

Arbeidsforskningsinstituttene

Arbeidsfysiologisk institutt - Arbeidspsykologisk institutt - Muskelfysiologisk institutt
Yrkeshygienisk institutt

Kontoradresse: Gydas vei 8, tlf. 02/46 68 50

Postadresse: P.b. 8149 Dep Oslo 1

Tittel: Utfyllende beregninger og kommentar til en undersøkelse av Casellasykloner for bestemmelse av respirabelt kvarts-og silisiumkarbidstøv

Forfatter(e): Jørgen Jahr

Prosjektansvarlig:

Prosjektmedarbeidere:

Utgiver (institutt): Yrkeshygienisk institutt,
Oslo, Norge.

Dato: 21.11.86 **Antall sider:** 10

ISSN:

0800-3777

Serie:

HD 934/86 FOU

Sammendrag: G. Lidén ved Arbetarskyddsstyrelsen i Sverige har utført en omfattende undersøkelse av forskjellige varianter av Casella's sykloner for bestemmelse av respirabelt støv. Utfyllende beregninger utført ved YHI viste at det var en signifikant forskjell mellom resultater funnet med de ulike typene. Presisjonen var tilfredsstillende. Nye syklontyper bør kalibreres mot anerkjente plateelutratører.

Stikkord: Respirabelt støv
Forutskillere
Sykloner
Kvarts
Silisiumkarbid

Key words: Respirable dust
Presamplers
Cyclones
Quartz
Silicon carbide

**UTFYLLENDE BEREGNINGER OG KOMMENTAR TIL EN UNDERSØKELSE
AV CASELLASYKLONER FOR BESTEMMELSE AV RESPIRABELT
KVARTS- OG SILISIUMKARBIDSTØV**

Av

J. Jahr, Yrkeshygienisk institutt

1. SAMMENDRAG

G. Lidén (1985) har utført en omfattende undersøkelse av fem forskjellige varianter av Casella's sykloner for måling av respirabelt støv. Utfyllende beregninger utført ved YHI viste at det var en signifikant forskjell mellom resultater funnet med de ulike typene. Presisjonen var tilfredsstillende. Nye syklontyper bør kalibreres mot anerkjente plateelutriatorer.

2. BAKGRUNN

I Norge har man hittil brukt sedimenteringsmetoden for bestemmelse av "finstøv" (ikke for fiber) som kan bli liggende i lungealveolene og gi lungefibrose. Etter at Direktoratet for Arbeidstilsynet (DA) i 1981 anga Administrative normer (AN) for respirabelt støv, har det vært stor interesse for å bruke syklonmetoden til bestemmelse av denne fraksjonen.

Det er utført en rekke forsøk som belyser anvendbarheten av sykloner. Noen av de mest omfattende er utført av G. Lidén (1985) med fem forskjellige typer (herunder en dansk variant) av Casellas metallsykloner som ble sammenlignet med én horisontalelutriator (MRE). Ved Yrkeshygienisk Institutt (YHI) er gjort kompletterende beregninger ut fra Lidén's primærdata. Han utførte fire serier hvor det ble brukt henholdsvis MnO, kvarts (SiO₂), silisiumkarbid (SiC) og trestøv av furu. Bare resultatene for kvarts- og SiC-seriene er videre bearbeidet, fordi det er mindre aktuelt å bestemme respirabel fraksjon på arbeidsplasser for de to andre støvtypene.

Casella's sykloner eller varianter av disse brukes mer eller mindre offisielt av de øvrige nordiske land for måling av respirabelt støv. Det finnes andre typer syklon-forutskillere, for eksempel SKC som ble undersøkt av Eduard et al. (1984), men disse er neppe aktuelle for bruk hos oss. Plateelutriatorer regnes som standardinstrumenter for bestemmelse av respirabelt støv, men kan bare brukes stasjonært.

3. NYE RESULTATER FOR LIDEN'S DATA

De primære resultatene for respirabelt støv, hentet fra Lidén's 128 kvarts- og 64 SiC-målinger, er vist i tabell 1 og 2 hvor også geometrisk middel \bar{x}_g for plateelutriatoren MRE og de enkelte syklonene er tilføyet. Fordelingen av måleresultatene for plateelutriatoren var mellom normal og lognormal og er vist i figurene 1 og 2. Den lå nærmest en lognormal fordeling, som også er det vanlige ved praktiske støvmålinger.

Med få unntak er alle resultatene tatt med, fordi det dreier sig om kontrollerte laboratorieforsøk og det ikke er dokumentert uhell eller andre forhold som skulle tilsi en strykning av resultater. Differansen Δ mellom hver av de parvise resultatene for syklonene merket 1 og 2 i tabell 2 (SiC) ble omregnet til % av middelveidien for de to verdiene, men uten parene med beregnede verdier (merket +). Det fremgår av figur 3 at $\Delta\%$ hadde en tilnærmet lognormal fordeling og at de to høyeste verdiene sannsynligvis hører med i populasjonen. En beregning etter Grubbs og Beck (1972) viste at hverken den høyeste verdi, $\Delta\% = 37,7\%$, eller denne sammen med den nest høyeste, $\Delta\% = 31,2\%$, kan strykes, idet $T_n = 1,619$ (øvre 10% signifikansnivå = 2,563) og $S_{n-1,n}^2/S_0^2 = 0,8895$ (nedre 10% signifikansnivå 0,6375).

For kvarts-resultatene var avvikene mellom parvise resultater mindre enn for silisiumkarbidprøvene.

Logaritmene til måleresultatene er brukt ved de nye beregningene. Presisjonen (reproduserbarheten) for én enkelt syklon ble beregnet ved variansanalyse og uttrykt ved det logaritmiske standardavvik som også ble omregnet til relative % usikkerhet.

3.1. Presisjon.

Presisjonen for bestemmelse av respirabel kvarts med hver enkelt syklontype er vist i tabell 3 og hadde et logaritmisk standardavvik (s_{1n}) mellom 0,028 (den danske varianten som var signifikant bedre enn de andre) og =0,064. Slår man sammen alle "sum of squares" (SS) og alle antall frihetsgrader (ν) for både "presisjon" og "sykloner" for alle syklontypene i tabell 3, kan man (litt unøyaktig fordi presisjonen var forskjellig for de ulike syklontypene) beregne

$$s_{1n} = \sqrt{\Sigma SS / \Sigma \nu} = 0,05546$$

som tilsvarer en "middelusikkerhet" på +5,7 og - 5,4 relative % når man bruker en tilfeldig syklon innenfor en bestemt type.

Presisjonen ved bestemmelse av respirabel SiC med hver enkelt syklontype er vist i tabell 4. Her ble to par prøver strøket fordi en verdi i hvert par var beregnet. Det var ikke noen signifikant forskjell på presisjonene som hadde s_{1n} mellom 0,094 og 0,116 for én syklon av bestemt type. "Middelusikkerheten" hadde $s_{1n} = 0,1038$ som tilsvarte +11 og - 10 relative % når man bruker en tilfeldig syklon innenfor en bestemt type.

Presisjonen blir noe dårligere hvis man velger én tilfeldig syklon uten hensyn til type, se tabellene 5, 6 og 7, hvor også usikkerhetene (sykloner + presisjon) som skyldes forskjeller mellom syklonene er angitt. Nedenfor er en sammenstilling.

Usikkerhet for → Uttrykt ved ↓	Kvarts	SiC	SiC uten serie med MRE = 6,53
s_{1n}	0,069	0,137	0,133
Relative %, ca.	± 7	+15 og -13	+14 og -12

Disse usikkerhetene er en blanding av usikkerheten ved at det er brukt forskjellige typer sykloner og at det var to sykloner av samme type i hver forsøksserie. Dessuten kan det ha vært litt ujevn fordeling av støvet i forsøkskammeret. Usikkerheten som bare skyldes forskjellige syklontyper er kanskje noe større, fordi s_{1n} var lavere innenfor enn mellom syklontypene.

3.2 Nøyaktighet.

Nøyaktigheten av syklonmålingene ble av Lidén vurdert ved å sammenligne med resultatene for én plate-elutriator (MRE). I tabell 8 er vist geometrisk middel for henholdsvis 16 kvartsprøver og 8 SiC-prøver, både for MRE og syklonene. De enkelte syklontypenes prosentvise middelavvik fra MRE-resultatene er vist i tabell 9. De største avvikene (i %) var -6,6 og +4,2 for kvarts, respektive -10,8 og +11,8 for silisiumkarbid.

De enkelte syklonresultatenes avvik fra de tilsvarende MRE-resultatene var fra -19% til +33% for kvarts og mellom -25% og +44% for SiC. Det var en høysignifikant forskjell mellom resultatene for de forskjellige syklonene, se tabellene 5, 6 og 7, hvor p-verdiene varierte mellom 0,0003 og 10^{-10} . (Signifikansnivå mellom 99,97 og 100 %)

De innbyrdes avvikene mellom syklontypene framgår av tabell 8. Høyeste prosentvise avvik mellom middelverdiene for typene var 12 % for kvarts og 25 % for silisiumkarbid.

4 VURDERINGER

4.1 Presisjon.

Det støvet som ble brukt under forsøkene hadde respirable andeler på henholdsvis 60 og 46 % for SiO_2 og SiC, mens man normalt finner omkring 20 til 30 %. Presisjonen vil da bli noe dårligere enn det som er beregnet her. Likevel kan man anse at presisjonen for målinger av respirabelt støv med Casella's sykloner er akseptabel, ihvertfall hvis man holder seg til én av syklontypene, hvor det logaritmiske standardavvik for bestemmelse av respirabelt kvartsstøv var ca ± 6 relative %, mens det for silisiumkarbidstøv var ca ± 10 relative %.

4.2 Nøyaktighet.

Nøyaktigheten lar seg vanskelig måle direkte. De relativt store enkeltavvik fra parallelle målinger med en MRE plateelutriator (mellom -19% og +27% for kvarts og mellom -25% og +44% for SiC) inkluderer eventuell ujevn fordeling av støvet i forsøkskammeret og plateelutriatorens usikkerhet. Denne kunne ikke bestemmes for Lidéns forsøksrader hvor det bare ble brukt én plateelutriator.

Ved YHI gav 5 måleserier i juni/juli 1981, hver med to plateelutriatorer, en reproduserbarhet med logaritmisk standardavvik $s_{1n}=0,040$ som tilsvarte +4,1 og -3,9 relative %.

De påviste systematiske forskjellene mellom syklontypene, samt endel avvik fra MRE-resultatene, tilsier at man i praksis bør "kalibrere" 4 eller flere eksemplarer av den syklontypen som skal brukes, mot minst to plateelutriatorer av anerkjent type. Syklonresultatene kan da korrigeres, hvis de avviker signifikant (95% sannsynlighetsnivå) fra elutriatorresultatene. Slike undersøkelser må utføres i spesiallaboratorium.

5. KONKLUSJON

Casella's sykloner har en akseptabel presisjon for bestemmelse av respirabelt kvarts-støv og silisiumkarbidstøv, ihvertfall hvis man holder seg til én bestemt type syklon.

Syklonene bør "kalibreres" mot minst 2 plateelutriatorer av anerkjent type i et dertil egnet laboratorium, med påfølgende "typegodkjenning" fra Arbeidstilsynet.

6. LITTERATUR

Lidén G (1985): "Jämförelse av två typer på föravskiljare för provtagning av respirabelt damm". Arbete och Hälsa 1985:12.

Eduard W, Frost T, Hansen R, Halleraker N og Thommassen Y (1984): "Utprøving av SKC-sykloner"

Grubbs F E and Beck G (1972): "Extention of sample sizes and percentage points for significance tests of outlying observations". Technometrics 14, 847 - 854.

5. TABELLER OG FIGURER

Tabell 1. PRIMÆRDATA FOR KVARTSSERIEN (Lidén 1985)

MRE	C1	C2	N1	N2	H1	H2	D1	D2	
1,22	1,06	1,08	1,06	1,04	1,08	1,13	1,08	1,15	
1,24**	1,09	1,22	1,09	1,11	1,18	1,18	1,03	1,05	
1,82	1,66	1,62	1,59	1,48	1,87	1,67	1,55	1,66	
2,05**	1,97	1,91	1,95	1,93	2,12	2,04	1,95	1,99	
3,23	3,25	3,09	3,03	2,84	4,30*	3,31	2,87	3,25	
3,80**	3,64	3,54	3,61	3,57	4,15	3,61	3,76	3,93	
4,04	3,98	3,74	3,71	3,47	4,14	3,93	4,03	3,79	
4,48**	4,18	4,23	4,36	4,27	4,59	4,68	4,36	4,50	
4,91	4,14*	5,26	4,61*	5,91	5,59	6,24	5,04	5,34	
6,02**	5,42	5,85	5,32	5,16	6,91	6,11	5,95	6,17	
6,31	7,03	6,44	6,13	6,04	6,59	6,53	6,56	6,50	
7,06**	7,33	7,02	7,19	7,26	8,00	8,11	7,09	7,61	
7,14	6,56	6,51	6,51	6,45	7,07	7,07	6,34	6,62	
9,45**	9,54	9,34	9,34	9,28	10,39	9,87	9,47	9,97	
9,77	9,79	11,65	9,66	9,45	10,70	10,35	10,01	10,40	
11,09**	11,24	11,09	10,75	10,71	11,42	11,98	10,71	11,09	
\bar{x}_g	4,27	4,08	4,15	4,00	3,98	4,53	4,37	4,07	4,24

*) Outlier

**) För att SiO₂ inte skulle få alltför hög vikt vid beräkningen av den totalviktade regressionen medtogs ej dessa mätvärden

Tabell 2. PRIMÆRDATA FOR SILISIUMKARBIDSERIEN (Lidén 1985)

MRE	C1	C2	B1	B2	H1	H2	D1	D2	
1,37	1,36	1,31	1,30	1,28	1,40	1,45	1,48	1,24	
2,63	2,67	2,64	2,54	2,24	2,88	3,06	2,29	2,55	
3,70	2,99+	3,26	2,99	3,11	3,86	4,22	3,05	2,81	
6,00	5,45	5,84	5,45	4,93	6,08	5,93	5,07	4,69	
6,53	6,15	8,42*	5,48	5,26+	6,43	9,42*	4,93*	6,43	
7,33	7,65	7,05	7,96	6,84	8,42	8,74	6,91	6,18	
11,39	8,64*	11,61	10,59	13,44*	14,80	13,96	10,09	10,71	
15,36	16,44	15,95	13,93	14,05	17,51	15,71	13,88	16,06	
\bar{x}_g	5,35	5,01	5,40	4,93	4,83	5,83	6,13	4,73	4,81

*) Outlier

+) Skattat efter regression mot totaldamnhalt

Tabell 3. VARIANSANALYSER FOR DE ENKELTE SYKLONTYPER I SiO₂-SERIEN

Syklon	Arsak	SS 1)	v 2)	MS 3)	s _{ln}	Anmerkning
C1-C2	Prøver	16,82037	15			
	Sykloner	0,00178	1	0,002178		F < 1
	Presisjon	0,06061	15	0,004041	0,06357	s _{ln} ≈ +6,6 og -6,2%
	Sum	16,88316	31			
	Sykloner+ Presisjon	0,06279	16	0,003925	0,06265	s _{ln} ≈ +6,5 og -6,1%
N1-N2	Prøver	16,74150	15			
	Sykloner	0,00001	1	0,000011		F < 1
	Presisjon	0,03936	15	0,002624	0,05123	s _{ln} ≈ +5,3 og -5,0%
	Sum	16,78087	31			
	Sykloner+ presisjon	0,03937	16	0,002461	0,04961	s _{ln} ≈ +5,1 og -4,8%
H1-H2	Prøver	16,96843	15			
	Sykloner	0,01070	1	0,010705		F = 2,7 , p = 0,12
	Presisjon	0,05972	15	0,003982	0,06310	s _{ln} ≈ +6,5 og -6,1%
	Sum	17,03886	31			
	Sykloner+ presisjon	0,07043	16	0,004402	0,06635	s _{ln} ≈ +6,9 og -6,4%
D1-D2	Prøver	17,19689	15			
	Sykloner	0,01253	1	0,012527		F=16, p=0,0010
	Presisjon	0,01175	15	0,000784	0,02800	s _{ln} ≈ ± 2,8 %
	Sum	17,22117	31			
	Sykloner+ presisjon	0,02428	16	0,001518	0,03895	s _{ln} ≈ +4 og -3,8%
Alle*	Sykloner+ presisjon	0,19687	64	0,003076	0,05546	s _{ln} ≈ +5,7 og -5,4%

* NB! Variansen mellom syklontypene er IKKE med her..

- 1) SS = "Sum of squares". 2) v = Antall frihetsgrader
3) MS = "Mean square"

Tabell 4. VARIANSANALYSER FOR DE ENKELTE SYKLONTYPER I SIC-SERIEN

Syklon	Årsak	SS 1)	v 2)	MS 3)	s_{ln}	Anmerkninger
C1-C2 uten par 3	Prøver	8,43057	6	1,40509	0,11597	F = 1,4, p = 0,3 $s_{ln} \approx +15$ og -13%
	Sykloner	0,01917	1	0,01917		
	Presisjon	0,08077	6	0,01345		
	Sum	8,53051	13			
	Presisjon +sykloner	0,09994	7	0,01428	0,11949	$s_{ln} \approx +12$ og -11%
B1-B2 uten par 5	Prøver	9,17081	6		0,09393	F < 1 $s_{ln} \approx +10$ og -9 %
	Sykloner	0,00082	1	0,00082		
	Presisjon	0,05294	6	0,00882		
	Sum	9,22457	13			
	Presisjon +sykloner	0,05376	7	0,00768	0,08764	$s_{ln} \approx 9$ og -8 %
H1-H2	Prøver	9,423860	7		0,10503	F < 1 $s_{ln} \approx +11$ og -10%
	Sykloner	0,010617	1	0,010617		
	Presisjon	0,077219	7	0,01103		
	Sum	9,511796	15			
	Presisjon +sykloner	0,087836	8	0,01098	0,10478	$s_{ln} \approx +11$ og -10%
D1-D2	Prøver	8,642352	7		0,10742	F < 1 $s_{ln} \approx +11$ og -10%
	Sykloner	0,001060	1	0,00106		
	Presisjon	0,080801	7	0,01154		
	Sum	8.724113	15			
	Presisjon +sykloner	0,081861	8	0,01023	0,10116	$s_{ln} \approx +11$ og -10%
Alle*	Presisjon +sykloner	0,32340	30	0,01078	0,10383	$s_{ln} \approx +11$ og -10%

*NB! Variansen mellom syklontypene er IKKE medregnet her.

1) SS = "Sum of squares". 2) v = antall frihetsgrader.

3) MS = "Mean square"

Tabell 5. VARIANSANALYSE FOR KVARTSSERIEN, ALLE DATA

Arsak	SS	v	MS	s_{ln}	Anmerkninger
Prøver	67,58791	15			
Sykloner	0,22436	7	0,032051		$F=10,8$, $p=10^{-10}$
Presisjon	0,31057	105	0,002958	0,05439	$s_{ln} \approx +5,6$ og $-5,3\%$
Sum	68,12284	127			
Sykloner+ presisjon	0,53493	112	0,004777	0,06911	$s_{ln} \approx +7,2$ og $-6,7\%$

Tabell 6. VARIANSANALYSE FOR SILISIUMKARBIDSERIEN, ALLE DATA

Arsak	SS	v	MS	s_{ln}	Anmerkninger
Prøver	36,06005	7			
Sykloner	0,53189	7	0,07598		$F=7,2$, $p=6 \cdot 10^{-6}$
Presisjon	0,51557	49	0,01052	0,10258	$s_{ln} \approx +11$ og -10%
Sum	37,10751	63			
Sykloner+ presisjon	1,04746	56	0,01870	0,13676	$s_{ln} \approx +15$ og -13%

Tabell 7. VARIANSANALYSE FOR SiC-SERIEN
UTEN DELSERIE MED MRE = 6,53

Arsak	SS	v	MS	s_{ln}	Anmerkninger
Prøver	35,64681	6			
Sykloner	0,37667	7	0,05381		$F=5,5$, $p=0,00033$
Presisjon	0,31386	32	0,00981	0,09905	$s_{ln} \approx +10$ og $-9,4\%$
Sum	36,33734	55			
Sykloner+ presisjon	0,69053	39	0,01771	0,1330	$s_{ln} \approx +14$ og -13%

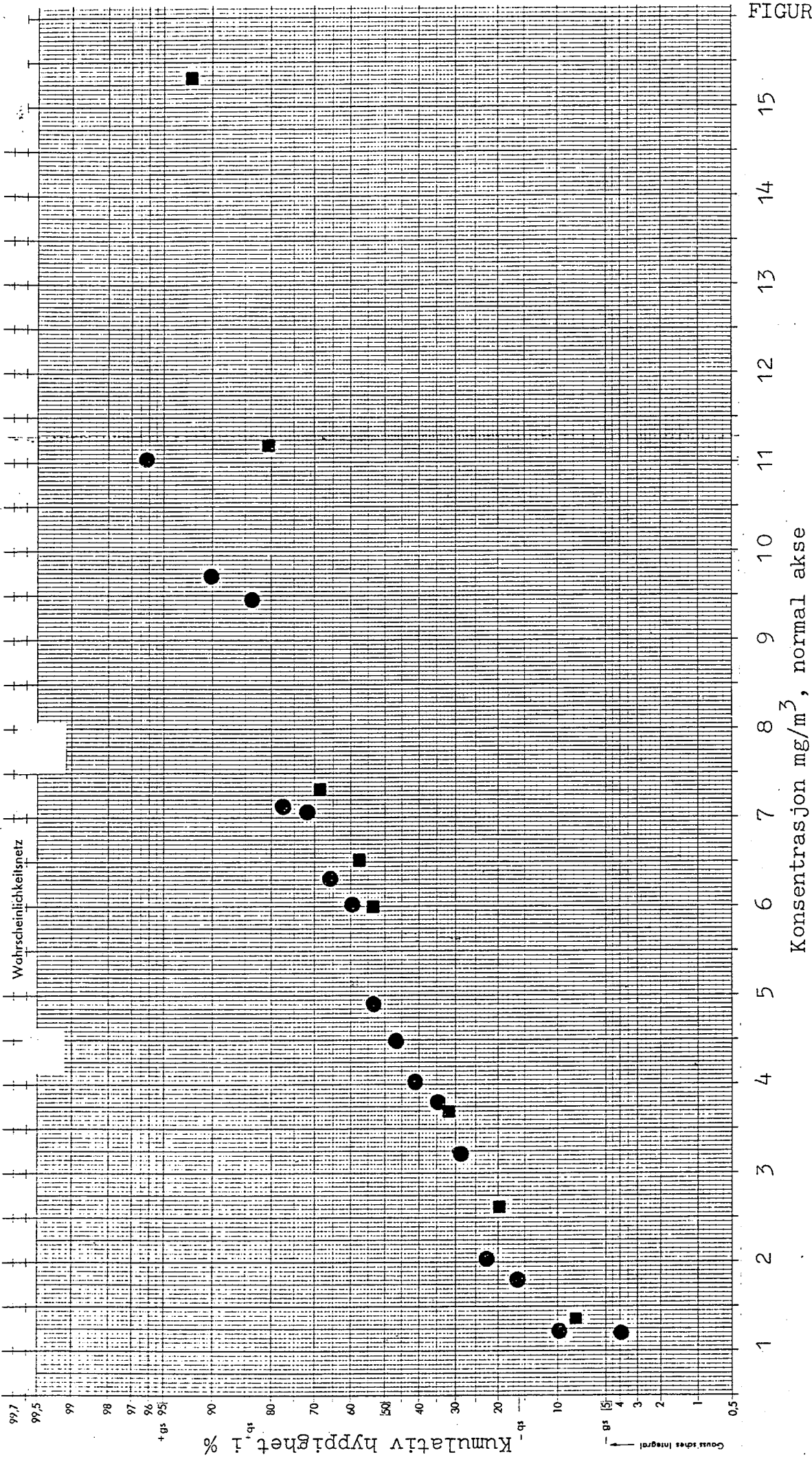
Tabell 8. GEOMETRISKE MIDDELVERDIER FOR ALLE KVARTS- OG SiC SERIENE

Støv- type	Plateelu- triator	Sykloner (varianter av Casella) (Type-middelverdier i parentes)									
		C1	C2	N1	N2	H1	H2	D1	D2	B1	B2
	MRE										
Kvarts	4,27	4,08 (4,115)	4,15	4,00 (3,99)	3,98	4,53 (4,45)	4,37	4,07 (4,155)	4,24		
SiC	5,35	5,01 (5,205)	5,40			5,83 (5,98)	6,13	4,73 (4,77)	4,81	4,93 (4,88)	4,83

Tabell 9. DE ENKELTE SYKLONTYPENES PROSENTVISE AVVIK FRA MRE-MIDDELVERDIENE FOR KVARTS- OG SiC-SERIENE

Støvtype	Syklon-middelverdienes %-avvik fra MRE				
	C	N	H	D	B
Kvarts	-3,6	-6,6	+4,2	-2,7	
SiC	-7,3		+11,8	-10,8	-8,8

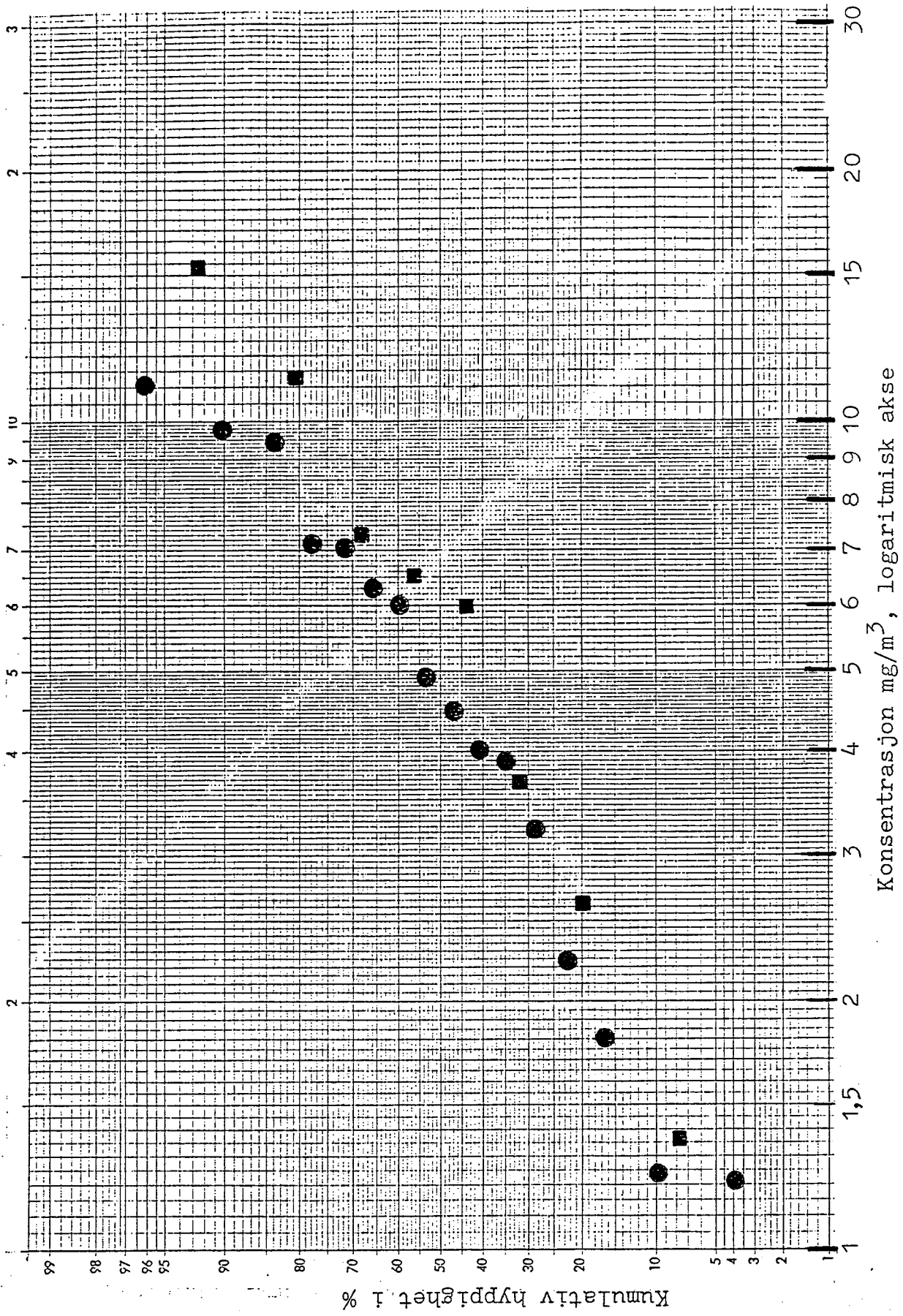
Sannsynlighetspapir med normal abscisse.



Figur 1. Fordeling av måleresultatene for MRE horisontal plateelutritator.

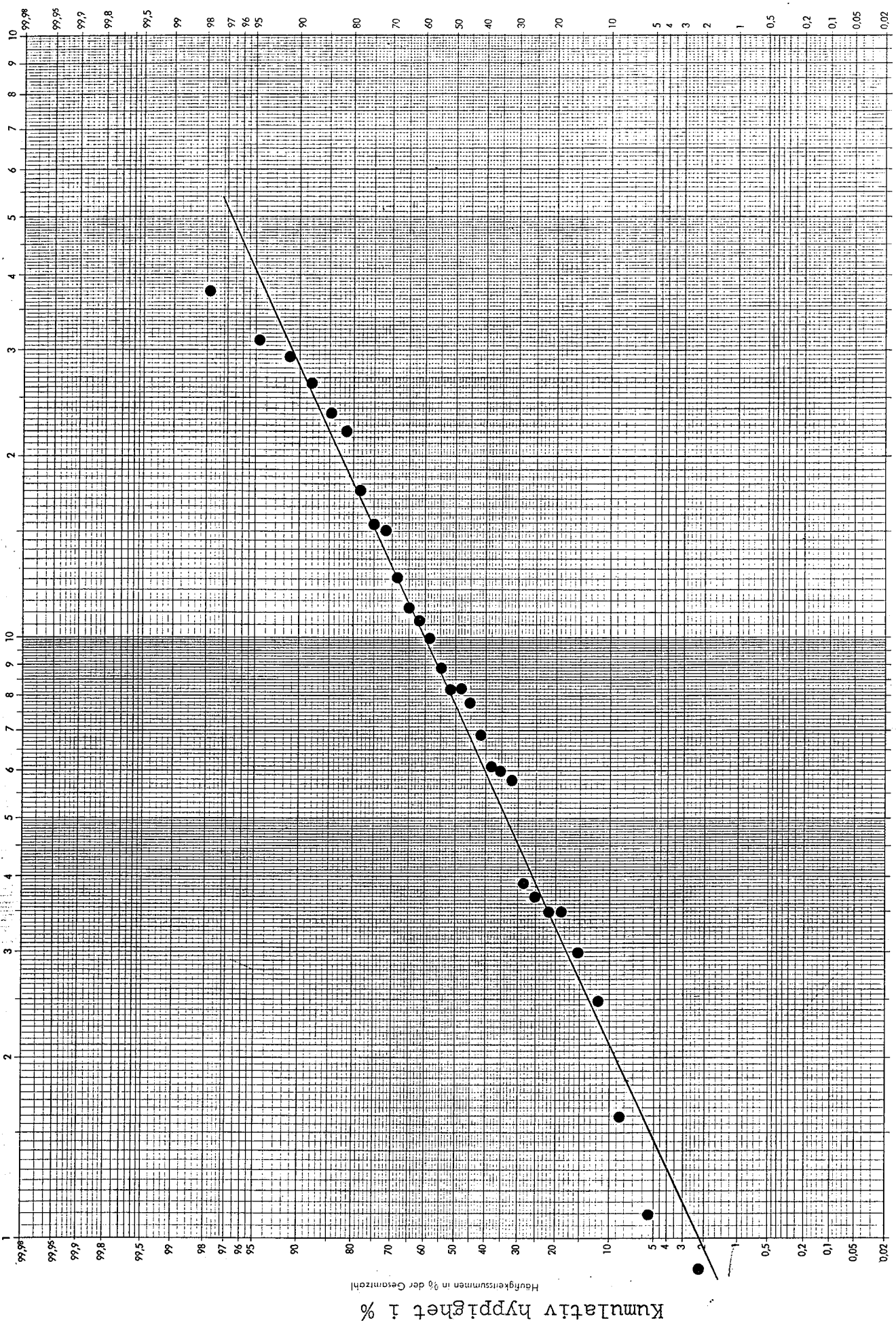
● = kvartsserien ■ = SiC-serien

Sannsynlighetspapir med logaritmisk abscisse



Figur 2. Fordeling av måleresultatene for MRE horisontal plateelutriator på logaritmisk sannsynlighetspapir. ● = kvartsserien, ■ = SiC-serien

Figur 3



Figur 3. Differans mellom parvise sykklonresultater for SiC, uttrykt i %.