

Arbeidsforskningsinstituttene

Arbeidsfysiologisk institutt - Arbeidspsykologisk institutt - Muskelfysiologisk institutt
Yrkeshygienisk institutt

Kontoradresse: Gydas vei 8, tlf. 02/46 68 50
Postadresse: Pb. 8149 Dep Oslo 1

Tittel: Analyse av løsemidler
Interkalibrering (VIII)

Forfatter(e): Per E. Fjeldstad, Kari Ødegaard

Prosjektansvarlig: Cand.real. Per E. Fjeldstad

Prosjektmedarbeidere:

Utgiver (institutt): Avdeling for organisk kjemi, Yrkeshygienisk institutt

Dato:

Antall sider:

ISSN:

27.3.84

0800-3777

Serie:

HD 892/84

Sammendrag:

Det er foretatt en interkalibrering av kullrørsanalyser mellom et dansk, to svenske og seks norske laboratorier som analyserer løsemidler i arbeidsatmosfære. Prøvene ble laget ved YHI, som også har bearbeidet resultatene.

Komponentene: Isobutanol, x-Xylen, 1-Butanol, Etylacetat, Isopropylacetat og 2-Etoksyetylacetat.

Resultatene viser at laboratoriene analyserer komponentene med systematiske feil fra -55 til +47%. Presisjonen varierer for hver komponent og for hvert laboratorium fra 1,5 - 24%.

Stikkord:

Key words:

Interkalibrering

Interlaboratory trial

Løsemiddelanalyse

Solvent analysis

Kullrør

Charcoal tubes

Arbeidsforskningsinstituttene

Arbeidsfysiologisk institutt - Arbeidspsykologisk institutt - Muskelfysiologisk institutt
Yrkeshygienisk institutt

Kontoradresse: Gydas vei 8, tlf. 02/46 68 50
Postadresse: Pb. 8149 Dep Oslo 1

Tittel: Analyse av løsemidler
Interkalibrering (VIII)

Forfatter(e): Per E. Fjeldstad, Kari Ødegaard

Prosjektansvarlig: Cand.real. Per E. Fjeldstad

Prosjektmedarbeidere:

Utgiver (institutt): Avdeling for organisk kjemi, Yrkeshygienisk institutt

Dato:

Antall sider:

ISSN:

27.3.84

0800-3777

Serie:

HD 892/84

Sammendrag:

Det er foretatt en interkalibrering av kullrørsanalyser mellom et dansk, to svenske og seks norske laboratorier som analyserer løsemidler i arbeidsatmosfære. Prøvene ble laget ved YHI, som også har bearbeidet resultatene.

Komponentene: Isobutanol, x-Xylen, 1-Butanol, Etylacetat, Isopropylacetat og 2-Etoksyetylacetat.

Resultatene viser at laboratoriene analyserer komponentene med systematiske feil fra -55 til +47%. Presisjonen varierer for hver komponent og for hvert laboratorium fra 1,5 - 24%.

Stikkord:

Key words:

Interkalibrering

Interlaboratory trial

Løsemiddelanalyse

Solvent analysis

Kullrør

Charcoal tubes

3. MATERIALER OG METODER

3.1 Generelt

For analyselaboratorier er det nødvendig å kjenne nøyaktighet og presisjon for analysemetodene som anvendes. Det er også viktig å oppdage systematiske feil eller feilidentifiseringer. Spesielt gjelder det laboratorier hvis analysesvar kan gi grunnlag for offentlig pålegg.

Ut fra resultatene vil man kunne finne ut:

1. Om metoden som anvendes er tilstrekkelig nøyaktig og presis.
2. Om et laboratorium analyserer en eller flere komponenter "galt".
3. Om et laboratorium analyserer mer eller mindre presist enn de andre.
4. Ved sammenligninger finne ut hvor i analyseprosedyren man bør foreta forbedringer, dvs. utnytte erfaringer fra alle de deltakende laboratorier.
5. Om konkurransemomentet kan føre til økt analysekvalitet.

3.2 Deltagende laboratorier

Ved denne interkalibreringen ble prøver sendt ut den 9. desember 1983 til følgende laboratorier:

- A: Arbejdsmiljøinstituttet, Baunegårdsvej 73, 2900 Hellerup, DK.
- B: Telemark sentralsjukehus, Yrkesmedisinsk avdeling, Olavsgate 26, 3900 Porsgrunn.
- C: Arbeidstilsynet 8. distrikt, Postboks 2362, 5012 Solheimsvik.

- D: Yrkeshygienisk institutt, Postboks 8149 Dep, Oslo 1.
- E: SINTEF, 7034 Trondheim - NTH.
- F: Arbeidstilsynet 6. distrikt, Postboks 639, 4601 Kristiansand S.
- G: Arbetarskyddsstyrelsen, Arbetsmedicinska avdelningen, 171 84 Solna, Sverige.
- H: Arbeidstilsynet 11. distrikt, Postboks 214, 8501 Narvik.
- I: Institut för arbetshygien, Haartmaninkatu 1, SF-00290 Helsinki 29, Finland.
- J: Yrkesmedicinska laboratoriet, Lasarettet i Lund, Sverige.
- K: Tammerfors regioninstitut för arbetshygien, Uimalankatu 1, 33101 Tampere 10, Finland.

3.3 Preparering av prøvene

Ved tillaging av kullrørsprøvene ble det benyttet en standard-gassgenerator. Den arbeider etter følgende prinsipp: En væskeblanding med kjent sammensetning blir ved hjelp av en motordreven sprøyte tilført et oppvarmet fordampningskammer. Gjennom fordampningskammeret går en luftstrøm med kjent hastighet. Luften blandes godt og går videre til en manifold der kullrør kan tilkobles. Prøver suges gjennom kullrørene ved hjelp av en pumpe, som var kalibrert til en hastighet på ca. 100 ml/min.

Prøvene var ment å simulere prøver fra maling- og lakkarbeid. Et ønske ved denne interkalibreringen var å undersøke analyse-rutinens evne til å skille komponenter som på vanlige kolonner har nær like retensjonstider. I de aktuelle prøver er det brukt parene etylacetat/isopropylacetat og m-xylen/l-butanol for å prøve dette.

3.4 Analysebetingelser

En av hensiktene med interkalibreringen var å sammenligne analyseprosedyrene ved de forskjellige laboratoriene for å se om de ga samme resultat. Følgelig ble det ved utsendelsen av prøvene ikke anbefalt noen analysemetode, men laboratoriene er generelt oppfordret til å la prøvene gå inn i den normale analyserutinen. Både eluering av kullrørene og de gasskromatografiske betingelsene varierer en del. I tabell 3.1 finnes en oversikt over analysebetingelsene.

TABELL 3.1

Interkalibrering VIII

Oversikt over eluerings- og analysebetingelser for de deltagende laboratorier

Laboratorium	GC	Detektor	Kolonner	Temp.	Elueringsmiddel
A	HP 5880	FID	Forkolonne: 1m 10% CW 1500 på Supelcoport 100/120 mesh Analysekolonne: 3m 10% CW 1500 på Supelcoport 100/ 120 mesh	95 ⁰	DMF
	HP 5720	FID	Forkolonne: 1,5m 10% TCEP på Chrom P 60/80 mesh Analysekolonne: 2m 12% DNP på Celite 100/120 mesh	89 ⁰	

C	Perkin- Elmer Sigma 4	FID	FFAP	80 ⁰ 130 ⁰	CS ₂
D	Carlo Erba Fractovap 2150	FID	0,5m 10% TCEP på 8 Chrom PAW 80/100 mesh	90 ⁰	DMF
	HP 5880		1,5m 10% DNP Chrom W 80/100 mesh		
E	HP-5790	FID	10% SP-1000 på Supelcoport 80/100 mesh	100 ⁰ i 4 min. 5 ⁰ /min → 140 ⁰	CS ₂
			5% SP-1200/1,75% Bentone 34 på Supelcoport 100/120 mesh		
			20% SP-2100, 0,1% Carbowax- 1500 på Supelcoport 100/120 mesh		
F	Perkin Elmer Sigma 3B- GC	FID	15% Carbowax 20M på Chromo- sorb W80/100 mesh		DMF
			12% DNP på Chromosorb W 100/120 mesh		
			10% Tris (2-cyanoethoxy) propane på Chromosorb P.AW. 12% DNP på Chromosorb 100/ 120 mesh		
G	Varian 3700	FID	OV-351 PEG - 400 Kapillær: SE - 30		CS ₂

H	-	-	Sp 2100 Peg 400 FFAP	100 ⁰ 85 ⁰ 100/ 120 ⁰	CS ₂
I	Perkin Elmer F11	FID	10% carbowax 20M 15% ββ-oxydipropionitrile	80 ⁰	N,N-DMFA
J	-	FID	50m fused Silica carbowax 20M PORAPAC Q 10% TCEP på Chrom P	60/ 100 170 60	CS ₂
K		FID	Kapillær 50m SE-544	50 ⁰ i 5 min 10 ⁰ /min → 125 ⁰	CS ₂

4. RESULTATER OG DISKUSJON

4.1 Behandling av analyseresultatene

Analyseresultatene for de enkelte laboratoriene finnes i vedlegg A1.

Ved vurderingen av resultatene har man først benyttet skjønn og deretter statistiske beregninger for eventuelt å kunne bekrefte den skjønnsmessige vurderingen.

Falske positive resultater (dvs. at man fant komponenter som ikke var påsatt prøven) ble heller ikke tatt med i videre beregninger. Hvis analyseresultatene for en komponent så ut til systematisk å avvike fra de andre komponentene, ble den behandlet for seg.

Det er gjennomført 2-veis variansanalyse for hvert laboratorium (vedlegg A2). I 2-veis variansanalysen ble ikke etylacetat og isopropylacetat tatt med i beregningene fordi disse to komponentene ikke var til stede i alle prøvenr. For etylacetat og isopropylacetat ble kun middelveirdien utregnet.

4.2 Samlet vurdering av resultatene

Denne interkalibreringsrunden er den andre der standardgassgeneratoren ved Yrkeshygienisk institutt er benyttet for prøvetillaging. Resultatene tyder på at standardgassgeneratoren fungerer tilfredsstillende.

Fig. 4.1 viser 95% konfidensgrenser for forholdet mellom resultater og fasit. De fleste verdiene overlapper med fasit.

Det er ikke skrevet noen vurdering spesielt for hvert laboratorium ut over det som går frem av vedlegg A2.

De fleste laboratorier har analysert isobutanol, m-xylen og 2-etoksyetylacetat tilfredsstillende. Laboratoriene E og K har derimot "mistet" 1-butanol, og laboratorium B har "mistet" både 1-butanol.

Laboratorium B har "mistet" både 1-butanol og 2-etoksyetylacetat. P.g.a dette er det ikke gjennomført noen variansanalyse for dette laboratorium.

Laboratorium H har ikke klart å skille etylacetat og isopropylacetat.

Laboratorium K har funnet både etylacetat og isopropylacetat i 4 prøver hvor bare en av komponentene var til stede.

Laboratoriene G og I hadde svært liten gjenfinningsprosent av 1-butanol, og laboratorium H hadde liten gjenfinningsprosent av 2-etoksyetylacetat.

Ellers viser en til vedlegg A1, A2 hvor alle resultatene foreligger.

TABELL 4.1

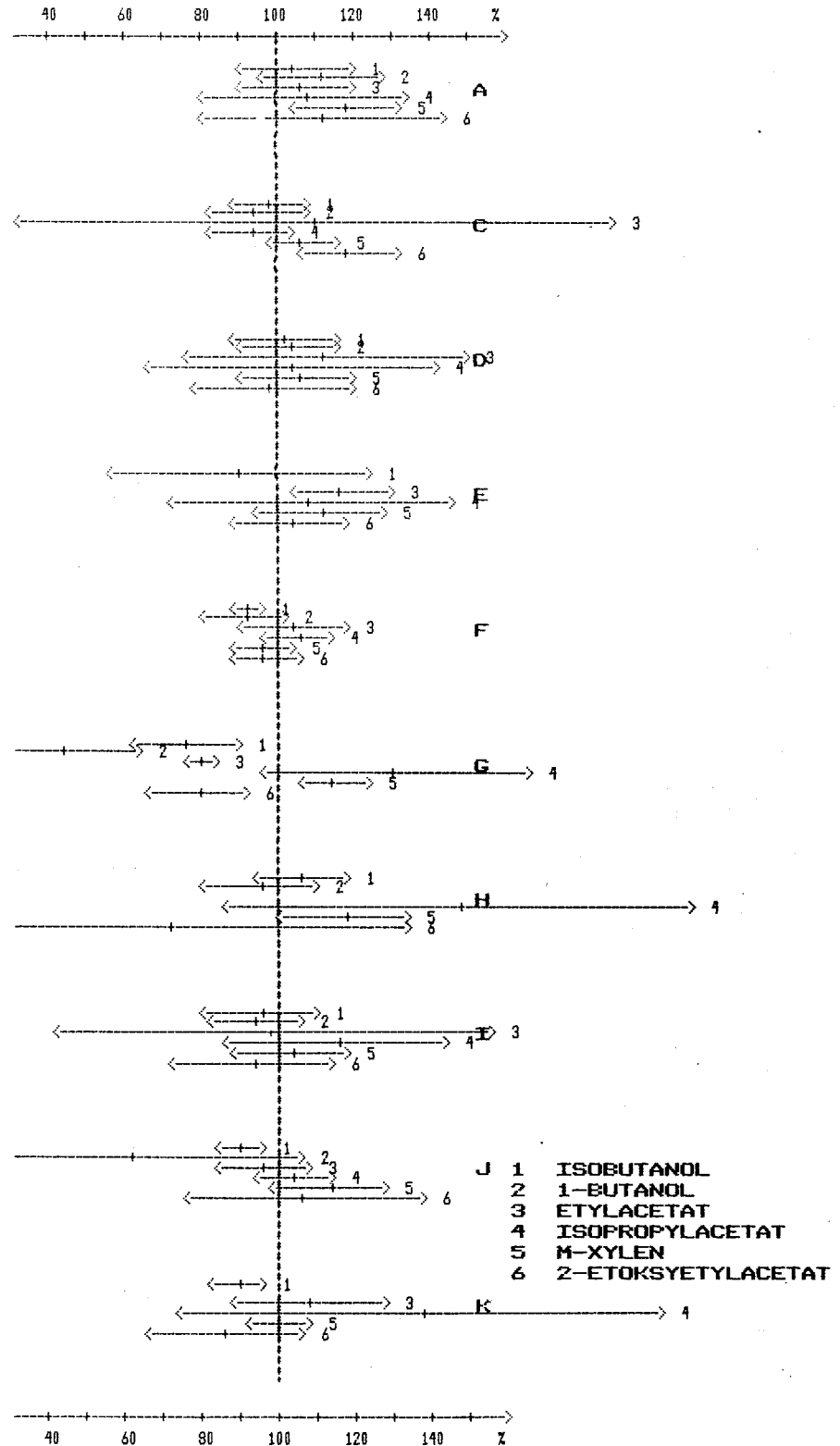
Oversikt over besvarelsesdato og presisjon (ref. tabell A2 1-11)

Prøvene ble sendt fra Yrkeshygienisk institutt 09.12.83

Labora- torium	Besvart dato	Antall ikke identifiserte komponenter	Antall "falske" positive komponenter	Presisjon %	Kommentarer
A	9.1.84	0	0	7,1	
B	20.1.84	2	2		
C	29.12.83	0	0	1,9	
D	20.1.84	0	0	4,7	
E	13.1.84	1	1	7,5	
F	2.1.84	0	0	2,9	
G	13.1.84	0	0	4,5	
H	2.1.84	1	1	10,2	påvist isopropyl- acetat i prøve nr. 2 og 4
I	17.1.84	0	0	3,3	
J	13.1.84	0	1	9,7	
K	13.1.84	1	1	4,1	påvist isopropyl- acetat i prøve nr. 2 og 4

Fig 4.1

MIDLERE GJENFINNING MED 95% KONFIDENSGRENSER



TABELL A1.1

Analyseresultater for laboratorium A, datert 9.1.84

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	24.3	5.10	-	7.67	41.2	7.42
2	27.2	10.8	14.7	-	27.8	13.7
3	24.8	2.49	-	3.91	55.7	1.95
4	25.0	10.1	18.3	-	30.1	7.80
5	26.7	5.82	9.45	27.0	13.2	11.9

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	23.9	4.71	-	7.37	36.2	6.48
2	24.8	9.65	13.6	-	22.3	13.3
3	25.2	2.13	-	3.88	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A1.2

Analyseresultater for laboratorium B, datert 20.1.84

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	mulig	0	-	16.7	119	0
2	97.9	0	20.4	mulig	82.2	0
3	mulig	0	-	10.3	159	0
4	89.9	0	38.6	mulig	96	0
5	mulig	0	66.4	30.0	25.9	0

Ikke påvist 1-Butanol og 2-Etoksyetylacetat.
 Metanol påvist i alle prøver.
 Toluen påvist i prøve 3.

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	24.7	4.87	-	7.61	37.4	6.70
2	24.8	9.65	13.6	-	22.3	13.3
3	25.2	2.13	-	3.88	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A1.3

Analyseresultater for laboratorium C, datert 29.12.84

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	23.5	4.53	-	6.91	38.84	7.50
2	23.5	8.86	12.6	-	22.9	15.1
3	23.5	1.84	-	3.10	50.57	2.31
4	24.7	9.75	18.3	-	28.4	8.35
5	24.6	4.99	12.1	24.6	12.04	11.4

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	23.9	4.71	-	7.37	36.2	6.48
2	24.8	9.65	13.6	-	22.3	13.3
3	25.2	2.13	-	3.88	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A1.4

Analyseresultater for laboratorium D, datert 19.1.84

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	26.7	5.40	-	8.1	42.3	7.0
2	25.6	9.94	16.6	-	24.7	14.2
3	24.2	2.16	-	3.5	50.9	1.7
4	24.0	9.52	20.8	-	27.1	6.5
5	25.1	5.25	8.8	26.4	11.4	9.6

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	24.7	4.87	-	7.61	37.4	6.70
2	24.8	9.65	13.3	-	22.3	13.6
3	25.2	2.13	-	3.87	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	22.9	11.7	9.17

TABELL A1.5

Analyseresultater for laboratorium E, datert 13.1.84.

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	23.2	0	-	7.90	39.0	6.3
2	25.3	0	16.5	-	26.0	14.2
3	17.0	0	-	3.86	52.2	2.10
4	22.2	0	20.6	-	28.3	6.92
5	23.4	0	10.2	28.1	12.8	10.2

Toluen påvist i prøve nr.3.

1-Butanol er ikke påvist, men det er funnet en komponent som ikke er entydig identifisert.

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	24.7	4.87	-	7.61	37.4	6.70
2	24.8	9.65	13.6	-	22.3	13.3
3	25.2	2.13	-	3.87	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A1.6

Analyseresultater for laboratorium F, datert 29.12.83.

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	22.6	4.56	-	7.96	34.4	6.44
2	23.4	9.05	14.8	-	22.5	13.7
3	23.1	2.06	-	4.24	47.9	1.86
4	22.4	8.44	18.3	-	24.7	6.33
5	21.8	4.37	8.92	23.7	10.1	8.96

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	24.7	4.87	-	7.61	37.4	6.70
2	24.8	9.65	13.6	-	22.3	13.3
3	25.2	2.13	-	3.88	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A1.7

Analyseresultater for laboratorium G, datert 4.1.84.

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	19,1	2.21	-	8.75	41.1	5.32
2	19.9	4.89	11.1	-	26.0	9.48
3	19.0	0.78	-	5.49	54.6	1.62
4	19.3	5.24	14.6	-	31.7	5.78
5	15.8	1.79	spor	29.9	11.9	6.92

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	23.9	4.71	-	7.37	36.2	6.48
2	24.8	9.65	13.6	-	22.3	13.3
3	25.2	2.13	-	3.88	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A1.8

Analyseresultater for laboratorium H, datert 20.12.83.

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	25.0	4.28	0	9.36	42.3	3.88
2	25.1	8.80	0	12.0	24.2	6.94
3	26.4	<2	0	5.69	56.9	<2
4	25.2	8.95	0	15.7	29.4	3.34
5	27.1	5.23	0	38.2	13.8	9.06

Etylacetat ikke påvist.

Isopropylacetat påvist i prøve nr.2 og nr.4.

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	23.9	4.71	-	7.37	36.2	6.48
2	24.2	9.44	13.3	-	21.8	13.0
3	24.9	2.13	-	3.83	48.5	2.00
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A1.9

Analyseresultater for laboratorium I, datert 17.1.84

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	21.9	4.37	-	8.16	36.5	5.65
2	25.3	9.75	15.3	-	24.4	13.0
3	23.6	2.06	-	4.41	52.3	1.83
4	22.7	8.71	19.4	-	25.4	5.81
5	23.8	4.63	6.79	28.9	11.6	9.74

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	24.7	4.87	-	7.61	37.4	6.70
2	24.8	9.65	13.6	-	22.3	13.3
3	25.2	2.13	-	3.88	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A1.10

Analyseresultater for laboratorium J, datert 22.12.83

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	21.2	3.21	-	8.19	46.1	7.17
2	23.0	7.03	13.1	-	25.0	13.1
3	21.8	0.95	-	4.05	53.6	2.49
4	22.7	8.18	18.3	-	30.0	8.25
5	21.5	2.19	7.97	23.3	11.6	8.44

Toluen er påvist i alle prøver.

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	24.6	4.84	-	7.56	37.2	6.66
2	24.8	9.65	13.6	-	22.3	13.3
3	25.2	2.13	-	3.88	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.7	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A1.11

Analyseresultater for laboratorium K, datert 13.1.84

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	21.2	0	-	11.3	37.8	5.5
2	21.6	0	13.8	7.2	21.9	10.9
3	22.3	0	-	5.8	50.2	<2.0
4	23.5	0	21.0	7.9	27.6	6.1
5	20.6	0	9.3	26.2	10.3	7.3

Ikke påvist 1-Butanol.

Påvist isopropylacetat i prøve nr. 2 og 4.

Facit

Prøve nr.	KOMPONENT I PPM					
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat
1	24.7	4.87	-	7.61	37.4	6.70
2	24.8	9.65	13.6	-	22.3	13.3
3	25.2	2.13	-	3.87	49.0	2.02
4	25.0	9.93	18.4	-	26.3	6.71
5	23.1	4.94	8.72	23.0	10.7	9.17

TABELL A2.1

Variansanalyse for laboratorium A.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT									
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	Middel	St.avvik		
1	101.7	108.2		104.1	113.8	114.5	109.5	5.9		
2	109.8	111.9	107.7		124.9	102.7	112.3	9.3		
3	98.5	116.9		100.8	113.7	96.5	106.4	10.4		
4	100	101.7	99.3		114.6	116.2	108.1	8.5		
5	112.7	117.8	108.4	117.6	123.5	129.8	120.9	7.4		
Middel	104.5	111.3	105.1	107.5	118.1	111.9				
St.avvik	6.3	6.6	5.1	8.9	5.6	12.9				

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P(%)
Komponenter	3	12.4	3.06	94.7
Prøver	4	11.5	2.61	93.7
Feil	12	7.1		
Total	19			

TABELL A2.2

Variansanalyse for laboratorium B.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT									
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	Middel	St.avvik		
1				219.4	317.8					
2	395.4		149.6		369.4					
3				265.5	324.5					
4	359.5		395.4		365.4					
5				130.7	242.3					
Middel			272.5	205.2	323.9					
St.avvik			173.8	68.5	51.2					

TABELL A2.3

Variansanalyse for laboratorium C.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT									
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	Middel	St.avvik		
1	98.2	96.2		93.8	107.2	115.7	104.3	9.0		
2	94.5	91.8	92.6		102.9	113.3	100.6	9.7		
3	93.3	86.4		79.9	103.2	114.3	99.3	12.2		
4	98.8	98.2	99.3		108.1	124.4	107.4	12.2		
5	103.8	101.0	138.8	107.2	112.6	124.3	110.4	10.5		
Middel	97.7	94.7	110.2	93.6	106.8	118.4				
St.avvik	4.1	5.7	25.0	3.7	4.0	5.5				

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P (%)
Komponenter	3	23.8	159.4	100.0
Prøver	4	9.2	24.0	100.0
Feil	12	1.9		
Total	19			

TABELL A2.4

Variansanalyse for laboratorium D.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT										St.avvik
	Isobu- tanol	1-Buta- nol	Etyl- acetat	Isopropyl- acetat	m-Xylen	2-Etoksy- etylacetat	Middel				
1	108.0	110.9		106.6	113.1	104.5	109.1	3.7			
2	103.4	103.0	124.5		111.0	102.6	105.0	4.0			
3	96.1	101.0		90.4	103.9	84.1	96.3	8.7			
4	96.0	95.9	112.9		103.1	96.9	98.0	3.4			
5	105.9	106.3	100.9	115.1	97.5	104.7	103.6	4.1			
Middel	101.9	103.4	112.8	104.0	105.7	98.6					
St.avvik	5.6	5.6	11.8	12.5	6.3	8.7					

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P (%)
Komponenter	3	6.7	2.01	85.3
Prøver	4	10.5	4.91	99.3
Feil	12	4.7		
Total	19			

TABELL A2.5

Variansanalyse for laboratorium E.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT										St.avvik	
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	Middel					
1	94.0			103.8	104.2	94.0	97.4					5.9
2	102.2		120.9		116.9	106.5	108.5					7.6
3	67.5			100.0	106.5	104.0	92.7					21.8
4	88.9		112.0		107.7	103.1	99.9					9.8
5	98.8		117.0	122.4	120.0	111.2	110.0					10.7
Middel	90.3		116.6	108.6	111.1	103.8						
St.avvik	13.7		4.5	12.1	6.9	6.3						

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P (%)
Komponenter	2	23.6	10.00	99.8
Prøver	4	12.8	2.95	94.2
Feil	8	7.5		
Total	14			

TABELL A2.6

Variansanalyse for laboratorium F.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT									
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	Middel	St.avvik		
1	91.4	93.6		104.6	91.9	96.1	93.3	2.1		
2	94.5	93.8	108.5		101.1	102.8	98.1	4.6		
3	91.7	96.7		109.2	97.8	92.1	94.6	3.1		
4	89.6	85.0	99.3		94.0	94.3	90.7	4.4		
5	92.0	88.5	102.3	103.3	94.5	97.7	93.2	3.9		
Middel	91.8	91.5	103.4	105.7	95.9	96.6				
St.avvik	1.8	4.7	4.7	3.1	3.6	4.0				

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P (%)
Komponenter	3	5.9	4.08	97.8
Prøver	4	5.4	3.34	96.9
Feil	12	2.9		
Total	19			

TABELL A2.7

Variansanalyse for laboratorium G.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT										St.avvik
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	Middel				
1	79.8	46.9		118.7	113.4	82.1	80.6			27.2	
2	80.4	50.7	81.4		116.9	71.1	79.8			27.7	
3	75.5	36.6		141.5	111.4	80.2	75.9			30.7	
4	77.2	52.8	79.3		120.7	86.1	84.2			28.1	
5	66.7	36.2		130.6	111.3	75.5	72.4			30.9	
Middel	75.9	44.6	80.4	130.3	114.7	79.0					
St.avvik	5.5	7.8	1.5	11.4	4.0	5.8					

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P(%)
Komponenter	3	64.1	205.50	100.0
Prøver	4	9.0	4.09	98.5
Feil	12	4.5		
Total	19			

TABELL A2.8

Variansanalyse for laboratorium H.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT										St.avvik
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	Middel				
1	104.6	90.9		127.0	116.7	59.9	93.0			24.5	
2	103.7	93.2			111.2	53.2	90.3			25.8	
3	106.0	95.2		148.6	117.4	99.0	104.4			9.8	
4	100.7	90.1			111.9	49.8	88.1			27.1	
5	114.4	105.9		166.4	129.1	98.8	112.0			13.0	
Middel	105.9	95.1		147.3	117.1	72.3					
St.avvik	5.1	6.4		19.7	7.1	24.1					

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P (%)
Komponenter	3	43.0	17.90	100.0
Prøver	4	20.5	4.05	98.5
Feil	12	10.2		
Total	19			

TABELL A2.9

Variansanalyse for laboratorium I.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT										St.avvik	
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	Middel					
1	88.6	89.7		107.2	97.5	84.3	90.0					5.5
2	102.2	101.0	112.2		109.7	97.5	102.6					5.1
3	93.7	96.7		113.7	106.7	90.6	96.9					7.0
4	90.8	87.7	105.3		96.7	86.6	90.5					4.5
5	100.5	93.7	77.9	125.9	108.5	106.2	102.2					6.6
Middel	95.2	93.8	98.5	115.6	103.8	93.0						
St.avvik	6.0	5.3	18.1	9.5	6.2	8.9						

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P (%)
Komponenter	3	11.2	11.14	100.0
Prøver	4	12.2	13.30	100.0
Feil	12	3.3		
Total	19			

TABELL A2.10

Variansanalyse for laboratorium J.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT										St.avvik
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	MiddeI				
1	86.4	66.3		108.3	123.9	107.7	96.1			25.1	
2	92.9	72.8	96.0		112.3	98.3	94.1			16.4	
3	86.6	44.6		104.4	109.4	113.2	88.5			31.5	
4	90.8	82.4	99.3		114.2	122.9	102.6			19.1	
5	90.8	44.3	91.5	101.5	108.5	92.0	83.9			27.6	
MiddeI	89.5	62.1	95.6	104.7	113.7	106.8					
St.avvik	2.9	17.1	3.9	3.4	6.2	12.2					

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P (%)
Komponenter	3	51.4	28.30	100.0
Prøver	4	14.4	2.20	89.3
Feil	12	9.7		
Total	19			

TABELL A2.11

Variansanalyse for laboratorium K.

a) Forholdet mellom analyseresultat og facit i %.

Prøve nr.	KOMPONENT										St.avvik	
	Isobutanol	1-Butanol	Etylacetat	Isopropylacetat	m-Xylen	2-Etoksyetylacetat	Middel					
1	85.8			148.5	101.0	82.2	89.7					10.0
2	87.2		101.2		98.4	81.8	89.1					8.5
3	88.6			149.9	102.5	99.0	96.7					7.2
4	94.0		114.1		105.0	90.9	96.6					7.4
5	89.2		107.6	114.2	96.4	79.6	88.4					8.4
Middel	89.0		107.6	137.5	100.7	86.7						
St.avvik	3.1		6.5	20.2	3.4	8.1						

b) ANOVA-tabell

	df	S	F-verdi	P(%)
Komponenter	2	16.8	16.32	100.0
Prøver	4	7.2	3.04	94.7
Feil	8	4.1		
Total	14			

A3. STATISTIKK, FORMLER.

Nedenstående formler er benyttet for utregning av statistiske parametre. Formlene finnes i de fleste elementære lærebøker om emnet.

A3.1 Variansanalyse

Forutsetning: Data er ordnet i r-rekker med c_i i data i den i-te rekke. Ved 2-veis variansanalyse må alle c_i være like (=c). Dataelement nr. j i i-te rekke er x_{ij} .

Forutsetter også normalfordelte data.

$$\text{Middelverdi for i-te rekke: } \bar{x}_i = \frac{1}{c_i} \sum_{j=1}^{c_i} x_{ij}$$

$$\text{Middelverdi for j-te kolonne}^x): \bar{x}_j = \frac{1}{r} \sum_{i=1}^r x_{ij}$$

$$\text{Standard avvik i i-te rekke: } S_i = \left\{ \left(\sum_{j=1}^{c_i} x_{ij}^2 - c_i \bar{x}_i^2 \right) / (c_i - 1) \right\}^{\frac{1}{2}}$$

$$\text{Standard avvik i j-te kolonne}^x): S_j = \left\{ \left(\sum_{i=1}^r x_{ij}^2 - r \bar{x}_j^2 \right) / (r - 1) \right\}^{\frac{1}{2}}$$

Kvadratsummer:

$$\text{Total kvadratsum: } TTS = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^{c_i} x_{ij}^2 - \left(\sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^{c_i} x_{ij} \right)^2 / \sum_{i=1}^r c_i$$

$$\text{Rekke-kvadratsum: } RSS = \sum_{i=1}^r \left(\sum_{j=1}^{c_i} x_{ij} \right)^2 / n_i - \left(\sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^{c_i} x_{ij} \right)^2 / \sum_{i=1}^r c_i$$

$$\text{Kolonne-kvadratsum}^x): CSS = \sum_{j=1}^c \left(\sum_{i=1}^r x_{ij} \right)^2 / r - \left(\sum_{j=1}^c \sum_{i=1}^r x_{ij} \right)^2 / rc$$

x) Ved 2-veis variansanalyse.

Feil-kvadratsum: $ESS = TSS - RSS$

eller $x)$: $ESS = TSS - RSS - CSS$

Frihetsgrader (df):

Rekker: $df_1 = r - 1$

$x)$
Kolonner : $df_2 = c - 1$

Total: $df_4 = \sum_{i=1}^r c_i - 1$

Feil: $df_3 = df_4 - df_1 - df_2$

Varianser beregnes som $MS = SS/df$

Spredninger (standard avvik): $S = \sqrt{MS}$

F-verdier:

Rekker: RMS/EMS

Kolonner: CMS/EMS

Sannsynligheten beregnes ut fra F-fordeling med df_1 , henholdsvis df_2 og df_3 frihetsgrader (tabellverdi eller regnemaskinprogram) som gir P, eventuelt P%, som angir sannsynligheten for at rekker eller kolonner er forskjellige.