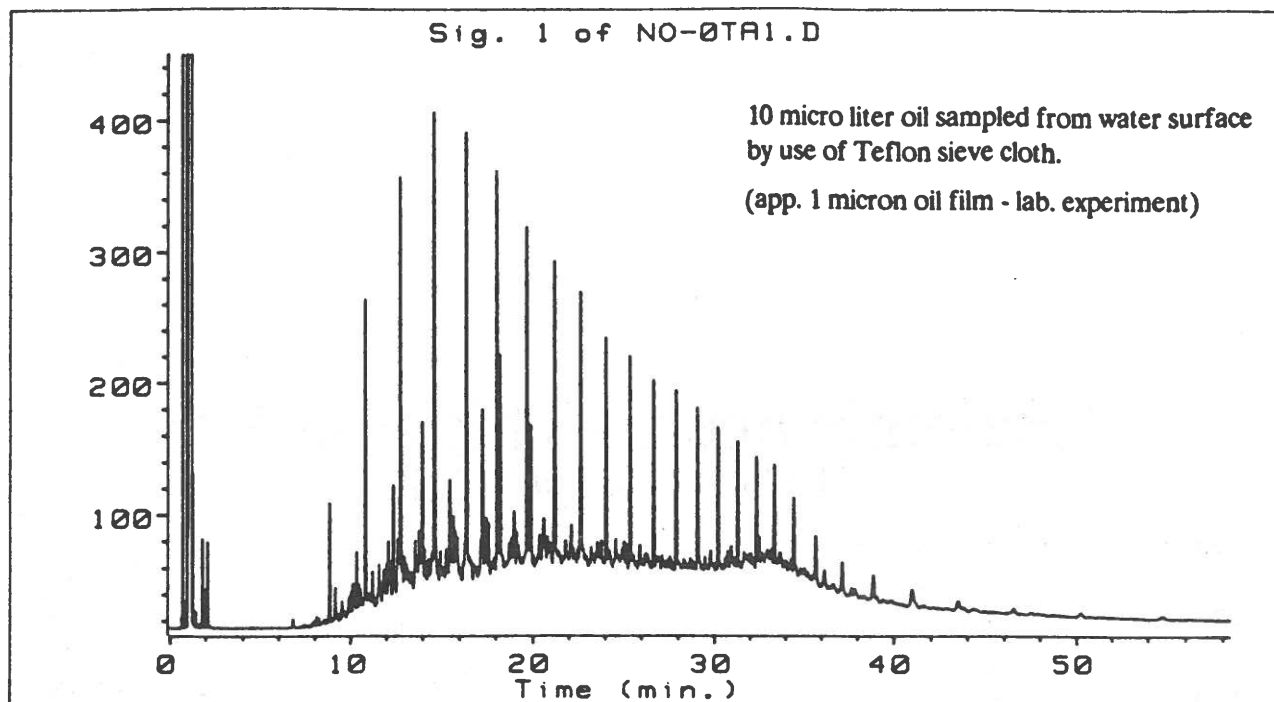
Data File: NO-58.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 1 0000 1MB 000010 FOR UNPLANNED DATA
 Run Info: 0.100 1.00 0.0 0.3 ML
 Operator: JMS
 Date: 13 Nov 00 12:00 pm
 Instrument: HP5890B
 Inlet: GC



Data File: NO-61.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 1 0000 1MB 000010 FOR UNPLANNED DATA
 Run Info: 0.100 1.00 0.0 0.3 ML 100
 Operator: JMS
 Date: 13 Nov 00 11:00 am
 Instrument: HP5890B
 Inlet: GC



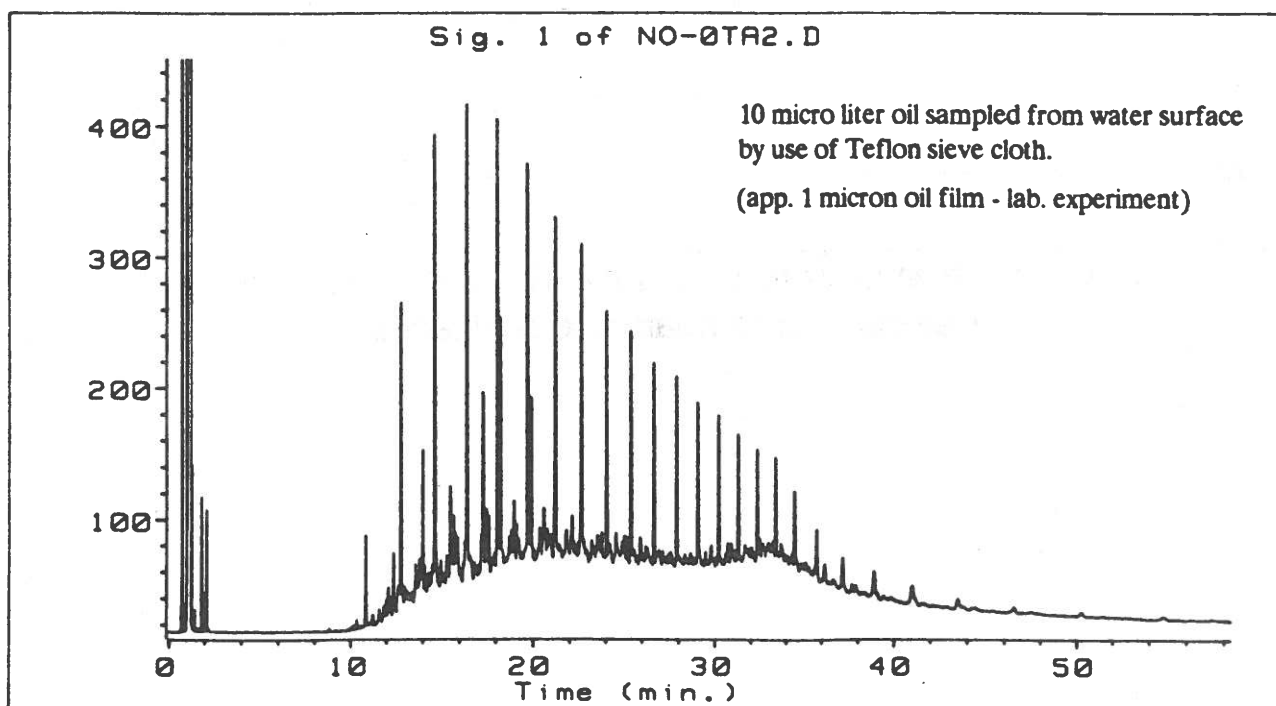
Data File: NO-57.D
 File Type: GC DATA FILE
 Name Info: 1 0000 1MB 000010 FOR UNPLANNED DATA
 Run Info: 0.100 1.00 0.0 0.3 ML
 Operator: JMS
 Date: 13 Nov 00 10:53 am
 Instrument: HP5890B
 Inlet: GC



Data file: NO-0TA1.D
File type: GC DATA FILE

Name Info: 10MCL OLIE 0TIMER A OPS PAA TEFLONNET EKSTRH.
Misc Info: ULTRA 1 KOL. 0.3 MCL INJ.
Operator : IMW

Date : 2 Feb 90 12:08 pm
Instrument: hp5890a
Inlet : 6C



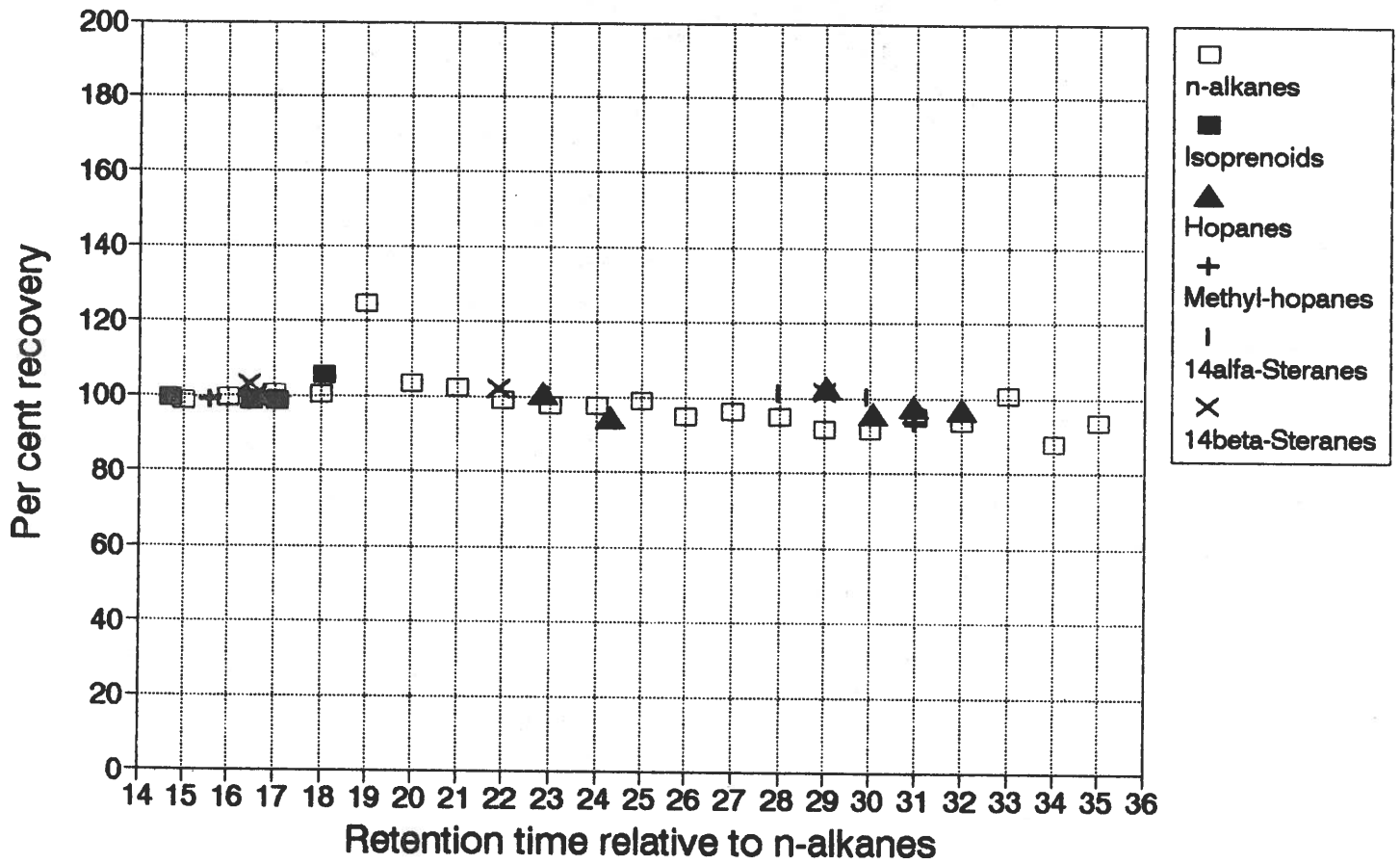
Data file: NO-0TA2.D
File type: GC DATA FILE

Name Info: 10MCL OLIE 0 TIMER A OPS. PAA TEFLONNET EKSTRH.
Misc Info: ULTRA 1 KOL. 0.3 MCL INJ.
Operator : IMW

Date : 2 Feb 90 1:32 pm
Instrument: hp5890a
Inlet : 6C

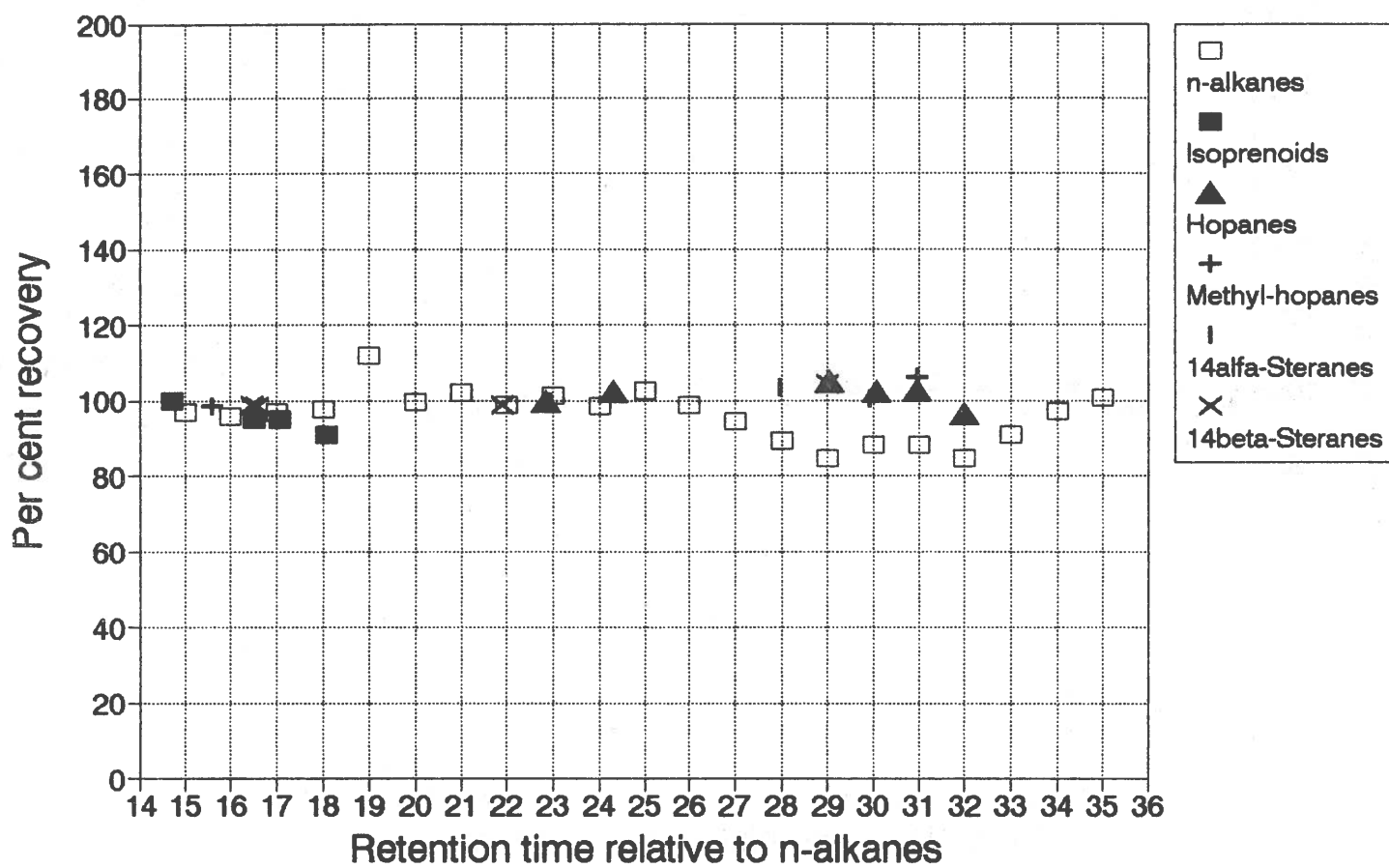
Haltenbanken - Thick Oil Film

10 hour - sample no. 26



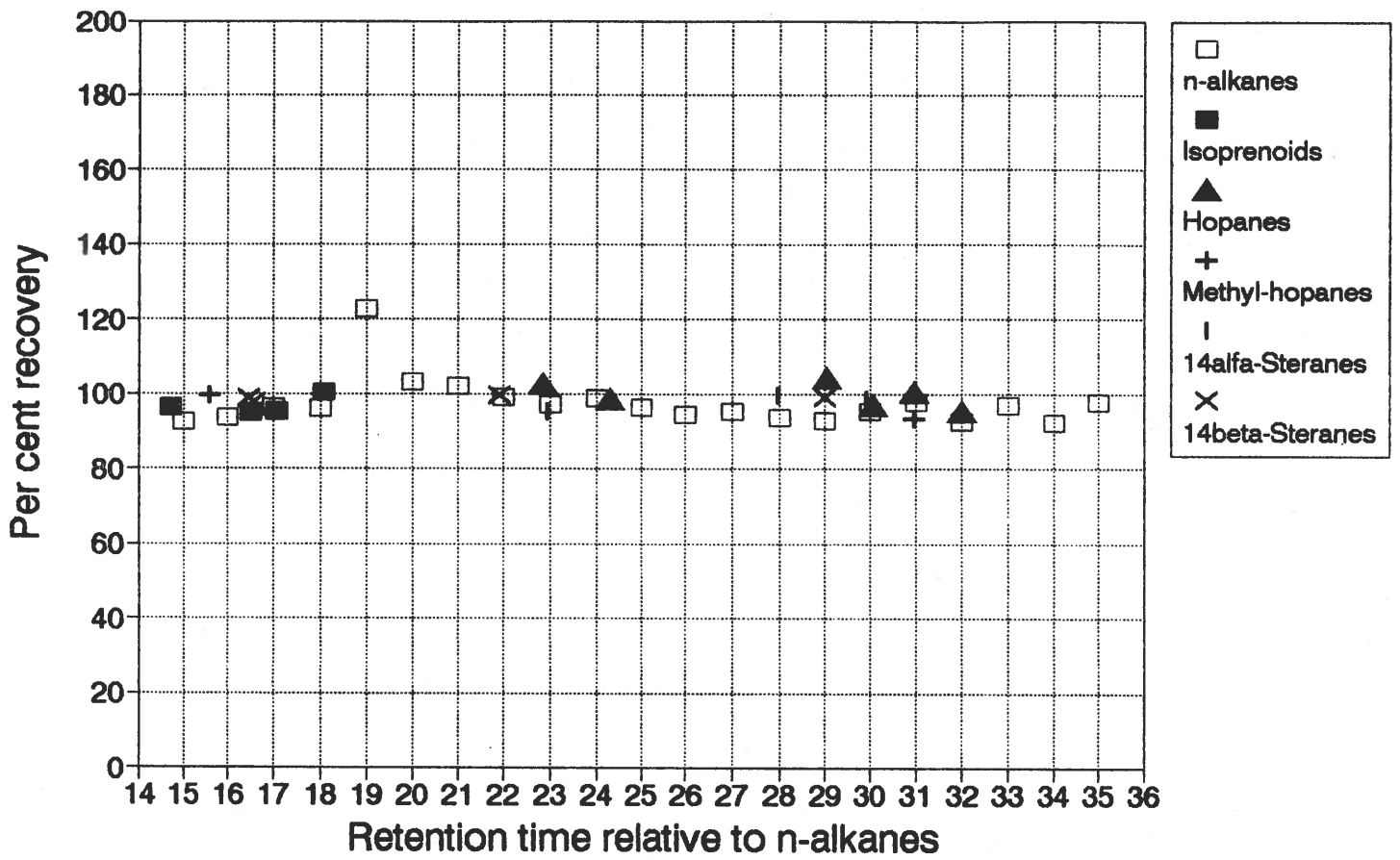
Haltenbanken - Thick Oil Film

10 hour - sample no. 27



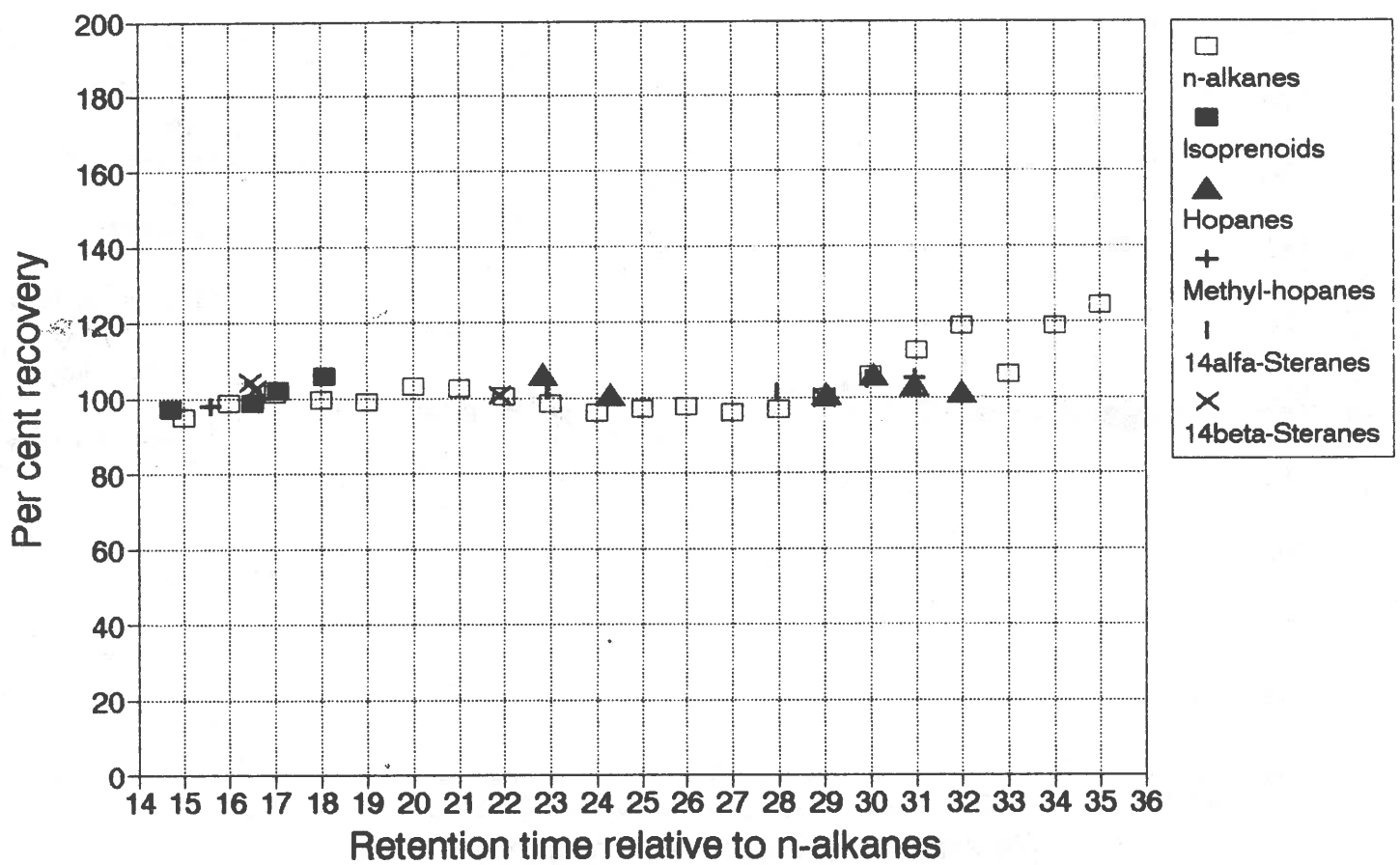
Haltenbanken - Thick Oil Film

10 hour - sample no. 28



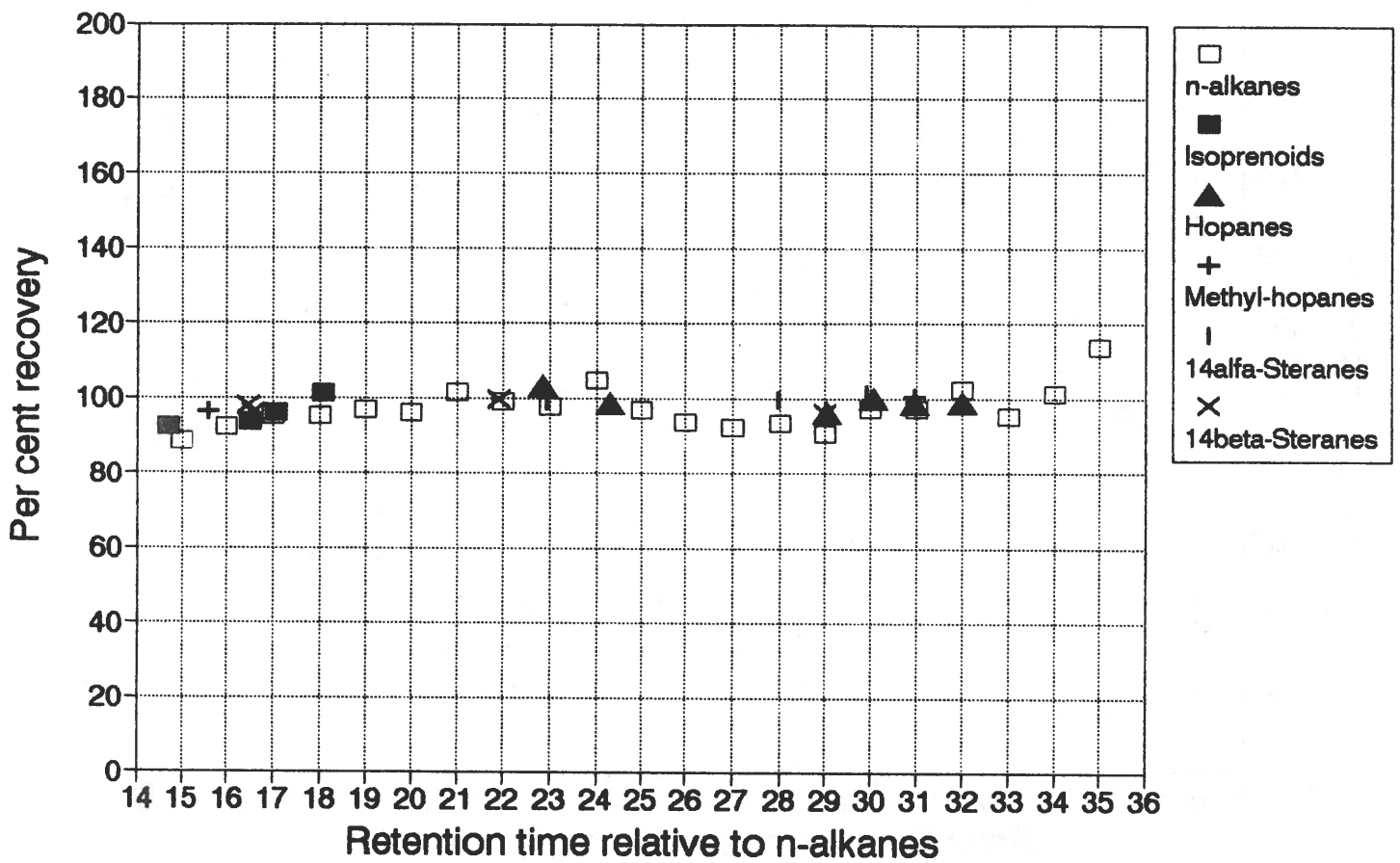
Haltenbanken - Thick Oil Film

1 day - sample no. 49



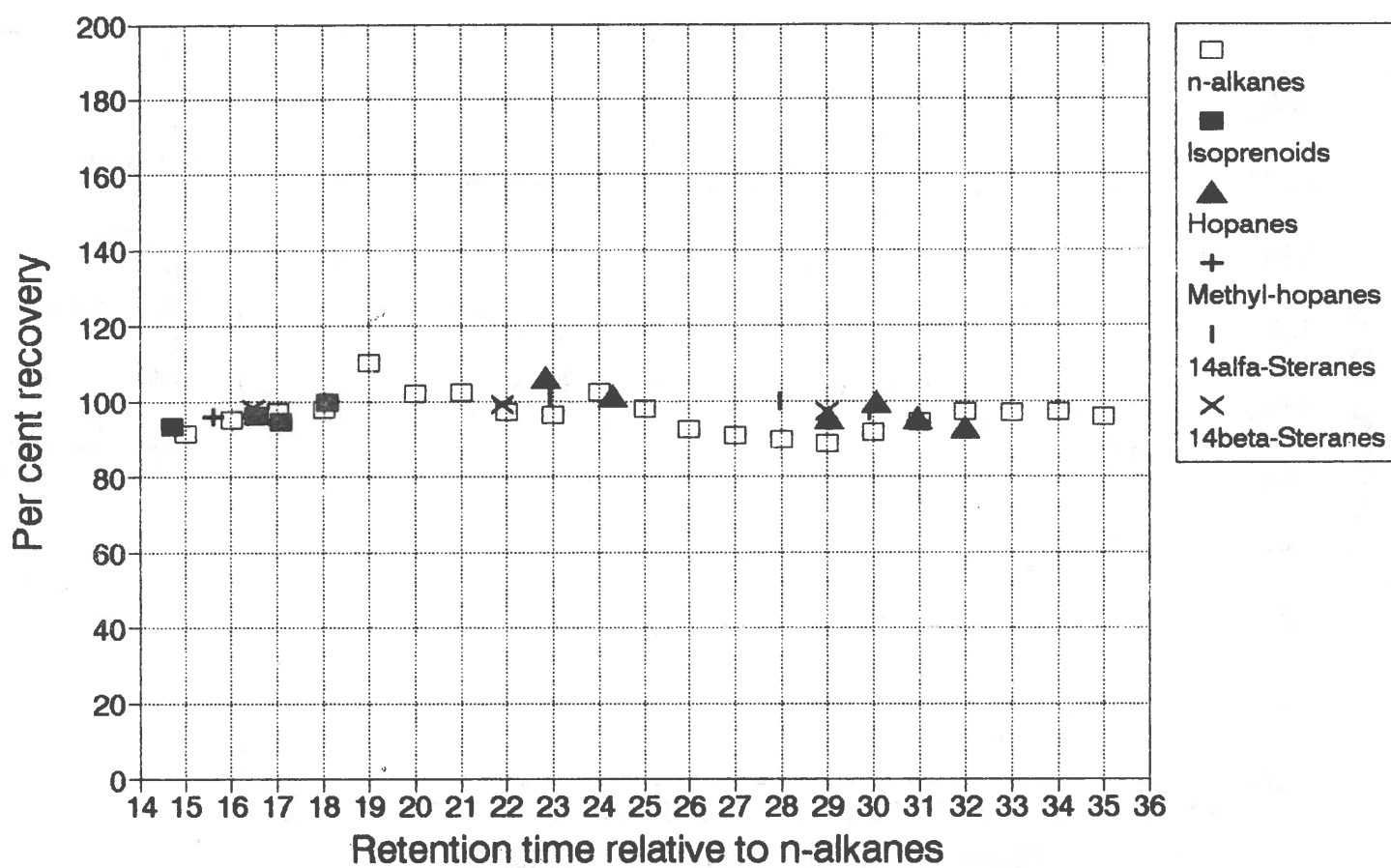
Haltenbanken - Thick Oil Film

1 day - sample no. 50



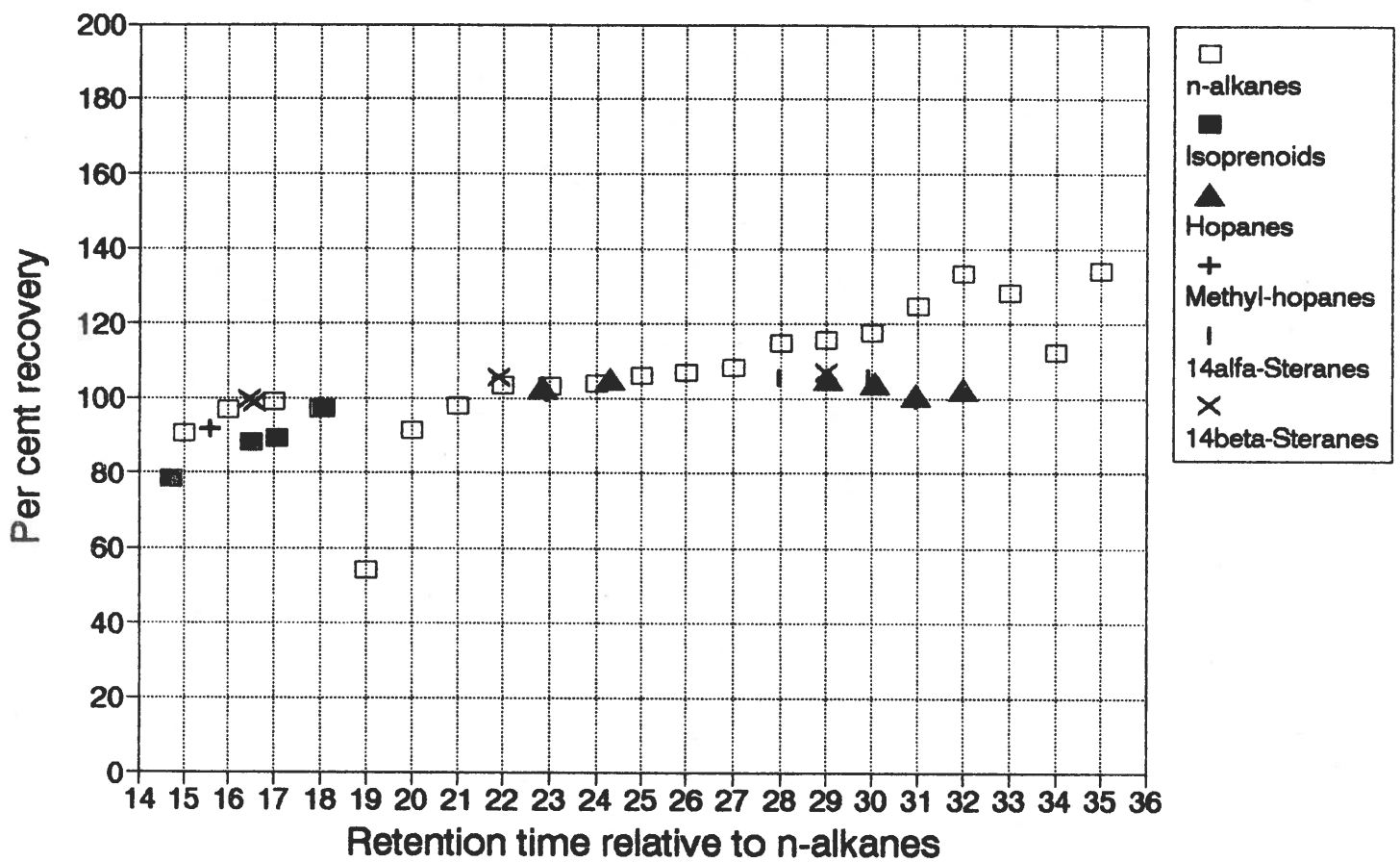
Haltenbanken - Thick Oil Film

1 day - sample no. 51



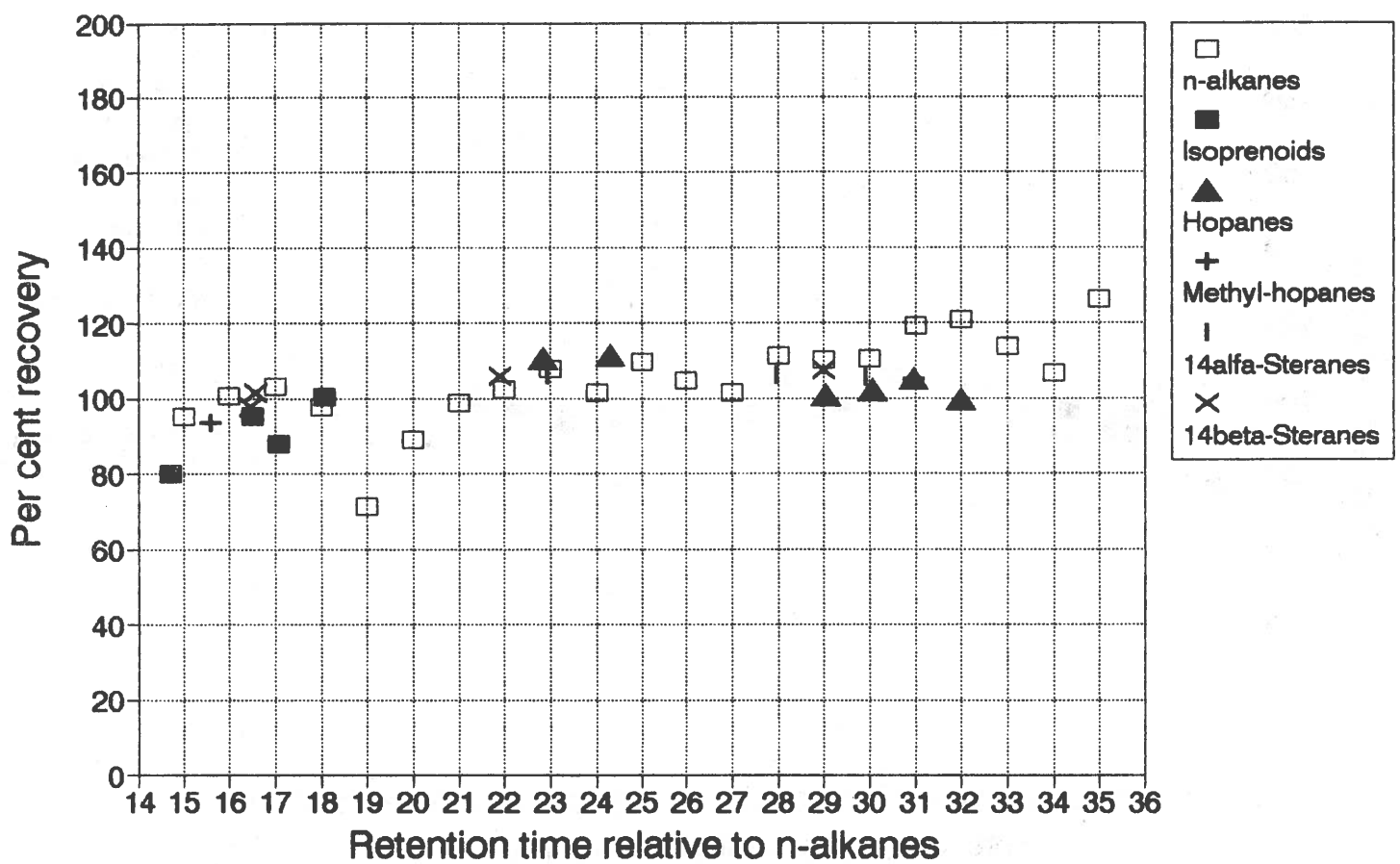
Haltenbanken - Thick Oil Film

2 days - sample no. 70



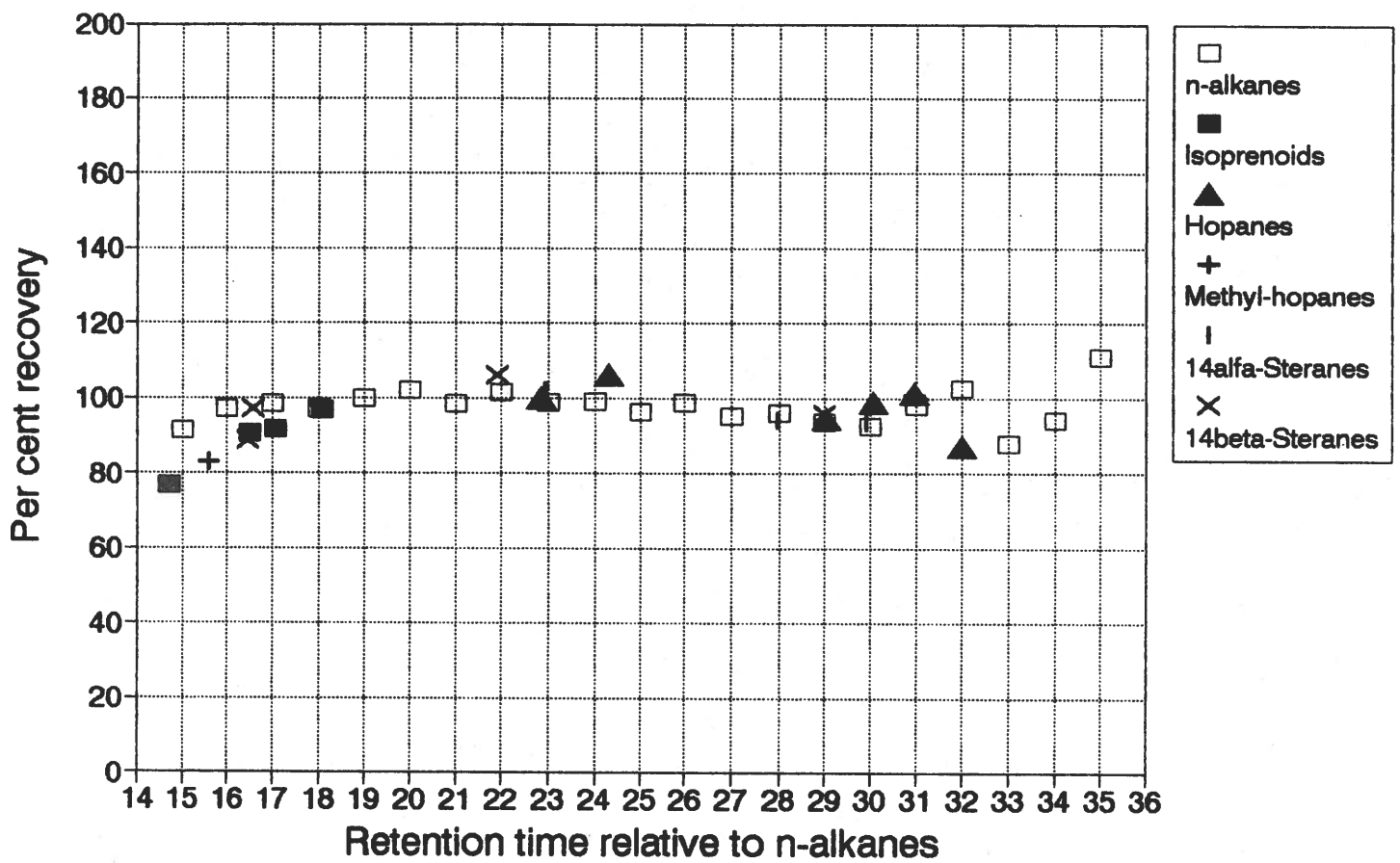
Haltenbanken - Thick Oil Film

2 days - sample no. 71



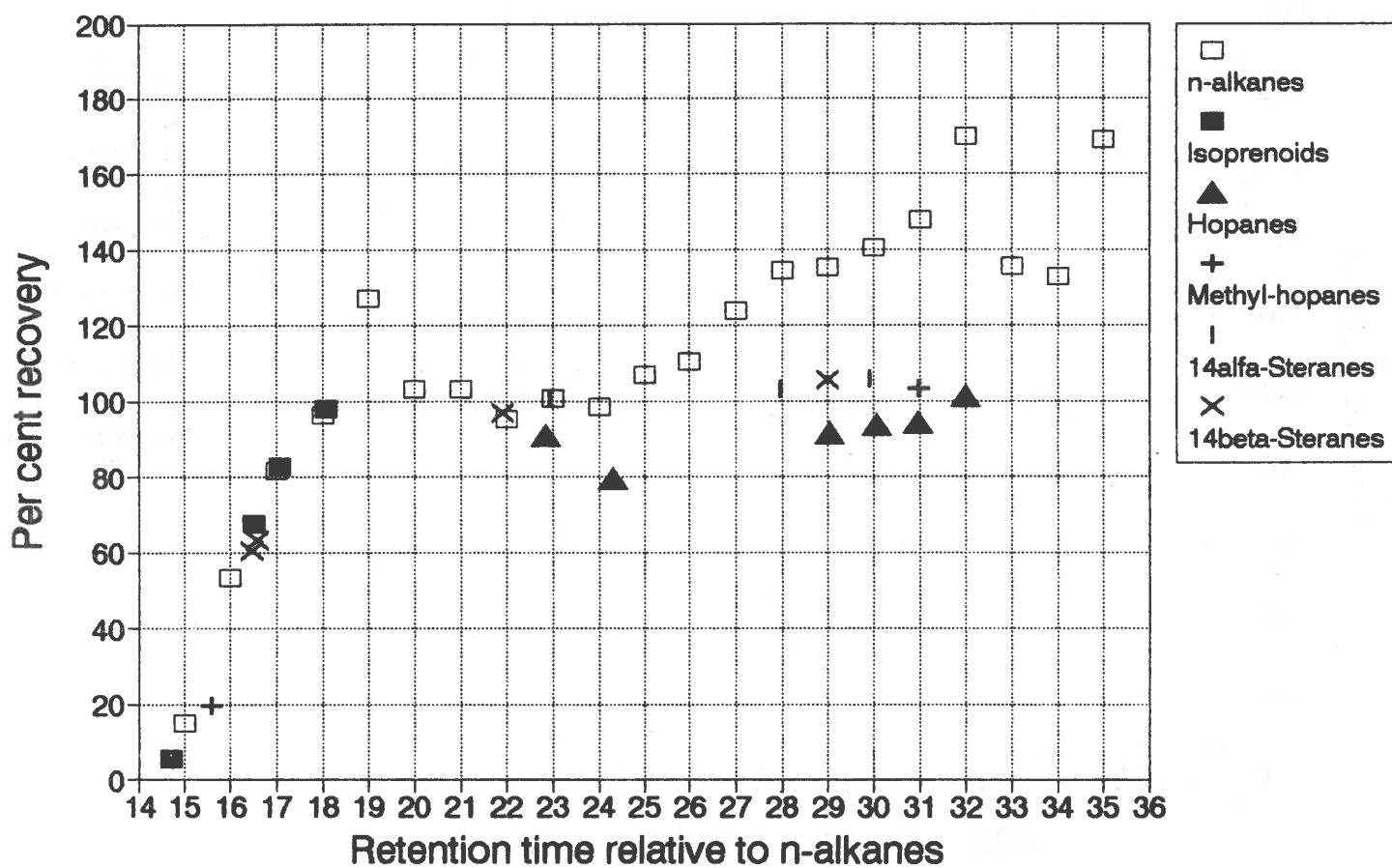
Haltenbanken - Thick Oil Film

2 days - sample no. 72



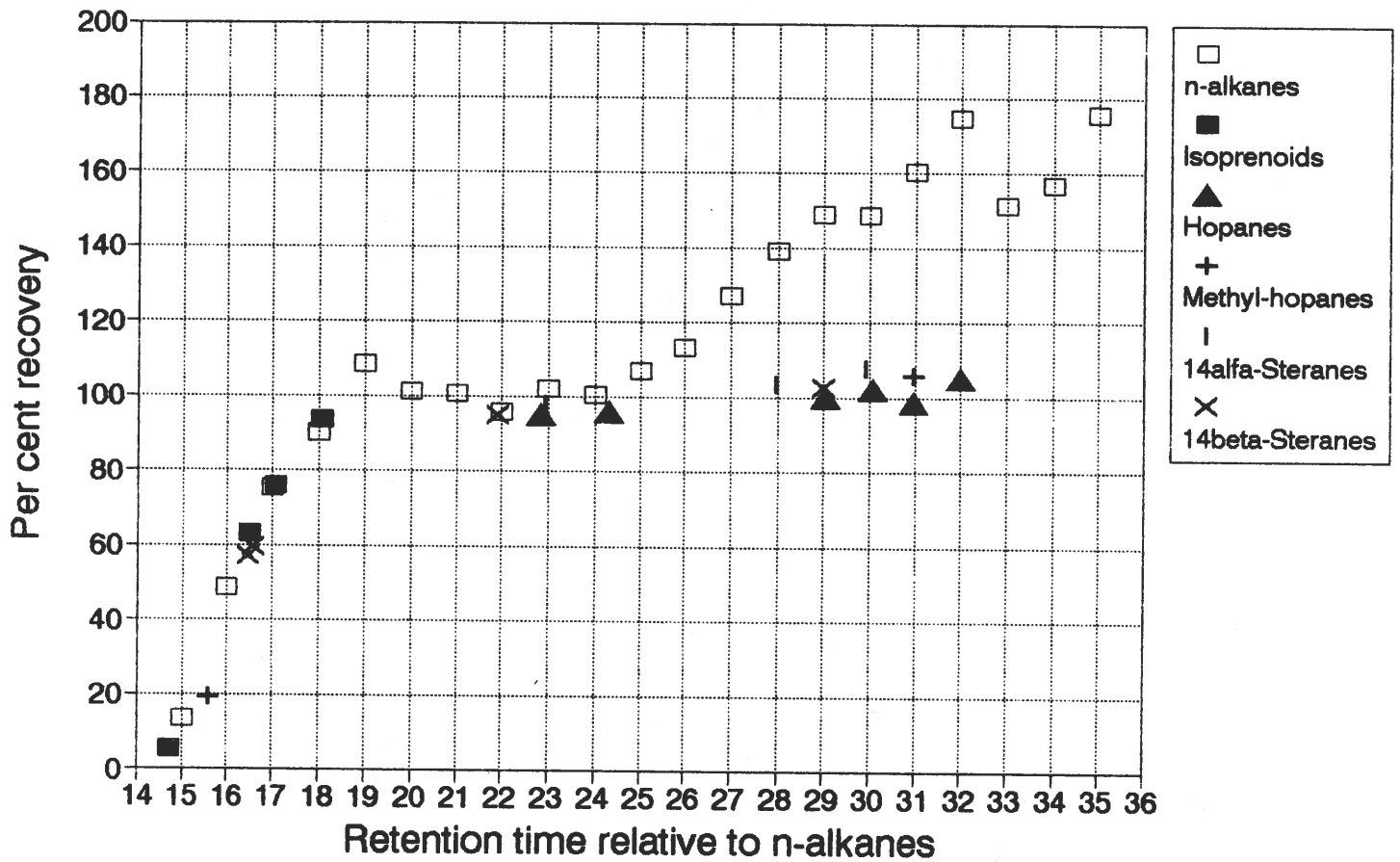
Haltenbanken - Thick Oil Film

3.5 days - sample no. 78



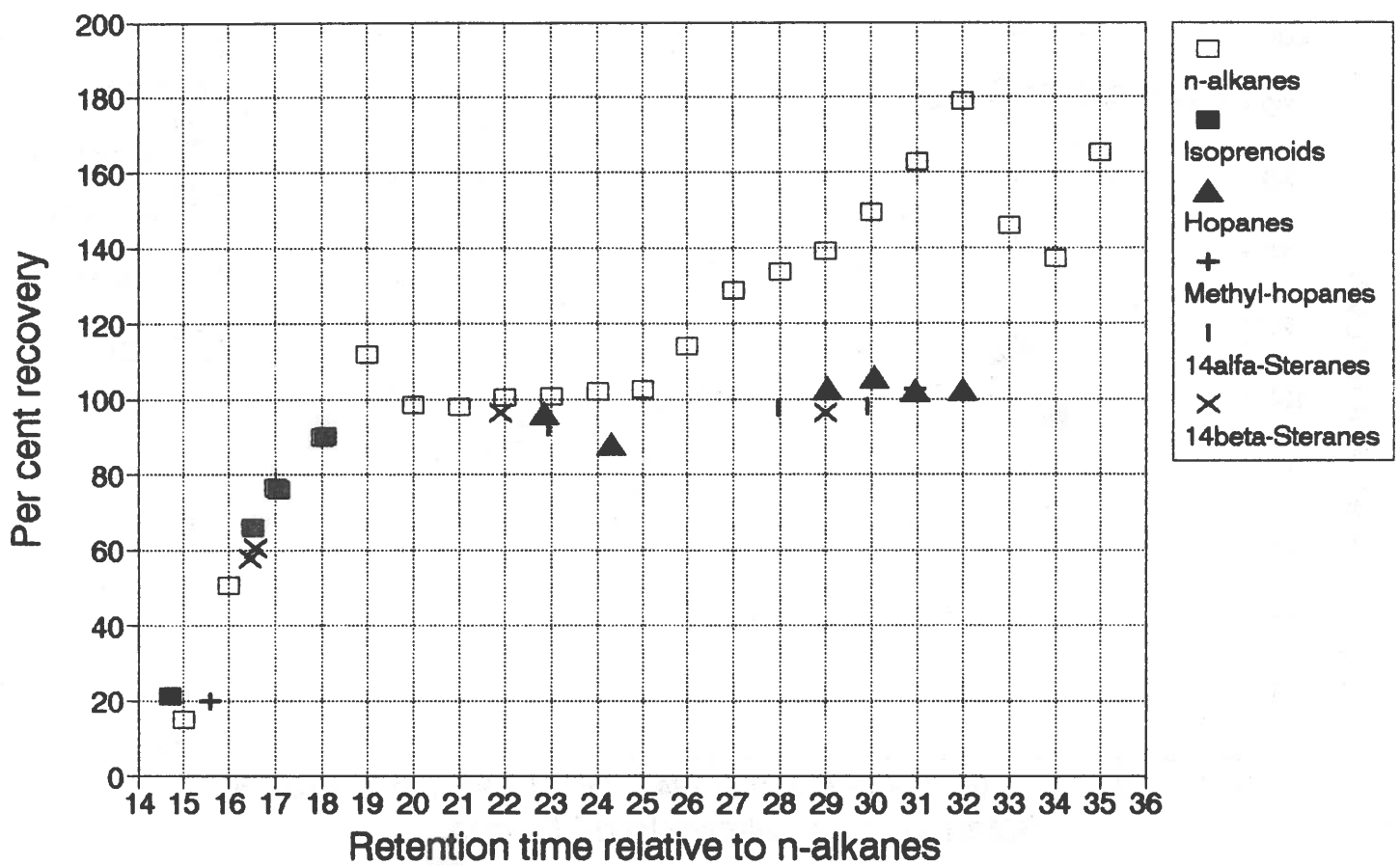
Haltenbanken - Thick Oil Film

3.5 days - sample no. 79



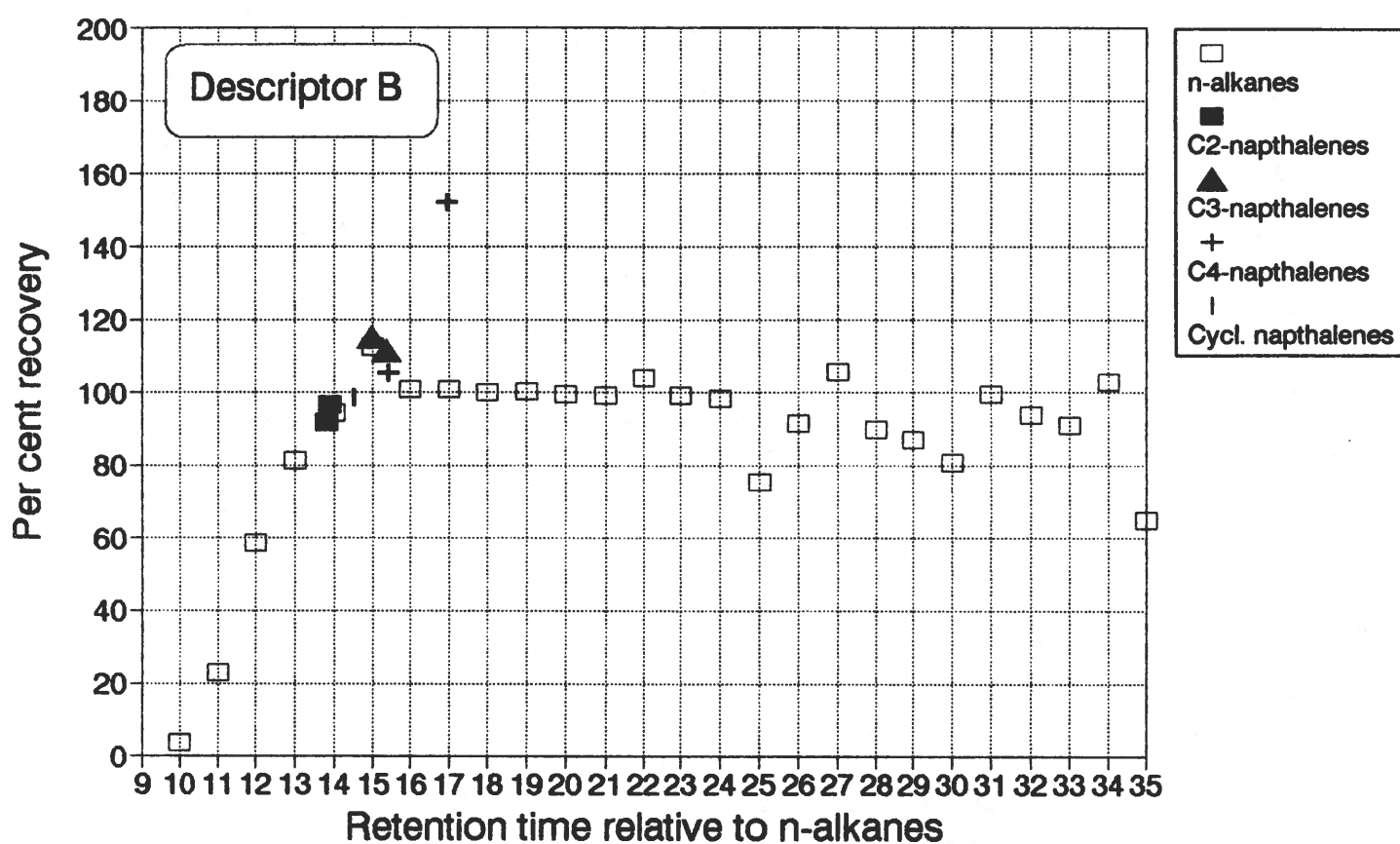
Haltenbanken - Thick Oil Film

3.5 days - sample no. 80



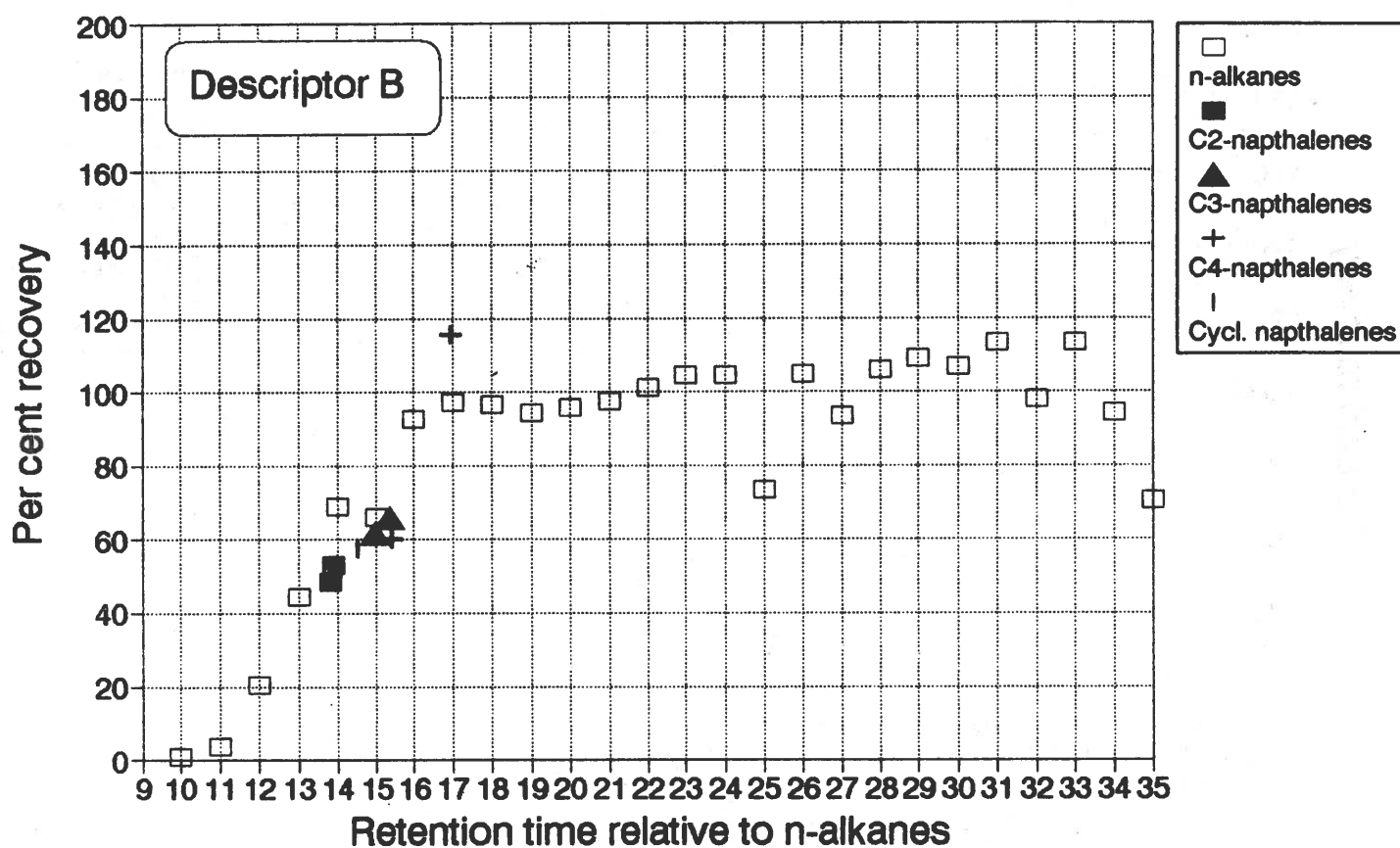
Haltenbanken - Thick Oil Film

1 day - sample no. 49



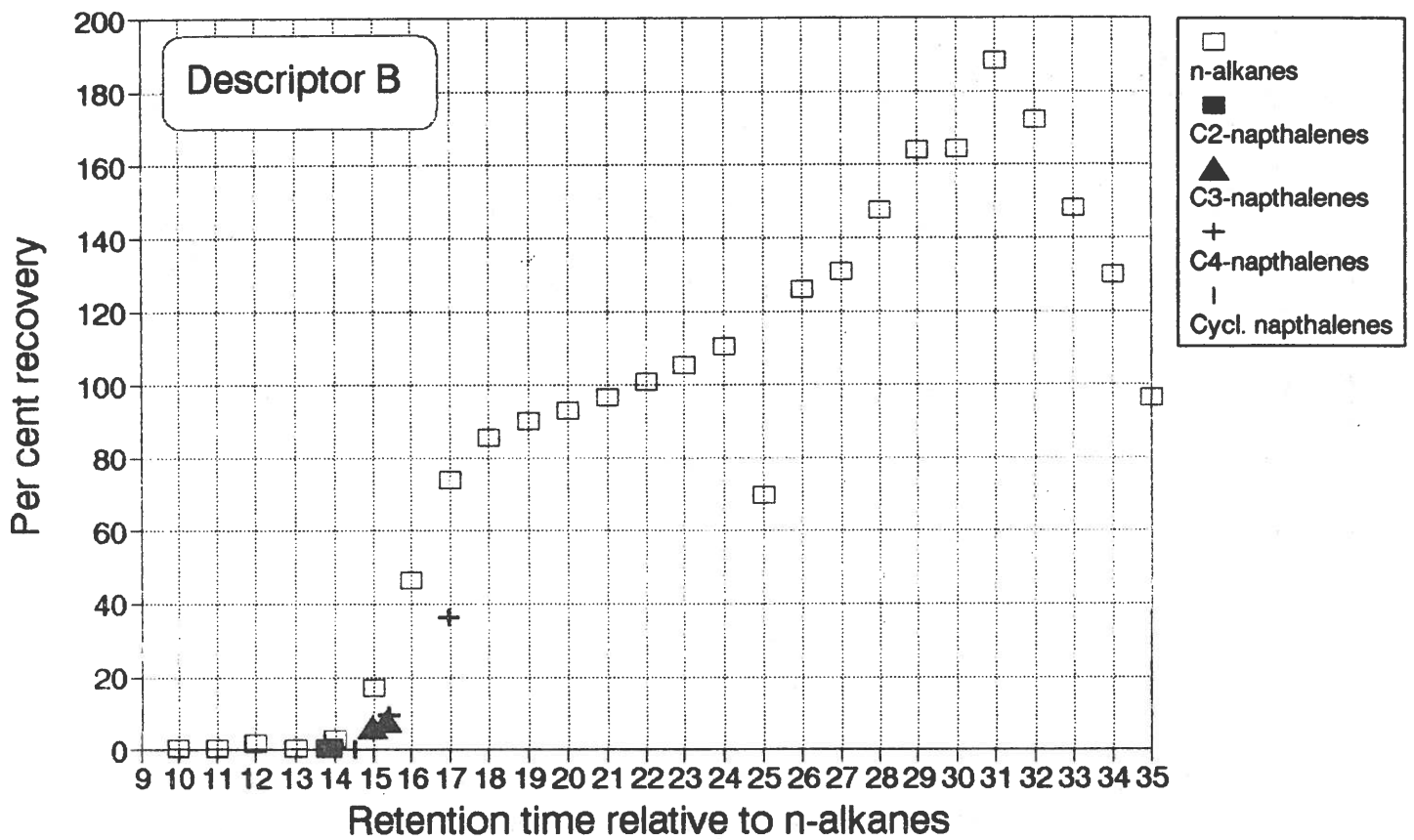
Haltenbanken - Thick Oil Film

2 days - sample no. 70



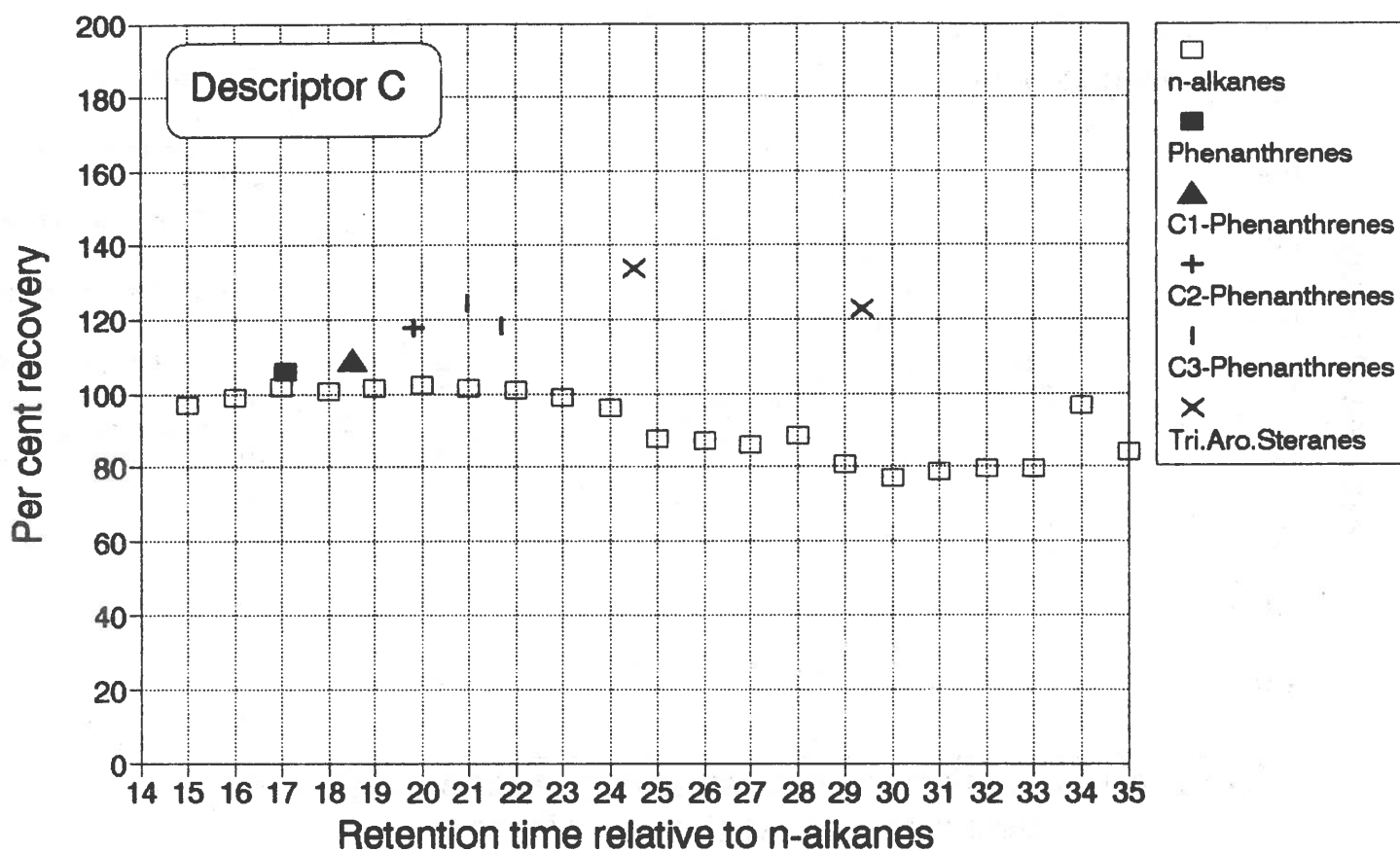
Haltenbanken - Thick Oil Film

3.5 days - sample no. 78



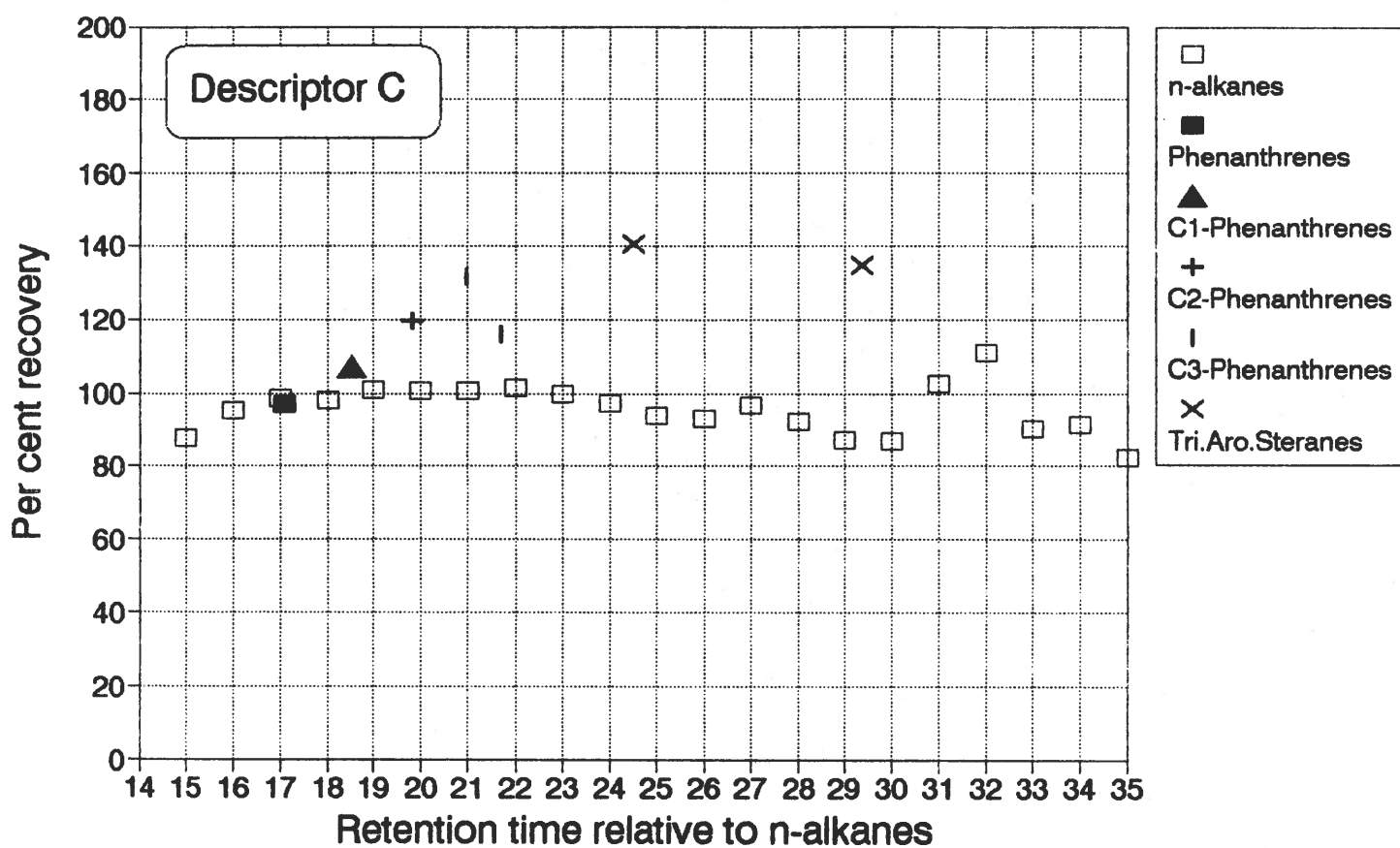
Haltenbanken - Thick Oil Film

1 day - sample no. 49



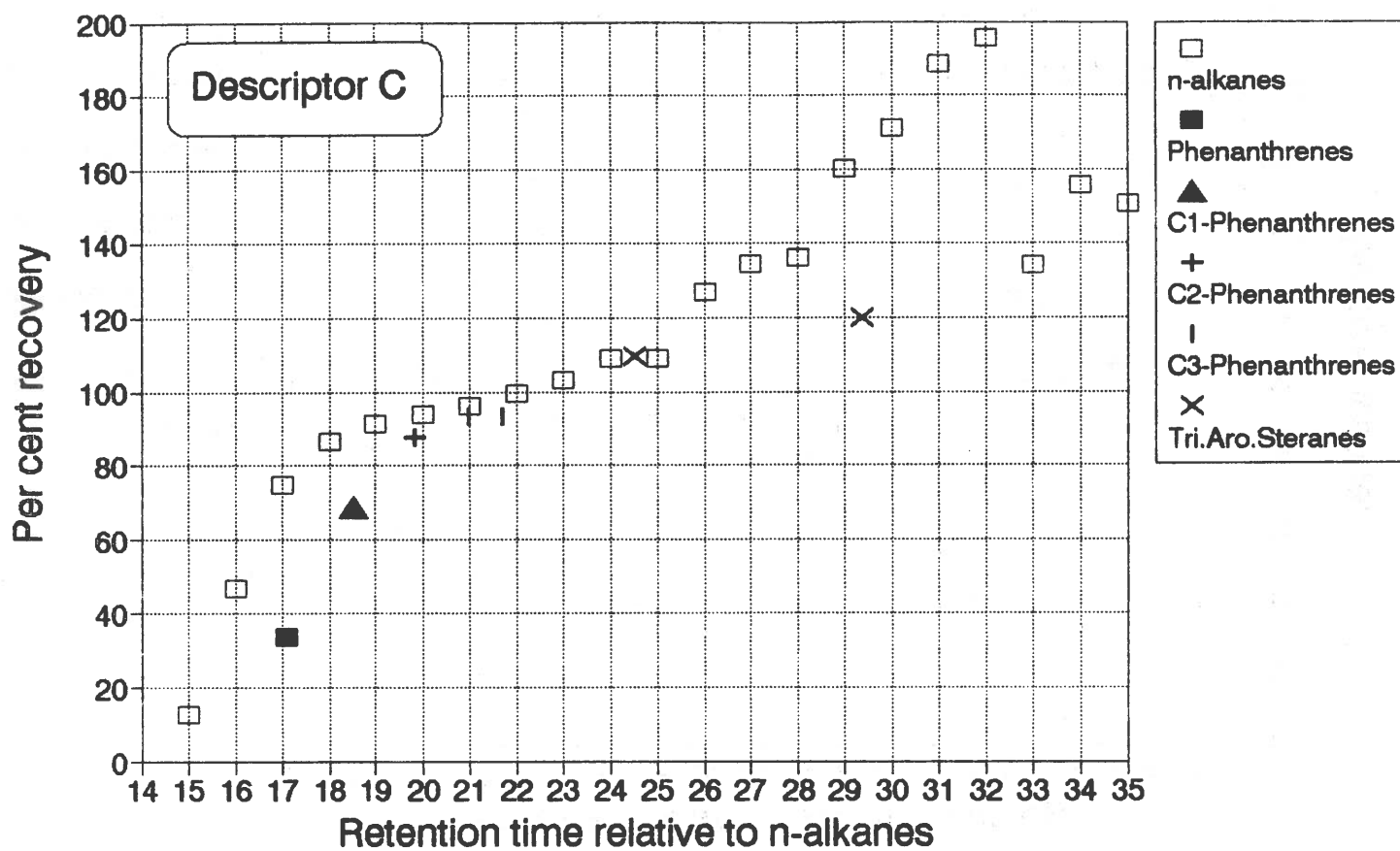
Haltenbanken - Thick Oil Film

2 days - sample no. 70



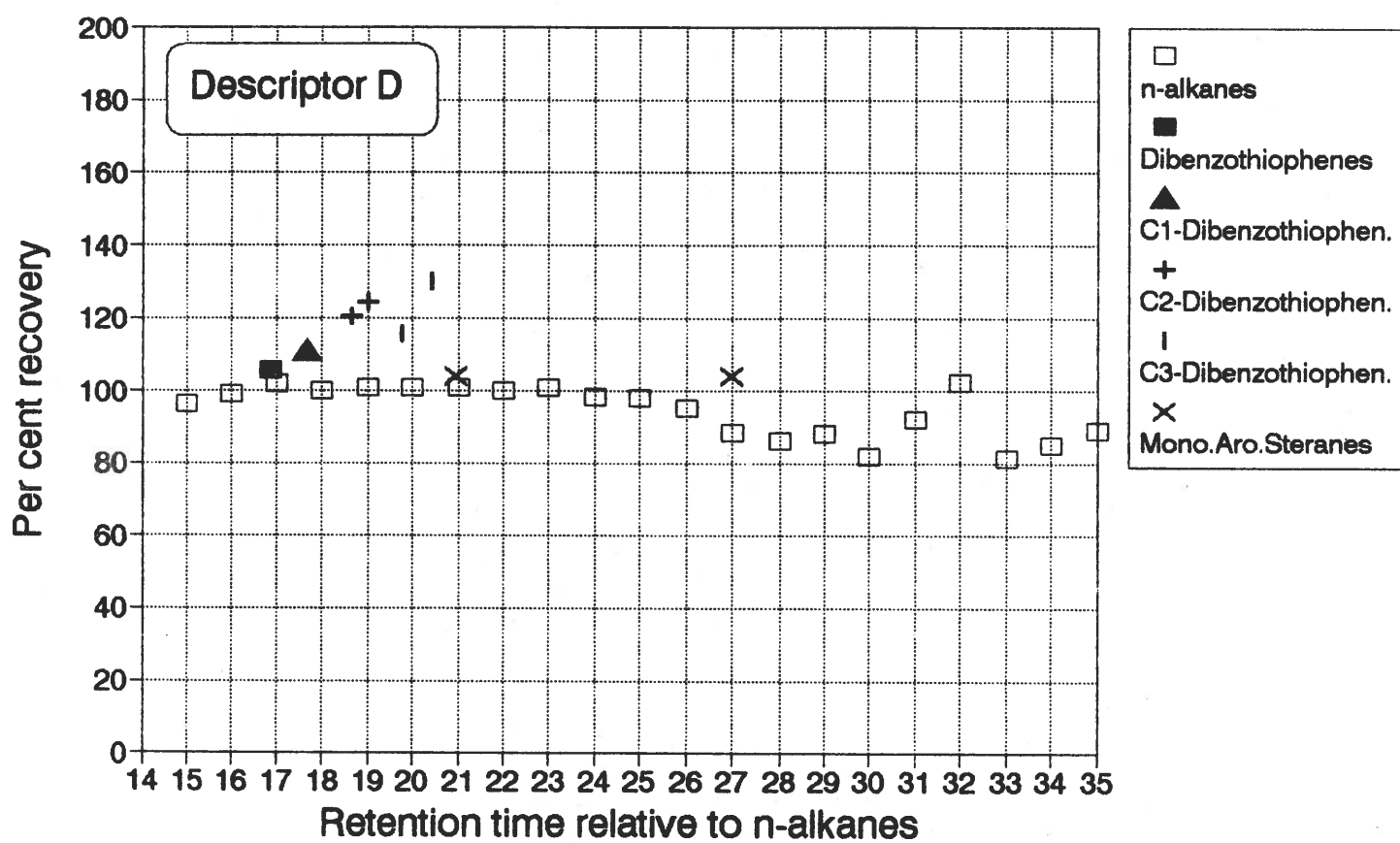
Haltenbanken - Thick Oil Film

3.5 days - sample no. 78



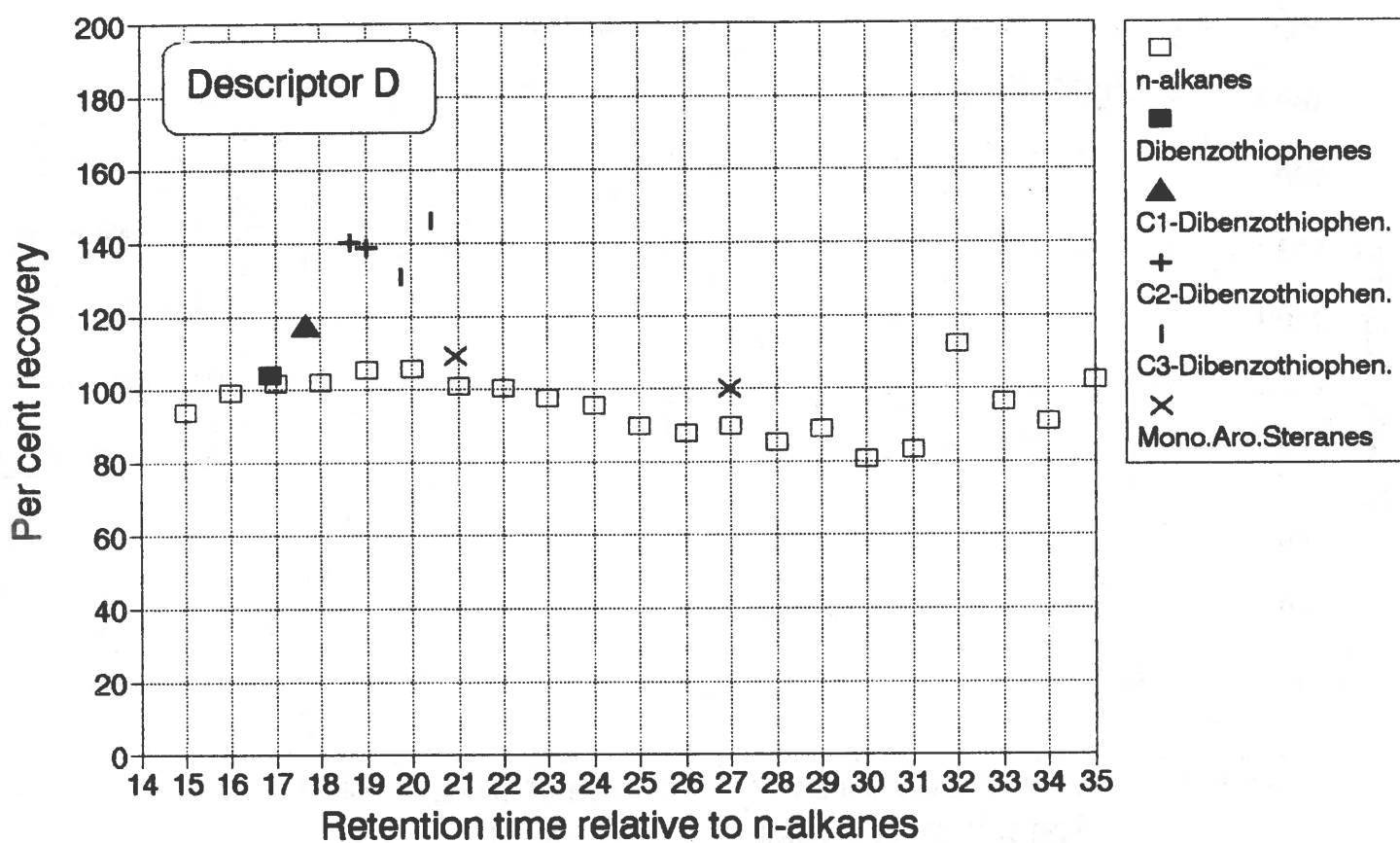
Haltenbanken - Thick Oil Film

1 day - sample no. 49



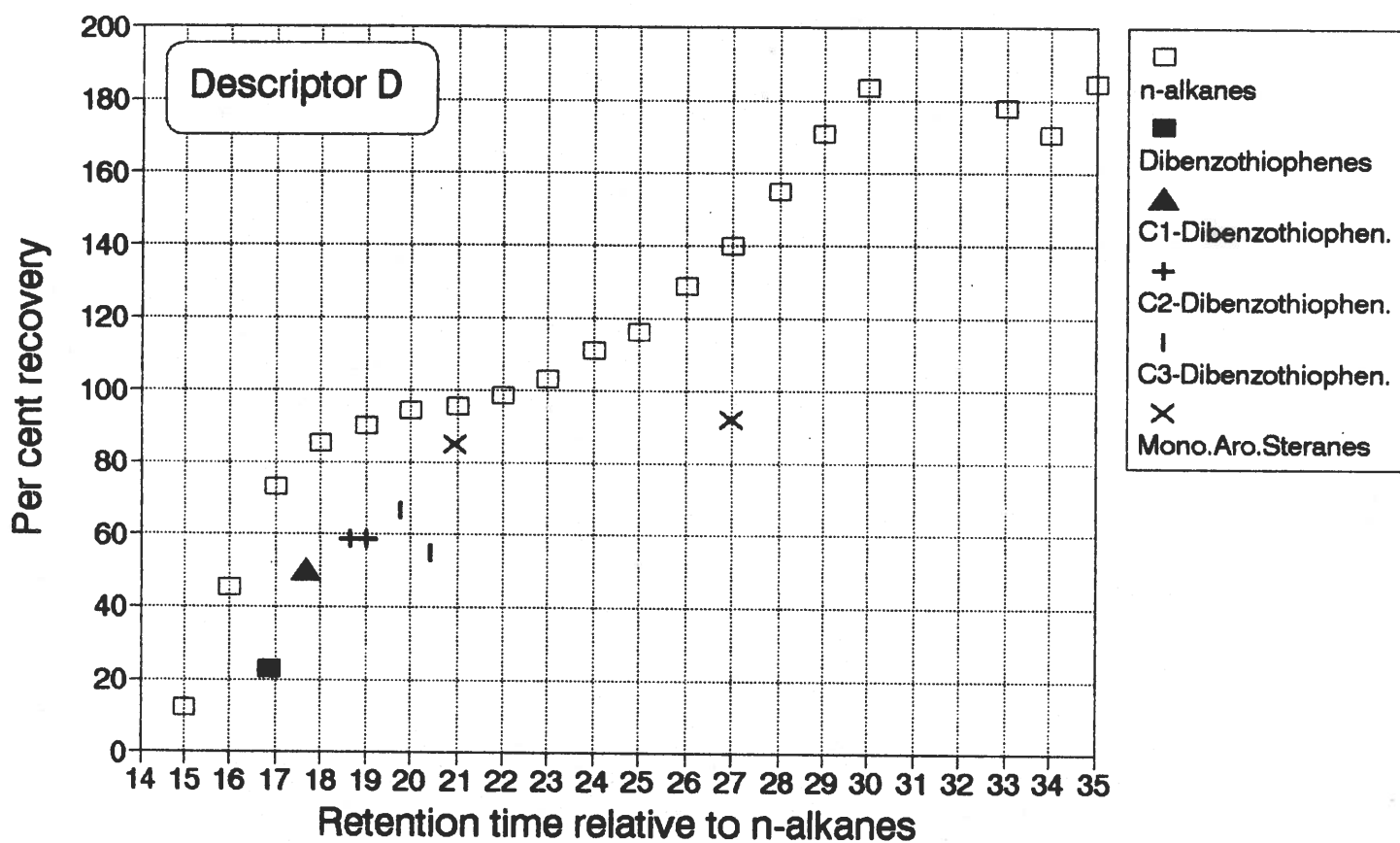
Haltenbanken - Thick Oil Film

2 day - sample no. 70



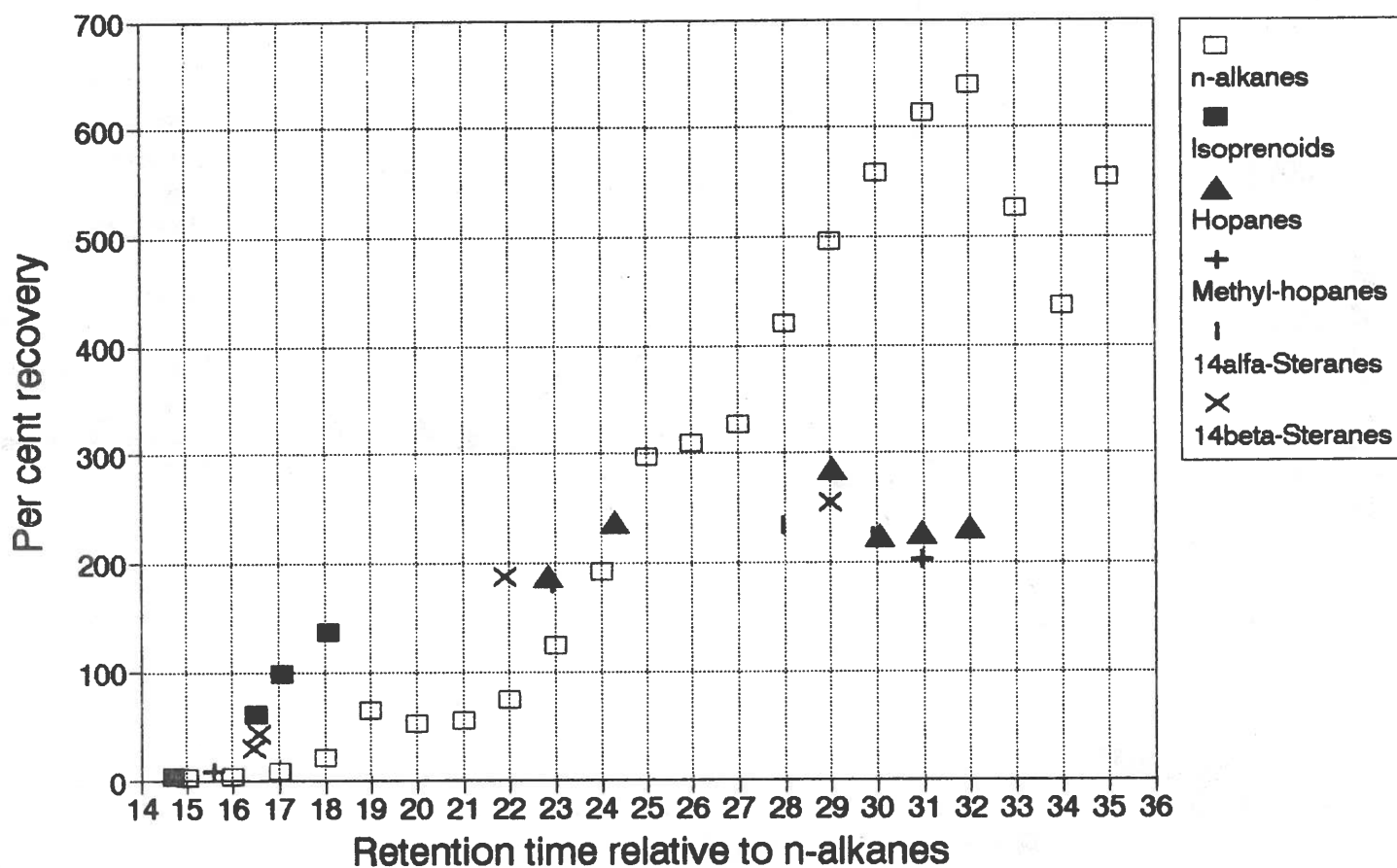
Haltenbanken - Thick Oil Film

3.5 day - sample no. 78



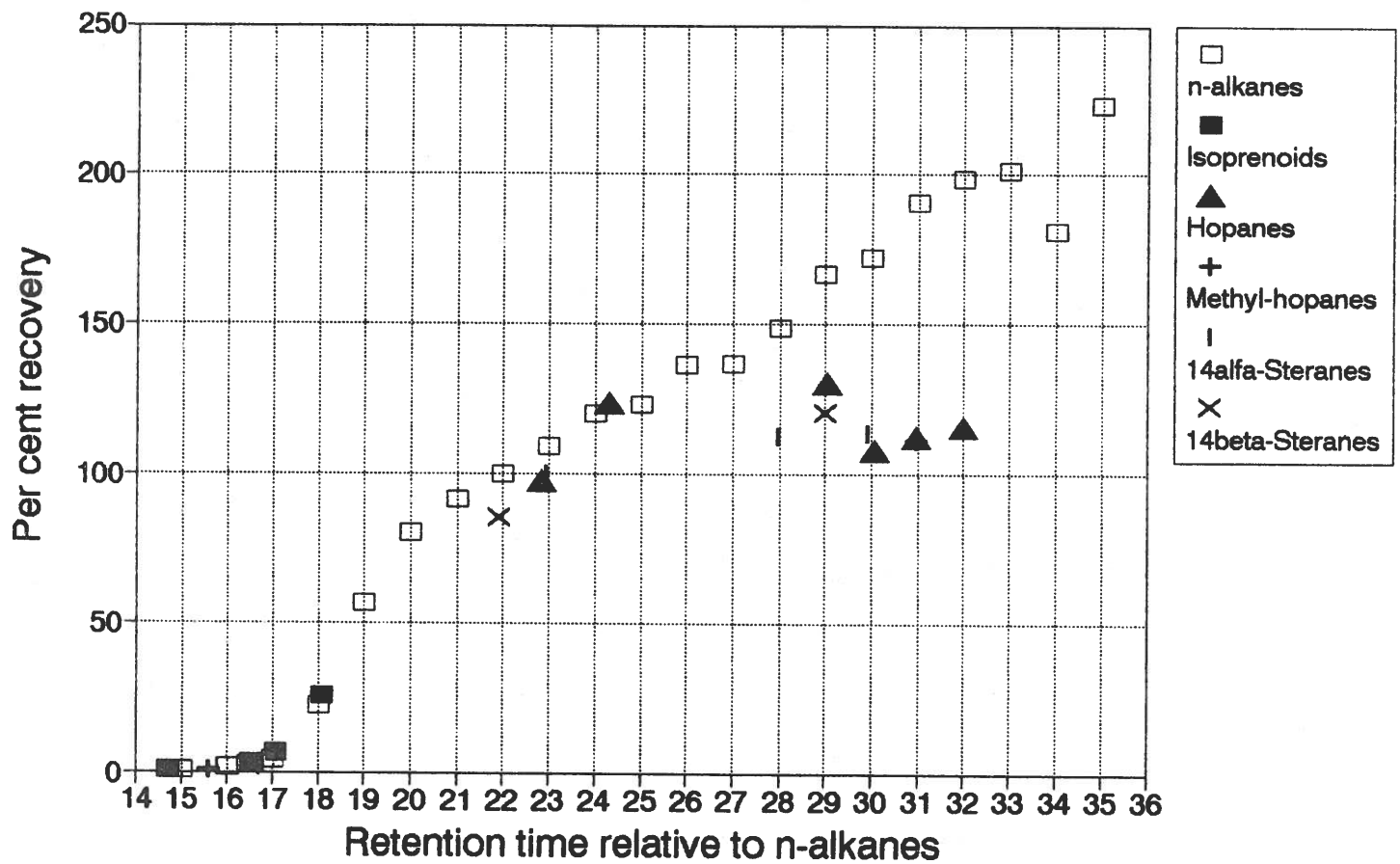
Haltenbanken - Thin Oil Film

3 hours - sample no. 20



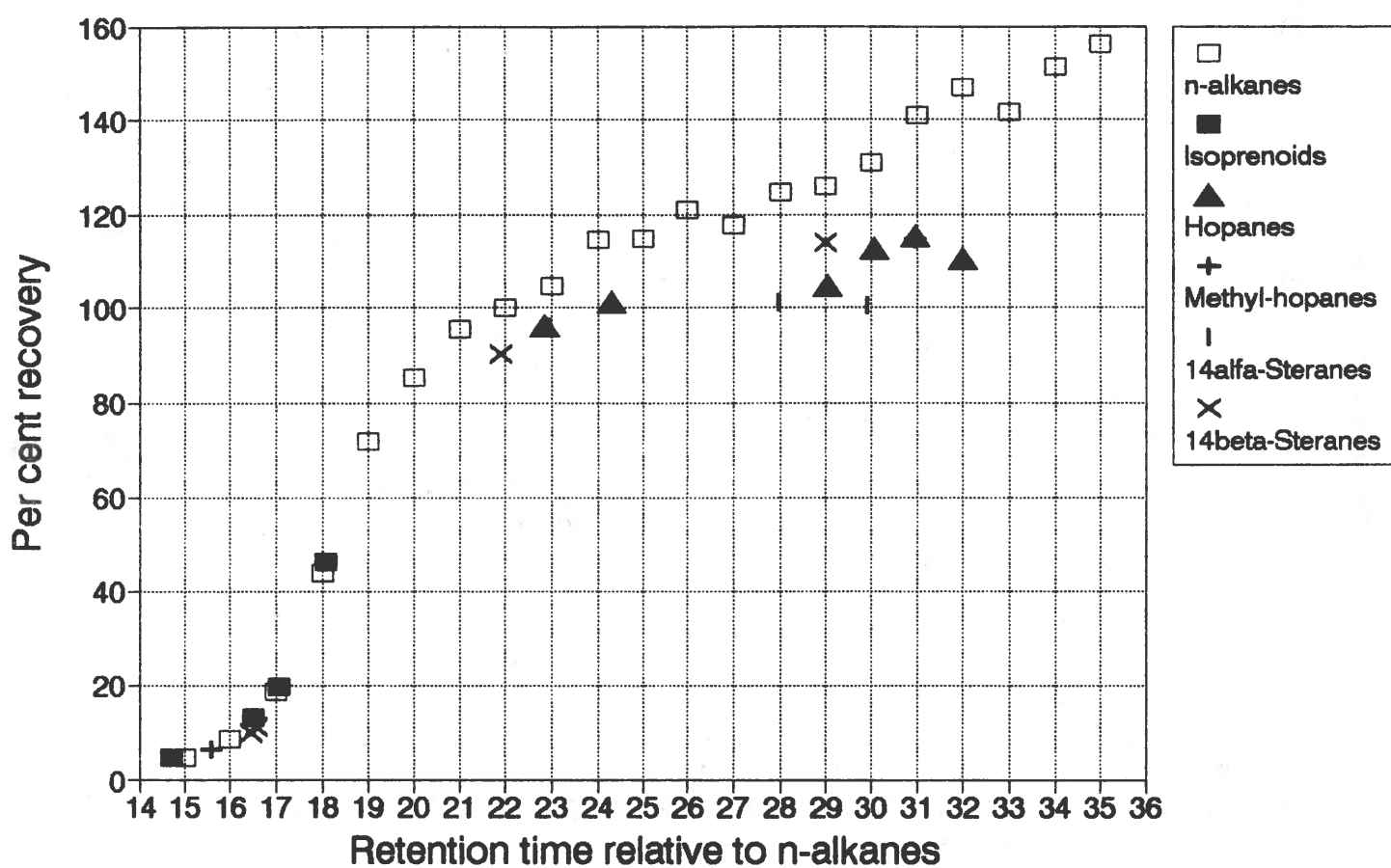
Haltenbanken - Thin Oil Film

10 hours - sample no. 43



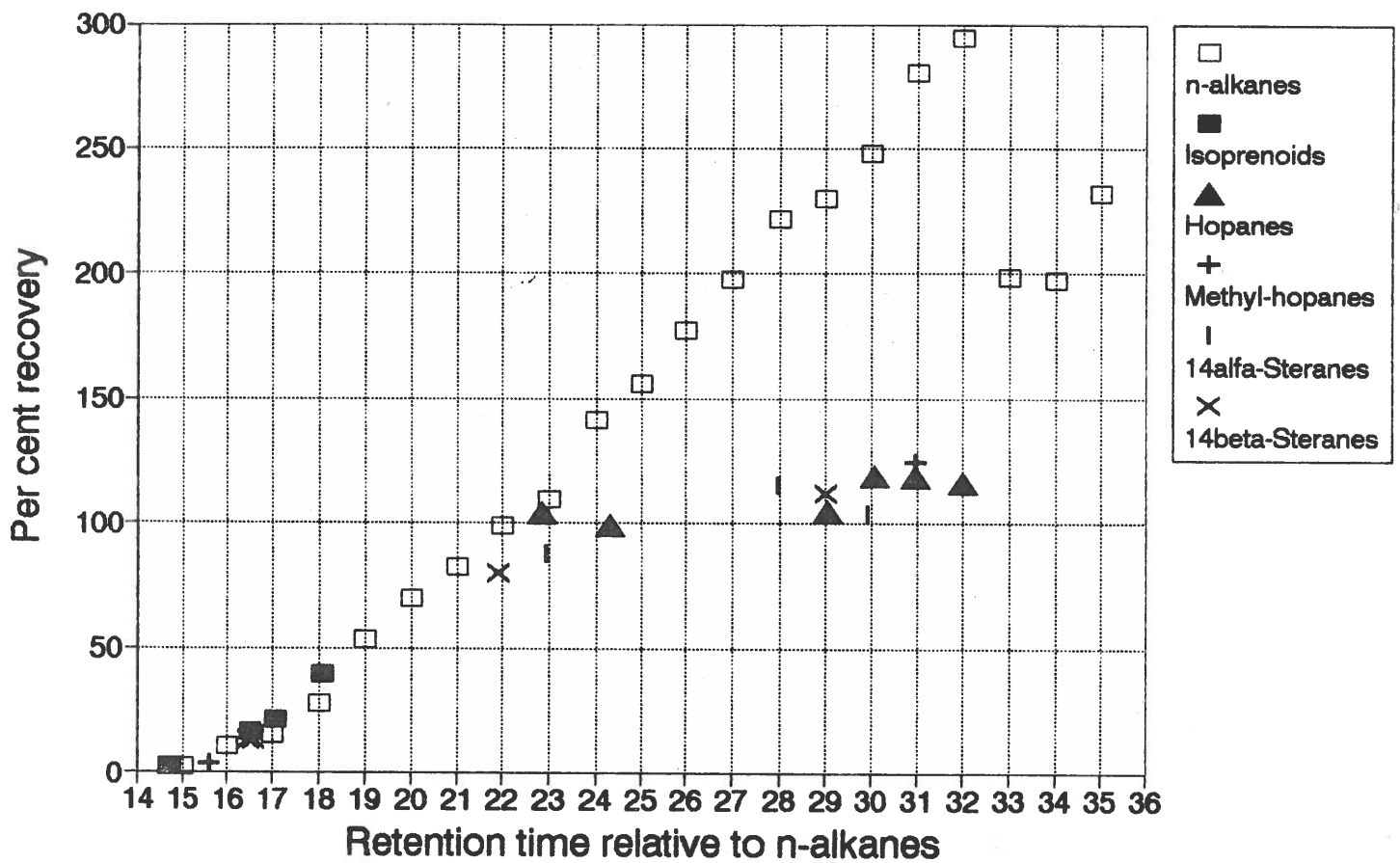
Haltenbanken - Thin Oil Film

1 day - sample no. 67



Haltenbanken - Thin Oil Film

3.5 days - sample no. 94



First run

	Rt	HAL0AA31 Area	HAL26A4 Area	HAL27A4 Area	HAL28A4 Area	HAL0AA32 Area
n-alkanes:						
C15	15.13	539.32	457.33	554.41	527.75	500.03
C16	17.13	732.54	625.08	728.30	714.72	684.35
C17	19.07	885.92	781.11	925.32	905.09	863.25
C18	21.00	878.59	768.98	918.91	891.48	842.43
C19	22.40	1227.67	1054.69	1302.10	1276.32	1161.61
C20	24.20	940.94	853.29	1018.28	1010.63	929.07
C21	25.55	878.73	808.54	992.37	965.50	862.16
C22	27.26	908.71	825.47	996.13	1002.96	907.99
C23	28.53	903.51	808.55	997.93	964.88	889.90
C24	30.18	853.29	791.47	957.23	939.80	881.03
C25	31.38	993.58	933.23	1146.53	1077.17	963.56
C26	32.57	765.01	657.00	834.51	800.79	726.65
C27	34.11	600.78	538.16	629.51	637.83	588.97
C28	35.24	499.65	437.28	492.44	515.36	484.15
C29	36.36	415.90	363.06	390.36	442.22	396.82
C30	37.44	301.31	257.63	289.96	320.45	270.03
C31	38.52	223.77	198.28	211.60	249.97	203.70
C32	40.02	153.43	124.19	136.46	153.73	131.05
C33	41.23	176.20	166.23	181.23	184.05	178.76
C34	42.59	166.24	131.16	167.47	177.81	152.85
C35	44.52	96.95	80.12	99.98	107.00	77.61
C36	47.10	25.09	20.05	24.76	24.25	17.68
<hr/>						
C15 Isoprenoid	14.29	1235.73	1049.73	1299.96	1262.86	1133.87
Norpristane	18.13	790.49	691.50	824.99	817.57	775.31
Pristane	19.17	2515.43	2236.04	2648.95	2643.63	2540.82
Phytane	21.09	978.84	899.77	859.45	1075.97	987.55
<hr/>						
Nor-Hopanes:						
1	36.38	541.74	529.79	678.59	634.47	509.34
<hr/>						
Hopanes:						
1	28.33	196.13	185.60	236.59	243.19	214.35
2	30.56	180.64	159.58	198.11	210.65	191.82
3	37.51	2458.30	2177.55	2805.76	2620.69	2374.30
4	38.49	5891.44	5003.85	6374.44	6608.68	5433.33
5	40.01	3029.80	2596.34	3033.71	2830.11	2929.81
<hr/>						
Methyl-Hopanes:						
1	16.30	555.70	493.49	601.23	607.85	535.69
2	38.50	1261.12	925.88	1302.57	1214.92	1076.95
<hr/>						
14α(H) Steranes:						
1	28.48	510.92	470.99	569.29	549.37	532.77
2	35.18	3592.90	3539.46	4382.71	4180.49	3778.99
3	37.32	1692.54	1638.63	1947.48	1848.17	1843.43
<hr/>						
14β(H) Steranes:						
1	18.01	649.99	605.59	723.71	717.27	656.70
2	18.22	1470.52	1325.44	1609.91	1593.98	1467.38
3	27.12	689.28	639.41	778.12	759.16	708.75
4	36.35	930.28	903.28	1126.74	1073.57	950.11

Second run

	Rt	HAL0AA34 Area	HAL28A5 Area	HAL27A5 Area	HAL26A5 Area	HAL0AA35 Area
n-alkanes:						
C15	15.13	806.16	537.32	740.35	477.23	660.24
C16	17.13	1087.96	735.60	994.82	642.13	864.58
C17	19.07	1363.98	952.82	1244.76	815.64	1084.75
C18	21.00	1346.33	928.38	1226.92	796.81	1054.93
C19	22.40	1286.05	1208.82	1330.70	1018.09	727.02
C20	24.20	1422.58	1037.61	1280.39	838.89	1033.35
C21	25.55	1402.39	1031.13	1329.02	844.14	1124.30
C22	27.26	1503.43	1047.28	1381.50	859.68	1177.40
C23	28.53	1507.34	1054.22	1447.42	859.54	1224.17
C24	30.18	1487.20	1063.35	1362.49	830.41	1182.69
C25	31.38	1832.95	1213.21	1689.54	1002.96	1377.10
C26	32.57	1382.31	909.73	1244.49	757.83	1070.80
C27	34.11	1086.38	725.03	945.49	595.92	841.24
C28	35.24	938.67	608.94	754.68	498.67	689.99
C29	36.36	815.27	504.46	615.32	405.77	590.26
C30	37.44	602.83	374.60	455.56	290.04	410.98
C31	38.52	444.42	290.17	355.05	233.51	330.70
C32	40.02	293.86	190.63	230.64	163.09	232.32
C33	41.23	335.25	244.71	286.61	200.72	272.78
C34	42.59	321.87	201.41	298.16	167.12	256.00
C35	44.52	201.59	119.12	171.69	98.62	128.69
C36	47.10	35.17	37.42	40.63	30.83	34.68
C15 Isoprenoid						
C15 Isoprenoid	14.29	1826.41	1241.83	1714.04	1076.54	1447.39
Norpristane						
Norpristane	18.13	1234.55	832.71	1088.60	716.41	977.85
Pristane						
Pristane	19.17	3958.87	2672.61	3493.88	2293.71	3103.66
Phytane						
Phytane	21.09	1533.70	1099.91	1429.96	978.26	1219.58
Nor-Hopanes:						
1	36.38	929.61	644.95	815.71	509.04	692.35
Hopanes:						
1	28.33	355.72	242.15	309.19	205.38	260.48
2	30.56	316.75	227.77	332.08	186.83	281.64
3	37.51	4243.91	2803.07	3865.76	2235.53	3112.51
4	38.49	10035.84	6858.58	9638.78	5761.20	7831.16
5	40.01	4959.32	3828.40	4788.04	2966.58	4262.51
Methyl-Hopanes:						
1	16.30	836.97	586.64	770.10	484.31	681.75
2	38.50	2019.64	1358.04	2113.01	1200.55	1652.12
14α(H) Steranes:						
1	28.48	855.12	594.08	822.14	519.83	713.67
2	35.18	6663.84	4609.12	6249.21	3804.75	5156.99
3	37.32	2953.85	2241.17	2911.91	1799.31	2565.99
14β(H) Steranes:						
1	18.01	998.31	703.48	926.64	611.29	821.29
2	18.22	2360.07	1615.48	2152.89	1385.86	1869.28
3	27.12	1139.96	816.76	1044.39	688.78	910.86
4	36.35	1736.74	1145.16	1581.77	965.07	1251.68

First run

	Rt	HAL0AA37 Area	HAL49A4 Area	HAL50A4 Area	HAL51A4 Area	HAL0AA38 Area
n-alkanes:						
C15	15.13	694.08	619.43	653.37	583.19	461.55
C16	17.13	923.54	866.36	895.58	816.43	649.66
C17	19.07	1133.01	1120.67	1186.64	1049.56	805.58
C18	21.00	1109.91	1078.28	1172.04	1046.73	792.44
C19	22.40	883.95	988.31	936.33	742.06	530.68
C20	24.20	1110.66	1102.69	1163.92	1062.27	779.65
C21	25.55	1145.33	1154.11	1334.19	1073.45	803.30
C22	27.26	1265.65	1202.03	1414.63	1148.06	907.87
C23	28.53	1329.91	1227.37	1450.66	1158.96	913.65
C24	30.18	1404.93	1195.14	1633.11	1160.47	907.49
C25	31.38	1639.20	1396.84	1662.67	1406.45	1028.06
C26	32.57	1309.38	1113.38	1262.89	1001.54	794.59
C27	34.11	1046.61	885.22	966.90	835.35	660.03
C28	35.24	864.30	738.83	825.39	692.45	544.89
C29	36.36	735.58	659.91	681.92	581.21	471.98
C30	37.44	522.49	501.11	545.48	430.65	341.71
C31	38.52	398.23	411.37	414.48	333.30	274.06
C32	40.02	279.24	280.70	273.21	253.69	174.57
C33	41.23	369.40	345.59	344.91	343.86	230.24
C34	42.59	321.40	337.06	318.28	278.03	217.90
C35	44.52	171.46	199.25	209.08	154.60	126.58
C36	47.10	49.38	53.96	44.76	36.73	25.56
C15 Isoprenoid						
C15 Isoprenoid	14.29	1581.75	1407.79	1528.84	1365.75	1074.94
Norpristane						
Norpristane	18.13	1021.85	964.87	1021.23	929.35	710.81
Pristane						
Pristane	19.17	3306.22	3225.23	3432.62	2972.32	2352.81
Phytane						
Phytane	21.09	1266.23	1295.53	1415.46	1222.09	916.04
Nor-Hopanes:						
1	36.38	810.15	748.99	813.60	742.66	575.54
Hopanes:						
1	28.33	279.46	271.97	313.10	280.36	188.80
2	30.56	288.39	283.19	328.06	269.76	206.63
3	37.51	3573.30	3564.59	3926.08	3292.70	2488.78
4	38.49	9686.61	8641.74	9469.23	7663.56	6129.68
5	40.01	5099.00	4485.13	4672.83	4274.40	3137.16
Methyl-Hopanes:						
1	16.30	721.38	655.21	729.06	651.76	517.68
2	38.50	1986.96	1818.74	2019.44	1576.63	1313.55
14α(H) Steranes:						
1	28.48	735.71	745.66	858.55	742.82	560.64
2	35.18	6266.34	5678.02	6529.90	5903.00	4131.21
3	37.32	3099.92	2816.97	3035.33	2758.12	1903.44
14β(H) Steranes:						
1	18.01	831.82	841.54	907.19	801.46	647.34
2	18.22	1985.79	1946.06	2066.95	1851.83	1477.10
3	27.12	977.02	953.61	1117.37	946.52	747.36
4	36.35	1548.92	1433.14	1590.76	1404.54	1040.92

Second run

	Rt	HAL0AA40 Area	HAL51A5 Area	HAL50A5 Area	HAL49A5 Area	HAL0AA41 Area
n-alkanes:						
C15	15.13	531.67	564.73	583.28	546.99	474.39
C16	17.13	697.22	778.10	827.12	762.49	622.97
C17	19.07	881.88	992.14	1040.67	960.85	798.27
C18	21.00	861.89	975.87	1020.57	944.09	800.16
C19	22.40	985.14	999.82	767.19	546.85	320.05
C20	24.20	939.07	1088.97	1094.83	1028.09	804.42
C21	25.55	918.14	1115.80	1091.10	1002.91	820.53
C22	27.26	947.53	1131.94	1175.05	1103.90	912.71
C23	28.53	968.77	1163.65	1163.70	1088.34	922.85
C24	30.18	950.66	1322.60	1193.22	1085.22	909.33
C25	31.38	1086.30	1350.89	1367.09	1281.93	1083.82
C26	32.57	872.06	1027.35	1026.15	977.76	793.54
C27	34.11	701.05	780.41	857.74	792.08	654.28
C28	35.24	565.31	627.07	703.43	655.56	557.37
C29	36.36	488.33	539.12	591.13	578.89	480.51
C30	37.44	337.73	388.97	422.81	426.56	335.78
C31	38.52	270.91	325.59	341.87	357.31	257.93
C32	40.02	171.85	196.34	254.12	257.81	169.62
C33	41.23	219.75	246.33	303.51	290.93	231.10
C34	42.59	194.60	244.77	285.73	287.96	189.46
C35	44.52	110.16	135.22	174.25	170.26	113.57
C36	47.10	28.26	32.05	48.73	45.48	29.71
C15 Isoprenoid						
C15 Isoprenoid	14.29	1179.79	1284.05	1386.09	1289.01	1040.15
Norpristane						
Norpristane	18.13	789.43	885.97	951.91	863.78	727.48
Pristane						
Pristane	19.17	2523.55	2821.08	3132.89	2898.67	2370.46
Phytane						
Phytane	21.09	986.45	1147.58	1263.71	1170.64	918.61
Nor-Hopanes:						
1	36.38	579.60	664.64	761.51	705.58	574.85
Hopanes:						
1	28.33	206.29	259.41	269.19	256.74	199.04
2	30.56	210.98	262.65	249.14	236.64	200.30
3	37.51	2547.73	3124.54	3245.80	3123.24	2478.38
4	38.49	6216.83	7673.39	8138.11	7599.57	5655.96
5	40.01	3261.64	3514.67	4544.79	3840.66	2942.35
Methyl-Hopanes:						
1	16.30	534.41	621.29	693.88	618.81	512.27
2	38.50	1342.74	1548.36	1675.65	1590.49	1056.37
14α(H) Steranes:						
1	28.48	547.90	672.11	684.98	651.21	565.70
2	35.18	4285.50	5111.69	5655.13	5279.90	4255.87
3	37.32	2014.06	2315.69	2828.44	2527.86	1946.55
14β(H) Steranes:						
1	18.01	653.68	755.44	829.43	786.67	604.61
2	18.22	1492.62	1702.27	1900.03	1762.20	1421.90
3	27.12	730.40	882.17	928.98	867.68	717.67
4	36.35	1063.15	1263.19	1347.47	1252.01	1068.12

First run

	Rt	HAL0AA43 Area	HAL70A1 Area	HAL71A1 Area	HAL72A1 Area	HAL0AA44 Area
n-alkanes:						
C15	15.13	492.50	561.44	500.81	269.42	459.29
C16	17.13	684.95	844.03	728.83	397.69	641.00
C17	19.07	865.59	1074.08	938.22	507.06	790.05
C18	21.00	864.15	1044.05	861.37	488.99	788.74
C19	22.40	1058.09	773.86	385.15	450.89	965.76
C20	24.20	946.30	1082.69	785.91	556.80	863.72
C21	25.55	933.70	1104.48	935.27	535.55	852.22
C22	27.26	1010.63	1228.97	1061.26	592.09	854.81
C23	28.53	1007.62	1208.77	1166.14	595.64	901.54
C24	30.18	988.09	1242.63	1077.77	596.58	934.51
C25	31.38	1161.90	1444.51	1406.01	678.35	1076.07
C26	32.57	895.24	1124.96	1039.39	536.78	827.67
C27	34.11	746.89	977.17	810.49	430.65	722.21
C28	35.24	604.57	831.94	750.96	354.91	572.22
C29	36.36	548.51	724.01	651.31	307.43	501.15
C30	37.44	406.93	535.84	480.16	219.96	378.95
C31	38.52	307.35	445.04	415.04	182.64	293.57
C32	40.02	192.08	306.33	262.15	126.01	184.86
C33	41.23	291.72	416.29	345.66	156.45	264.66
C34	42.59	223.07	335.77	297.37	145.29	245.00
C35	44.52	110.35	215.18	187.72	95.42	117.65
C36	47.10	21.93	77.14	63.05	23.45	25.41
<hr/>						
C15 Isoprenoid	14.29	1137.62	1238.03	1082.36	587.66	1120.31
Norpristane	18.13	768.27	934.50	847.89	453.90	692.60
Pristane	19.17	2560.72	3147.32	2473.43	1566.62	2352.45
Phytane	21.09	965.72	1252.52	1116.00	618.42	846.69
<hr/>						
Nor-Hopanes:						
1	36.38	605.51	756.00	675.43	354.27	567.71
<hr/>						
Hopanes:						
1	28.33	227.73	268.94	243.98	132.97	170.17
2	30.56	220.55	257.82	278.27	148.52	224.93
3	37.51	2726.17	3449.89	3034.35	1610.36	2663.49
4	38.49	6398.68	7925.27	7544.23	4066.07	6636.69
5	40.01	3573.46	4571.95	3898.31	1990.56	3757.65
<hr/>						
Methyl-Hopanes:						
1	16.30	549.45	624.73	573.09	270.99	526.80
2	38.50	1279.13	1621.64	1561.58	831.97	1400.58
<hr/>						
14α(H) Steranes:						
1	28.48	573.86	702.42	701.59	365.63	557.04
2	35.18	4551.05	5891.91	5502.13	2791.51	4663.95
3	37.32	2247.62	2917.66	2636.89	1308.48	2275.47
<hr/>						
14β(H) Steranes:						
1	18.01	633.86	820.00	692.24	353.40	669.47
2	18.22	1557.77	1885.06	1704.77	939.72	1557.39
3	27.12	776.25	931.96	828.13	493.32	638.19
4	36.35	1167.54	1454.65	1327.38	645.34	1066.47

Second run

	Rt	HALOAA46 Area	HAL72A2 Area	HAL71A2 Area	HAL70A2 Area	HALOAA47 Area
n-alkanes:						
C15	15.13	556.00	273.63	430.04	566.86	362.34
C16	17.13	736.37	398.65	630.04	822.67	517.54
C17	19.07	944.50	507.72	811.94	1074.98	648.61
C18	21.00	929.73	505.31	782.23	1041.66	637.69
C19	22.40	1132.22	727.26	1001.89	566.71	557.69
C20	24.20	990.68	578.18	842.57	1048.16	700.03
C21	25.55	976.77	538.00	843.33	1141.68	678.71
C22	27.26	1017.80	570.81	867.91	1258.16	723.81
C23	28.53	1018.01	556.70	908.19	1317.15	747.91
C24	30.18	1029.98	563.88	875.18	1310.67	729.68
C25	31.38	1228.14	653.10	1092.25	1631.43	880.21
C26	32.57	957.55	510.29	792.12	1265.90	663.79
C27	34.11	788.21	418.24	674.49	1048.66	543.72
C28	35.24	652.72	345.20	586.13	930.66	467.15
C29	36.36	584.50	299.77	521.82	846.16	403.32
C30	37.44	399.82	218.60	382.17	635.16	305.06
C31	38.52	329.60	179.36	311.19	522.89	234.16
C32	40.02	228.56	122.15	217.82	369.62	154.58
C33	41.23	295.90	140.15	288.15	494.96	212.59
C34	42.59	289.77	140.26	235.63	382.45	197.67
C35	44.52	163.04	81.67	144.32	235.48	112.12
C36	47.10	31.88	19.84	46.40	90.05	24.88
C15 Isoprenoid						
Norpristane	14.29	1281.92	582.89	929.42	1271.78	1268.46
Pristane	18.13	831.53	458.24	732.67	927.82	874.78
Phytane	19.17	2709.79	1507.59	2362.86	3130.86	2925.29
Nor-Hopanes:						
1	36.38	652.83	320.84	511.23	821.81	426.88
Hopanes:						
1	28.33	239.41	126.46	228.83	292.34	180.72
2	30.56	221.18	128.89	199.85	317.84	155.15
3	37.51	2809.88	1598.29	2416.24	3653.87	2040.95
4	38.49	7100.79	3969.32	6228.17	8909.39	4903.85
5	40.01	3869.62	1878.96	3413.10	4988.70	2829.99
Methyl-Hopanes:						
1	16.30	601.09	275.80	444.24	644.65	395.99
2	38.50	1460.98	818.87	1268.32	1801.93	1017.37
14α(H) Steranes:						
1	28.48	615.46	355.14	535.76	803.81	480.92
2	35.18	4935.80	2567.09	4465.53	6695.84	3757.25
3	37.32	2412.78	1285.45	2175.34	3225.92	1794.09
14β(H) Steranes:						
1	18.01	696.00	350.27	584.34	845.55	504.59
2	18.22	1627.81	912.89	1486.79	2081.35	1264.68
3	27.12	799.29	463.82	739.02	1059.73	620.89
4	36.35	1158.37	655.33	1079.62	1610.33	892.30

First run

	Rt	HAL0AA49 Area	HAL78A10 Area	HAL79A6 Area	HAL80A6 Area	HAL0AA50 Area
n-alkanes:						
C15	15.13	682.26	77.47	67.28	49.84	257.69
C16	17.13	976.15	397.64	361.78	256.98	358.05
C17	19.07	1189.94	757.24	707.28	497.98	449.92
C18	21.00	1160.27	887.19	832.66	580.43	447.97
C19	22.40	959.81	1118.26	898.77	617.12	352.90
C20	24.20	1207.62	999.46	970.56	637.82	461.06
C21	25.55	1274.45	1040.39	1028.60	658.85	469.50
C22	27.26	1331.90	1036.93	1024.37	726.91	542.59
C23	28.53	1400.71	1121.76	1128.69	714.30	525.36
C24	30.18	1419.73	1121.04	1117.57	779.83	552.19
C25	31.38	1737.05	1456.04	1445.12	881.41	606.41
C26	32.57	1310.93	1163.96	1161.80	796.96	496.18
C27	34.11	1046.15	1056.09	1049.85	722.41	400.98
C28	35.24	925.99	984.23	1005.12	612.83	318.93
C29	36.36	829.34	882.16	943.06	573.70	297.57
C30	37.44	616.25	684.05	684.14	472.03	226.49
C31	38.52	490.58	576.54	591.53	422.67	177.69
C32	40.02	307.96	419.05	423.86	276.58	99.66
C33	41.23	423.30	436.92	468.47	289.41	132.79
C34	42.59	352.12	369.73	417.68	232.88	117.88
C35	44.52	175.95	233.67	225.82	135.02	52.42
C36	47.10	47.18	82.79	86.23	57.80	14.26
C15 Isoprenoid						
C15 Isoprenoid	14.29	1683.41	71.26	63.88	44.24	562.63
Norpristane						
Norpristane	18.13	1093.95	569.44	533.47	378.11	388.22
Pristane						
Pristane	19.17	3489.34	2256.29	2095.99	1424.41	1316.65
Phytane						
Phytane	21.09	1363.16	1056.18	1006.91	657.60	506.69
Nor-Hopanes:						
1	36.38	820.10	619.91	623.60	439.29	340.09
Hopanes:						
1	28.33	323.26	243.29	246.94	170.46	140.97
2	30.56	335.56	206.77	254.48	153.51	135.57
3	37.51	3622.71	2972.30	3009.60	2183.30	1638.79
4	38.49	9425.65	7381.95	7429.73	5250.95	3825.88
5	40.01	4974.16	4192.25	4217.47	2572.42	1906.96
Methyl-Hopanes:						
1	16.30	623.49	104.22	102.98	67.19	276.77
2	38.50	1815.59	1606.03	1586.54	1132.30	825.06
14α(H) Steranes:						
1	28.48	847.45	681.30	704.81	456.69	359.53
2	35.18	6675.86	5676.03	6075.13	3932.59	3187.90
3	37.32	3247.57	2779.50	2945.71	1762.78	1387.81
14β(H) Steranes:						
1	18.01	777.84	403.42	394.12	279.61	391.21
2	18.22	2134.15	1072.25	1064.73	744.28	916.61
3	27.12	1088.45	829.18	856.61	620.51	476.71
4	36.35	1679.04	1382.39	1432.25	942.87	714.10

Second run

	Rt	HALOAA59 Area	HAL80A9 Area	HAL79A9 Area	HAL78A13 Area	HALOAA60 Area
n-alkanes:						
C15	15.13	191.59	32.38	28.40	11.43	109.52
C16	17.13	244.68	140.06	120.62	53.36	152.41
C17	19.07	316.32	246.24	225.36	99.93	196.37
C18	21.00	318.30	283.55	266.15	113.31	194.53
C19	22.40	476.90	435.25	402.07	172.77	291.66
C20	24.20	374.08	374.92	353.25	146.58	230.57
C21	25.55	397.45	392.85	343.25	149.73	223.01
C22	27.26	442.21	435.79	385.12	154.90	242.42
C23	28.53	441.02	475.95	403.98	164.63	242.72
C24	30.18	454.48	455.63	425.12	164.16	248.17
C25	31.38	547.59	588.73	501.46	198.79	269.47
C26	32.57	426.06	473.31	440.49	163.16	222.64
C27	34.11	350.14	424.65	390.29	135.75	172.50
C28	35.24	294.90	407.81	345.51	122.90	143.24
C29	36.36	252.57	374.22	342.98	109.47	121.07
C30	37.44	186.37	288.37	275.81	85.68	92.77
C31	38.52	147.51	233.69	228.68	66.25	73.03
C32	40.02	102.75	174.81	135.90	43.92	46.96
C33	41.23	125.95	198.75	175.05	52.41	55.62
C34	42.59	107.50	157.66	149.86	39.15	51.28
C35	44.52	54.37	93.79	83.14	18.88	22.68
C36	47.10	14.36	34.53	29.38	7.66	5.30
C15 Isoprenoid						
C15 Isoprenoid	14.29	451.74	235.49	26.94	7.28	255.82
Norpristane						
Norpristane	18.13	308.10	207.30	176.20	74.38	168.07
Pristane						
Pristane	19.17	963.81	764.86	684.06	309.80	584.13
Phytane						
Phytane	21.09	401.84	363.72	341.91	143.98	230.18
Nor-Hopanes:						
1	36.38	370.75	370.03	378.93	155.61	208.63
Hopanes:						
1	28.33	119.75	109.69	104.88	42.21	59.30
2	30.56	105.06	98.22	94.32	39.09	56.48
3	37.51	1497.02	1417.16	1407.85	484.07	775.93
4	38.49	3409.52	3215.36	2945.80	1030.41	1644.69
5	40.01	1895.69	1864.56	1560.48	539.41	795.94
Methyl-Hopanes:						
1	16.30	218.38	43.70	33.21	12.87	116.63
2	38.50	572.70	489.59	543.99	155.08	277.72
14α(H) Steranes:						
1	28.48	210.27	181.15	151.82	66.95	101.50
2	35.18	1553.90	1466.81	1222.92	491.00	813.67
3	37.32	857.50	835.83	685.29	252.77	364.96
14β(H) Steranes:						
1	18.01	207.80	108.93	94.79	36.40	112.15
2	18.22	495.05	294.44	237.43	99.11	260.15
3	27.12	220.34	214.08	184.65	74.92	124.46
4	36.35	329.98	319.73	269.81	104.24	161.06

First run 3.5 d 2 d 1 d

	Rt	HALOAB7 Area	HAL78B3 Area	HAL70B1 Area	HAL49B3 Area	HALOAB8 Area
n-alkanes:						
C10	4.26	654.57	0.00	4.51	15.81	550.26
C11	6.17	833.82	2.79	45.25	132.04	675.89
C12	8.24	923.71	25.59	288.14	384.68	723.82
C13	10.36	998.00	6.99	686.94	563.99	795.10
C14	12.46	1218.67	63.57	1330.15	818.53	1015.19
C15	14.51	1477.21	443.38	1037.53	1000.24	1090.87
C16	16.51	1588.11	1524.76	2437.89	1191.03	1428.69
C17	18.45	1700.56	2642.07	2822.31	1281.47	1575.59
C18	20.34	1614.27	2990.20	2706.70	1242.66	1519.98
C19	22.18	1868.47	3757.96	3169.27	1541.33	1890.78
C20	23.57	1518.34	3122.86	2614.12	1225.91	1523.49
C21	25.32	1301.02	2824.35	2321.20	1045.81	1334.04
C22	27.03	1153.54	2668.33	2173.49	1003.55	1218.70
C23	28.30	1012.97	2515.84	2011.70	819.06	1065.22
C24	29.54	870.19	2295.32	1766.77	726.07	929.02
C25	31.14	2750.06	3541.21	3051.42	1031.32	1847.67
C26	32.32	646.59	1790.62	1208.15	475.31	588.99
C27	33.47	535.54	1442.37	798.65	326.46	456.35
C28	35.01	370.76	1148.53	651.76	236.12	315.61
C29	36.10	285.06	955.16	498.78	163.59	222.99
C30	37.20	182.33	620.48	321.49	103.58	152.59
C31	38.28	121.32	466.38	215.00	83.78	91.60
C32	39.36	79.75	296.14	131.76	55.71	71.89
C33	40.52	101.96	320.91	179.47	58.15	75.85
C34	42.35	103.45	256.38	137.39	68.57	71.02
C35	44.06	56.04	130.67	74.93	36.75	79.49
C36		0.00	53.03	28.08	0.00	45.32
C2-Naphthalenes:						
1	12.08	4705.51	29.80	3105.20	2783.97	3511.86
2	12.24	9780.16	73.34	6714.21	5863.17	7382.36
C3-Naphthalenes:						
1	14.44	3913.99	371.18	2420.41	2478.05	2547.03
2	15.22	1866.32	251.58	1394.57	1230.75	1300.38
C4-Naphthalenes:						
1	15.30	225.68	35.44	136.47	134.78	150.47
2	18.34	177.72	113.74	260.18	164.01	128.13
Bicyclic Napht.:						
1	13.50	50.38	0.00	32.78	27.98	32.27

	Second run	1 d	2 d	3.5 d		
	Rt	HALOAB10 Area	HAL49B4 Area	HAL70B2 Area	HAL78B4 Area	HALOAB11 Area
n-alkanes:						
C10	4.26	618.78	15.49	2.53	1.94	600.67
C11	6.17	766.67	129.28	25.33	3.33	770.96
C12	8.24	823.19	351.80	162.89	25.32	848.51
C13	10.36	883.18	539.28	383.28	5.65	916.97
C14	12.46	1086.20	786.49	750.08	59.78	1180.02
C15	14.51	1213.22	1008.69	1059.91	385.80	944.13
C16	16.51	1486.90	1143.18	1379.85	1416.45	1635.23
C17	18.45	1611.90	1261.95	1529.10	2451.64	1781.59
C18	20.34	1556.71	1209.87	1518.84	2755.62	1805.81
C19	22.18	1847.96	1429.60	1796.95	3516.89	2217.17
C20	23.57	1493.15	1163.45	1485.68	2978.93	1813.25
C21	25.32	1269.78	991.22	1243.60	2600.88	1522.44
C22	27.03	1116.50	919.56	1152.02	2432.89	1400.00
C23	28.30	992.54	797.89	1029.48	2179.61	1250.88
C24	29.54	844.28	670.71	866.14	1985.15	1108.10
C25	31.14	2036.61	1378.23	1118.02	2559.19	1822.08
C26	32.32	573.20	390.43	557.58	1482.50	698.76
C27	33.47	368.16	416.45	368.42	1072.38	499.94
C28	35.01	277.76	203.76	273.89	832.29	333.31
C29	36.10	218.59	156.37	215.29	697.68	248.78
C30	37.20	132.61	90.33	136.59	464.05	169.51
C31	38.28	89.79	67.64	91.97	317.48	99.61
C32	39.36	57.52	43.09	51.55	199.92	69.30
C33	40.52	67.96	53.14	67.95	174.50	78.11
C34	42.35	63.65	51.15	58.39	159.16	70.61
C35	44.06	34.47	18.13	31.11	92.43	54.05
C36		0.00	0.00	0.00	39.67	0.00
C2-Naphthalenes:						
1	12.08	4085.87	2722.70	2083.22	22.53	3577.58
2	12.24	7659.55	5898.32	4758.51	61.08	7385.72
C3-Naphthalenes:						
1	14.44	3151.73	2753.44	2536.79	345.04	2399.28
2	15.22	1611.30	1298.44	1258.03	230.32	1236.47
C4-Naphthalenes:						
1	15.30	170.56	133.41	134.32	28.99	127.51
2	18.34	159.55	177.36	199.79	106.61	127.16
Bicyclic Napht.:						
1	13.50	41.36	31.28	28.41	0.00	34.54

	First run	1 d	2 d	3.5 d		
	Rt	HALOAC14 Area	HAL49C4 Area	HAL70C1 Area	HAL78C4 Area	HALOAC15 Area
n-alkanes:						
C15	14.39	203.29	99.61	133.16	49.16	116.25
C16	16.39	267.00	135.78	186.64	228.99	158.21
C17	18.34	317.87	171.99	235.33	453.64	199.36
C18	20.23	306.56	165.28	229.37	511.84	197.08
C19	22.06	403.39	228.37	323.84	754.99	274.83
C20	23.45	309.06	179.38	249.79	595.15	217.18
C21	25.20	291.36	166.04	238.56	581.60	210.12
C22	26.50	289.43	165.03	239.51	607.60	208.32
C23	28.18	279.93	155.85	228.15	618.92	201.61
C24	29.42	262.89	141.38	211.55	599.34	184.04
C25	31.02	317.67	147.87	237.60	702.30	202.16
C26	32.20	221.60	104.14	164.35	563.70	139.62
C27	33.34	165.26	79.88	126.64	439.52	103.25
C28	34.48	140.80	69.97	96.05	369.81	79.69
C29	35.58	106.43	44.74	70.72	339.60	63.59
C30	37.07	72.73	28.46	45.66	240.80	46.63
C31	38.15	48.50	19.73	38.11	178.34	28.83
C32	39.21	29.03	12.51	26.18	114.91	18.27
C33	40.34	42.45	19.96	29.98	117.57	25.22
C34	42.04	43.23	20.86	27.14	122.70	22.32
C35	43.45	23.63	8.09	14.69	64.23	11.90
C36		0.00	0.00	0.00	22.70	0.00
Phenanthrene:						
1	18.54	5718.05	3175.99	4097.93	3639.51	3656.12
C1-Phenanthrenes:						
1	21.20	5834.38	3471.90	4804.66	7937.03	3938.28
C2-Phenanthrenes:						
1	23.18	4951.38	3251.54	4633.72	8684.34	3445.97
C3-Phenanthrenes:						
1	25.12	1571.61	1140.74	1711.15	3030.70	1147.24
2	26.11	266.32	191.03	253.04	527.08	208.44
Triarom.Steran.:						
1	30.27	156.27	116.07	180.34	363.74	114.73
2	36.11	396.55	257.84	412.72	927.64	244.10

Second run 3.5 d 2 d 1 d

	Rt	HALOAC17 Area	HAL78C5 Area	HAL70C2 Area	HAL49C5 Area	HALOAC18 Area
n-alkanes:						
C15	14.39	193.50	29.32	73.06	75.59	97.39
C16	16.39	250.30	150.48	109.00	99.98	128.22
C17	18.34	312.62	287.99	140.84	126.51	160.77
C18	20.23	299.19	320.95	135.07	121.11	158.68
C19	22.06	422.47	469.48	196.54	172.73	235.35
C20	23.45	328.92	375.04	151.01	133.48	178.32
C21	25.20	312.84	369.89	144.68	130.38	172.77
C22	26.50	314.55	373.31	145.76	130.62	174.27
C23	28.18	306.07	367.15	139.04	123.70	166.36
C24	29.42	286.87	364.66	121.24	110.67	150.25
C25	31.02	332.62	421.02	133.45	119.49	174.71
C26	32.20	224.11	328.67	87.77	77.72	117.11
C27	33.34	171.87	266.07	68.69	53.94	83.93
C28	34.48	137.00	206.14	54.24	40.97	65.61
C29	35.58	106.57	185.32	39.52	33.63	50.05
C30	37.07	69.87	133.57	27.53	21.52	29.18
C31	38.15	47.80	96.61	19.49	14.37	20.46
C32	39.21	29.57	62.63	12.67	8.85	13.81
C33	40.34	46.23	59.20	15.86	11.18	17.73
C34	42.04	38.30	65.59	15.42	13.76	16.82
C35	43.45	20.60	32.29	5.62	7.88	7.79
C36		0.00	12.49	0.00	0.00	0.00
Phenanthrene:						
1	18.54	5123.16	2228.77	2416.91	2283.93	2910.02
C1-Phenanthrenes:						
1	21.20	5761.89	4957.62	2951.12	2600.68	3234.80
C2-Phenanthrenes:						
1	23.18	5102.88	5648.36	2889.88	2423.90	2810.94
C3-Phenanthrenes:						
1	25.12	1827.76	2134.19	1098.33	901.47	981.68
2	26.11	322.02	385.78	182.03	150.57	177.65
Triarom. Steran.:						
1	30.27	186.33	239.42	118.10	102.29	93.53
2	36.11	430.28	588.86	242.62	201.26	189.93

First run 1 d 2 d 3.5 d

	Rt	HALOAD6 Area	HAL49D2 Area	HAL70D1 Area	HAL78D2 Area	HALOAD8 Area
n-alkanes:						
C15	14.26	151.28	109.88	82.59	45.52	143.18
C16	16.25	196.94	155.39	116.95	226.35	192.65
C17	18.20	236.79	196.70	150.16	456.45	247.23
C18	20.08	223.56	187.96	146.92	519.45	243.85
C19	21.50	295.10	248.01	211.47	756.56	345.95
C20	23.30	227.74	186.39	163.70	626.35	267.10
C21	25.05	216.82	177.81	148.59	614.14	258.19
C22	26.35	209.82	168.45	144.38	617.69	256.57
C23	28.03	194.27	157.56	133.65	611.73	243.43
C24	29.26	177.28	140.39	120.12	596.36	222.77
C25	30.48	191.05	152.07	118.26	687.53	233.87
C26	32.04	140.54	100.95	78.93	523.80	160.47
C27	33.21	106.56	69.79	61.55	411.32	119.04
C28	34.33	74.96	47.64	40.02	337.78	91.23
C29	35.43	55.28	35.78	33.37	284.08	69.24
C30	36.52	36.21	23.47	19.37	204.09	46.47
C31	37.59	24.05	18.14	13.62	155.87	30.46
C32	39.06	15.50	13.33	11.65	99.27	18.12
C33	40.19	18.48	12.07	11.56	102.41	25.59
C34	41.43	18.32	12.32	10.52	91.30	23.70
C35	43.22	6.66	4.55	4.31	44.86	8.97
C36	0.00	0.00	0.00	0.00	12.24	0.00
Dibenzothiophene:						
1	18.08	875.68	750.47	588.54	544.66	938.35
C1-Dibenzothiophenes:						
1	19.59	987.67	870.25	740.66	1342.92	1060.34
C2-Dibenzothiophenes:						
1	21.44	372.23	369.20	334.33	609.83	423.57
2	22.06	758.28	783.42	705.17	1302.93	868.96
C3-Dibenzothiophenes:						
1	23.13	89.97	83.62	75.59	166.42	99.04
2	24.22	201.08	216.43	189.46	322.21	235.55
Monoaro.Steranes:						
1	25.09	109.97	89.11	77.02	261.29	120.66
2	33.29	353.40	287.06	230.46	943.07	414.08

GC-MS data: Descriptor D - Thick oil film

Second run 3.5 d 2 d 1 d

	Rt	HALOAD10 Area	HAL78D3 Area	HAL70D2 Area	HAL49D3 Area	HALOAD11 Area
n-alkanes:						
C15	14.26	116.61	32.16	70.52	102.92	110.08
C16	16.25	162.74	165.99	102.27	141.04	151.59
C17	18.20	199.20	330.23	128.22	180.86	188.84
C18	20.08	195.34	376.40	123.97	170.58	183.42
C19	21.50	264.33	543.16	172.00	248.18	255.55
C20	23.30	202.99	420.25	132.74	195.31	196.93
C21	25.05	186.83	397.91	121.25	187.02	192.01
C22	26.35	180.01	398.72	116.89	184.04	184.17
C23	28.03	166.86	388.47	105.50	176.31	177.27
C24	29.26	152.95	379.79	91.63	155.29	155.58
C25	30.48	166.93	414.09	96.96	165.47	172.64
C26	32.04	109.83	315.01	65.46	110.67	114.15
C27	33.21	76.67	262.16	47.57	76.09	85.76
C28	34.33	59.28	209.72	36.19	56.37	59.17
C29	35.43	43.06	169.41	26.40	44.13	46.43
C30	36.52	28.98	120.70	16.81	25.96	30.86
C31	37.59	19.47	84.90	10.72	18.28	19.29
C32	39.06	11.25	53.96	8.43	11.42	12.13
C33	40.19	15.32	63.66	11.16	13.88	15.84
C34	41.43	13.87	51.69	8.77	12.04	11.71
C35	43.22	7.71	19.06	4.65	5.98	4.57
C36	0.00	0.00	8.35	0.00	0.00	0.00
Dibenzothiophene:						
1	18.08	750.07	382.97	477.85	715.16	706.80
C1-Dibenzothiophenes:						
1	19.59	808.45	909.42	597.37	841.49	773.81
C2-Dibenzothiophenes:						
1	21.44	299.47	403.10	277.46	340.82	294.18
2	22.06	651.72	811.47	560.96	751.90	631.16
C3-Dibenzothiophenes:						
1	23.13	70.39	104.54	59.29	77.07	68.98
2	24.22	160.02	193.97	156.64	200.69	159.00
Monoaro. Steranes:						
1	25.09	89.64	176.52	64.80	94.20	95.29
2	33.29	282.61	612.79	196.61	312.26	309.76

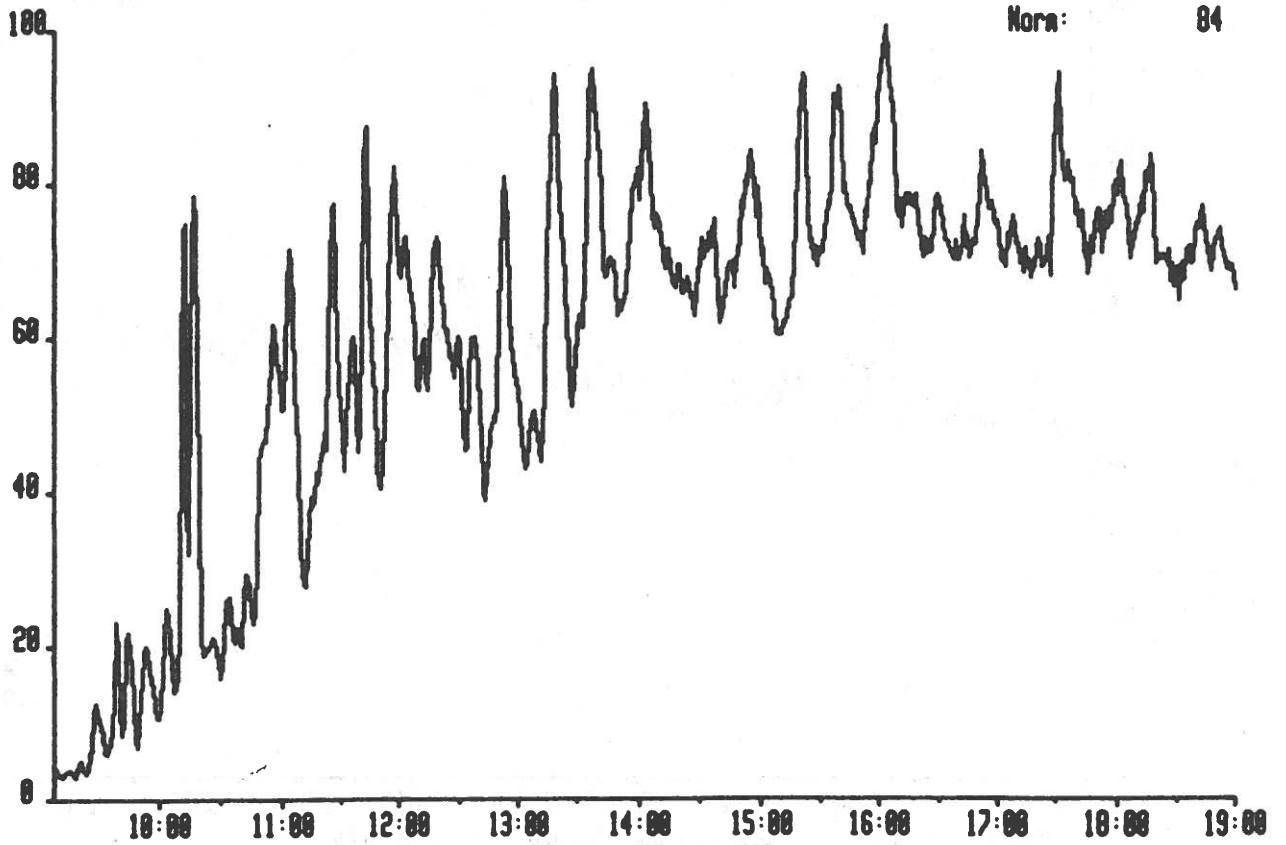
First run 3 h 10 h 1 d 3.5 d

	Rt	HAL0AA62 Area	HAL20A1 Area	HAL43A1 Area	HAL67A1 Area	HAL94A1 Area	HAL0AA63 Area
n-alkanes:							
C15	15.13	193.67	4.52	4.58	29.84	11.32	192.27
C16	17.13	250.46	12.79	20.04	70.12	76.36	252.15
C17	19.07	298.72	35.82	51.11	176.32	132.32	278.43
C18	21.00	291.17	96.08	274.96	427.16	248.53	277.98
C19	22.40	390.54	400.47	912.56	915.34	649.11	382.58
C20	24.20	309.44	250.81	1002.33	867.24	700.76	291.09
C21	25.55	304.07	236.95	997.89	922.50	810.08	253.11
C22	27.26	297.41	310.75	1140.51	962.05	957.38	267.28
C23	28.53	297.49	478.03	1153.81	984.01	1069.55	251.88
C24	30.18	281.39	784.91	1363.94	1119.52	1414.08	288.28
C25	31.38	340.75	1284.23	1471.91	1256.14	1810.68	282.94
C26	32.57	243.55	968.32	1179.07	885.56	1418.05	222.28
C27	34.11	194.20	855.29	975.26	758.64	1325.60	173.01
C28	35.24	150.33	940.62	902.54	690.70	1337.43	146.80
C29	36.36	131.46	937.65	867.24	594.40	1176.38	125.86
C30	37.44	96.20	759.41	670.45	428.67	915.86	94.16
C31	38.52	72.77	671.09	587.06	390.17	823.31	74.13
C32	40.02	48.22	513.63	447.11	299.88	628.86	56.53
C33	41.23	61.79	505.51	587.92	364.13	580.15	80.45
C34	42.59	56.57	402.35	471.96	391.85	502.17	65.89
C35	44.52	32.12	254.63	286.30	209.52	313.82	31.61
C36	47.10	5.04	81.70	1116.54	34.60	84.48	13.11
<hr/>							
C15 Isoprenoid	14.29	406.85	21.95	12.40	57.86	21.93	350.73
Norpristane	18.13	258.52	241.54	33.41	107.82	129.27	262.16
Pristane	19.17	848.76	1248.94	235.74	543.96	549.74	809.73
Phytane	21.09	341.44	666.58	353.08	517.97	410.84	309.74
<hr/>							
Nor-Hopanes:							
1	36.38	278.50	925.43	1155.27	1003.14	905.57	217.60
<hr/>							
Hopanes:							
1	28.33	59.55	138.71	222.65	199.81	166.69	47.72
2	30.56	60.63	185.08	243.67	196.44	198.69	49.11
3	37.51	651.02	2049.43	2706.53	2294.33	2556.47	523.24
4	38.49	1693.00	5222.19	7083.84	6256.91	6741.11	1315.28
5	40.01	905.57	2795.13	3743.12	3359.18	3403.83	665.00
<hr/>							
Methyl-Hopanes:							
1	16.30	164.51	16.31	0.00	34.21	13.59	148.47
2	38.50	303.46	852.92	1183.89	1074.78	1179.12	218.64
<hr/>							
14α(H) Steranes:							
1	28.48	143.26	305.68	445.54	386.73	351.84	94.15
2	35.18	921.02	2925.69	3653.82	2983.18	3379.27	649.96
3	37.32	440.51	1342.30	1823.07	1509.50	1498.58	327.84
<hr/>							
14β(H) Steranes:							
1	18.01	161.73	75.97	13.23	42.85	45.57	138.02
2	18.22	433.01	264.70	41.89	134.09	134.12	351.02
3	27.12	169.67	442.37	522.20	422.04	370.58	129.43
4	36.35	198.26	670.86	841.34	646.19	727.34	148.83

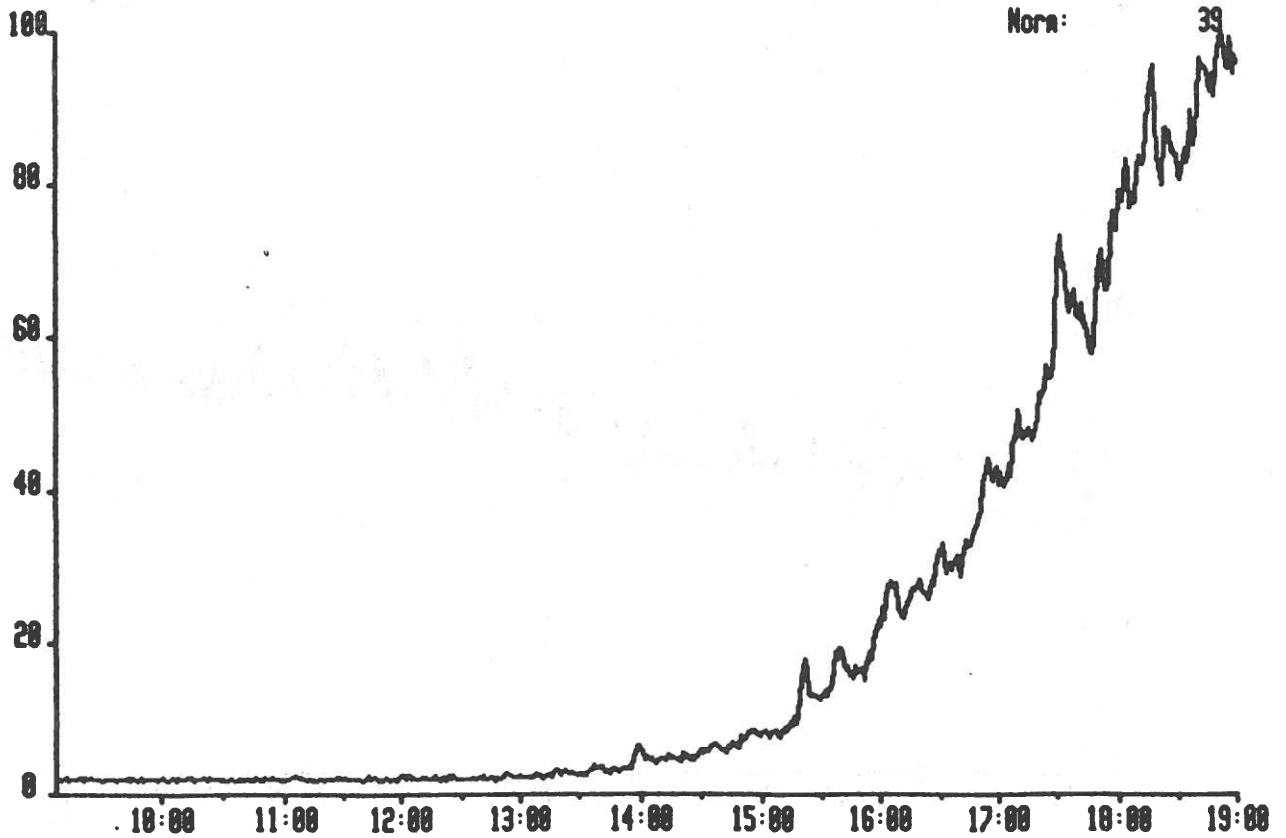
Second run 3.5 d 1 d 10 h 3 h

	Rt	HALOAA65 Area	HAL94A2 Area	HAL67A2 Area	HAL43A2 Area	HAL20A2 Area	HALOAA67 Area
n-alkanes:							
C15	15.13	181.27	15.71	25.56	4.51	4.06	200.02
C16	17.13	232.79	93.63	65.81	23.69	14.84	264.42
C17	19.07	267.24	142.59	157.26	50.61	30.08	280.24
C18	21.00	283.93	258.70	357.65	306.40	87.12	277.90
C19	22.40	410.42	668.76	790.99	1027.96	345.61	313.38
C20	24.20	308.23	685.89	771.56	1213.11	234.10	302.71
C21	25.55	279.80	696.87	769.60	1335.36	238.54	278.35
C22	27.26	304.92	893.26	846.80	1461.56	342.61	271.61
C23	28.53	282.88	933.00	871.35	1625.07	577.74	282.44
C24	30.18	341.67	1280.43	994.04	1821.16	902.42	251.06
C25	31.38	343.61	1465.44	1073.16	2115.57	1601.59	310.58
C26	32.57	207.44	1220.27	850.10	1642.21	1162.74	232.78
C27	34.11	209.63	1138.15	656.78	1389.97	1030.42	180.92
C28	35.24	173.08	997.63	573.76	1271.81	1098.45	169.88
C29	36.36	137.90	916.71	508.69	1233.95	1139.05	157.51
C30	37.44	100.31	734.09	412.38	920.00	958.14	114.05
C31	38.52	89.71	675.94	338.00	831.36	845.51	89.02
C32	40.02	64.22	503.75	246.31	615.41	624.65	65.30
C33	41.23	69.84	440.09	337.77	847.37	741.85	100.74
C34	42.59	76.14	417.04	288.76	700.23	537.02	85.14
C35	44.52	38.03	252.77	158.70	471.24	370.44	46.93
C36	47.10	13.37	67.43	52.79	146.88	125.38	10.95
C15 Isoprenoid							
C15 Isoprenoid	14.29	397.22	26.96	55.87	14.00	21.98	396.64
Norpristane							
Norpristane	18.13	268.01	153.97	107.15	40.75	239.10	255.72
Pristane							
Pristane	19.17	809.21	572.93	488.13	270.64	1226.09	838.10
Phytane							
Phytane	21.09	308.44	402.23	417.92	399.15	655.22	312.24
Nor-Hopanes:							
1							
1	36.38	194.19	782.43	634.79	1778.44	1207.43	293.71
Hopanes:							
1							
1	28.33	57.73	201.00	130.04	258.38	167.57	50.76
2							
2	30.56	58.73	167.03	165.22	390.71	220.20	56.60
3							
3	37.51	758.97	2332.55	2181.26	3459.03	2194.13	573.28
4							
4	38.49	1970.66	5749.27	5490.42	9383.39	5796.88	1451.45
5							
5	40.01	949.41	2941.36	2468.66	5025.79	3062.12	808.10
Methyl-Hopanes:							
1							
1	16.30	134.70	19.66	25.53	6.70	15.70	131.91
2							
2	38.50	332.92	1027.32	880.96	1547.84	802.29	221.04
14α(H) Steranes:							
1							
1	28.48	119.76	314.70	318.14	608.17	328.16	105.31
2							
2	35.18	838.73	2824.96	2266.21	4757.38	2886.34	859.49
3							
3	37.32	427.09	1267.79	1086.10	2397.53	1417.98	431.93
14β(H) Steranes:							
1							
1	18.01	142.95	67.18	43.26	14.40	49.93	109.98
2							
2	18.22	394.33	179.48	127.13	43.52	226.08	316.94
3							
3	27.12	164.55	397.15	414.20	612.79	391.10	120.74
4							
4	36.35	183.47	594.95	655.59	1141.01	723.83	189.12

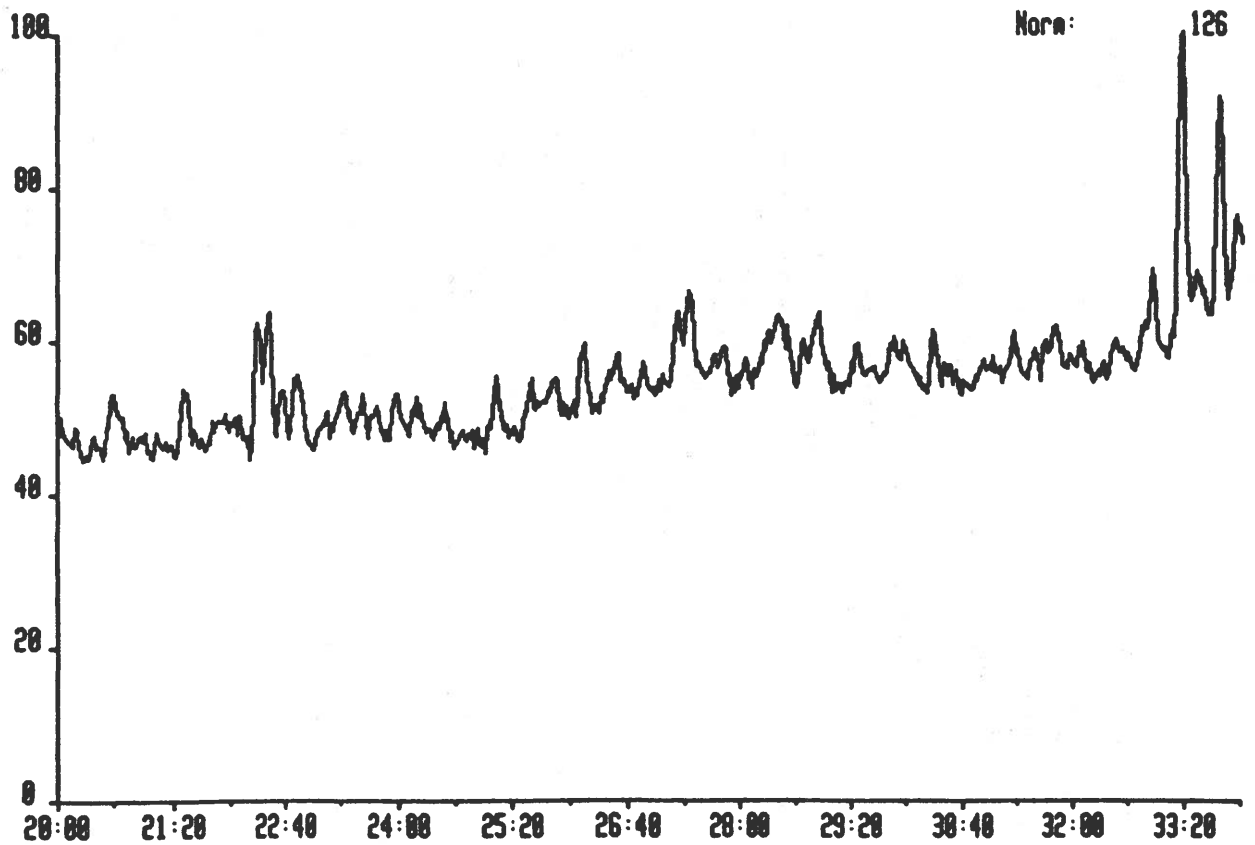
HAL08A48 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 177.1644
Text:HALTENBANKEN NR.08



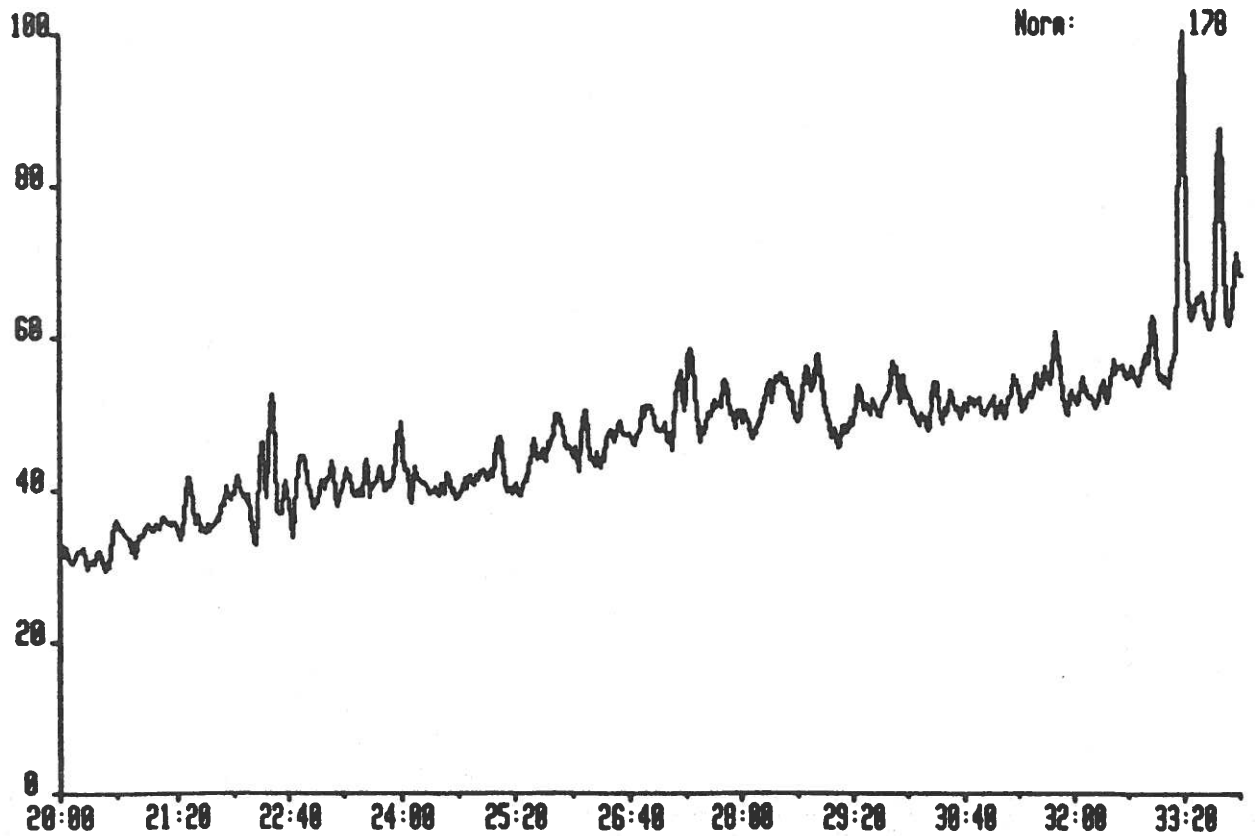
HAL70A18 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 177.1644
Text:HALTENBANKEN NR.78



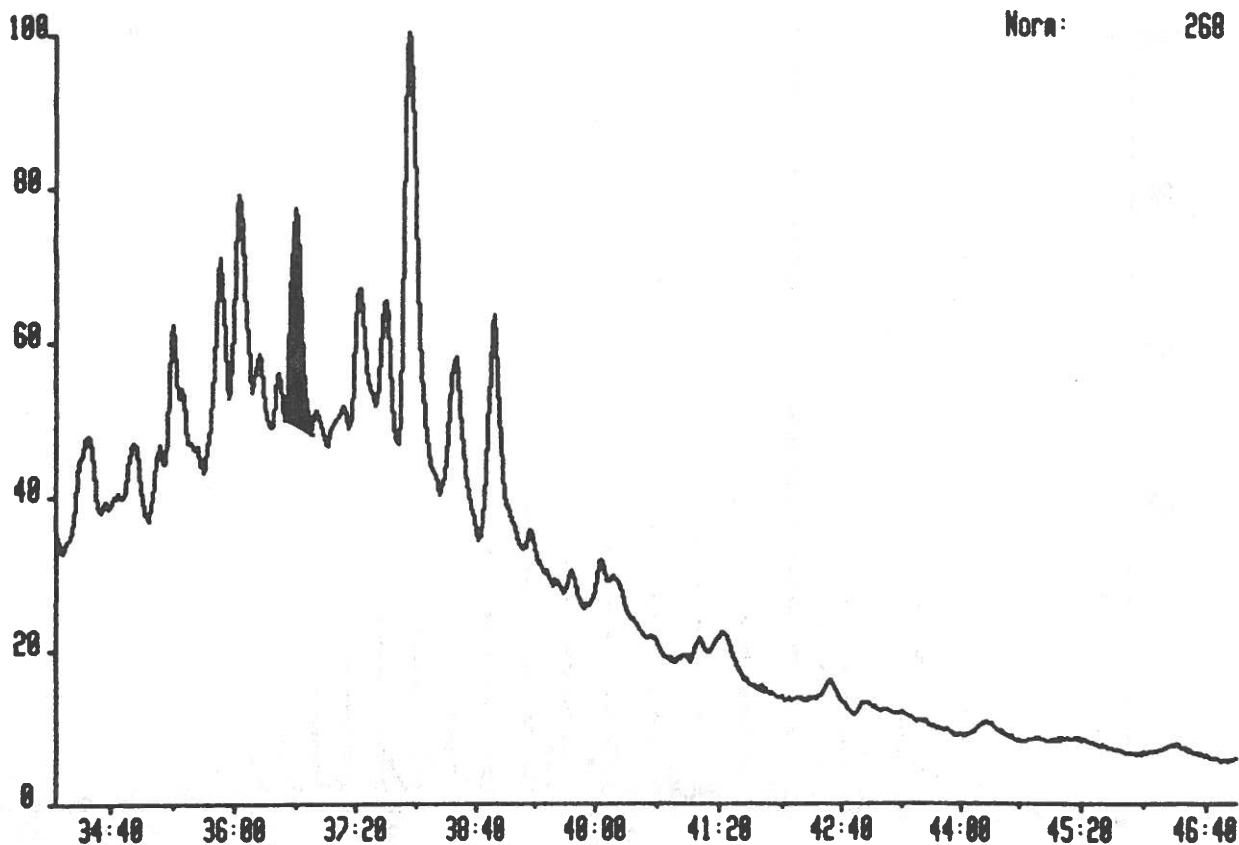
HAL0AA48 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 177.1644
Text: HALTENBANKEN NR.0A



HAL70A10 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 177.1644
Text: HALTENBANKEN NR.70

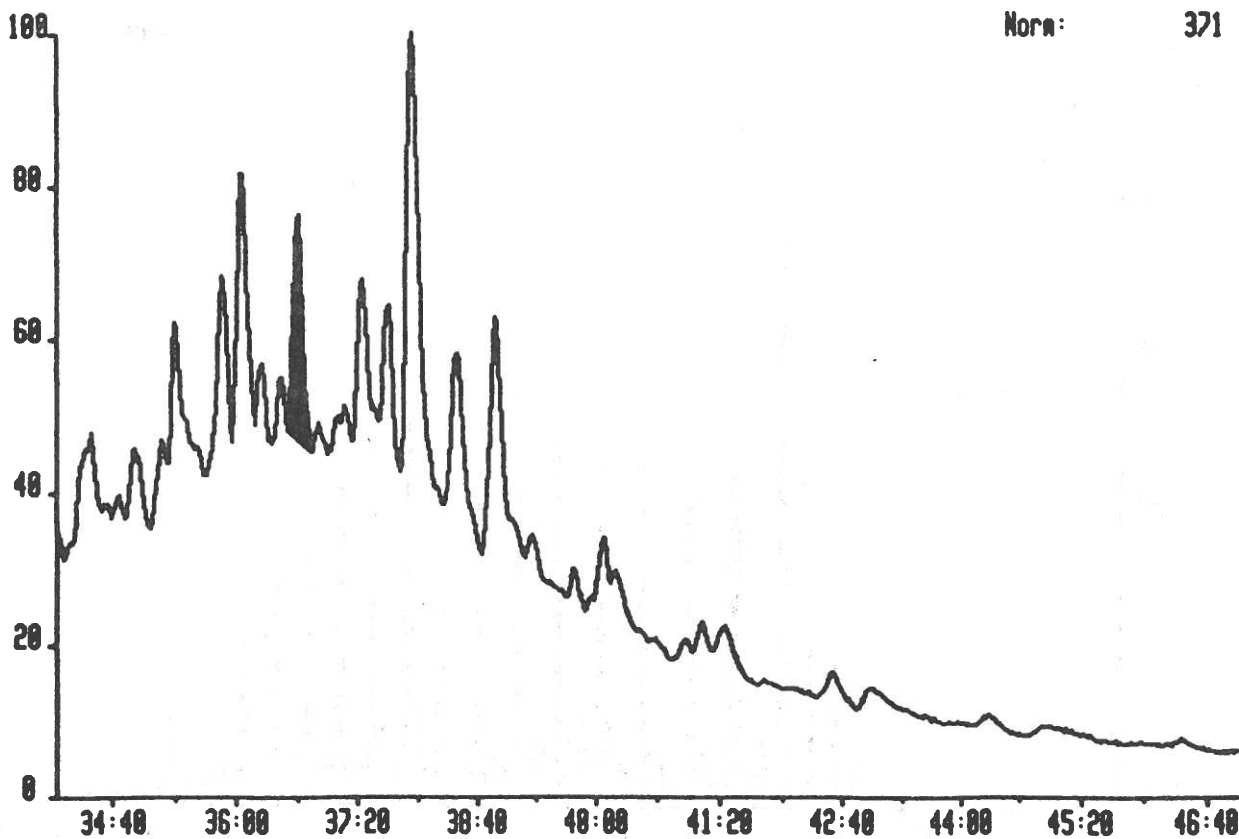


HAL08A48 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 177.1644
Text:HALTENBANKEN NR.08



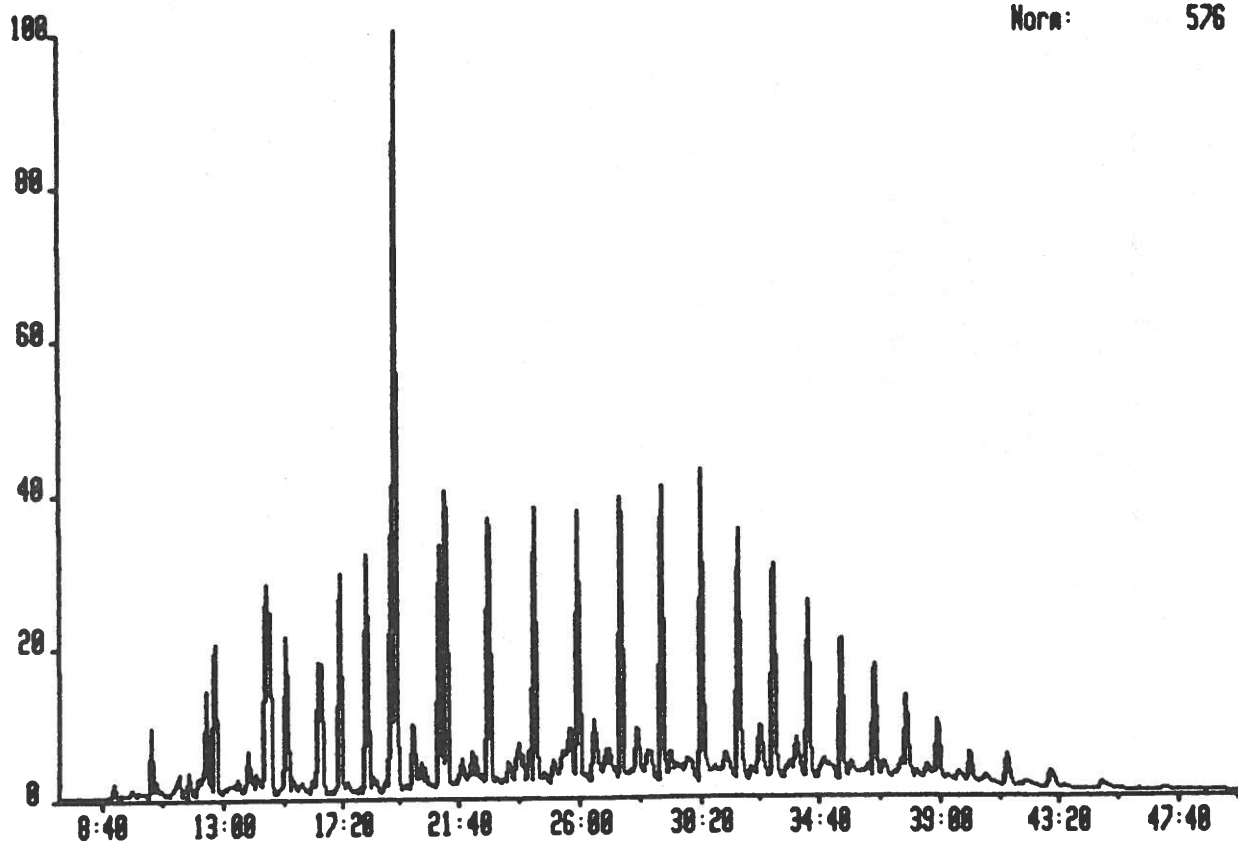
Norm: 268

HAL70A10 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 177.1644
Text:HALTENBANKEN NR.70

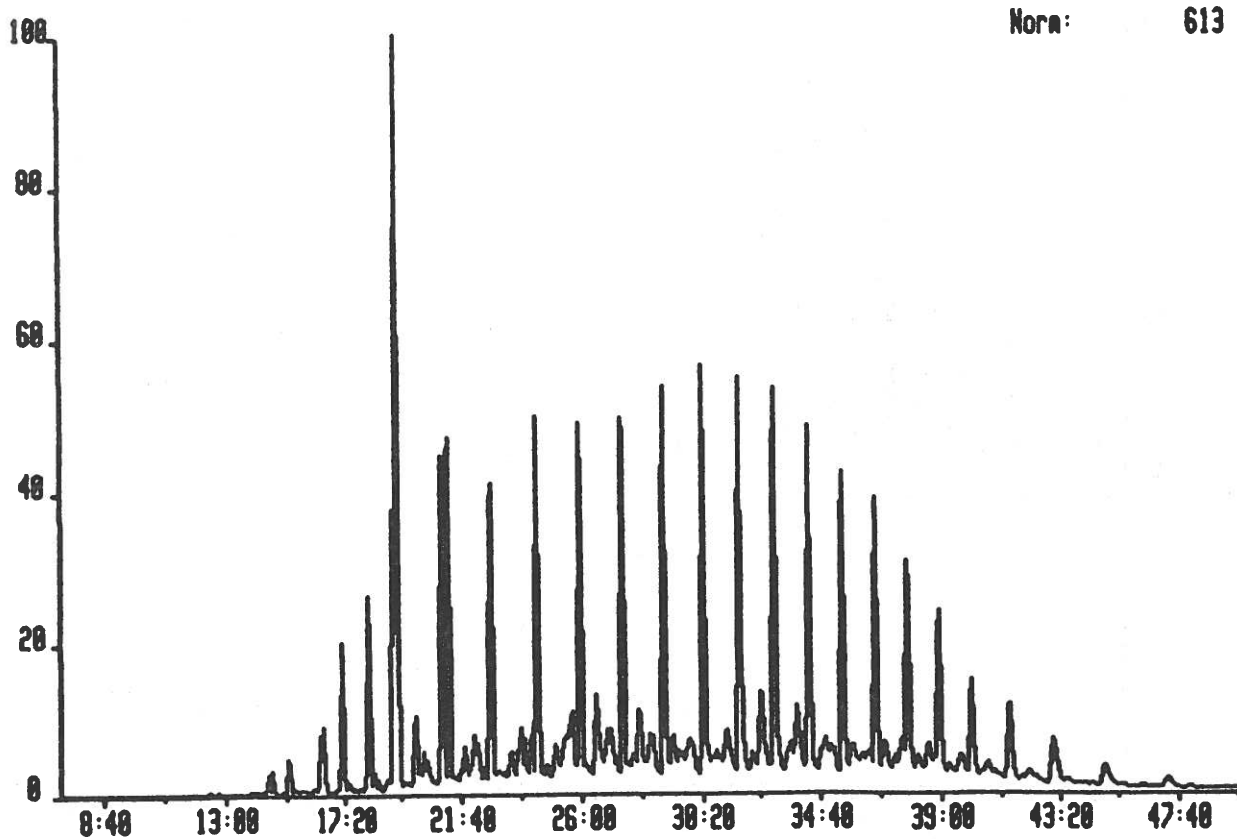


Norm: 371

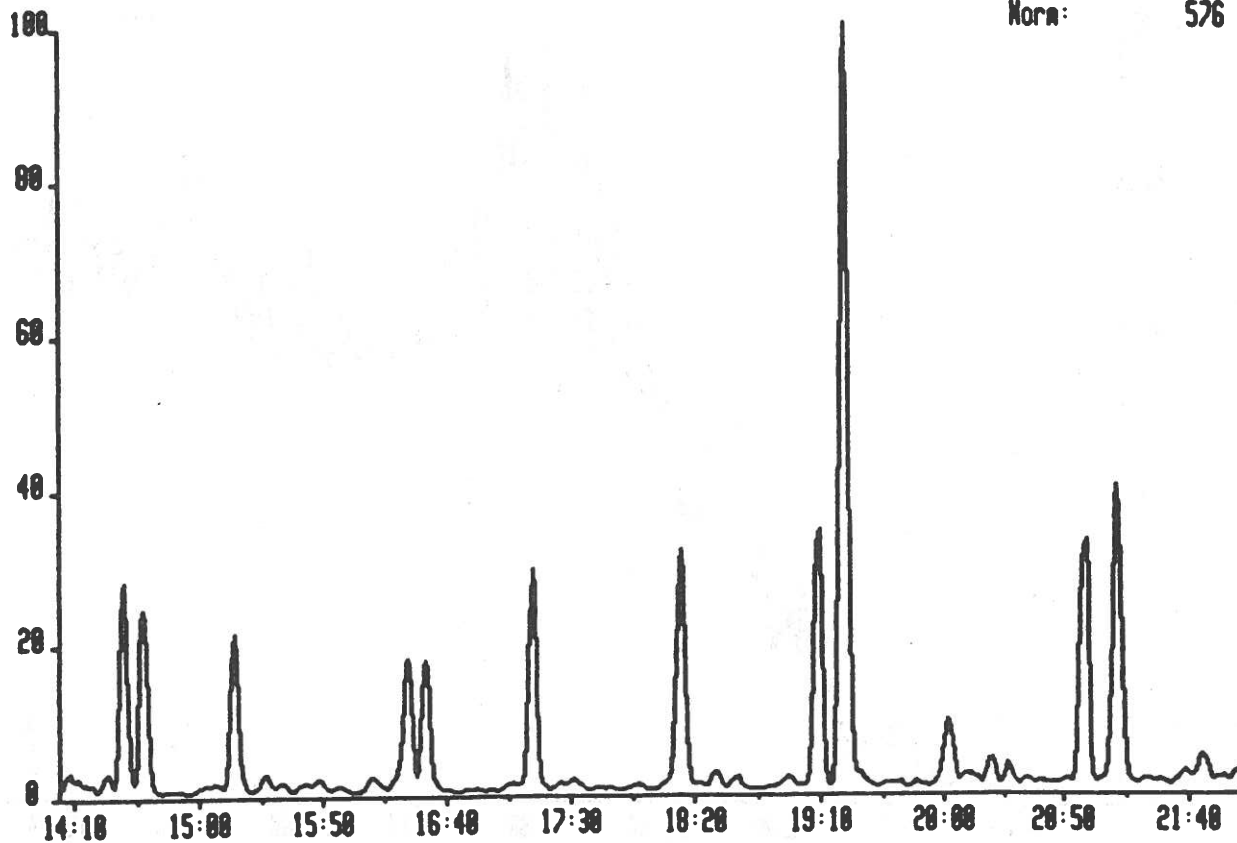
HAL00A40 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 183.2112
Text:HALTENBANKEN NR.00



HAL70A10 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 183.2112
Text:HALTENBANKEN NR.70

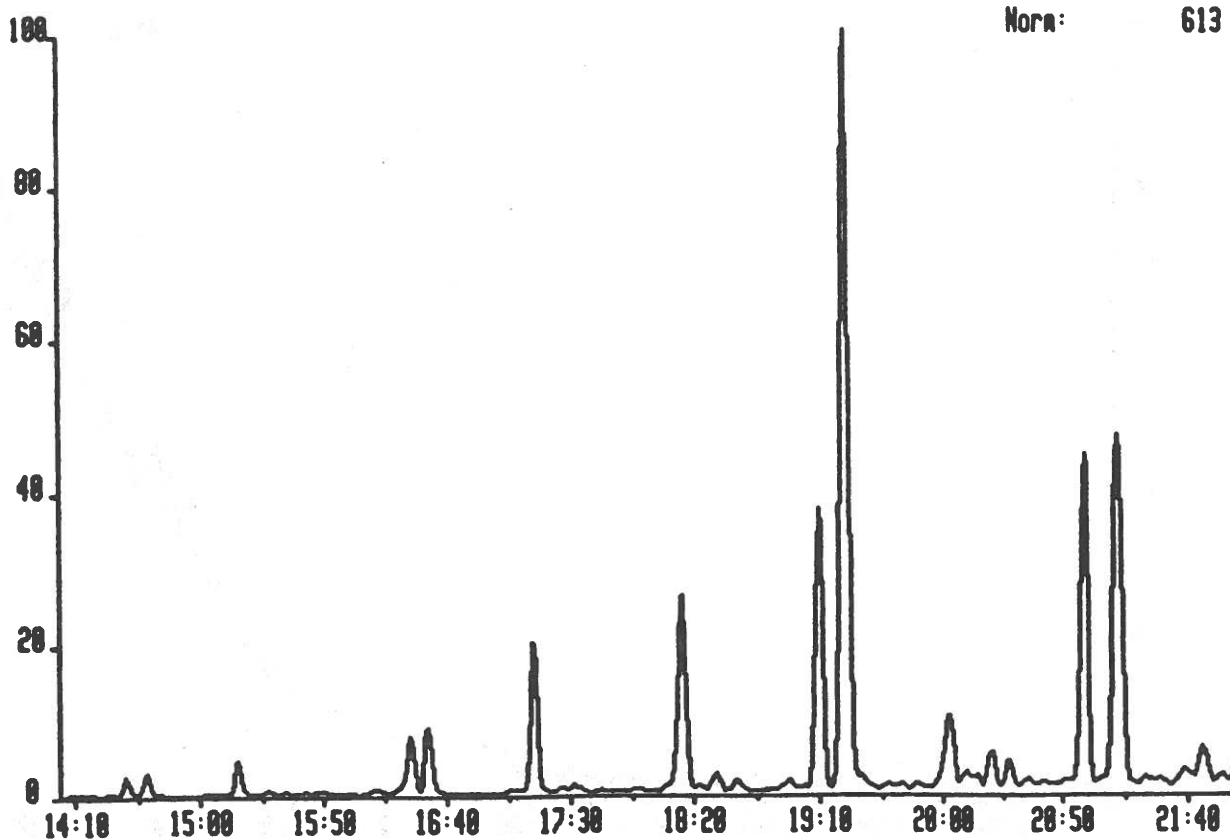


HAL00A48 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 103.2112
Text: HALTENBANKEN NR.0A



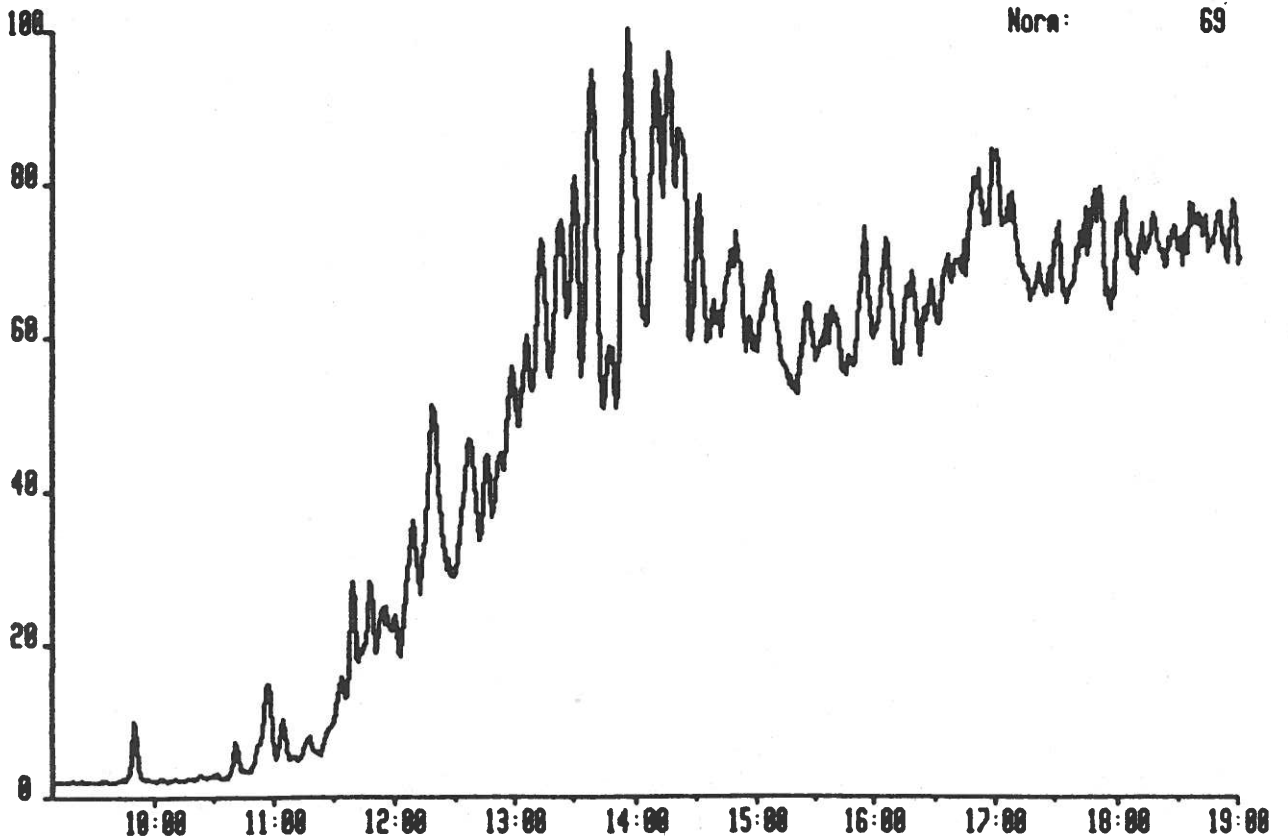
Norm: 576

HAL70A10 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 103.2112
Text: HALTENBANKEN NR.70

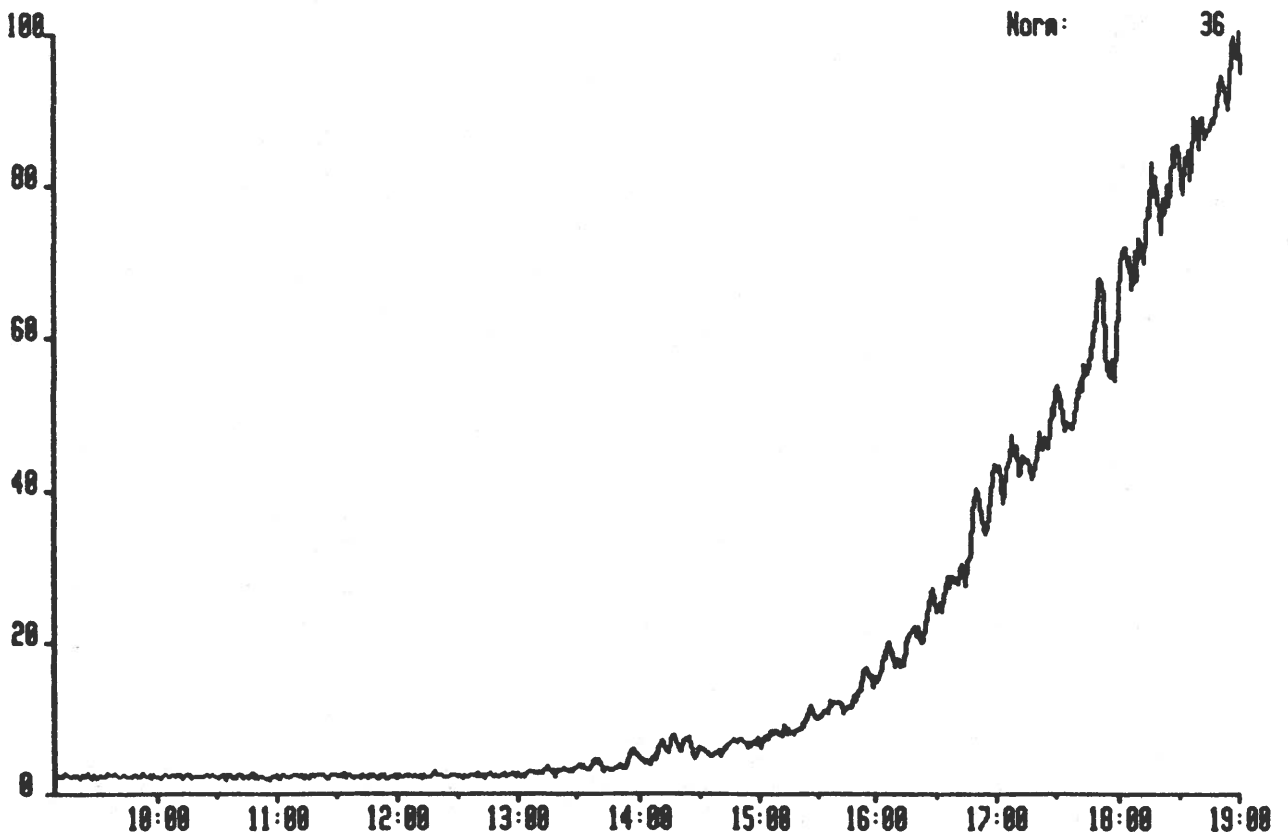


Norm: 613

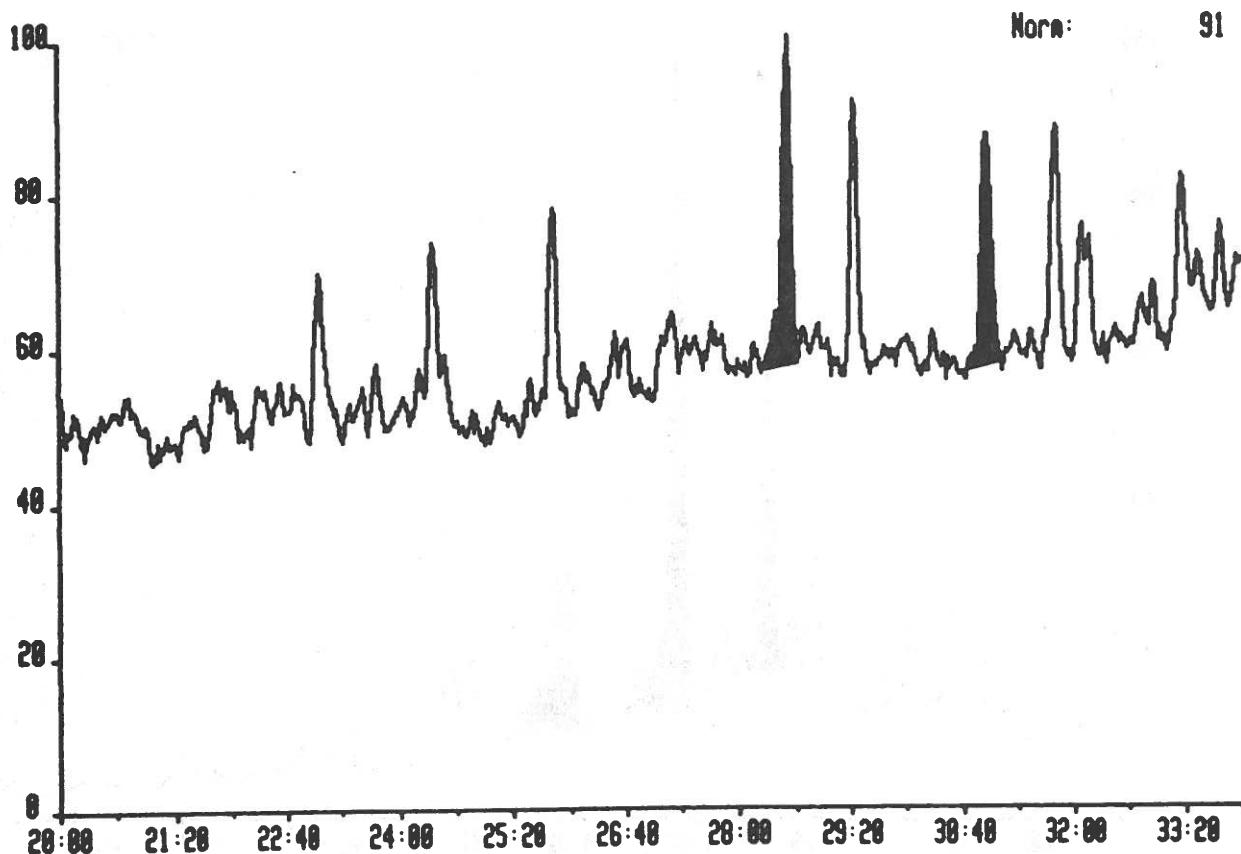
HAL0AA40 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 191.1000
Text:HALTENBANKEN NR.0A



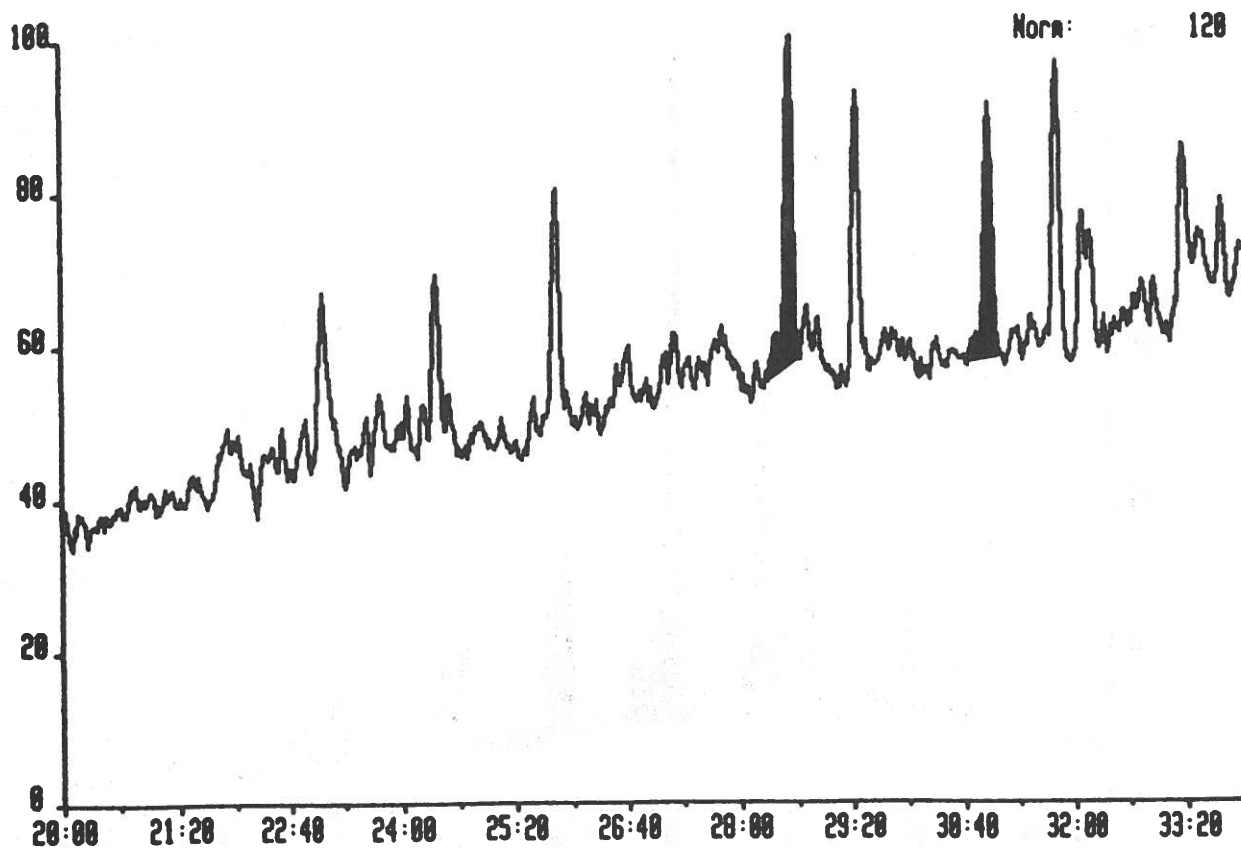
HAL70A10 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 191.1000
Text:HALTENBANKEN NR.70



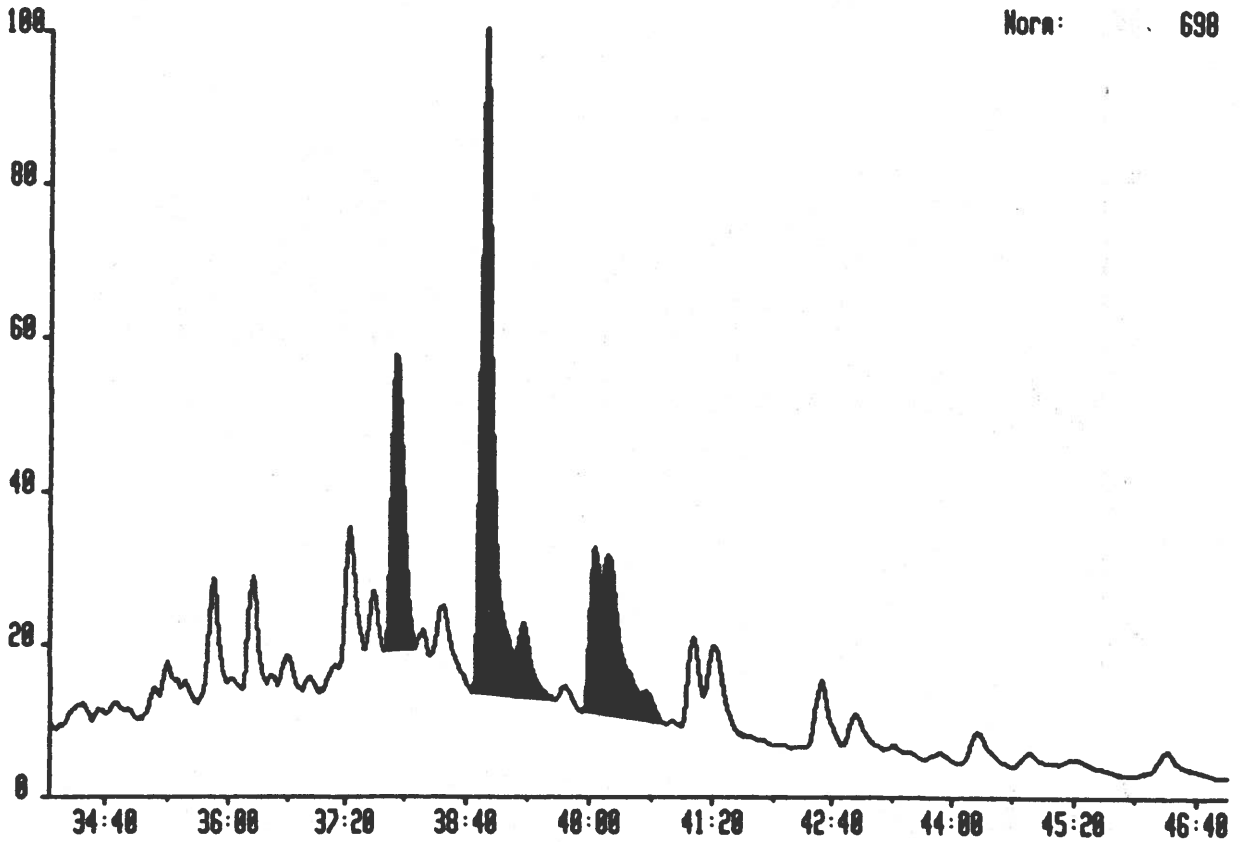
HAL00A40 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 191.1000
Text:HALTENBANKEN NR.00



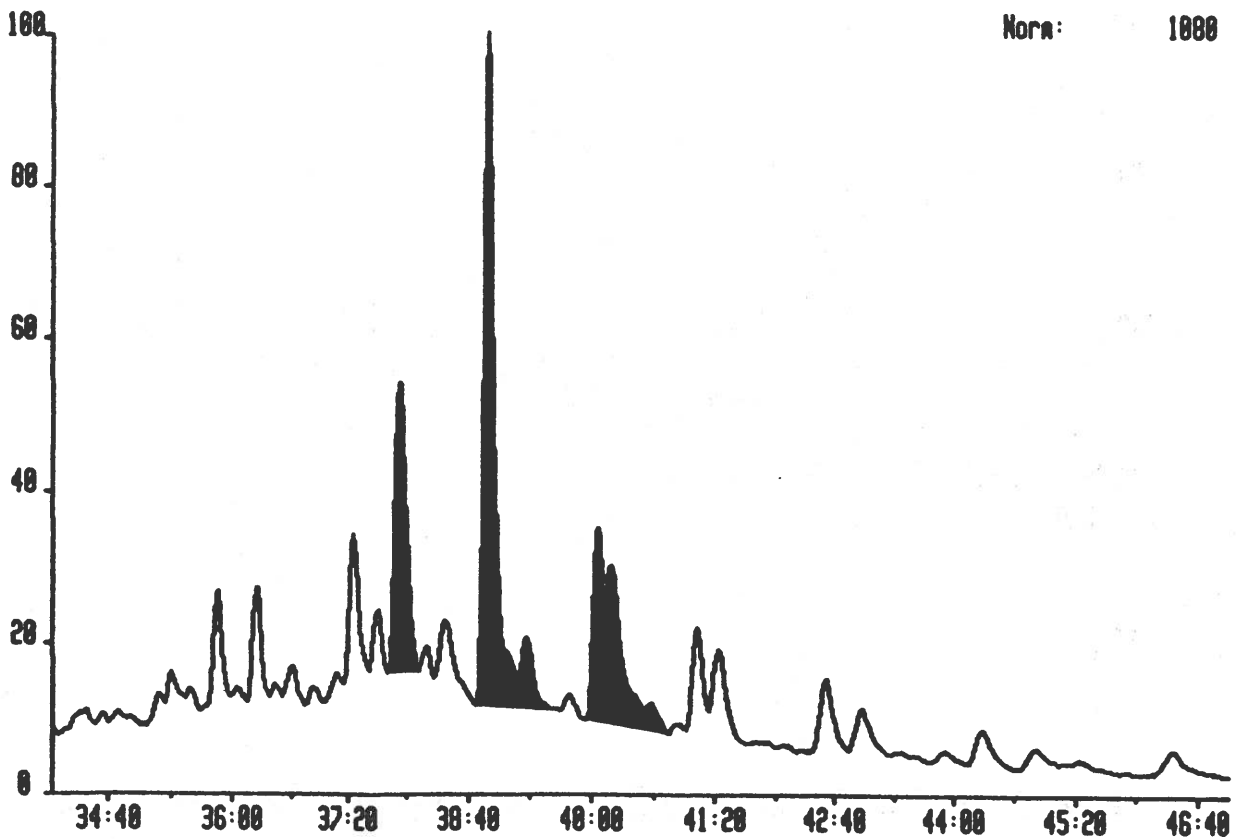
HAL70A10 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 191.1000
Text:HALTENBANKEN NR.70



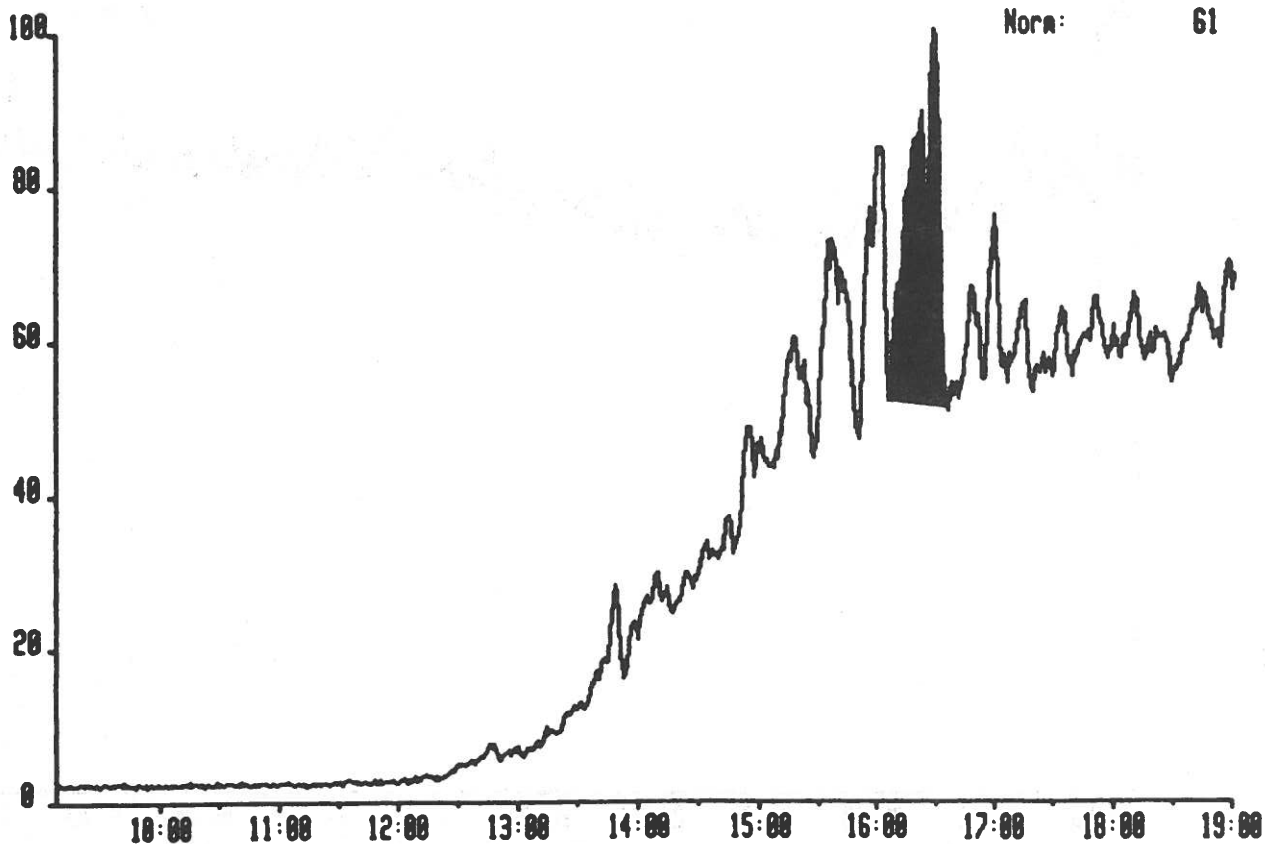
HAL0AA40 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 191.1000
Text:HALTENBANKEN NR.0A



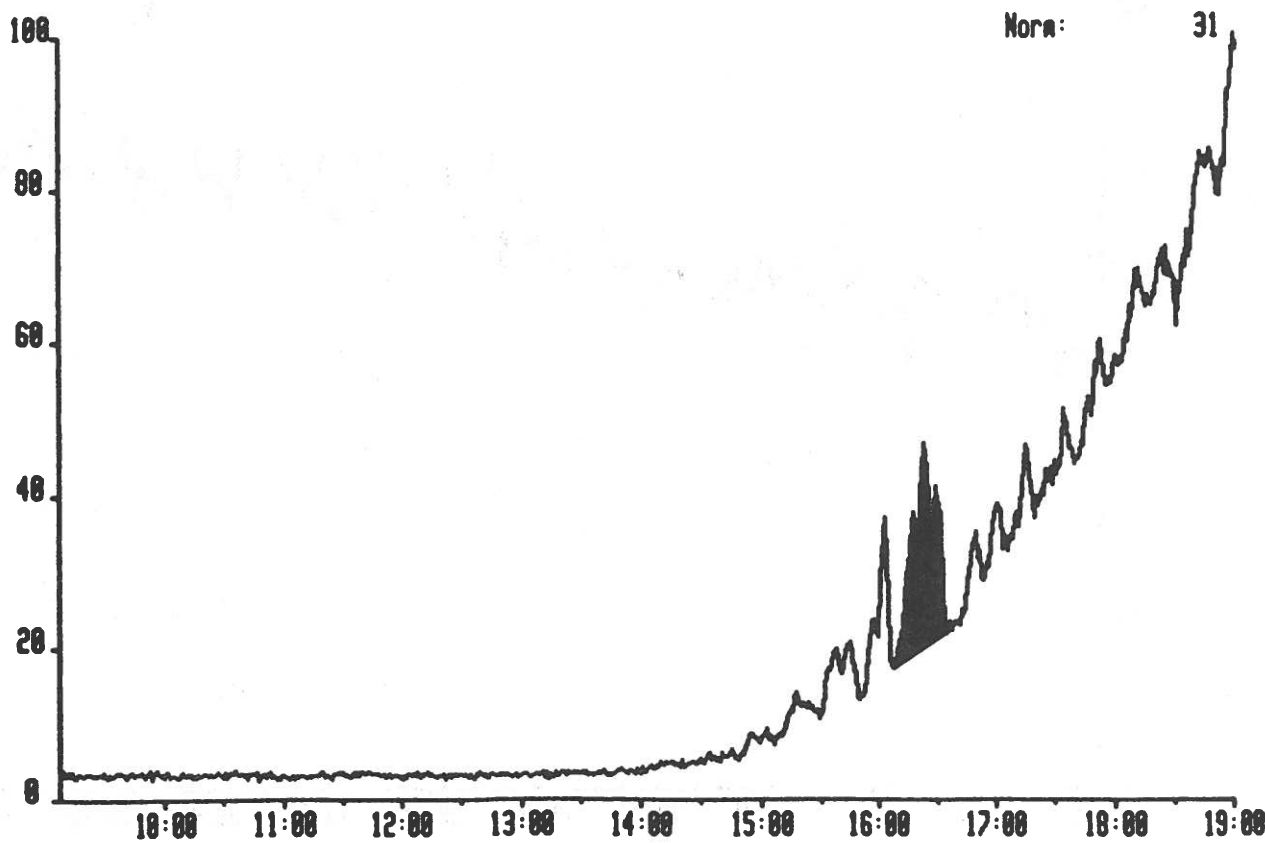
HAL70A10 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 191.1000
Text:HALTENBANKEN NR.70



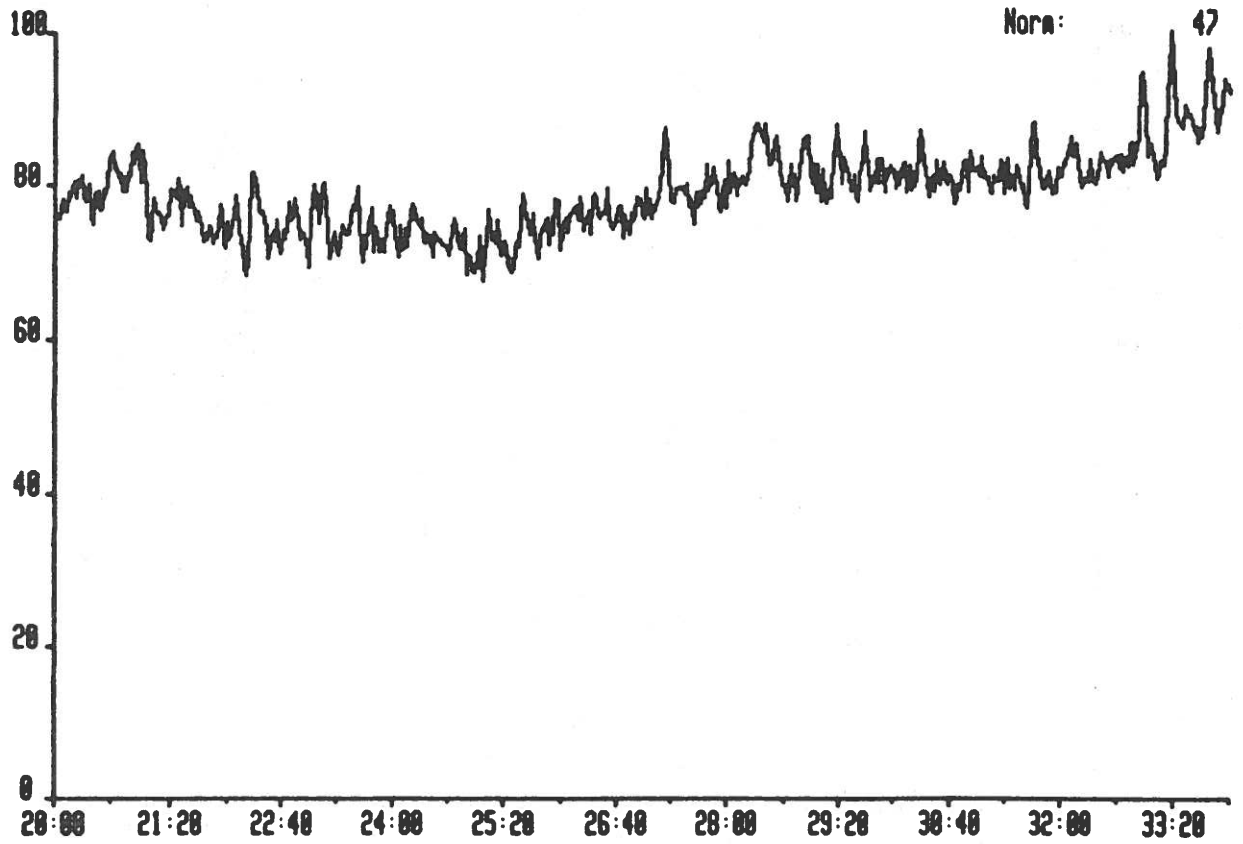
HAL0AA48 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 205.1957
Text:HALTENBANKEN NR.0A



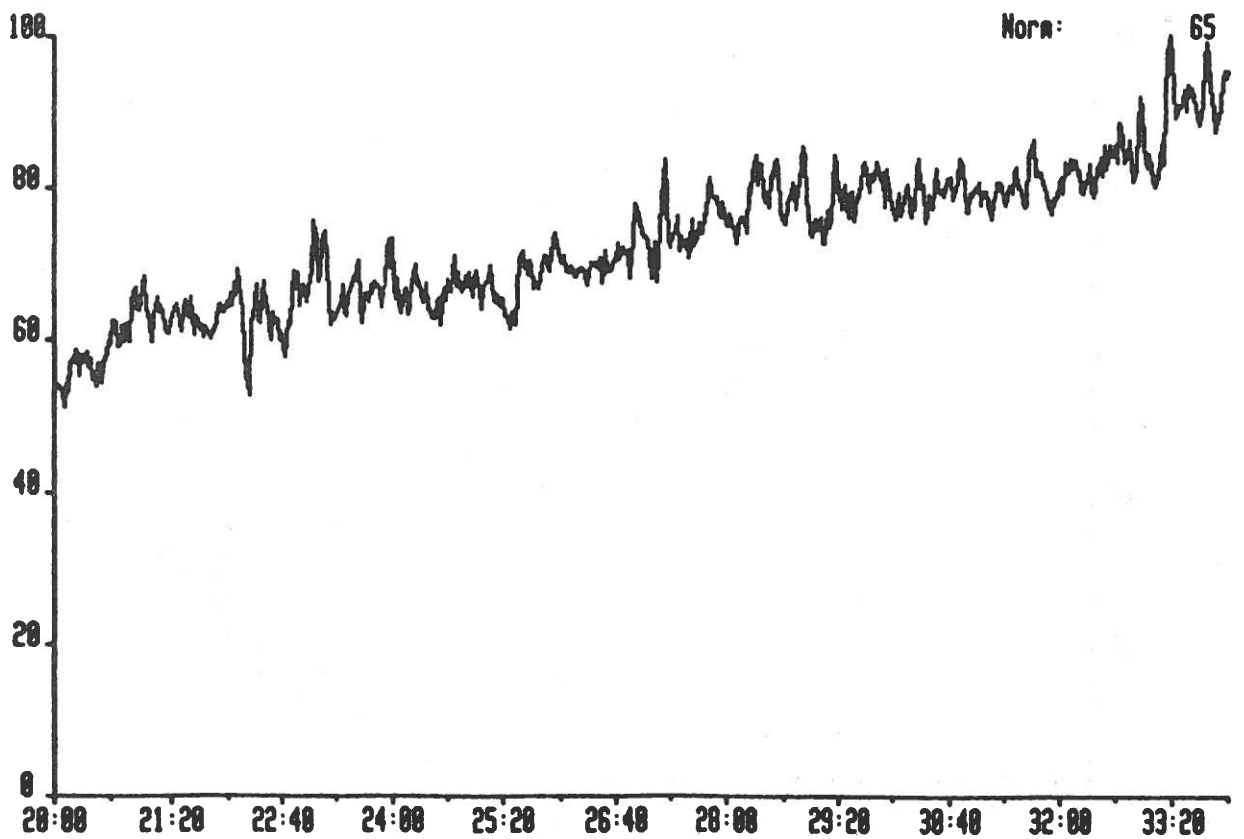
HAL70A10 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 205.1957
Text:HALTENBANKEN NR.70



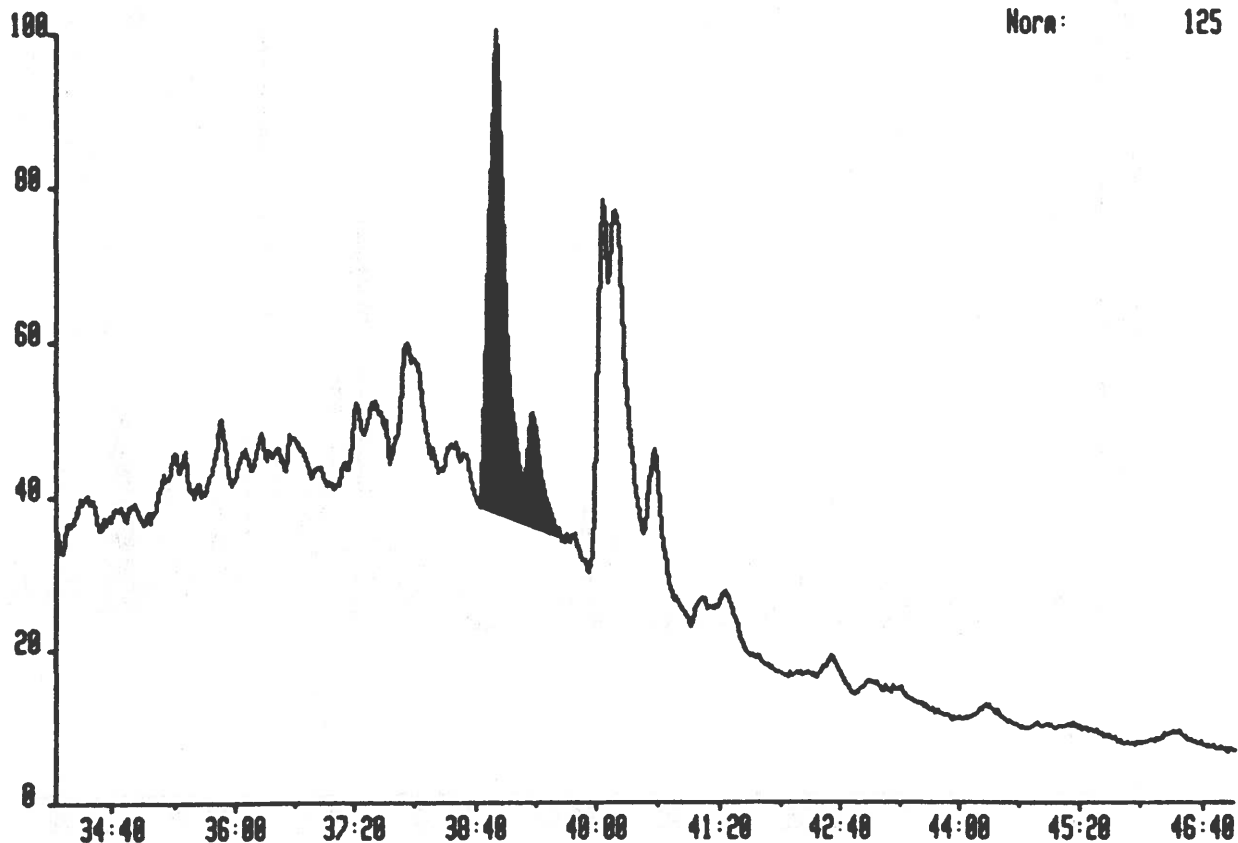
HAL0AA48 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODER
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 205.1957
Text: HALTENBANKEN NR.0A



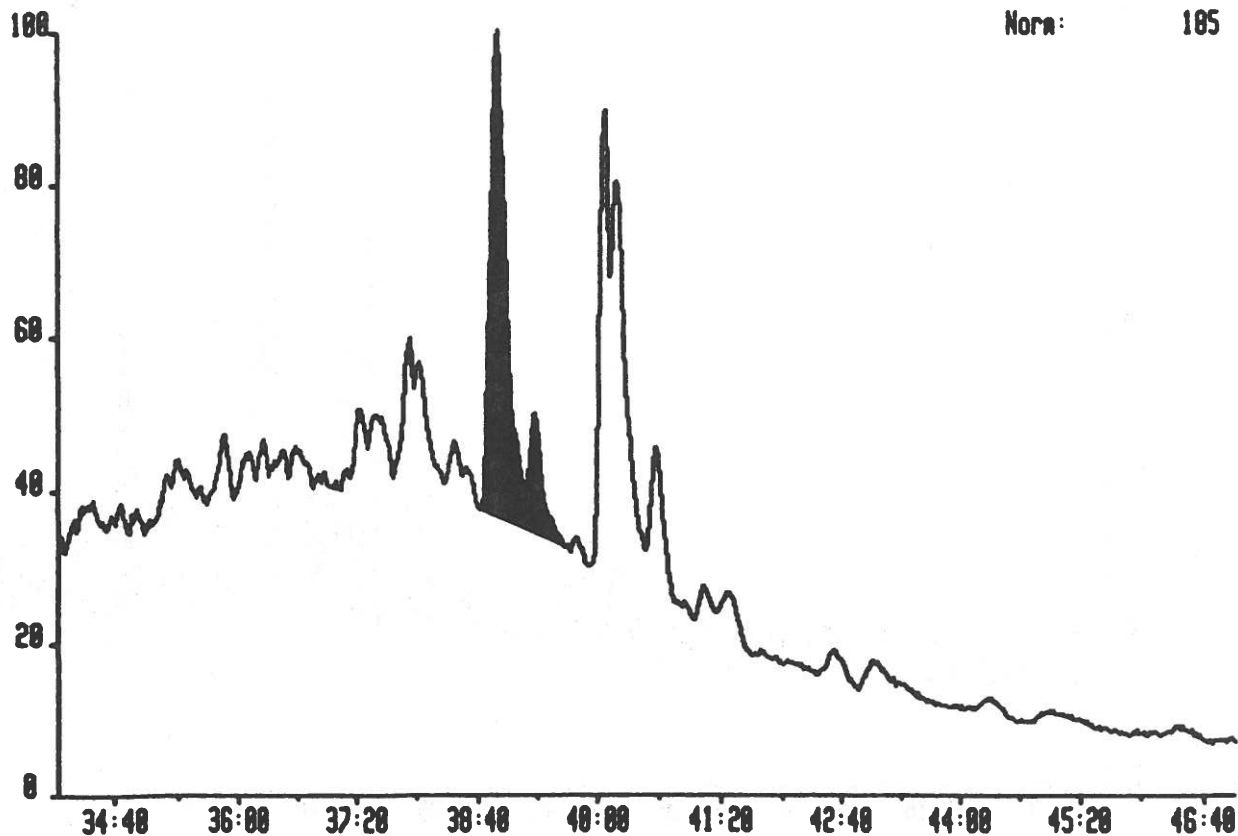
HAL70A10 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODER
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 205.1957
Text: HALTENBANKEN NR.70



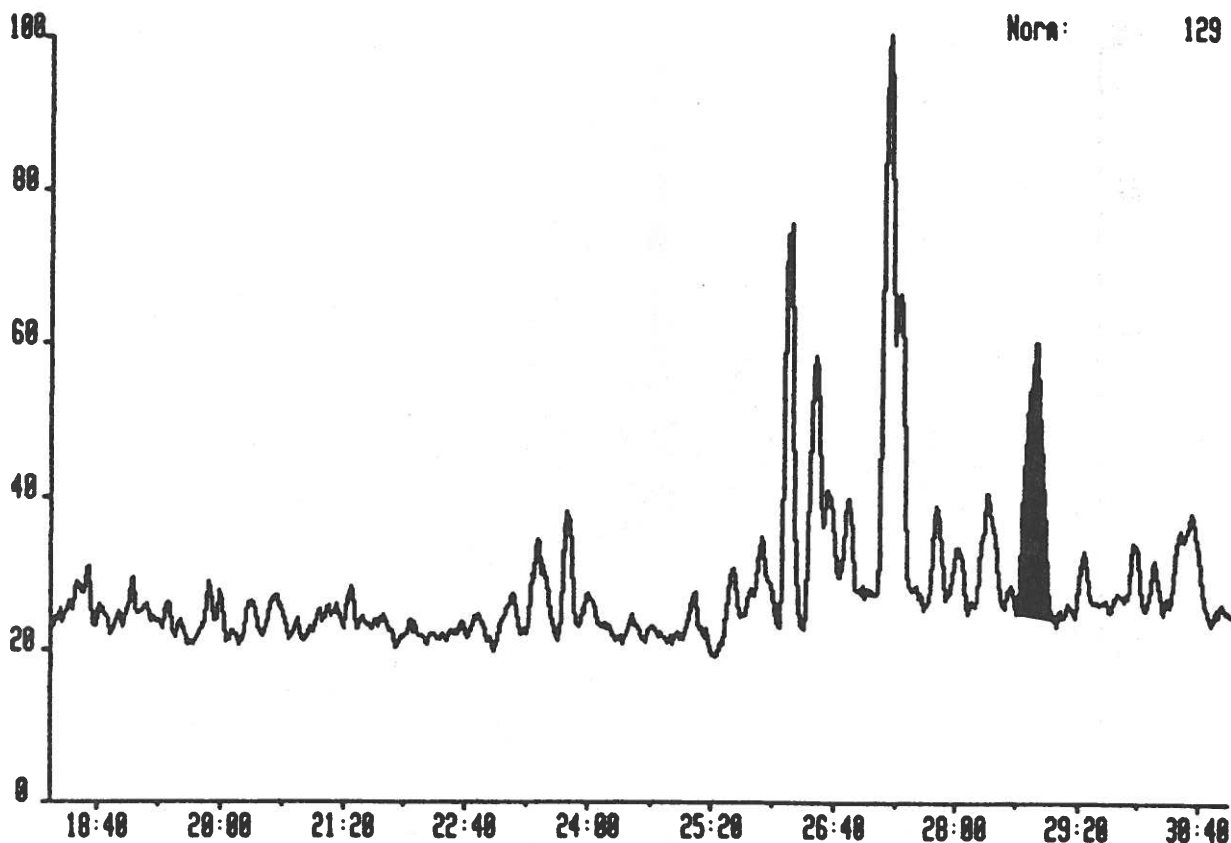
HAL00A40 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODER
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 205.1957
Text:HALTENBANKEN NR.00



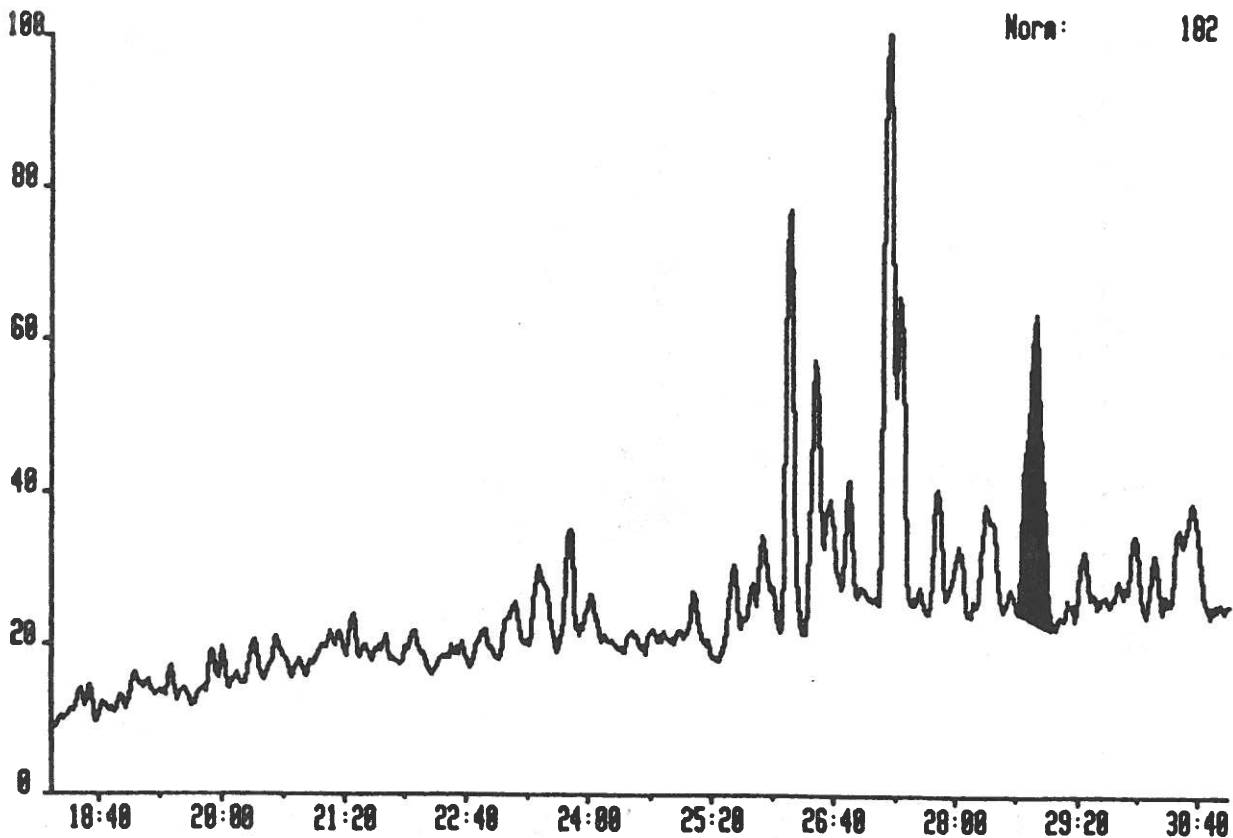
HAL70A10 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODER
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 205.1957
Text:HALTENBANKEN NR.70



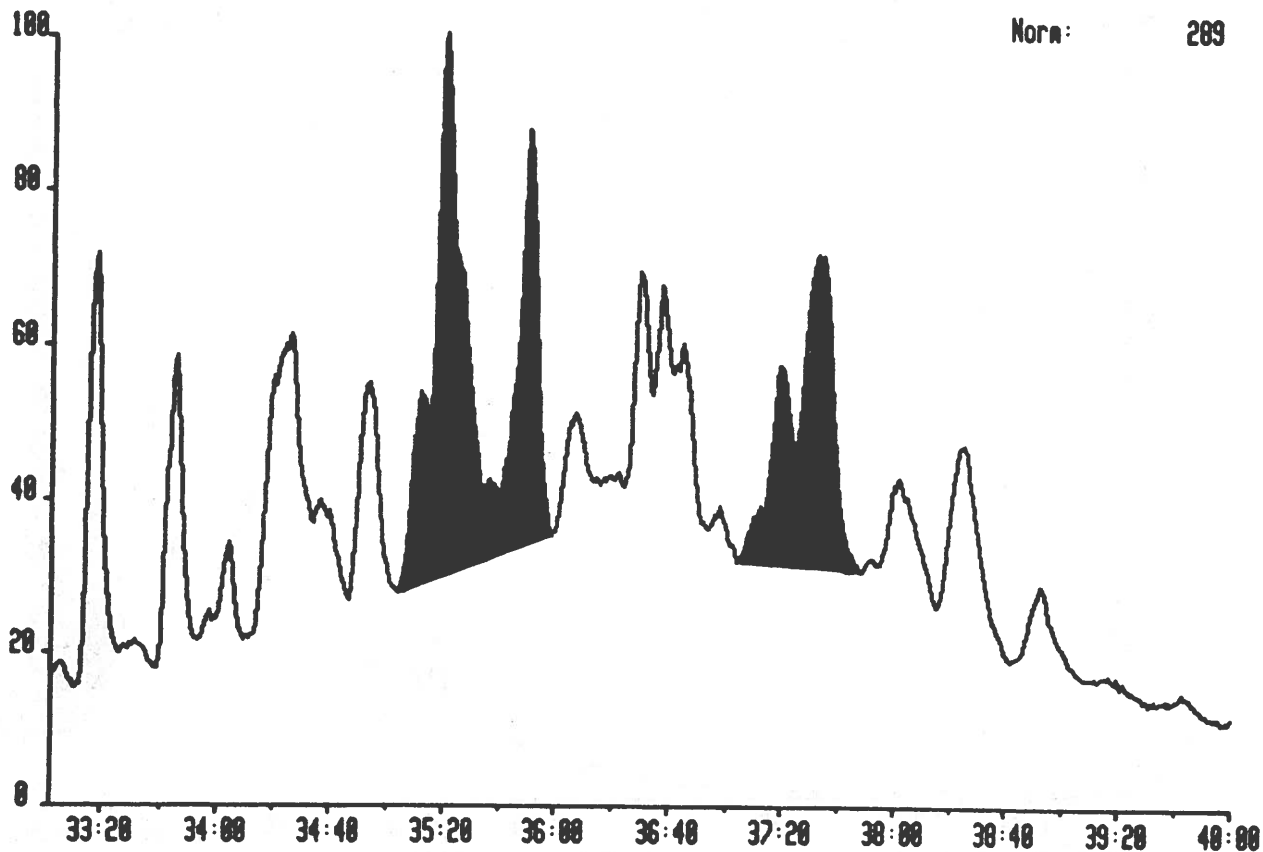
HAL0AA48 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 217.1956
Text:HALTENBANKEN NR.0A



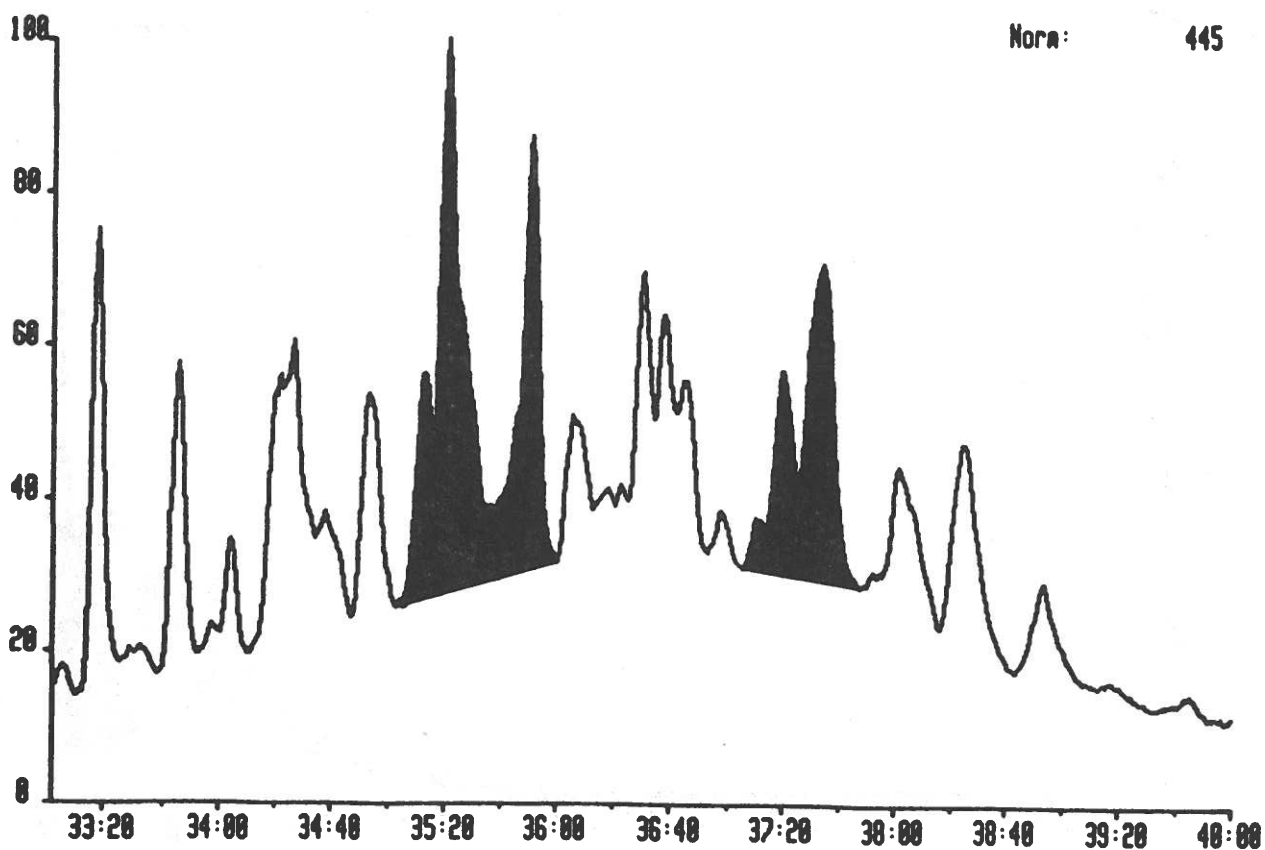
HAL78A18 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 217.1956
Text:HALTENBANKEN NR.78



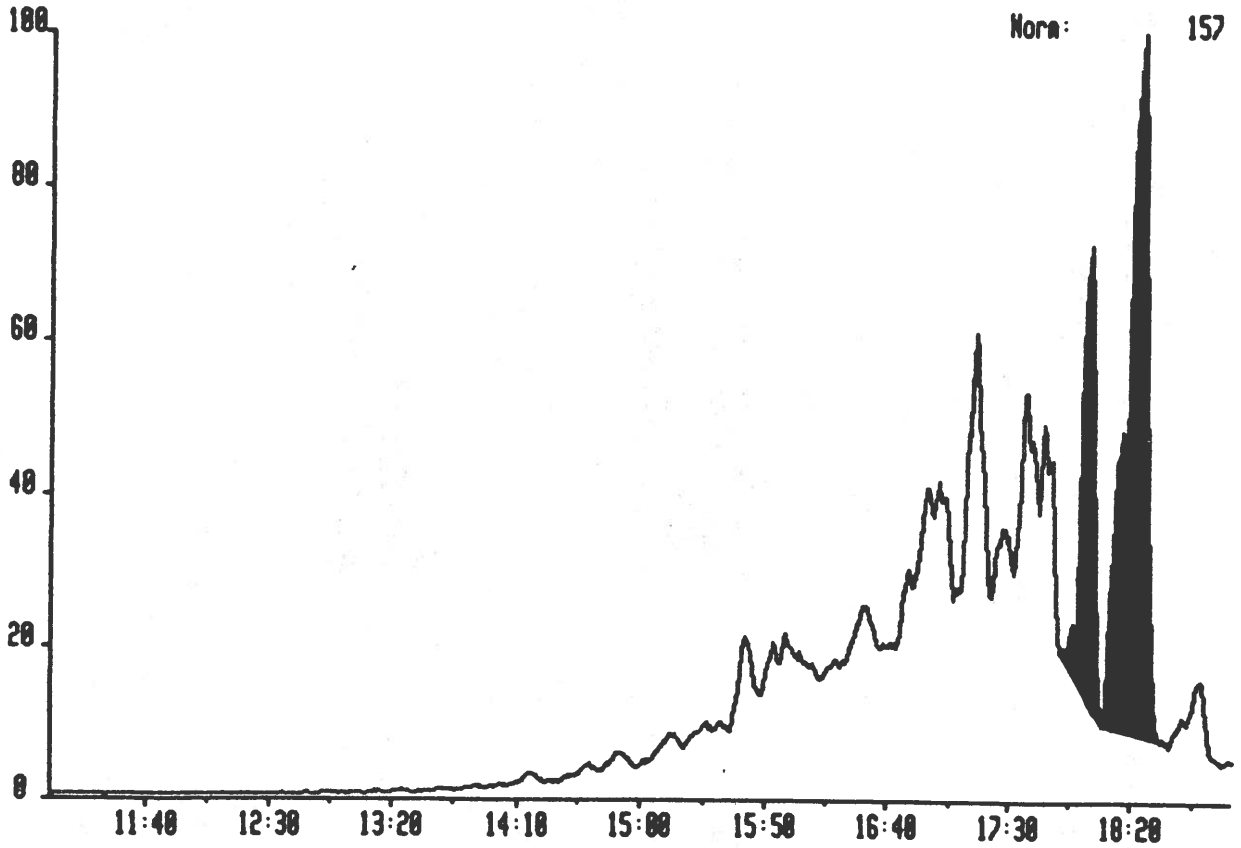
HAL08A48 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 217.1956
Text:HALTENBANKEN NR.08



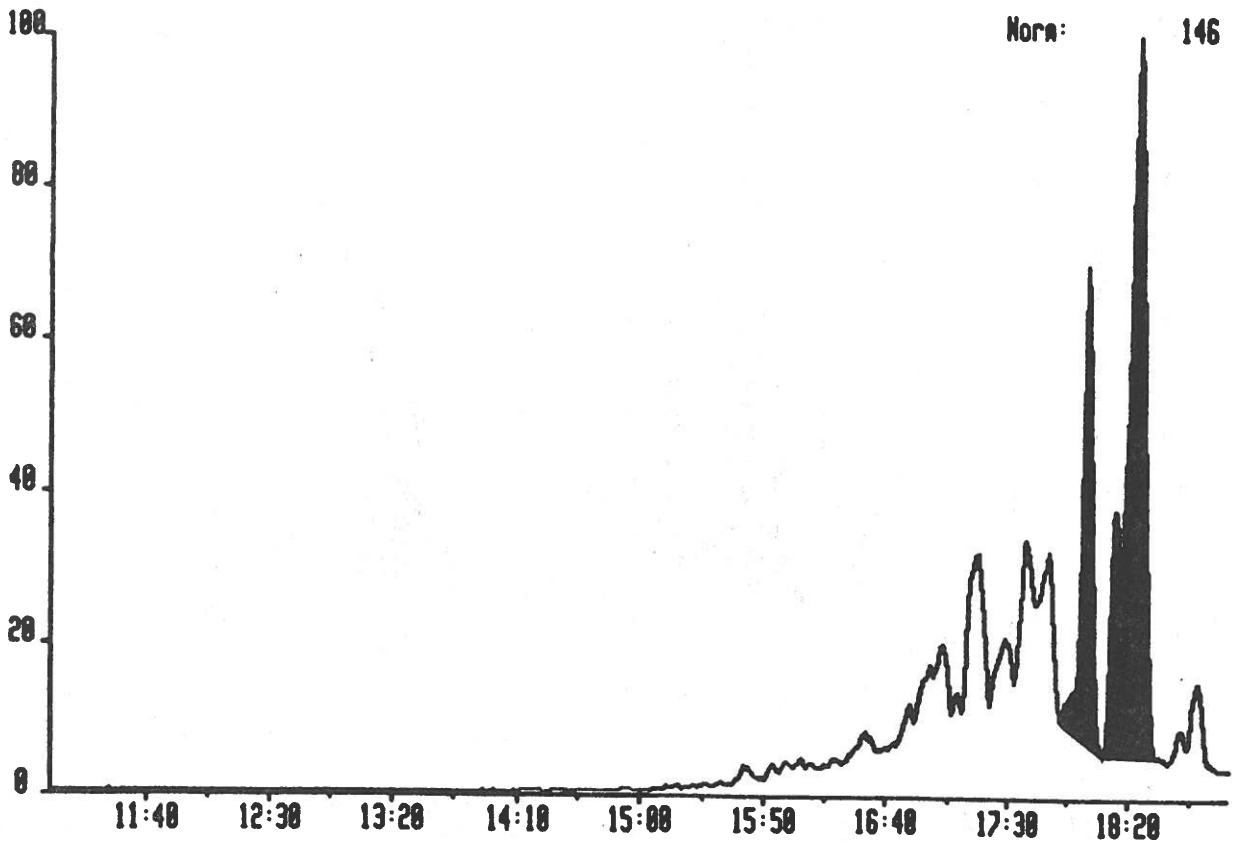
HAL78A10 30-APR-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 217.1956
Text:HALTENBANKEN NR.78



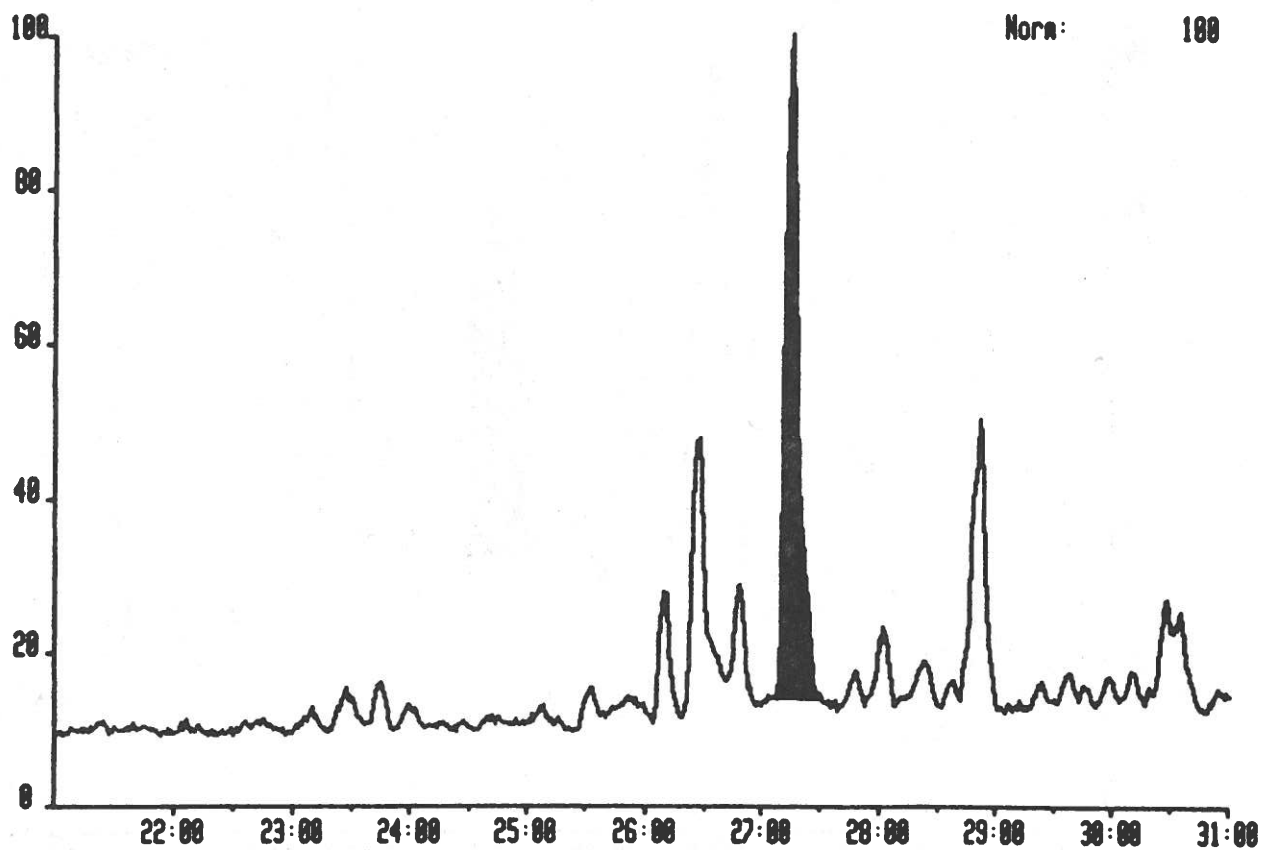
HAL0AA48 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 218.2035
Text:HALTENBANKEN NR.0A



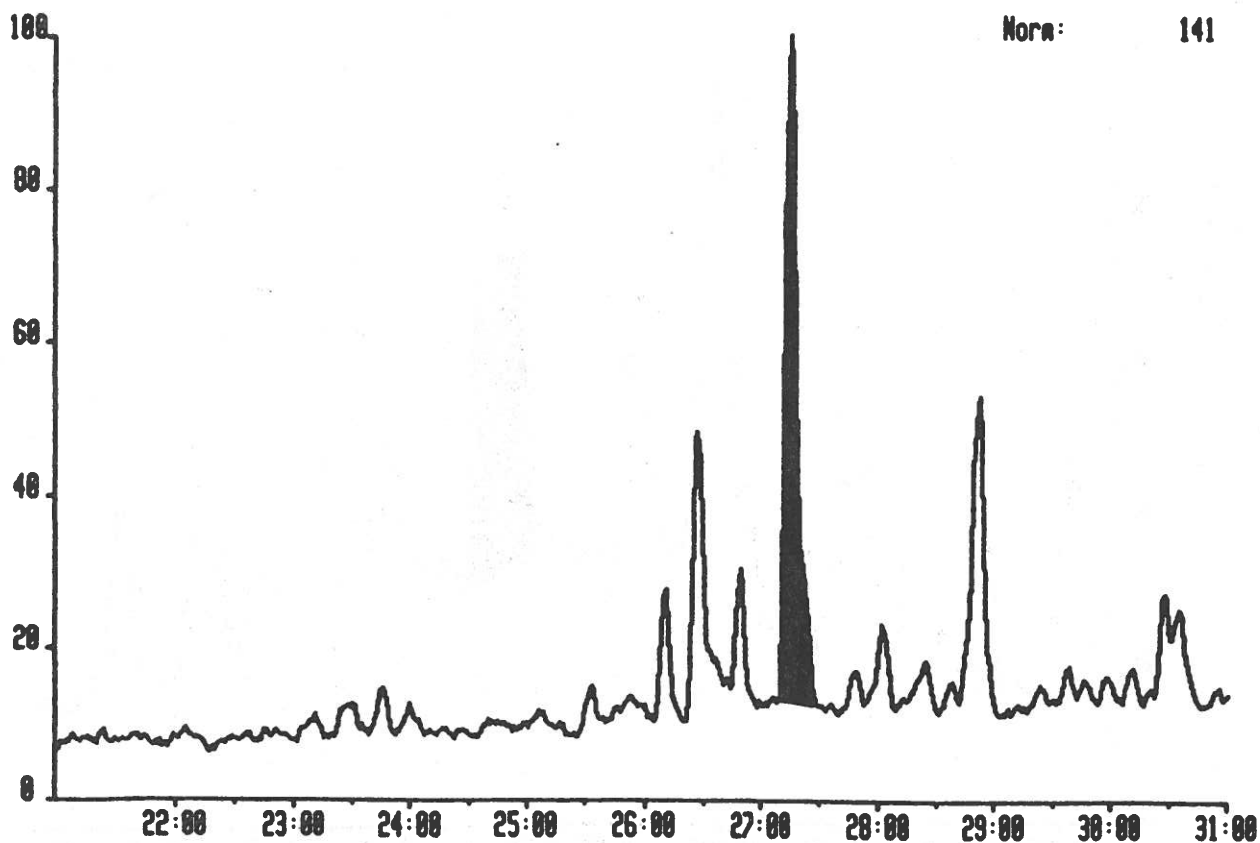
HAL70A18 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 218.2035
Text:HALTENBANKEN NR.70



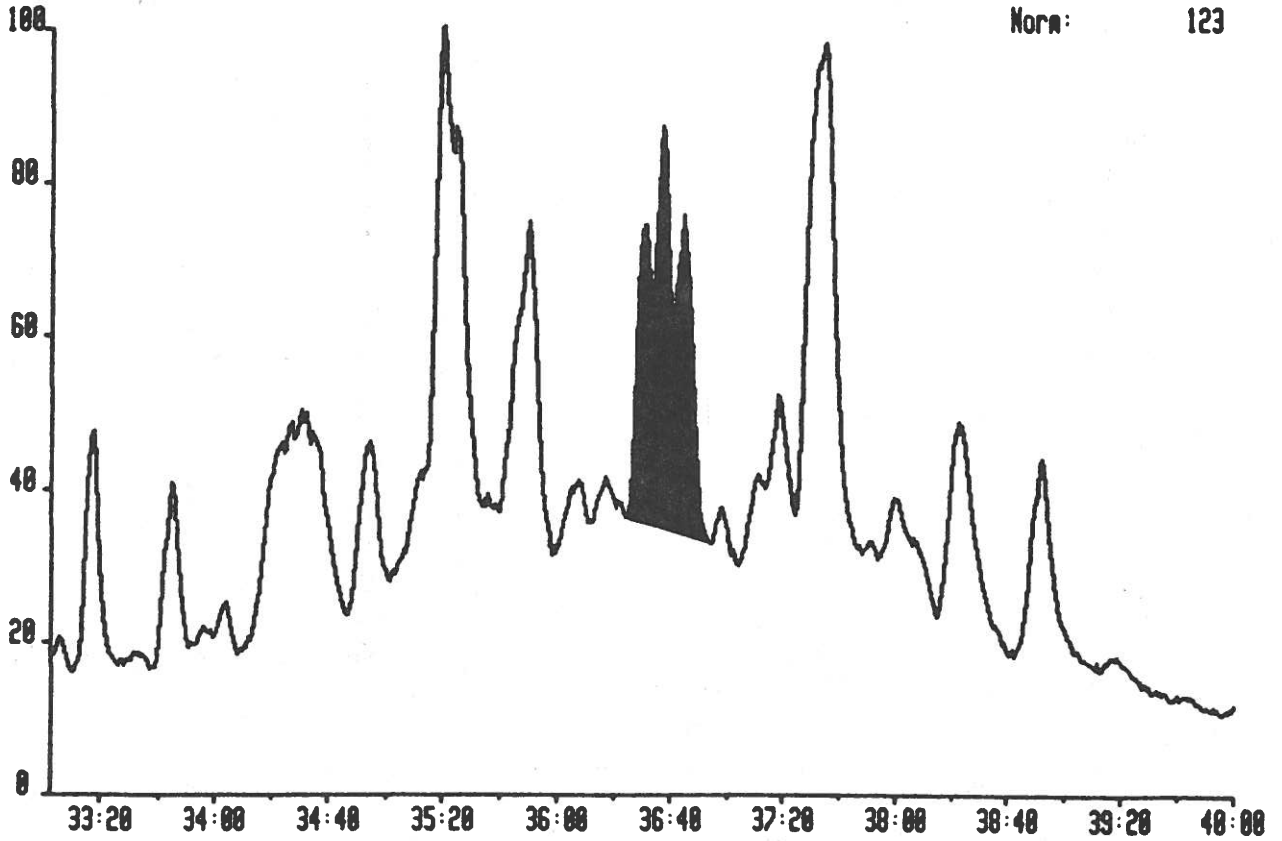
HAL0AA40 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 210.2035
Text:HALTENBANKEN NR.0A



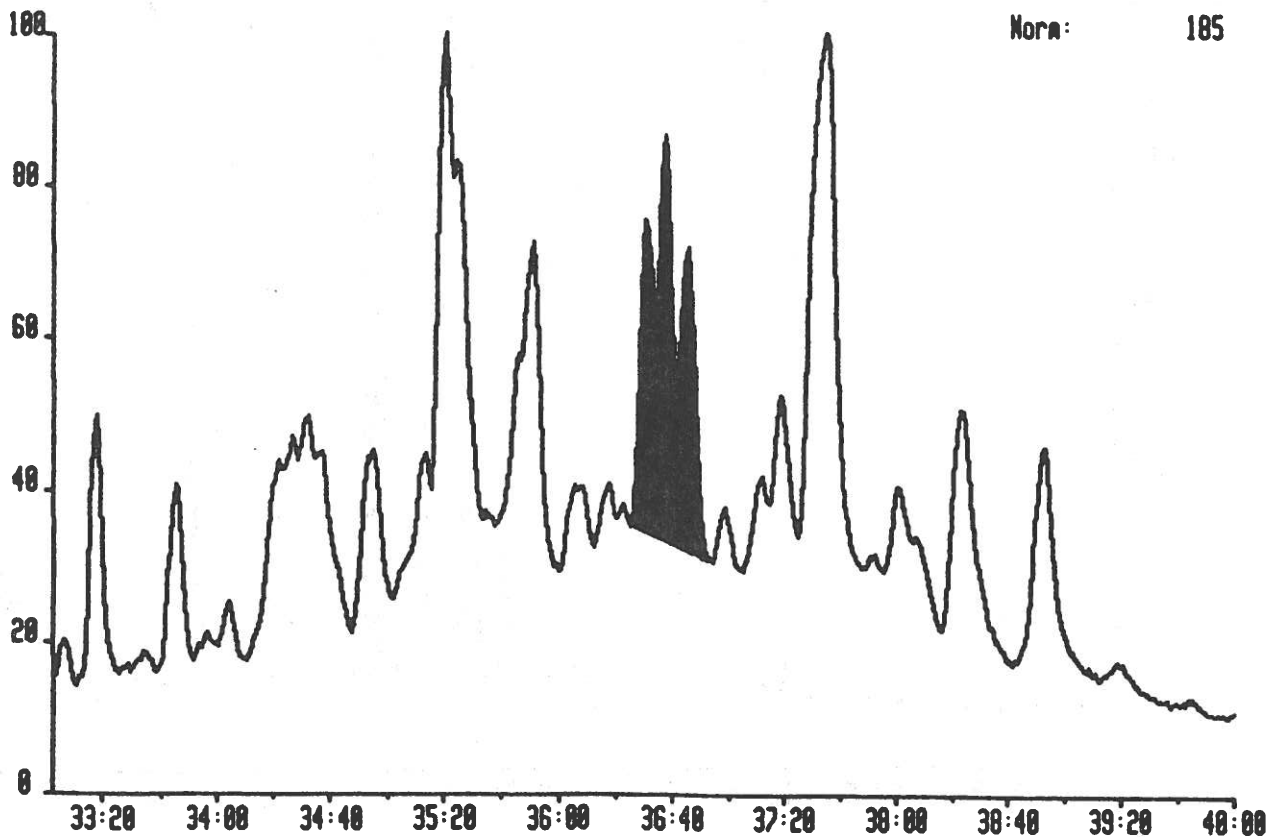
HAL70A10 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 210.2035
Text:HALTENBANKEN NR.70



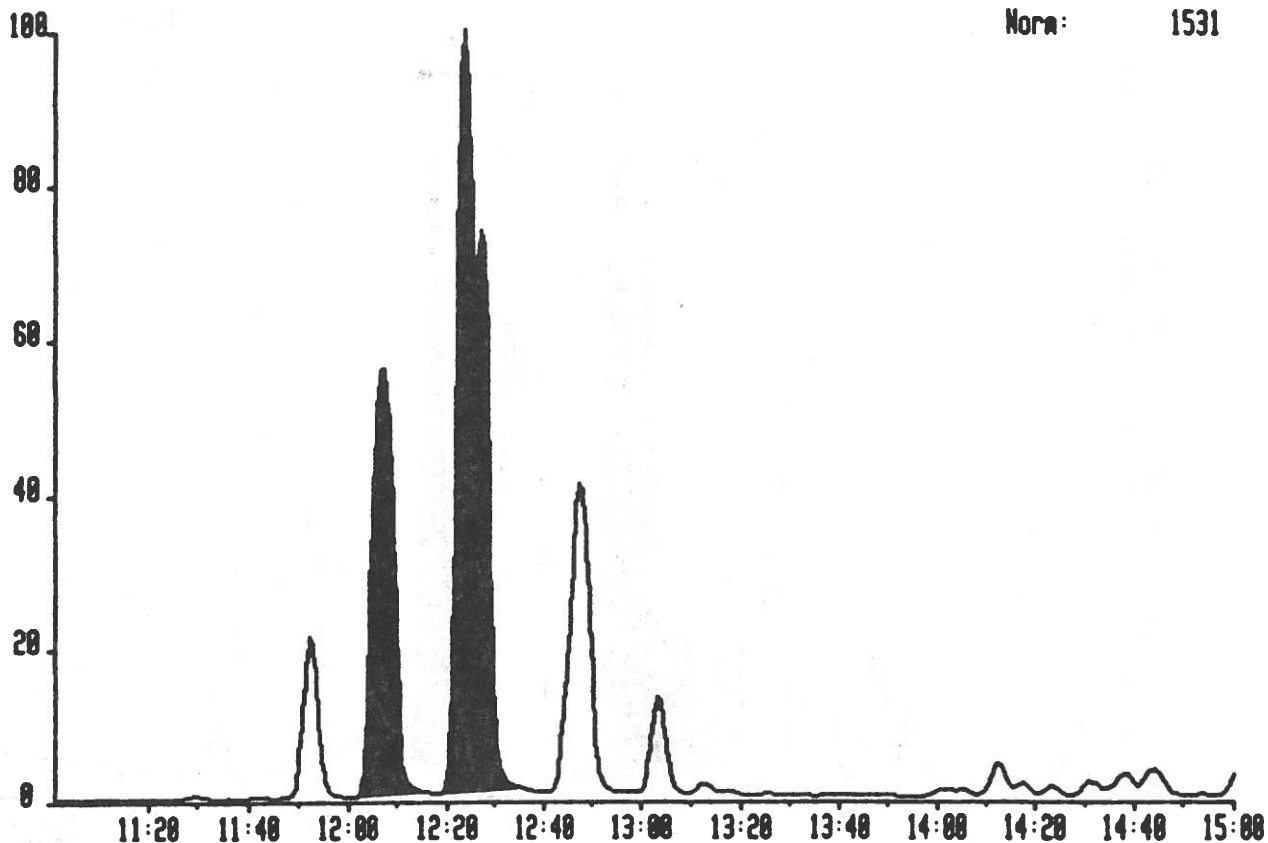
HAL0AA48 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 210.2035
Text: HALTENBANKEN NR.0A



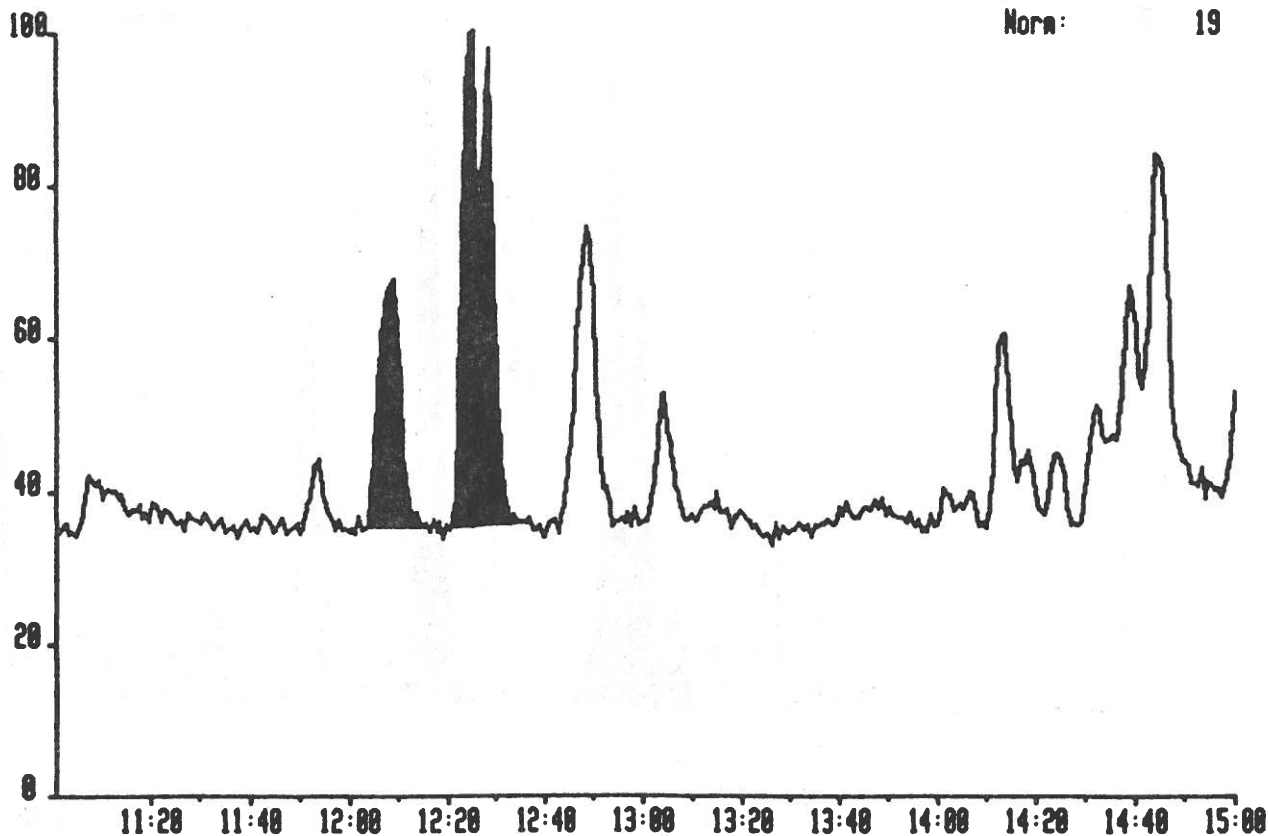
HAL70A10 30-APR-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODA
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 210.2035
Text: HALTENBANKEN NR.70



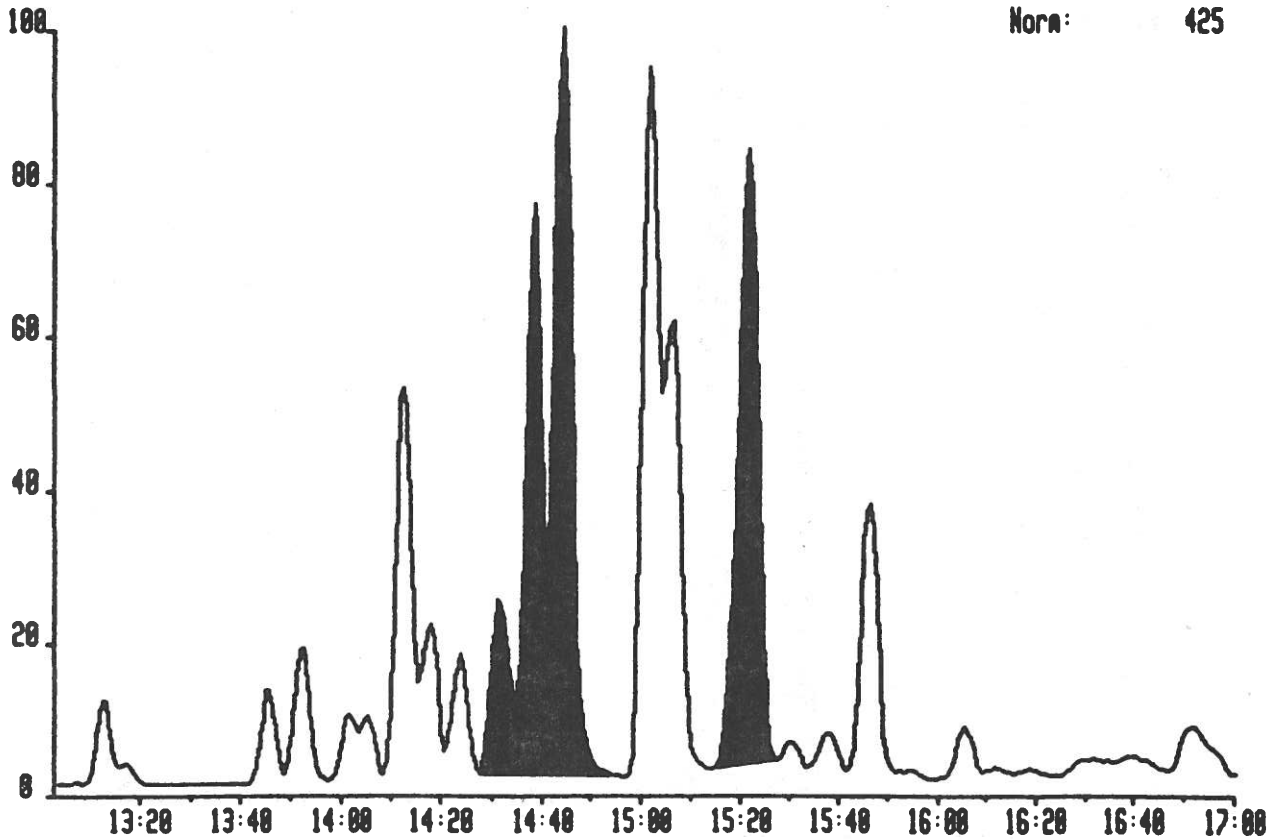
HAL886 31-MAY-98 Sir:Voltage 78-2585 Sys: METODEB
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 156.8939
Text:HALTENBANKEN NR.88



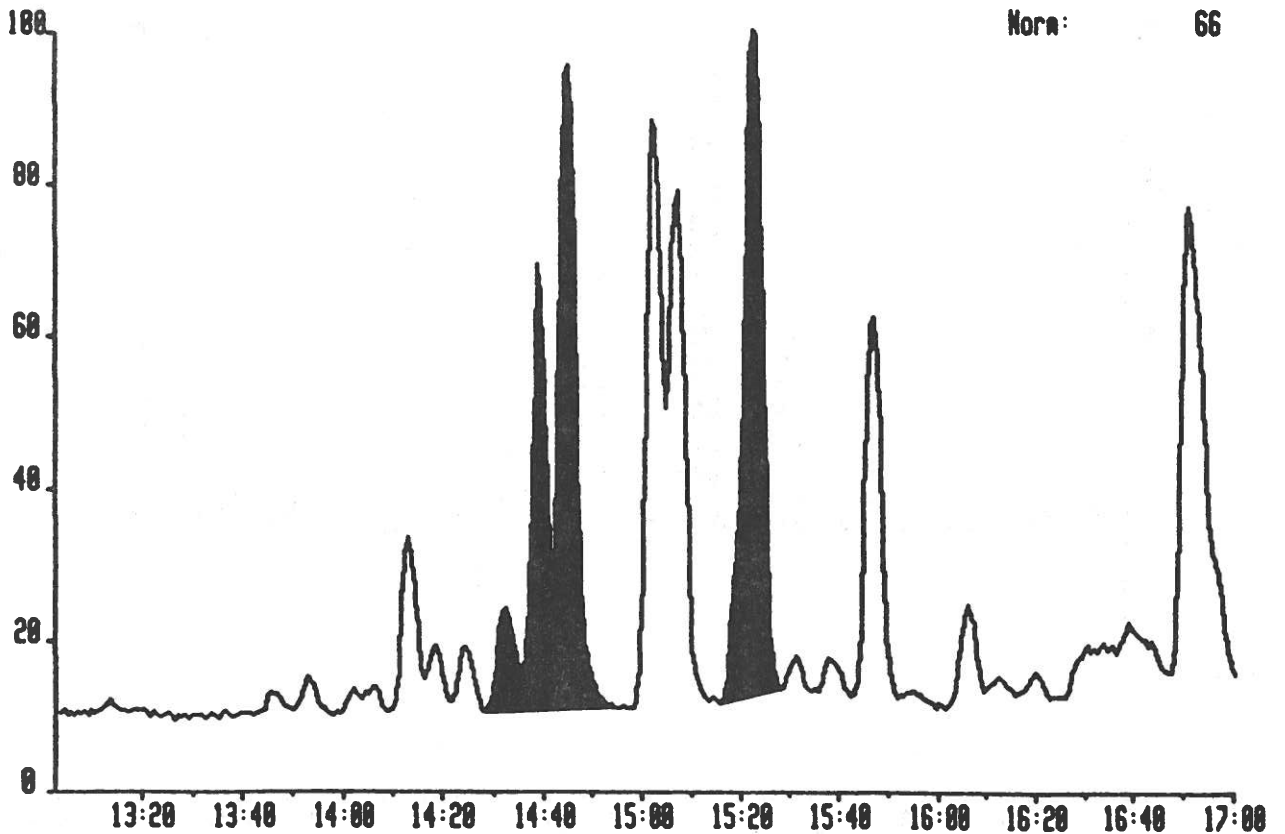
HAL7883 31-MAY-98 Sir:Voltage 78-2585 Sys: METODEB
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 156.8939
Text:HALTENBANKEN NR.78



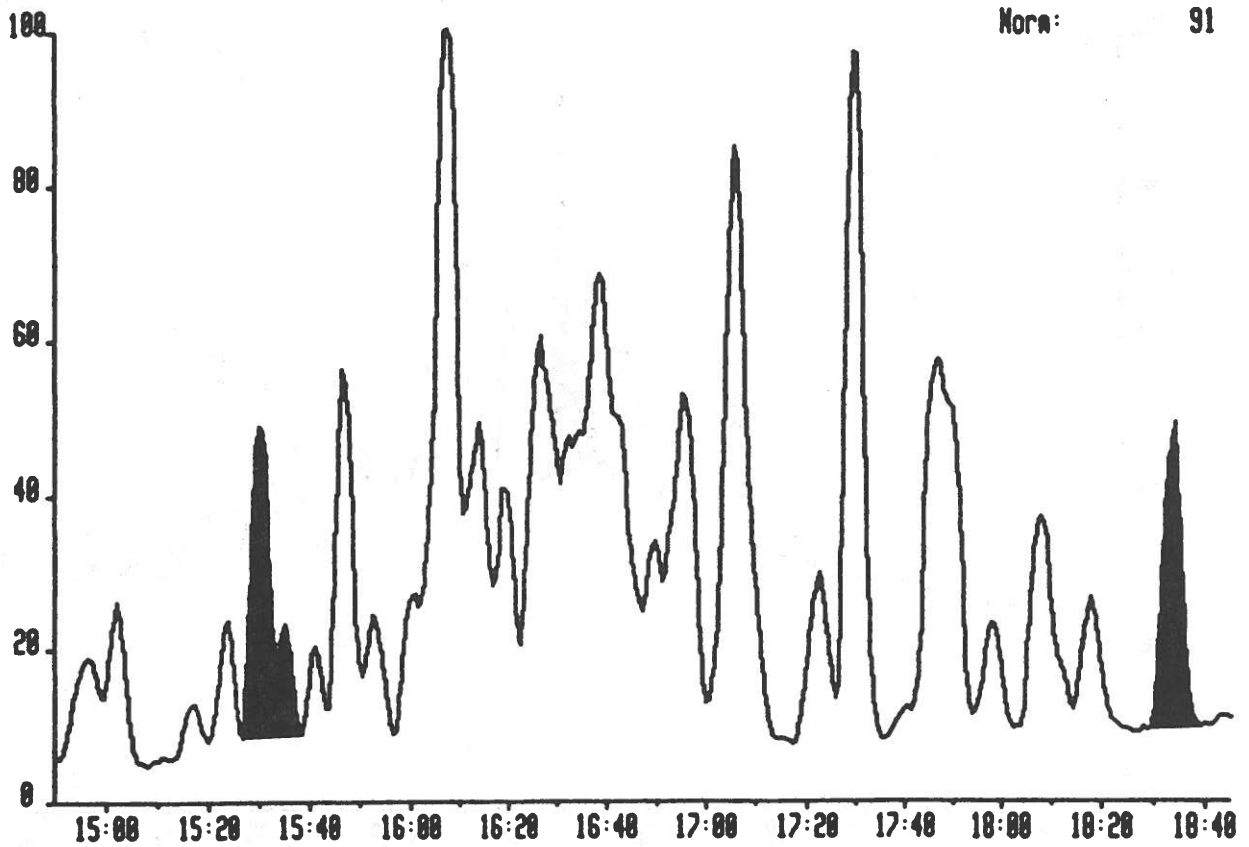
HAL0886 31-MAY-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEB
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 170.1096
Text:HALTENBANKEN NR.08



HAL7883 31-MAY-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEB
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 170.1096
Text:HALTENBANKEN NR.78

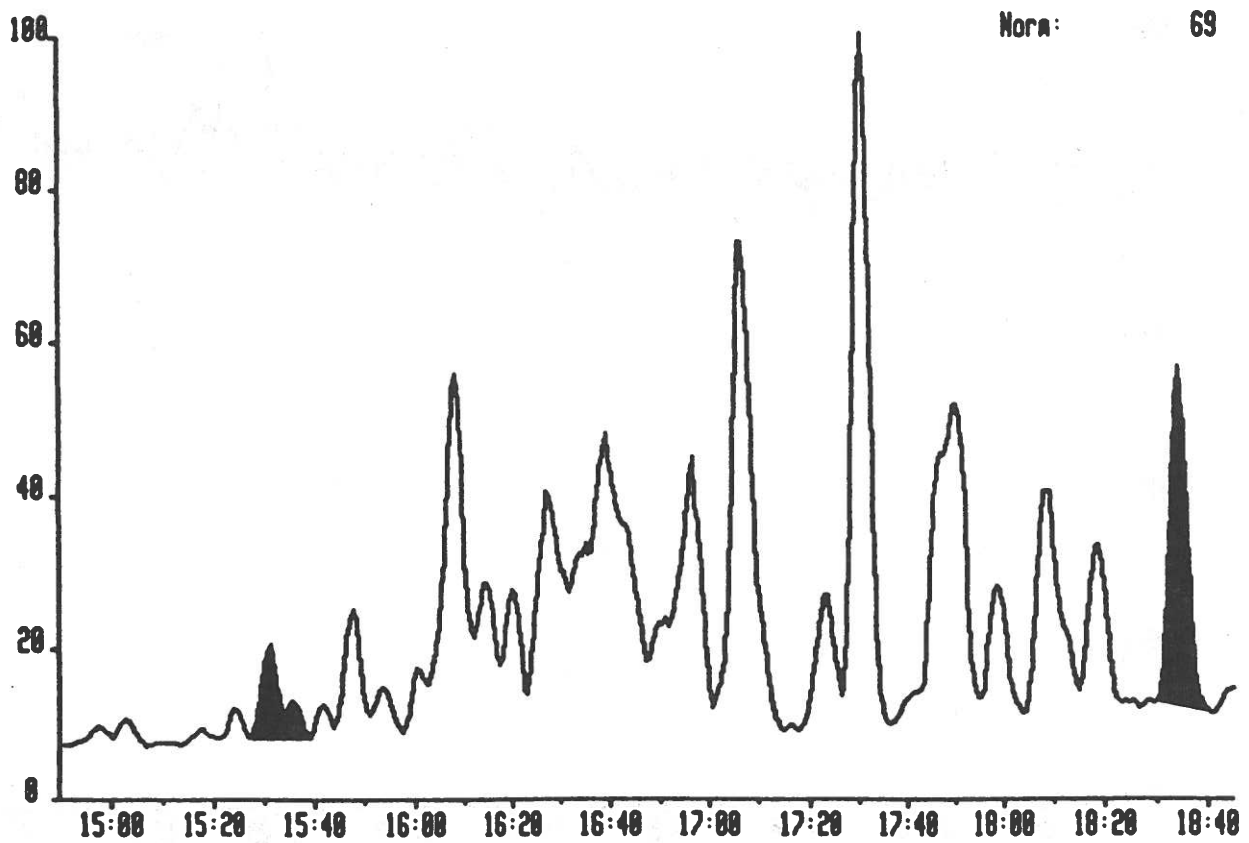


HAL0886 31-MAY-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEB
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 184.1252
Text: HALTENBANKEN NR.08



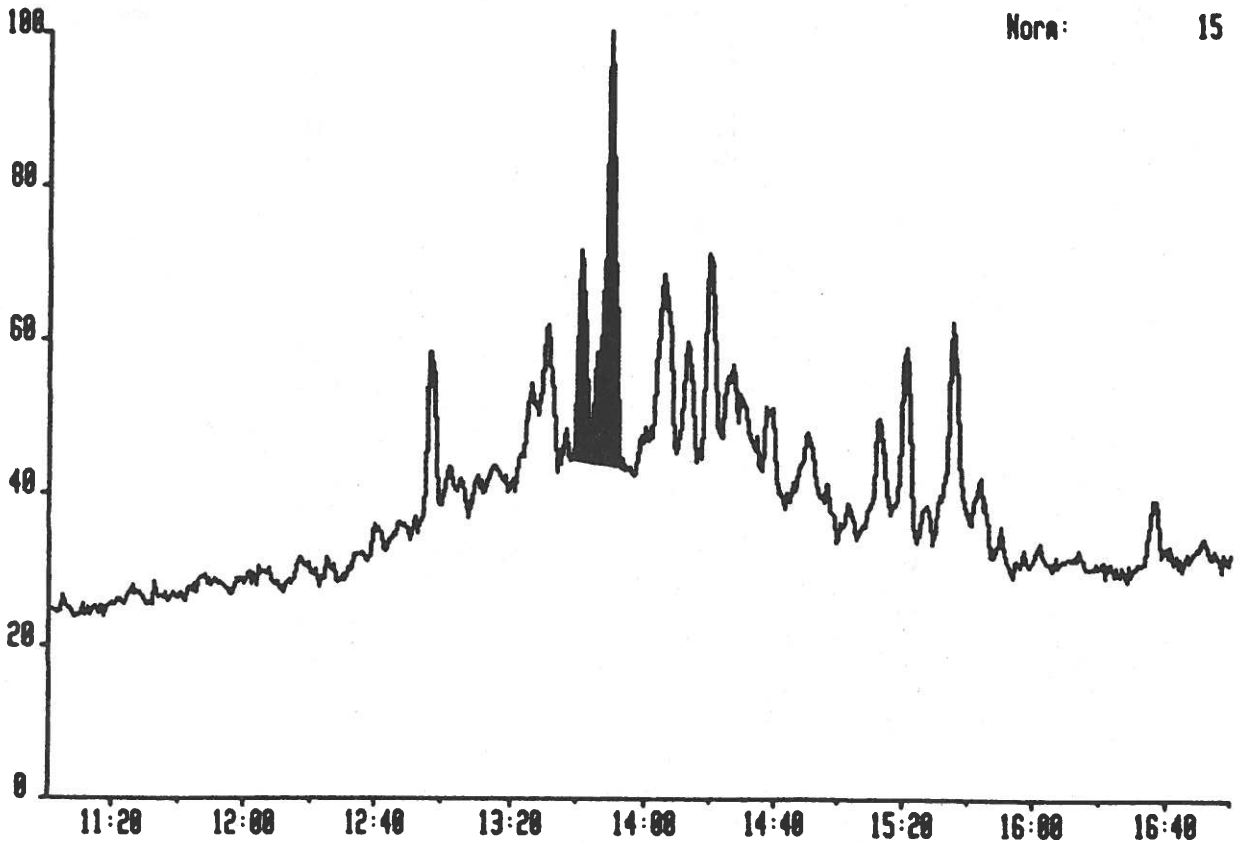
Nora: 91

HAL7083 31-MAY-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEB
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 184.1252
Text: HALTENBANKEN NR.70



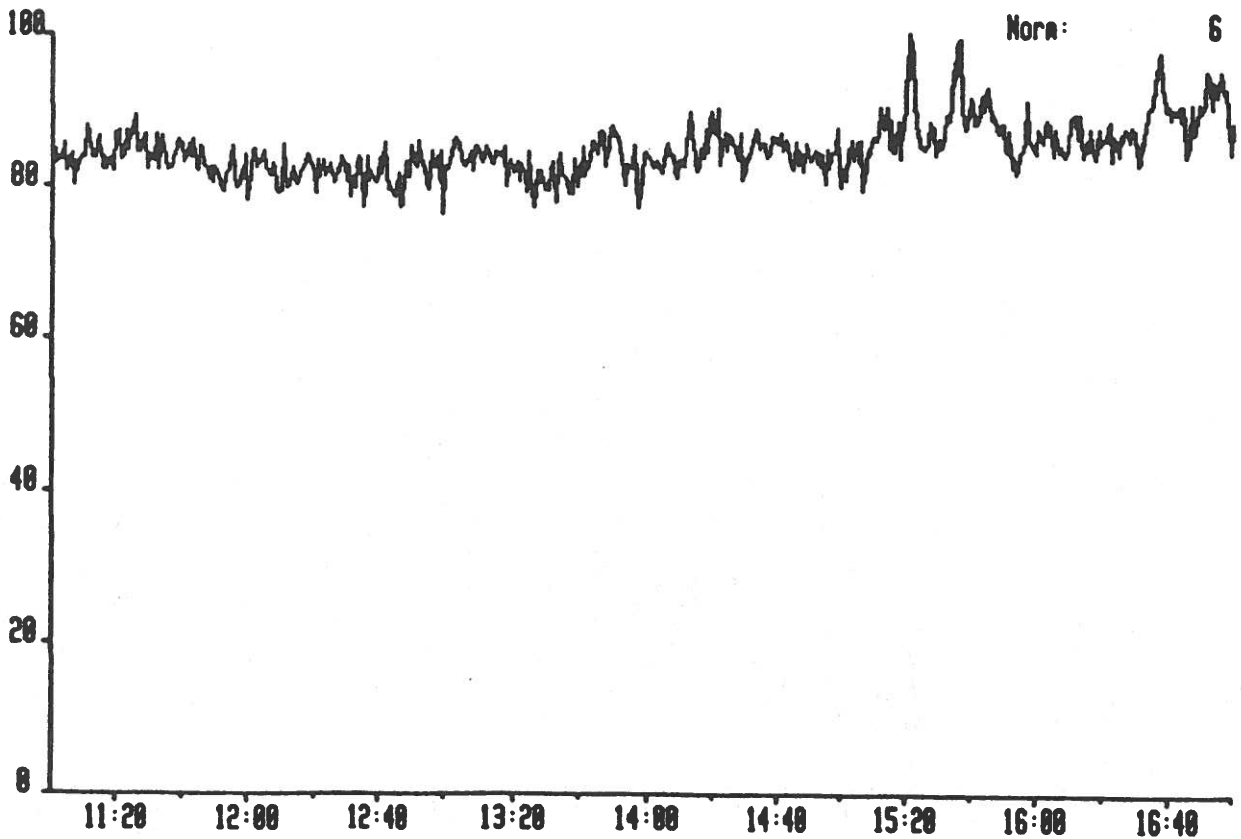
Nora: 69

HAL0886 31-MAY-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEB
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 200.2191
Text:HALTENBANKEN NR.08



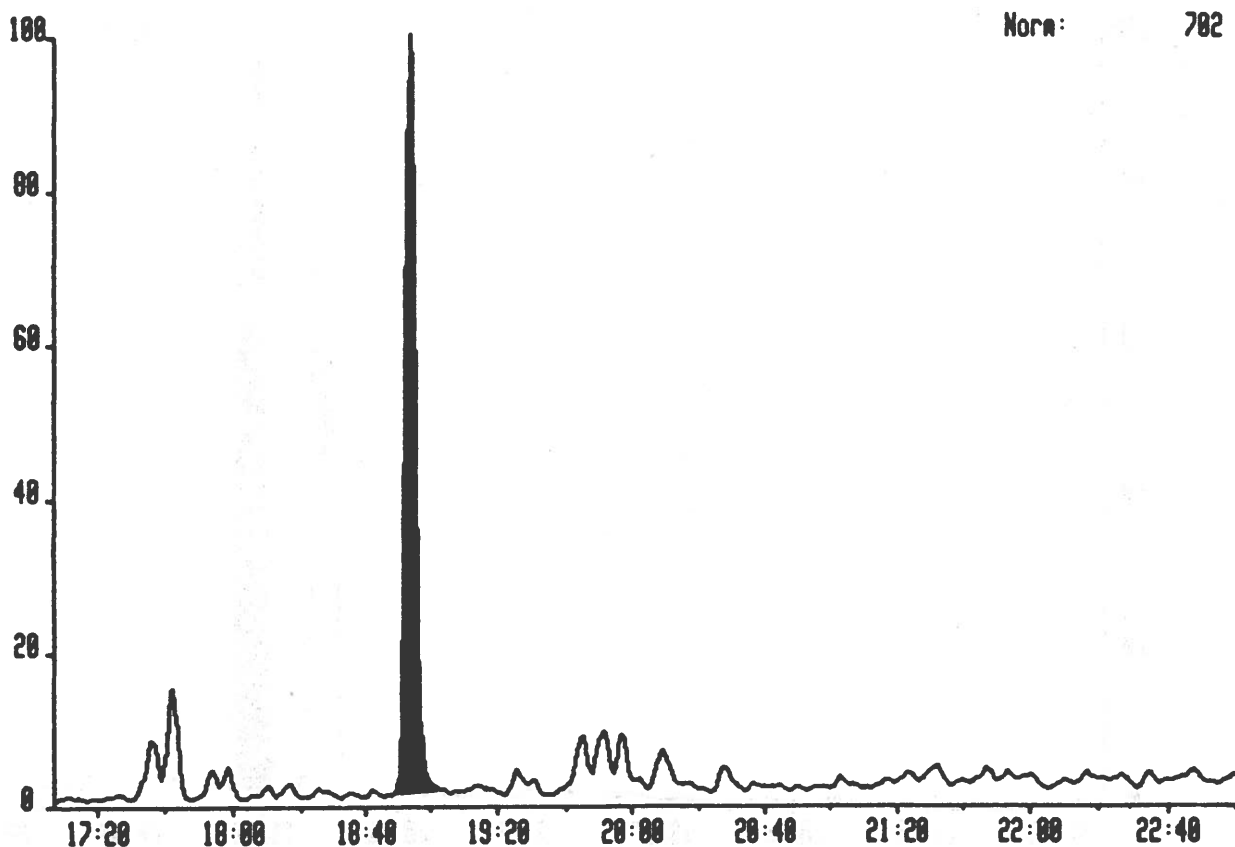
Nora: 15

HAL7883 31-MAY-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEB
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 200.2191
Text:HALTENBANKEN NR.78

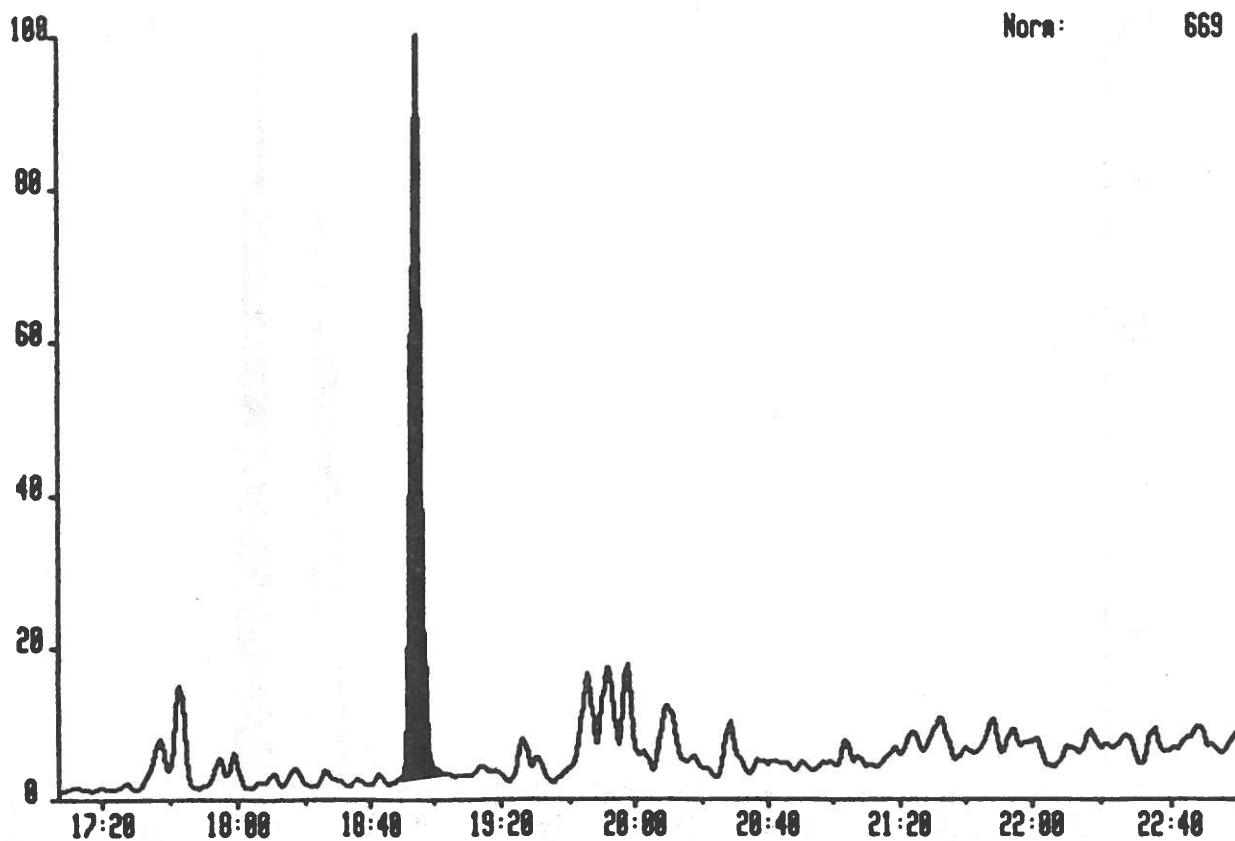


Nora: 6

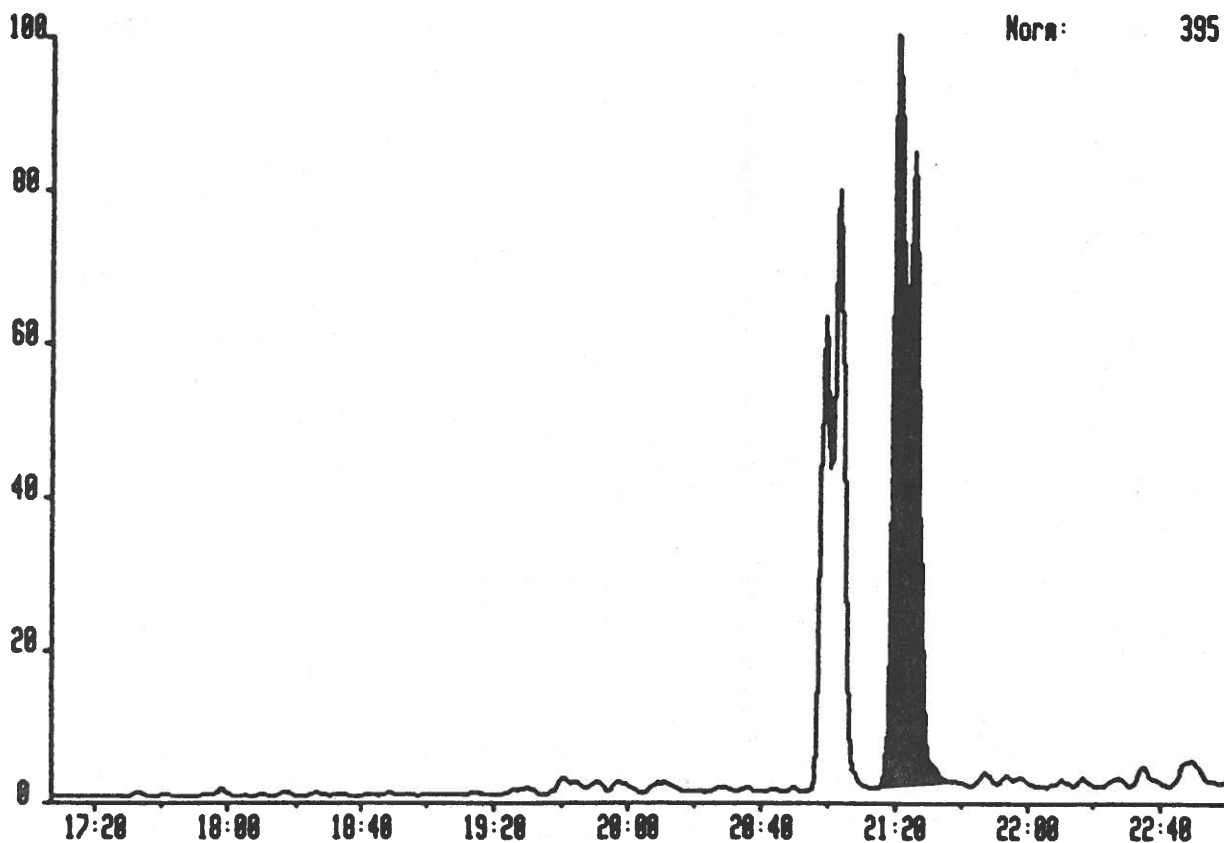
HAL0AC16 6-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 178.0783
Text: HALTENBANKEN NR.0A



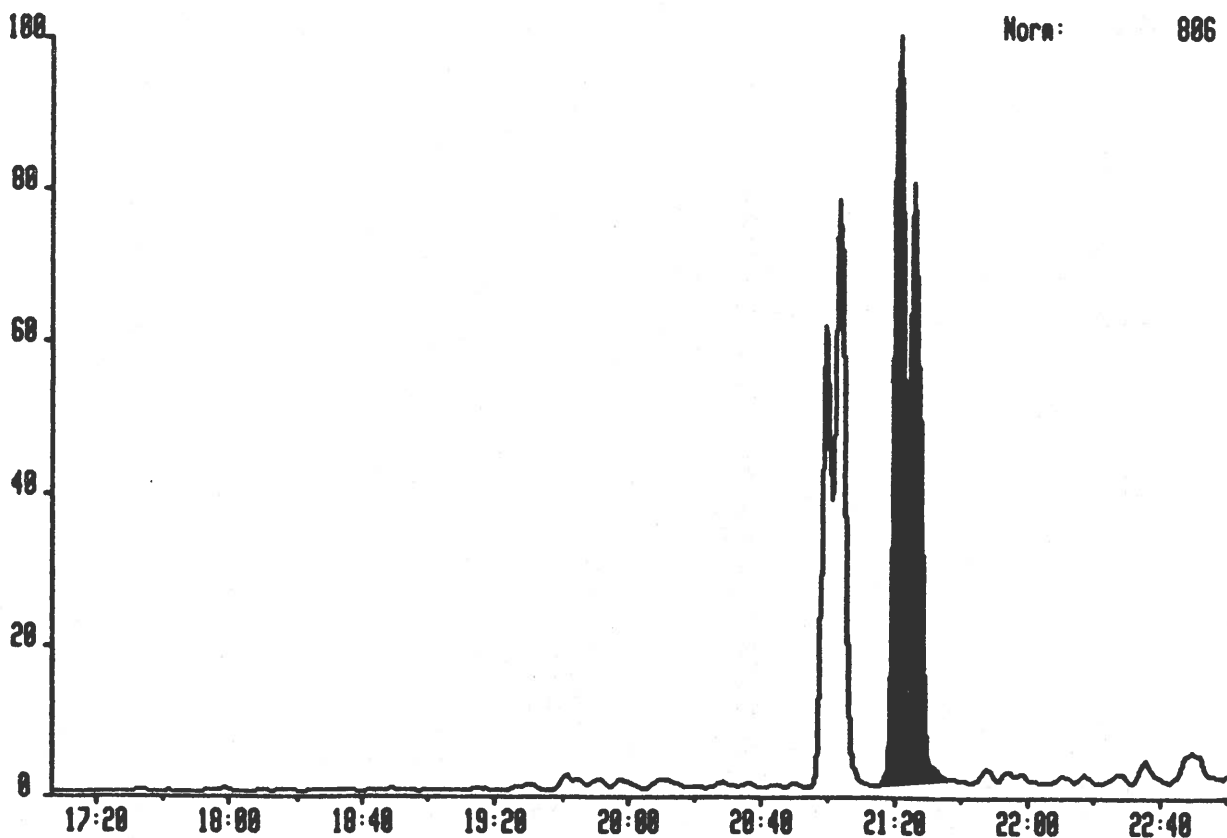
HAL70C5 6-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 178.0783
Text: HALTENBANKEN NR.70



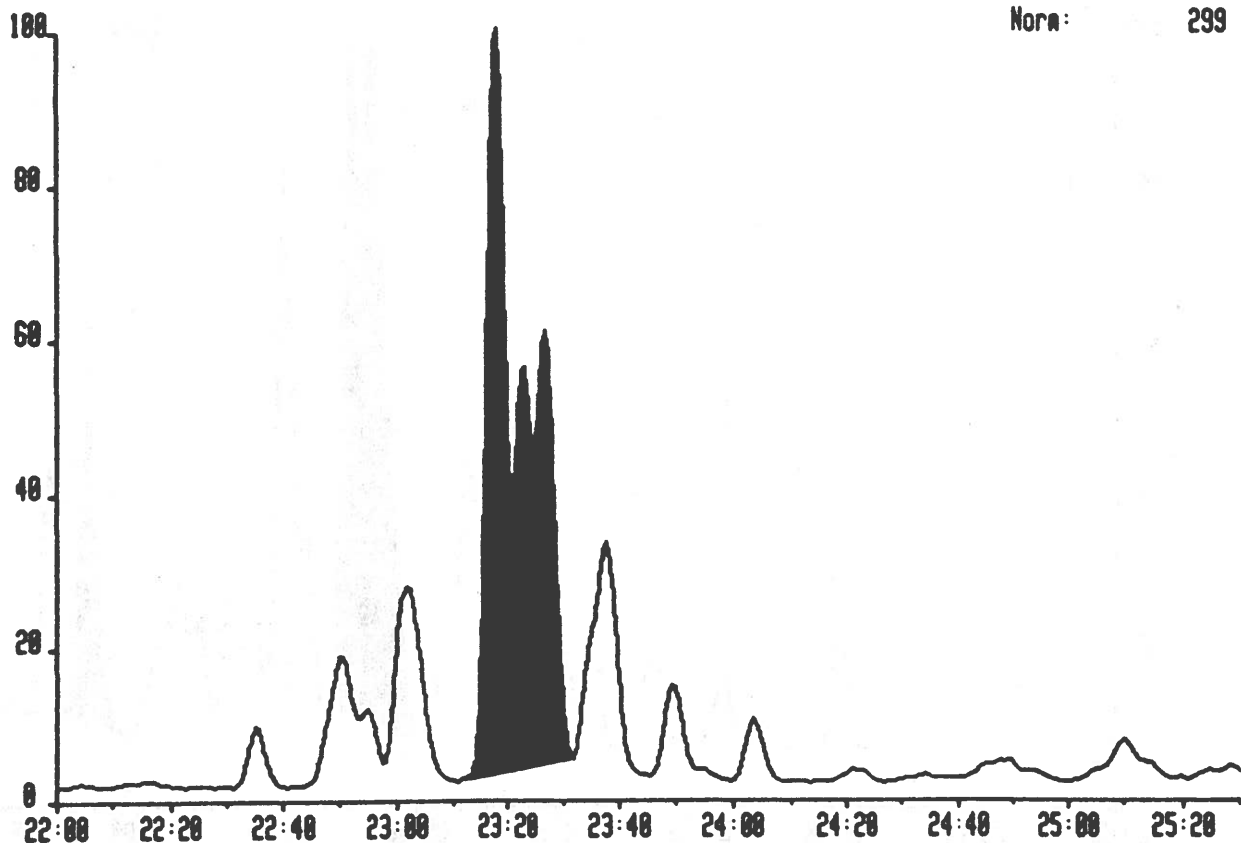
HAL0AC16 6-JUN-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 192.0939
Text: HALTENBANKEN NR.0A



HAL70C5 6-JUN-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 192.0939
Text: HALTENBANKEN NR.7B

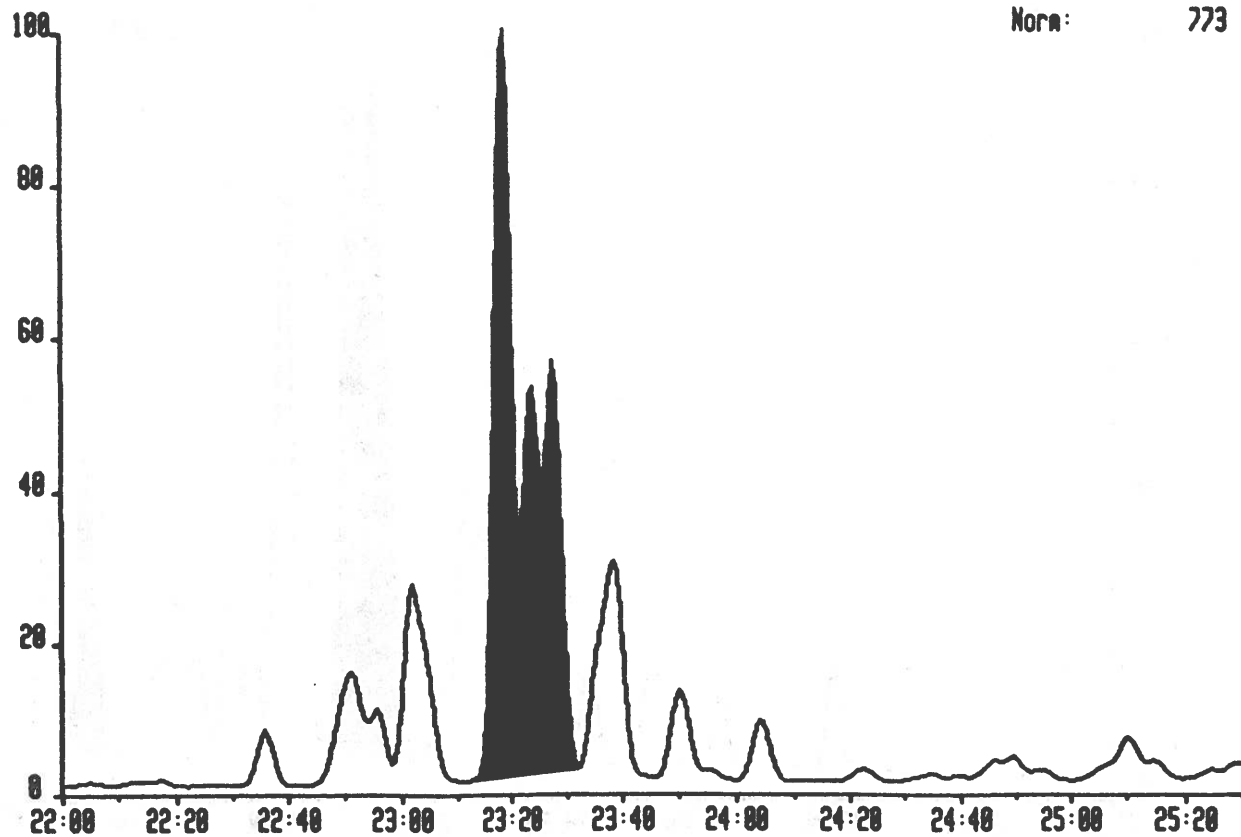


HAL0AC16 6-JUN-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 206.1096
Text:HALTENBANKEN NR.00



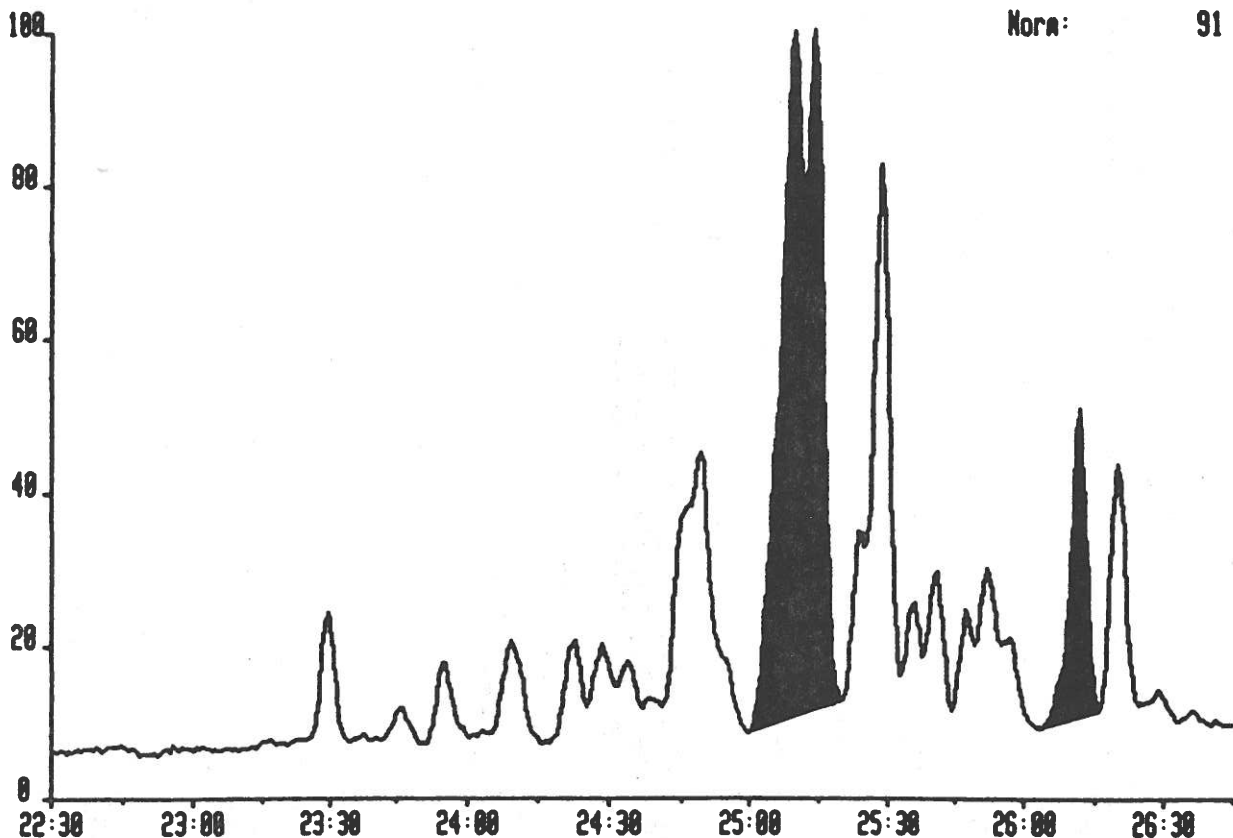
Norm: 299

HAL70C5 6-JUN-98 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 206.1096
Text:HALTENBANKEN NR.70



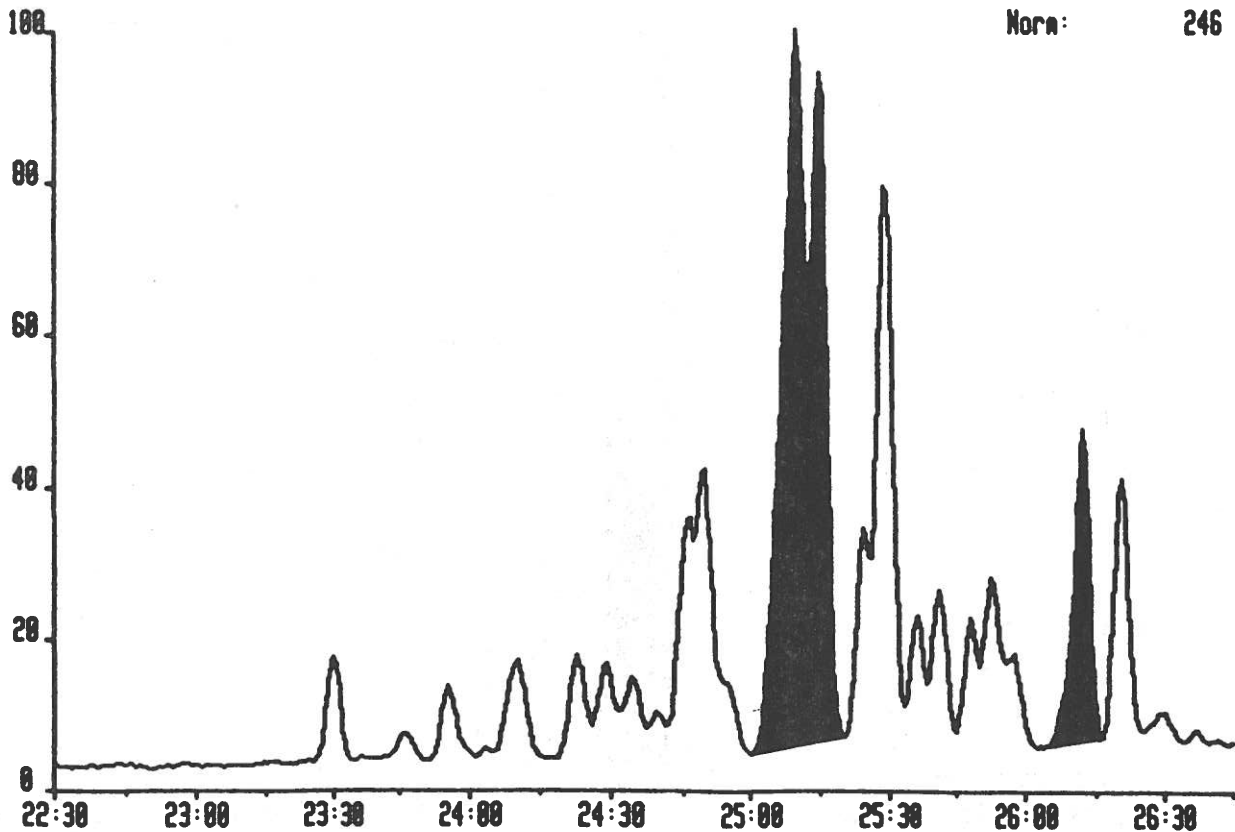
Norm: 773

HAL0AC16 6-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 220.1252
Text: HALTENBANKEN NR.0A



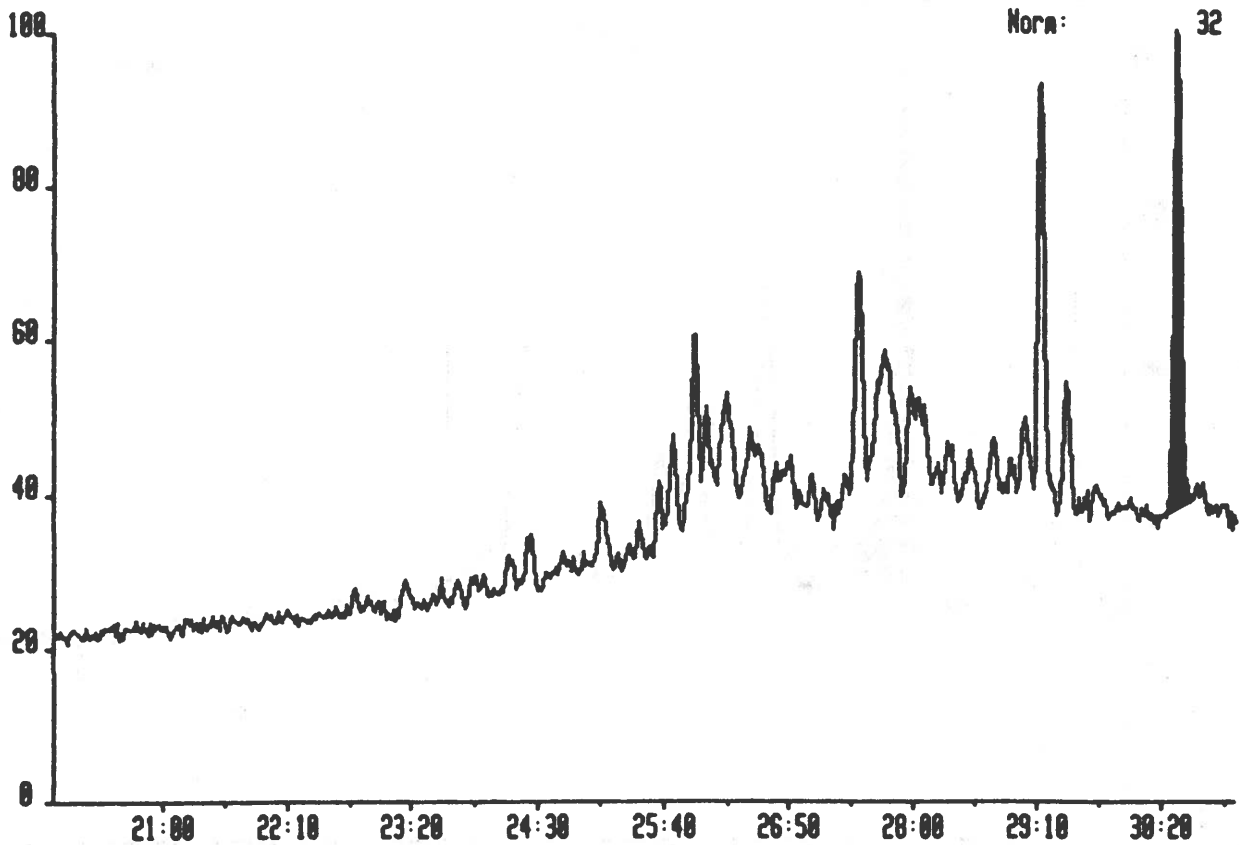
Norm: 91

HAL70C5 6-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 220.1252
Text: HALTENBANKEN NR.70

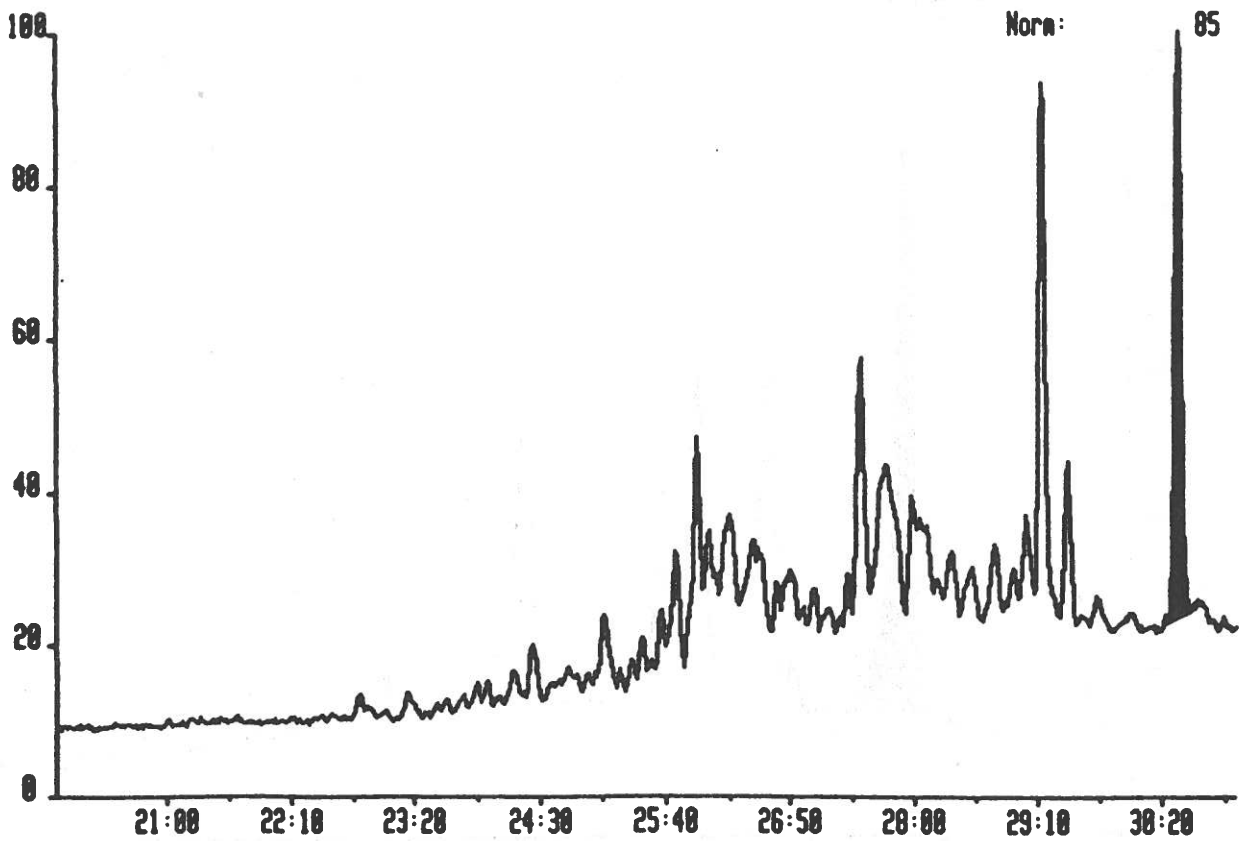


Norm: 246

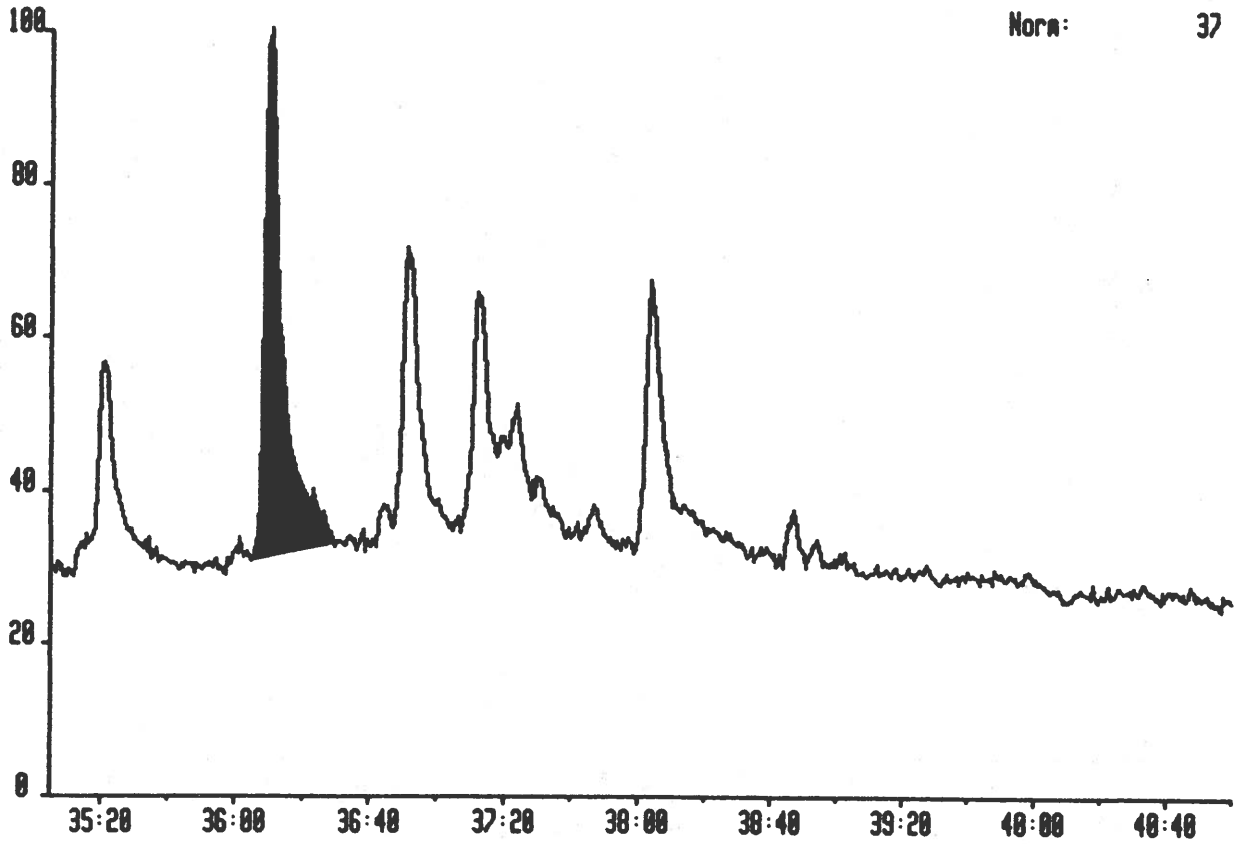
HAL0AC16 6-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 231.1174
Text:HALTENBANKEN NR.0A



HAL70C5 6-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 231.1174
Text:HALTENBANKEN NR.7B

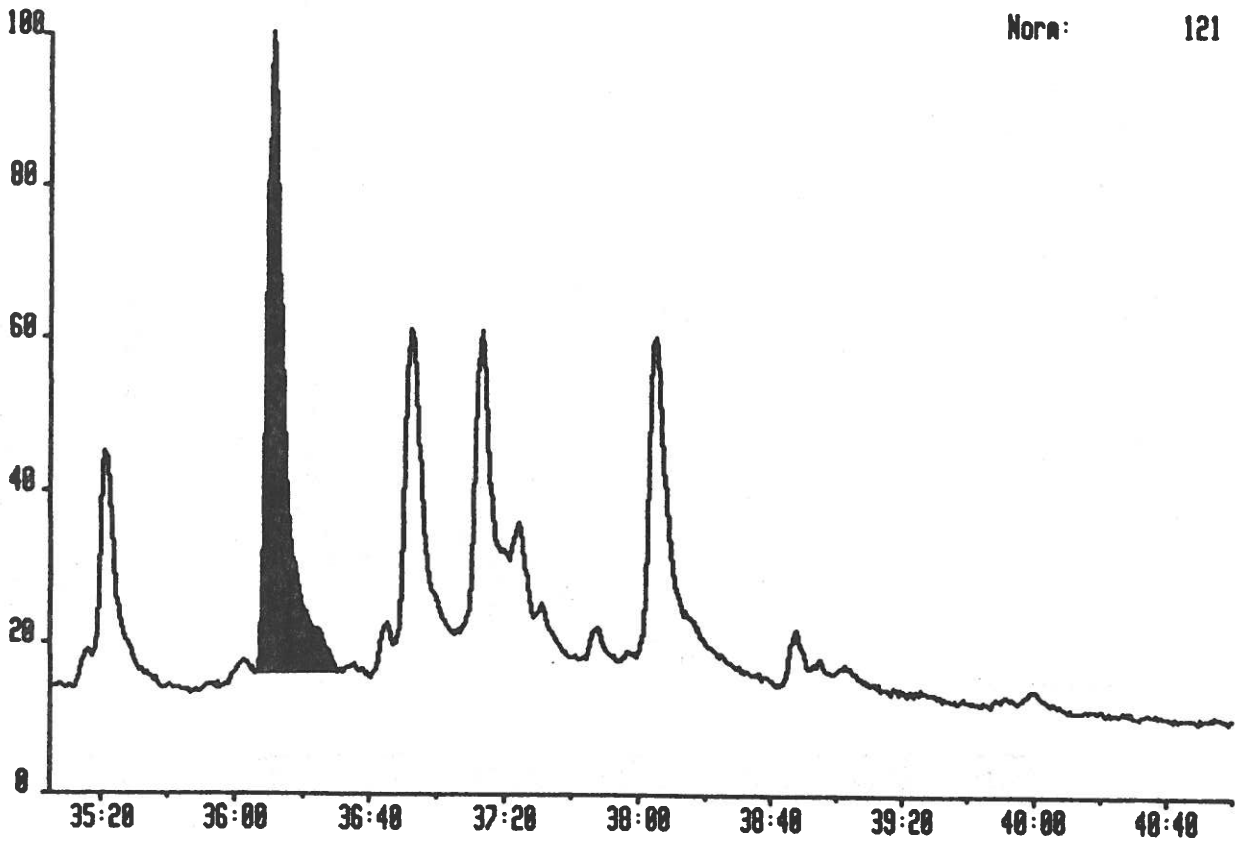


HAL0AC16 6-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 231.1174
Text:HALTENBANKEN NR.0A



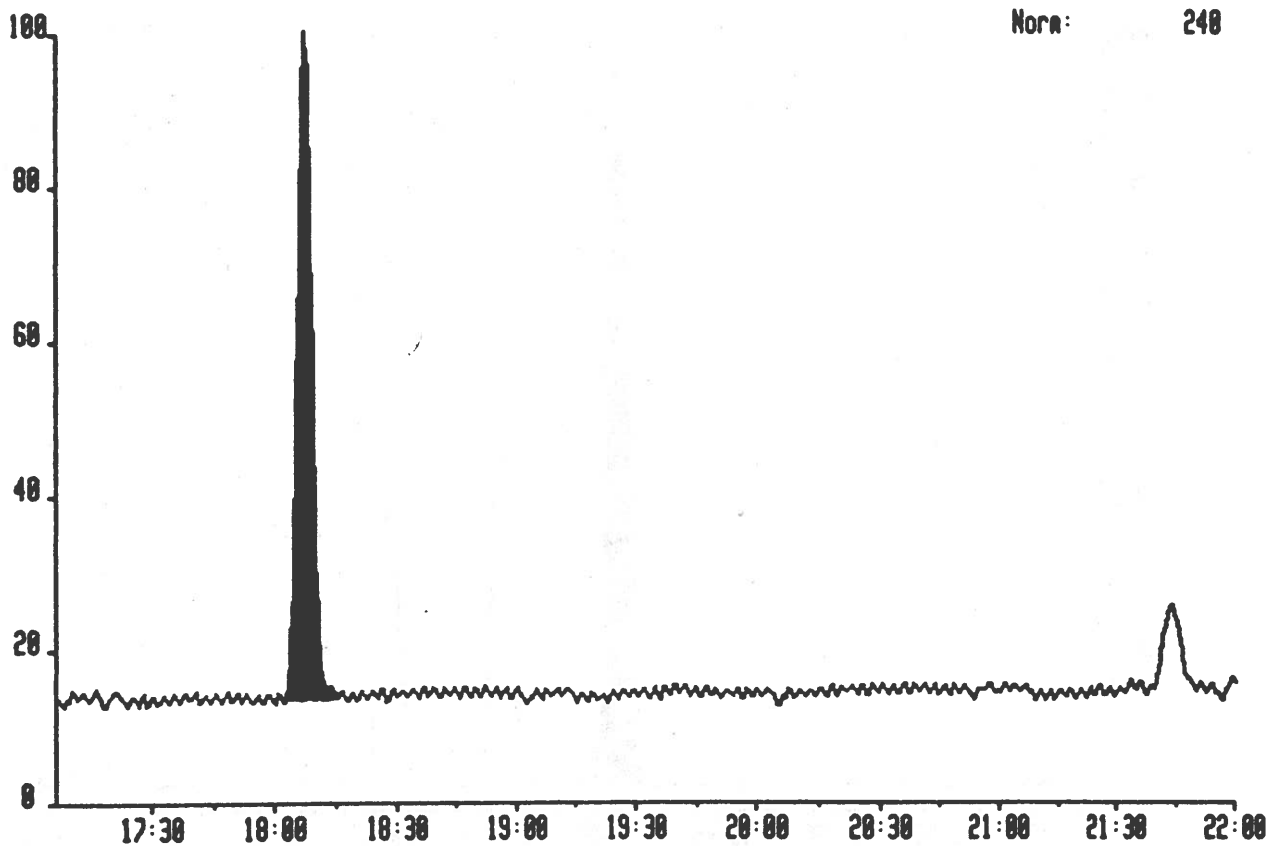
Norm: 37

HAL70C5 6-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODEC
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 231.1174
Text:HALTENBANKEN NR.70

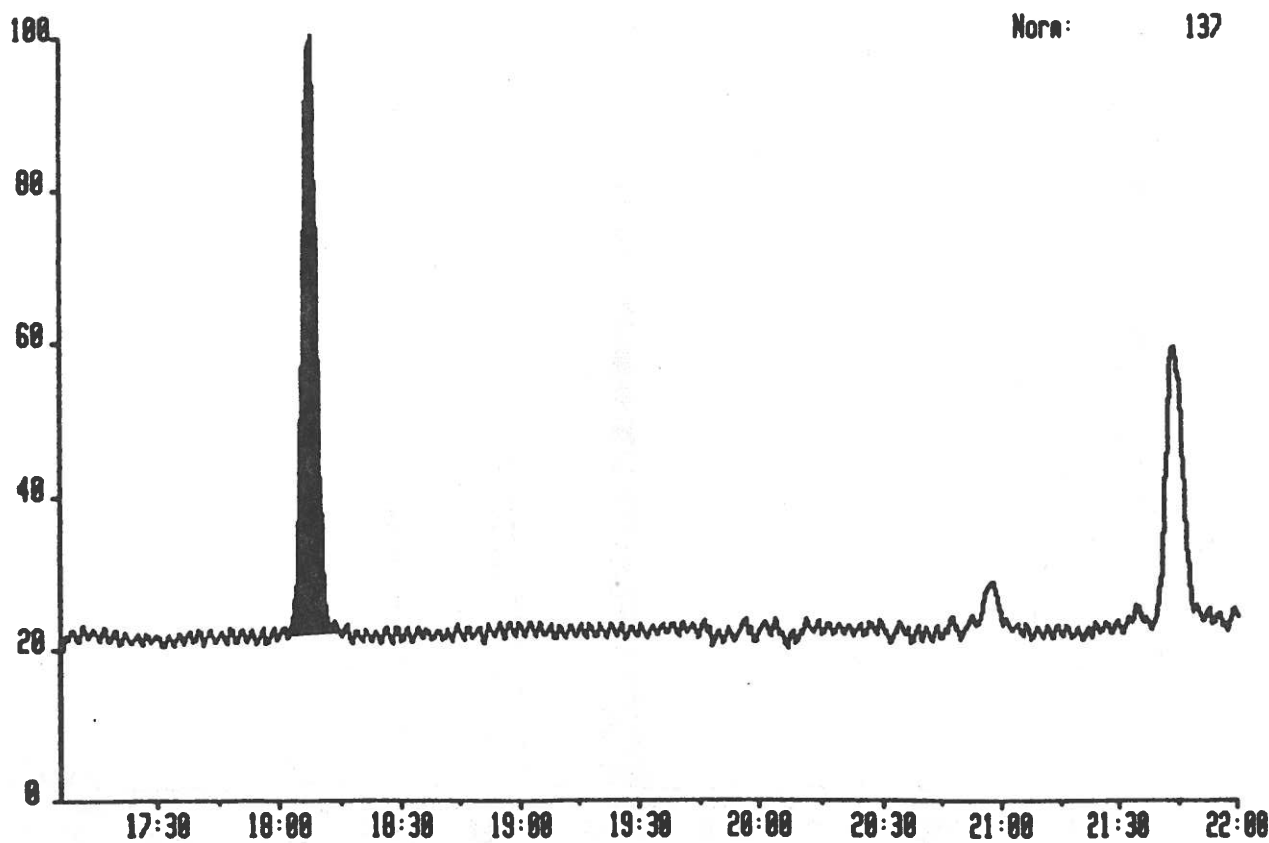


Norm: 121

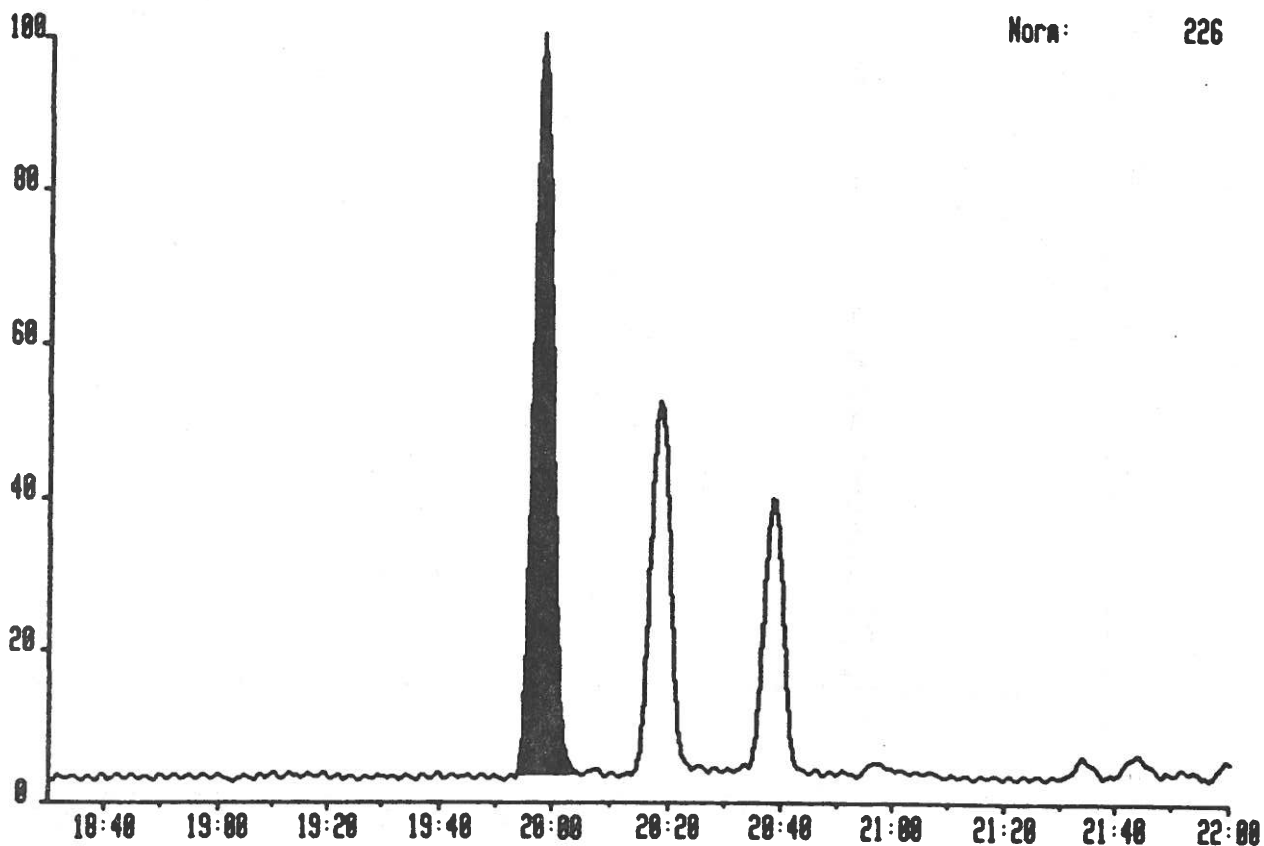
HAL00D10 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: MET00ED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 104.0347
Text:HALTENBANKEN NR.00



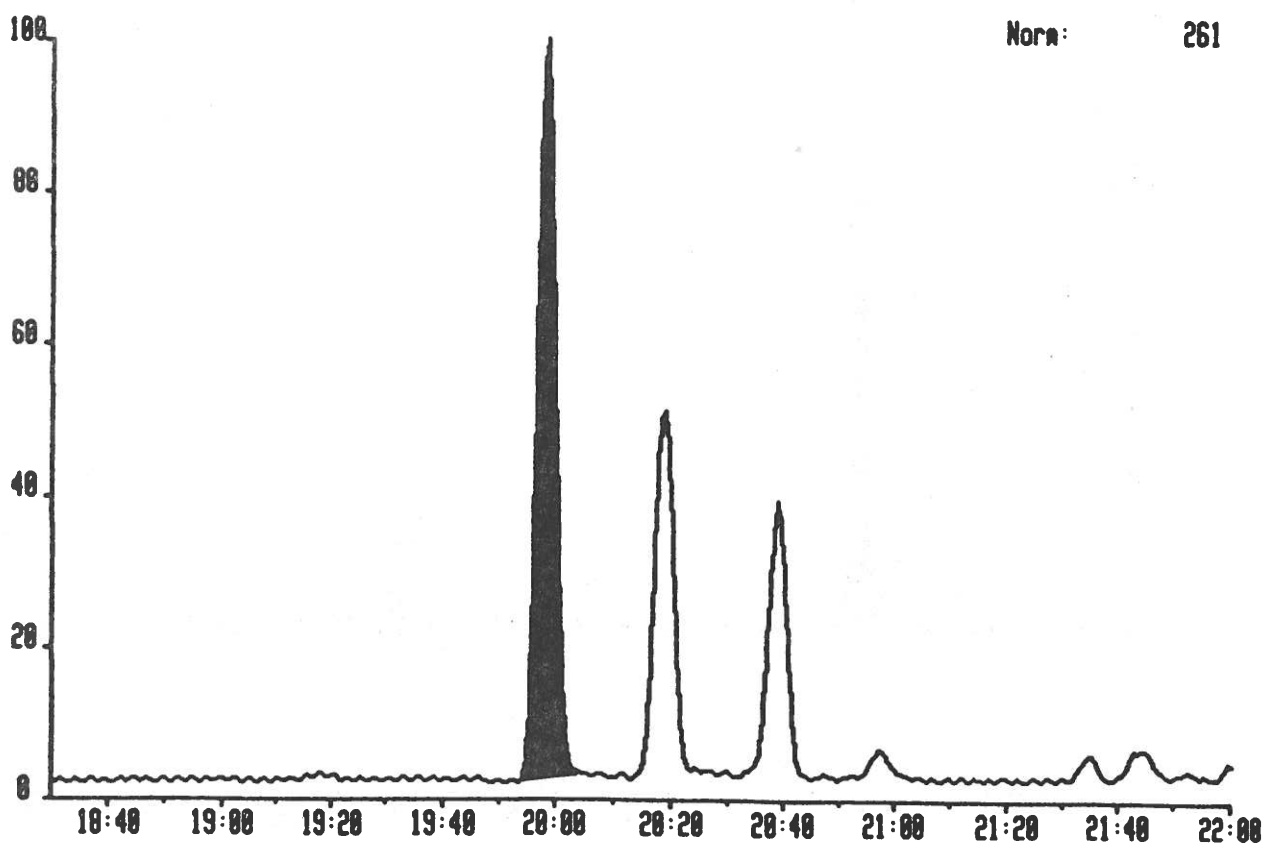
HAL70D3 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: MET00ED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 104.0347
Text:HALTERNBANKEN NR.70



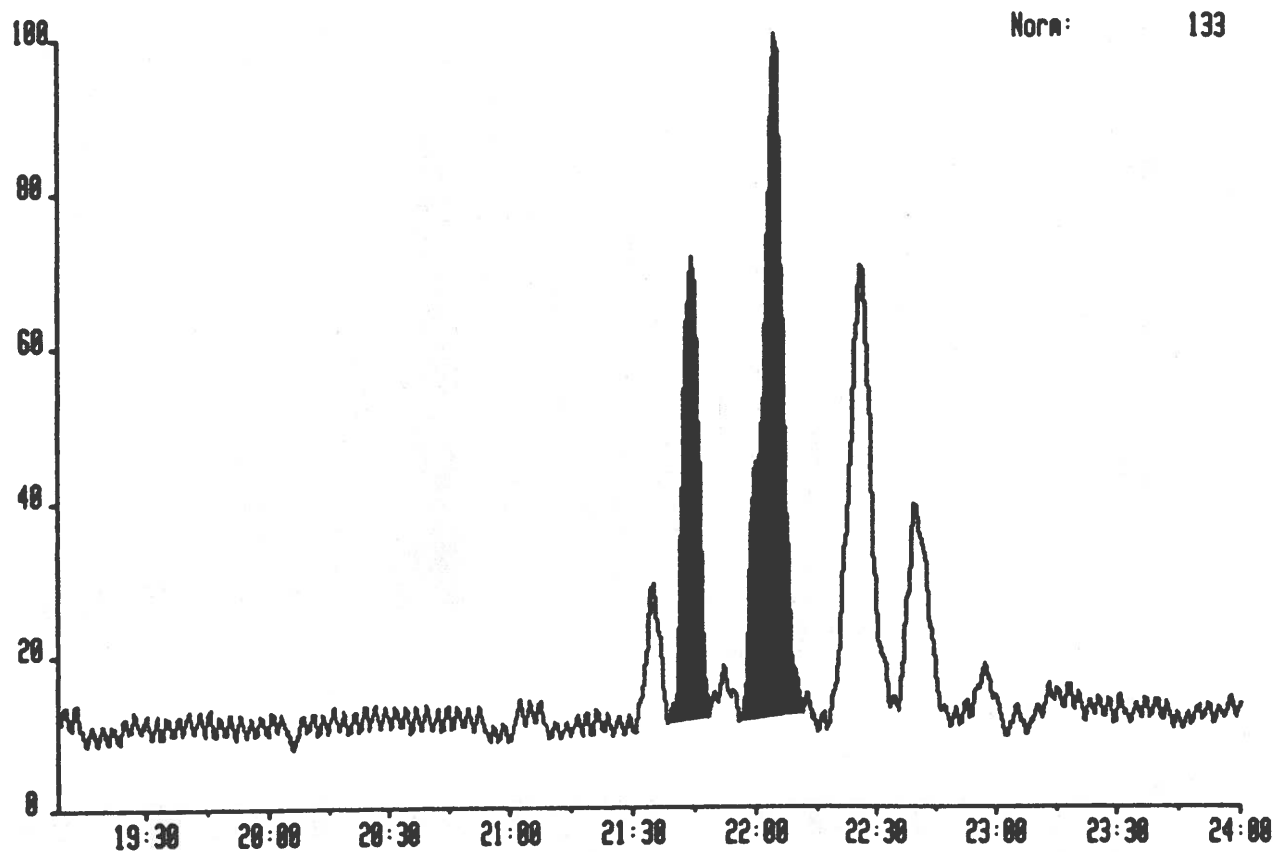
HAL0AD10 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 198.0503
Text:HALTENBANKEN NR.0A



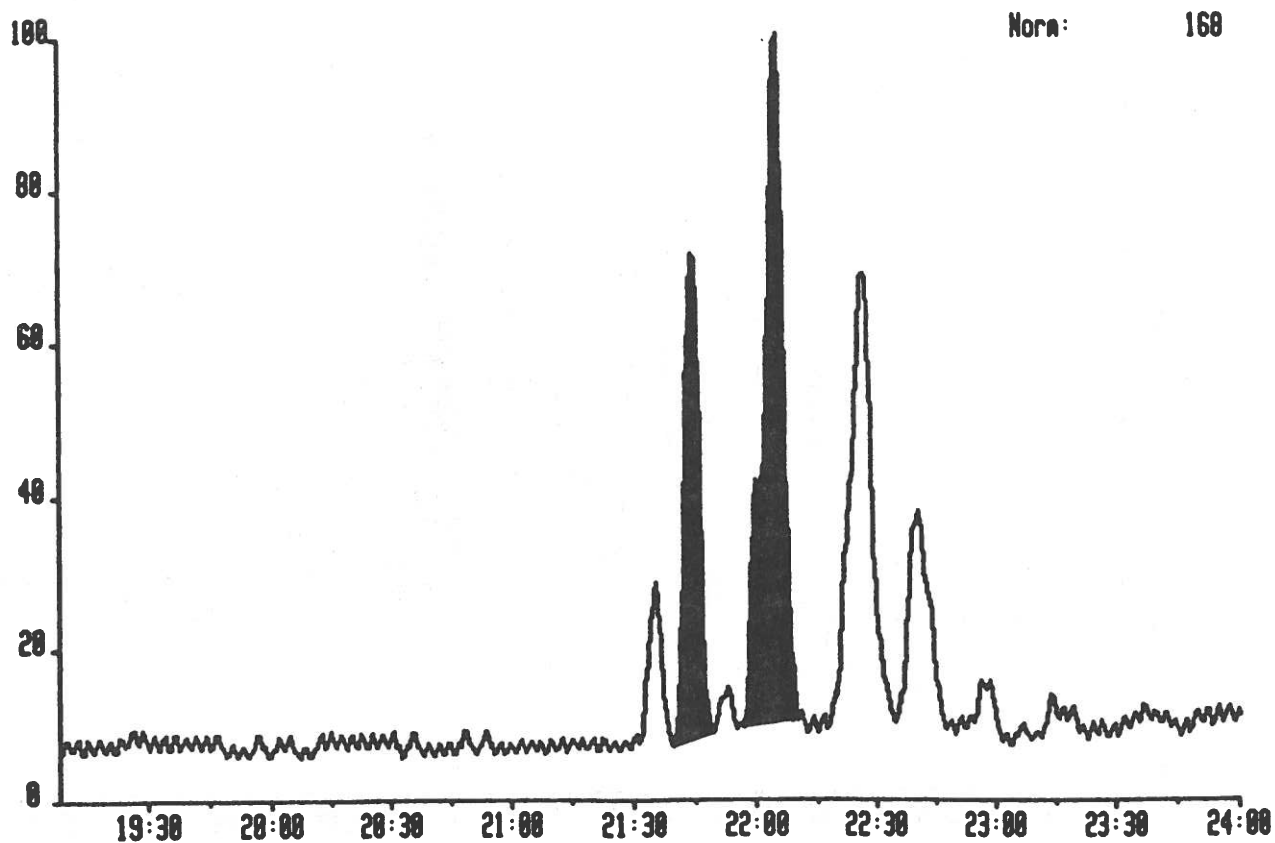
HAL7803 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 198.0503
Text:HALTERNBANKEN NR.70



HAL0AD10 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 212.0659
Text:HALTENBANKEN NR.0A

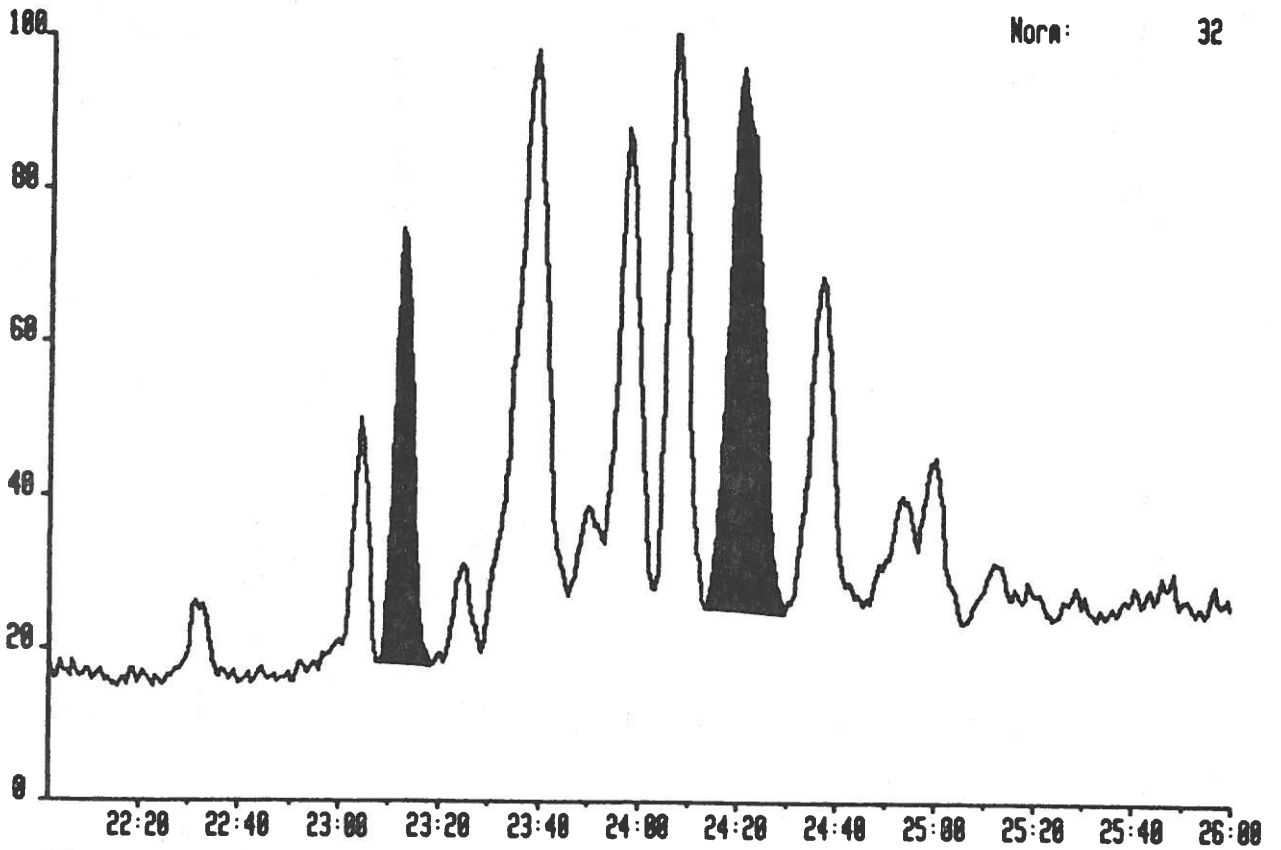


HAL7803 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 212.0659
Text:HALTERNBANKEN NR.70

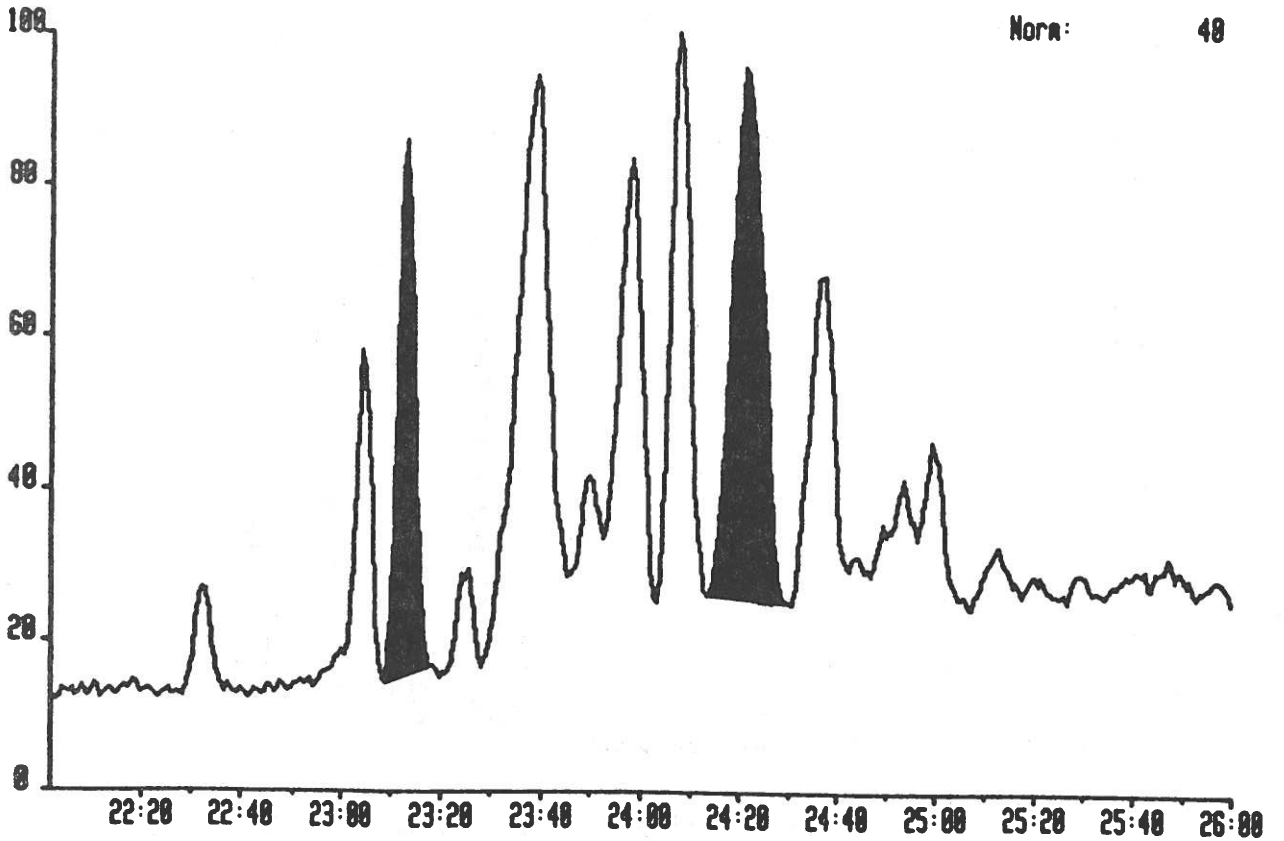


84

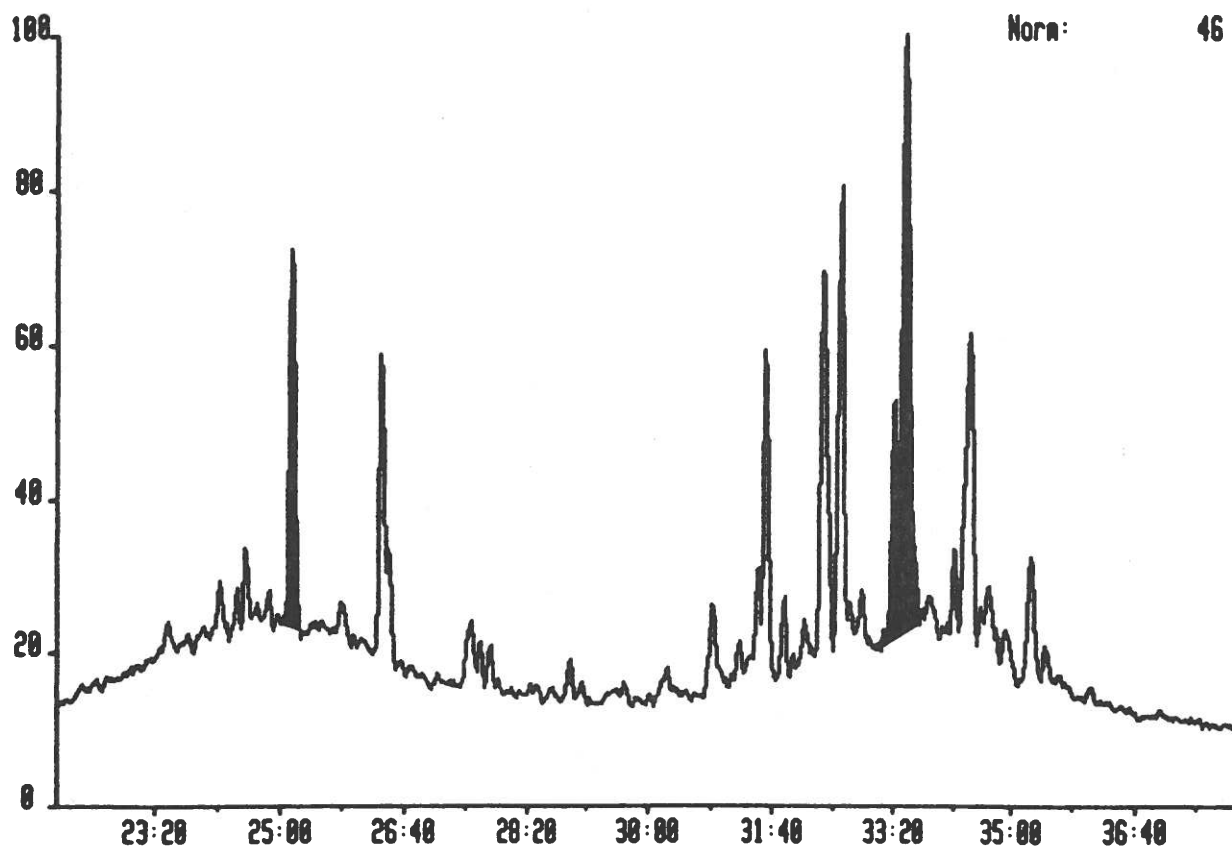
HAL0AD10 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 226.0015
Text:HALTENBANKEN NR.00



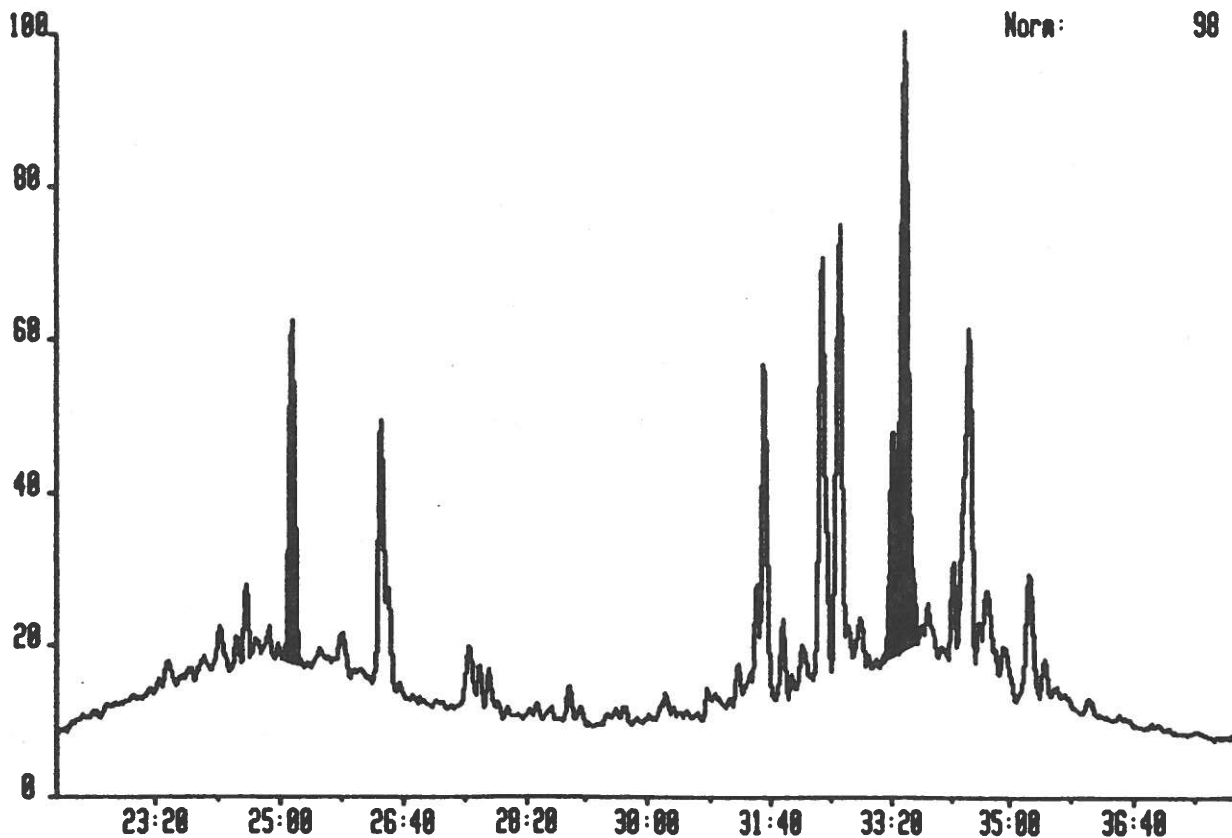
HAL70D3 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 226.0015
Text:HALTERNBANKEN NR.70



HAL0AD10 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 253.2000
Text:HALTENBANKEN NR.0A



HAL78D3 11-JUN-90 Sir:Voltage 70-250S Sys: METODED
Sample 1 Injection 1 Group 1 Mass 253.2000
Text:HALTERNBANKEN NR.70



Danmarks Miljøundersøgelser (DMU)**Direktionen****Sekretariat****Forsknings- og Udviklingssekretariat**

Danmarks Miljøundersøgelser

Thoravej 8, 2400 København NV

Tlf: 31 19 77 44. Telefax: 38 33 26 44

Afdeling for Forureningskilder og Luftforurening

Frederiksborgvej 399, 4000 Roskilde

Tlf: 46 30 12 00. Telefax: 46 30 11 14

Afdeling for Miljøkemi

Mørkhøj Bygade 26 bygn. H, 2860 Søborg

Tlf: 31 69 70 88. Telefax: 31 69 88 07

Afdeling for Havmiljø og Mikrobiologi

Jægersborg Allé 1B, 2920 Charlottenlund

Tlf: 31 61 14 00. Telefax: 31 61 09 06

Afdeling for Ferskvandsøkologi

Lysbrogade 52, 8600 Silkeborg

Tlf: 89 20 14 00. Telefax: 89 20 14 14

Afdeling for Terrestrisk Økologi

Vejlsløvej 11, bygn. J, 8600 Silkeborg

Tlf: 86 81 60 99. Telefax: 86 81 49 90

Afdeling for Flora- og Faunaøkologi

Grenåvej 12, Kalø, 8410 Rønne

Tlf: 89 20 14 00. Telefax: 89 20 15 14

Afdeling for Systemanalyse

Thoravej 8, 2400 København NV

Tlf: 31 19 77 44. Telefax: 38 33 26 44

Publikationer:

DMU udgiver: faglige rapporter, tekniske anvisninger, særtryk af videnskabelige og faglige artikler, og Danish Review of Game Biology samt årsberetninger.

I årsberetningen findes en oversigt over det pågældende års publikationer. Årsberetning samt en opdateret oversigt over årets publikationer fås ved henvendelse til telefon: 31 19 77 44, lok. 54.