

STATENS FORSKNINGSSENTER FOR ARBEIDSMEDISIN OG YRKESHYGIENE

Postadresse: P.b. 8149 Dep. 0033 Oslo 1 - Kontoradresse: Gydas vei 8 - Tlf. 02-46 68 50 - Bankgiro 0629.05.81247 - Postgiro 2 00 02 14

Tittel: Analyse av løsemidler,
Interkalibrering (XI).

Forfatter(e): Per E. Fjeldstad
Merete Gjørstad

Prosjektansvarlig: Cand.real. Per E. Fjeldstad

Prosjektmedarbeidere: Merete Gjørstad

Utgiver (institutt): Statens forskningscenter for arbeidsmedisin og yrkeshygiene,
Yrkeshygienisk seksjon.

Dato:
15.07.87

Antall sider:

24

ISSN:

0800-3777

Serie:

965/87 FOU

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

Komponenter: Aceton, etylacetat, etanol, toluen og 2-etoksyetanol.

Stikkord: Interkalibrering
Løsemiddelanalyse
Kullrør

Key words: Interlaboratory trial
Solvent analysis
Charcoal tubes

INNHOLDSFORTEGNELSE

1.	SAMMENDRAG.....	side	2
2.	INNLEDNING.....	"	3
3.	MATERIALER OG METODER.....	"	4
3.1	Generelt.....	"	4
3.2	Deltagende laboratorier.....	"	5
3.3	Preparering av prøvene.....	"	6
3.4	Analysebetingelser.....	"	6
4.	RESULTATER OG DISKUSJON.....	"	10
4.1	Behandling av analyseresultatene...	"	10
4.2	Samlet vurdering av resultatene....	"	10

Vedlegg: Resultattabeller.

1. SAMMENDRAG.

Det er foretatt en interkalibrering av kullrørsanalyser mellom et dansk, to finske, et svensk og seks norske laboratorier som analyserer løsemidler i arbeidsatmosfæren. Prøvene ble laget ved Forskningscenteret AMY, Yrkeshygienisk seksjon, som også har bearbeidet resultatene.

Ved tidligere interkalibreringer har man i stor grad forsøkt å kartlegge spesielle analytiske problemer i forbindelse med bruk av kullrør til løsemiddelmålinger. Etter hvert er bruken av passive prøvetagere (dosimetre) blitt mer og mer vanlig til slike målinger. Det vil derfor være aktuelt å la kommende interkalibreringer omfatte også slike prøvetagere.

Med dette som utgangspunkt mente vi denne gang å lage en kullrørsinterkalibrering uten store analytiske problemer. Vi ønsket dermed å kunne fastslå at laboratoriene behersket dette tilfredsstillende før vi eventuelt også tok med andre typer prøvetagere i interkalibreringene.

Komponentene ved denne interkalibreringen var aceton, etylacetat, etanol, toluen og 2-etoksyetanol.

Laboratoriene skulle foreta både kvalitativ og kvantitativ analyse av prøvene.

2. INNLEDNING.

Forskningscenteret AMY er ved siden av å være landsdelslaboratorium for Østlands-området også referanselaboratorium for Arbeidstilsynets landsdelslaboratorier i landet forøvrig. Oppgaven som referanselaboratorium medfører blant annet gjennomføring av interkalibreringer av kontrollanalyser for de laboratoriene som utfører rutineanalyser for Arbeidstilsynet.

Ved siden av Arbeidstilsynets landsdelslaboratorier deltok denne gangen fra Norge også SINTEF og Yrkesmedisinsk avdeling ved Telemark sentralsjukehus. Fra de andre nordiske land deltok Arbejdsmiljøinstituttet i København, Yrkesmedicinska kliniken i Lund og de finske regioninstituttene för arbetshygien i Oulu og Tammerfors.

Interkalibreringer har vært utført ca. 1 gang pr halvår med en viss progresjon i vanskelighetsgrad. Det er blitt sendt ut kullrørsprøver som inneholder forskjellige løsemidler i kjente mengder. Ved tillaging tilstrebes simulering av reelle prøver fra arbeidsatmosfæren.

Ved denne interkalibreringen har man forsøkt å unngå store analytiske problemer for å kontrollere at laboratoriene behersker de mer elementære analysene.

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 offentlige pålegg.

Ut fra resultatene kan vi kunne finne ut:

1. Hvilken nøyaktighet og presisjon den anvendte metode har.
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.

3.2 Deltagende laboratorier.

Ved denne interkalibreringen ble prøver sendt ut den 24. april 1987 til følgende laboratorier:

- A: Arbejdsmiljøinstituttet, Baunegårdsvej 73,
2900 Hellerup, Danmark.
- B: Telemark sentralsjukehus, Yrkesmedisinsk avdeling,
Sverresgt. 28, 3900 Porsgrunn.
- C: Arbeidstilsynet, Laboratoriet i Bergen, Postboks
2362; 5012 Solheimsvik.
- D: Forskningsssenteret AMY, Postboks 8149 Dep.,
0033 Oslo 1.
- E: SINTEF, 7034 Trondheim-NTH.
- F: Arbeidstilsynet, Laboratoriet i Kristiansand,
Postboks 639, 4601 Kristiansand.
- G: Arbeidstilsynet, Laboratoriet i Narvik,
Postboks 214, 8501 Narvik.
- H: Oulu regioninstitut för arbetshygien, Box 451,
SF 90101 Oulu, Finland.
- I: Yrkesmedicinska laboratoriet, Lasarettet i Lund,
Sverige.
- J: Tampere regioninstitut för arbetshygien, Box 4686,
33101 Tammerfors, Finland.

3.3 Preparering av prøvene.

Ved tillaging av kullrørsprøvene ble det benyttet en standardgassgenerator og en multi-prøvetaker med 100 dyser tilpasset kullrør (se fig. 3.1). Standardgassgeneratoren arbeider etter følgende prinsipp: En væskeblanding med kjent sammensetning blir ved hjelp av en motordrevet sprøyte tilført et oppvarmet fordampningskammer. Gjennom fordampningskammeret går en luftstrøm med kjent hastighet. Luften blandes godt og ledes til prøvetakeren hvor kullrørene er tilkopleet. Dysene i prøvetakeren er på forhånd kalibrert til kjente luftmengder/tid. Prøvene suges gjennom kullrørene ved hjelp av en pumpe.

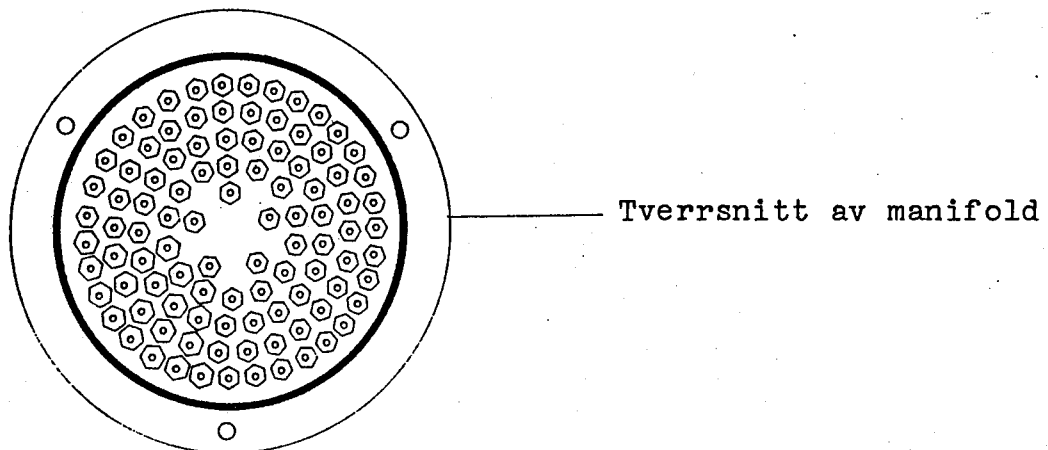
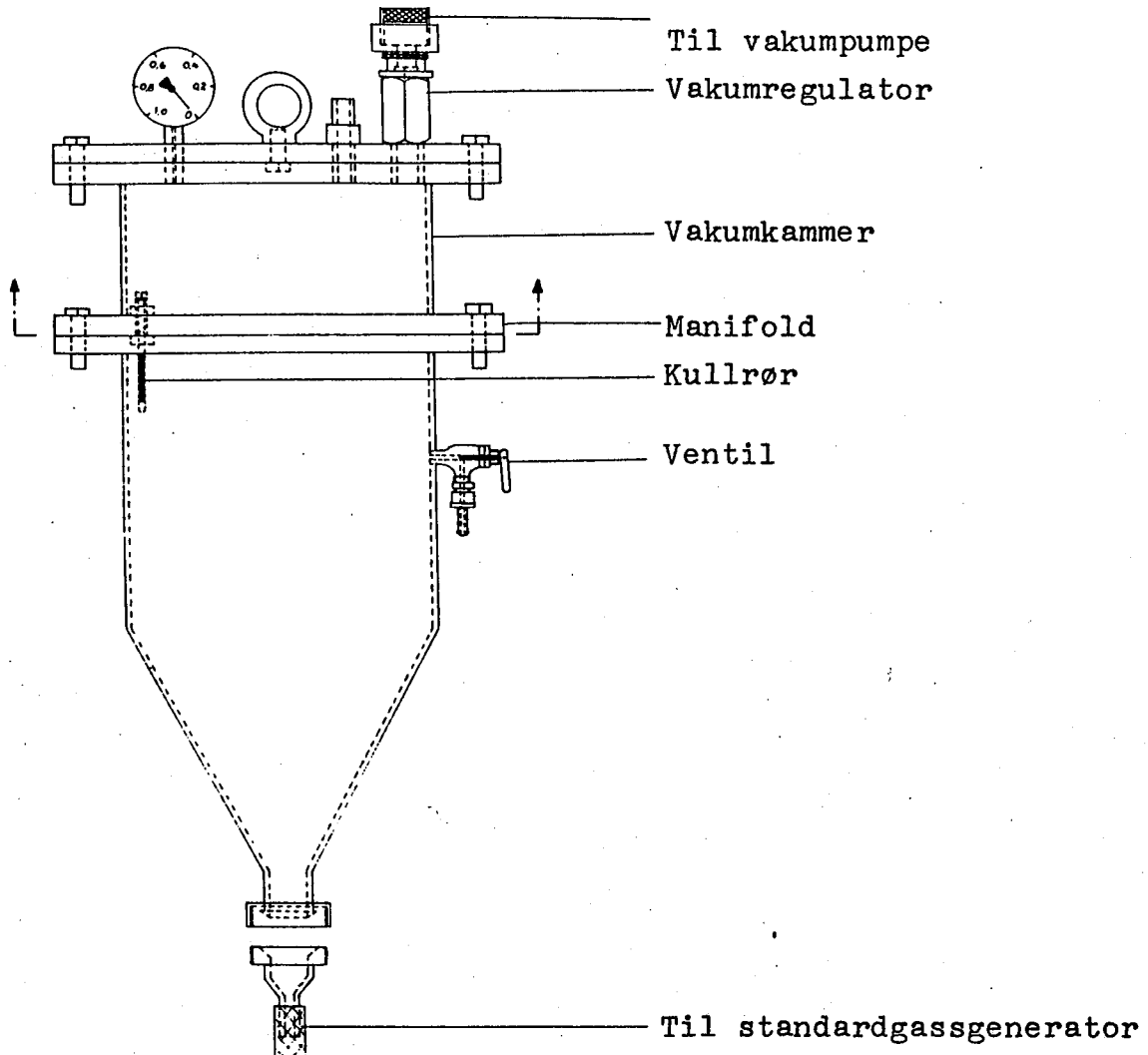
Ved denne interkalibreringen ble det preparert seks rør til hvert laboratorium. Tre rør var preparert med en blanding A og tre med en blanding B. Begge blandingene bestod av aceton, etylacetat, etanol, toluen og 2-etoksyetanol, men i forskjellig blandingsforhold.

Laboratoriene skulle foreta både kvalitativ og kvantitativ analyse av prøvene.

3.4 Analysebetingelser.

En av hensiktene med interkalibreringene er å sammenligne de rutinemessige analyseprosedyrene ved de forskjellige laboratoriene. Følgelig blir 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.

Fig. 3.1 PRØVETAKER



Tabell 3.1 - INTERKALIBRERING (XI)
Oversikt over eluerings- og analyse-
betingelser for laboratoriene.

Labora- torium	GC	Detek- tor	Kolonner	Temp. °C	Eluer- middel
A	HP 5880	FID	Aceton, etylacetat, etanol og toluen: (1+3)m 10% CW1500 på Chrom.W 80/100 mesh 2-etoksyetanol: (0.75+2)m 10% TCEP på Chrom.P 60/80 mesh	87	DMF
B	HP 5840	FID	10% TCEP på Chrom. P		CS ₂
C	Perkin- Elmer Sigma 4	FID	10% FFAP på 80/100 på Chrom.WAW 1.5m ss 10% CW400 på Chrom.W 80/100 mesh	70 110	CS ₂
D	Carlo Erba 2150	FID	2m 10% CW400 på 80/100 Supelcoport	70	DMF
E	HP5890	FID	10% SP1000, Supelcoport 80/100 20% SP2100, 0.1% CW Supelcoport 100/120		CS ₂

F	Perkin Elmer Sigma 4	FID	15% CW 20M på Crom.W 80/100	70	CS ₂
G	Pye- Unicam	FID	Aceton, etylacetat, etanol: CW 400 Toluen: 10% SP2100 på Chrom.W	90 90	CS ₂
H	Perkin- Elmer Sigma 2	FID	25mx0.53mm i.d., BP-1 25mx0.53mm i.d., CP-WAX52	40-120 120-200	Dietyl- eter
I	Shimadzu GC-Mini2		20m 0.32mm i.d. Chrompack WAX 57CB	45-130	CS ₂
J	HP 5880	FID	50m Ultra 2 25m CP WAX 57CB		CS ₂

4. RESULTATER OG DISKUSJON.

4.1 Behandling av analyseresultatene.

Det er regnet ut gjenfinnings-prosent for aceton, etyl-acetat, etanol, toluen og 2-etoksyetanol for laboratoriene.

4.2 Samlet vurdering av resultatene.

Ved tillaging av disse interkalibreringsprøvene har vi benyttet vår multiprøvetager. Fordelen med denne er bl.a. at kullrørsprøver til alle laboratoriene blir preparert samtidig under samme betingelser. Da dysene i prøvetageren ikke er helt likt kalibrert, vil mengden stoff pr. kullrør være litt forskjellig, men luftkonsentrasjonen blir den samme for alle prøver. Tabell 4.2 viser beregnede konsentrasjoner i μg komponent pr. liter luft for prøver merket henholdsvis A og B.

TABELL 4.2

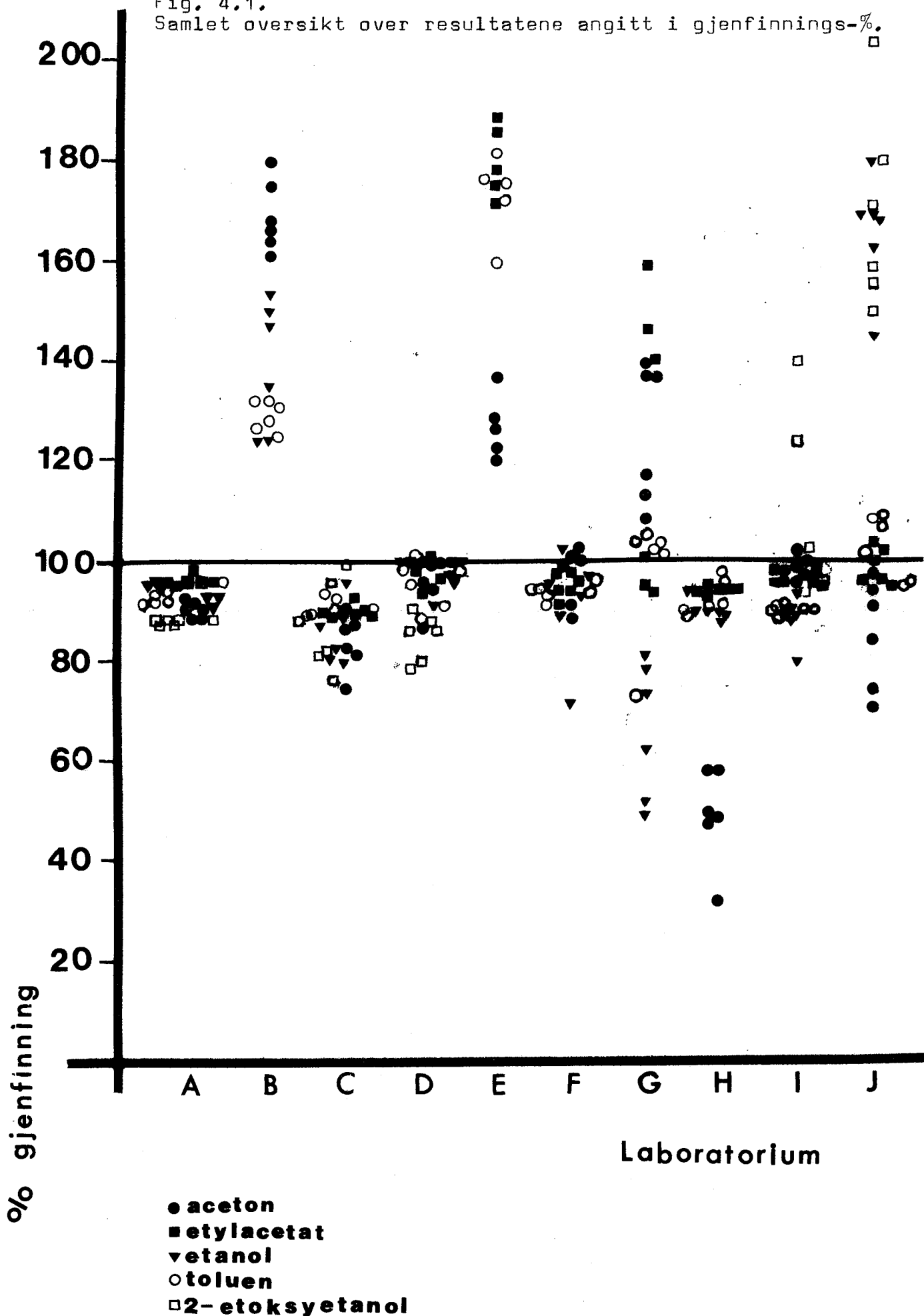
Facittabell. Beregnede konsentrasjoner i μg komponent pr. liter luft.

	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksyetanol
A	34.2	116	102	74.0	40.5
B	85.0	58.2	68.1	93.8	59.6

Fig. 4.1 viser en samlet oversikt over alle resultatene som gjenfinningsprosent.

Fig. 4.1.

Samlet oversikt over resultatene angitt i gjenfinnings-%.



Fire av laboratoriene (B, E, F og G) har ikke påvist og/eller kvantifisert 2-etoksyetanol.

Ett av laboratoriene (B) har i tillegg heller ikke påvist etylacetat. Her er imidlertid angitt mengde aceton så stor i forhold til facit at vi antar at dette i realiteten er en sum av aceton og etylacetat. I fig. 4.1 er derfor den acetonmengden laboratoriet har oppgitt regnet i forhold til summen av aceton og etylacetat som skulle være i prøven.

Laboratorium E har påvist men ikke kvantifisert etanolmengden i prøvene fordi det anvendte elueringsmidlet inneholdt forurensninger som vanskeliggjorde beregninger. Laboratoriet har videre forkastet en av prøvene p.gr.a. uheldig lagring (?).

Laboratorium H oppgir at for en av prøvene var endehetten falt av under forsendelsen av prøvene. For denne prøven var gjenfinningen av aceton markert lavere enn for de andre prøvene. Forøvrig var alle acetonverdiene for dette laboratoriet relativt lave. Dette kan muligens skyldes lagringstap.

Laboratorium J mener å ha påvist over 25% etanol i kontrolldelen på samtlige rør. Den etanolmengden laboratoriet har angitt representerer imidlertid en gjenfinningsprosent på 145% - 169% noe som heller kan tyde på et analytisk problem.

For de seks laboratoriene som har påvist og beregnet mengden av 2-etoksyetanol er både nøyaktigheten og presisjonen gjennomgående dårligere enn for de andre komponentene. Vi antar at dette kan ha sammenheng med at mengden av denne komponenten i prøvene var relativt liten og at dette kan ha vanskeliggjort integreringen.

Laboratorium G har rimelig bra gjenfinning av toluen. Forøvrig viser resultatene for dette laboratoriet samt fra laboratoriene B og E gjennomgående liten nøyaktighet og dårlig presisjon.

Ser man bort fra resultatene for 2-etoksyetanol, acetonresultatene for laboratorium H og etanolresultatene fra laboratorium J som allerede er kommentert, kan laboratoriene A, C, D, F, H, I og J sies å ha kommet fram til rimelig bra resultater. Disse kan sammenfattes slik:

Komponent:	Gjennomsnittlig gjenfinning:	Range:
Aceton:	92 %	(71 - 103)%
Etylacetat:	95 %	(88 - 102)%
Etanol:	91 %	(71 - 102)%
Toluen:	94 %	(88 - 109)%

Totalt sett må resultatene fra denne interkalibreringen sies å være noe dårligere enn det man kunne forvente for prøver av denne vanskelighetsgrad.

VEDLEGG

RESULTATTABELLER

A 1.1 - A 1.10

TABELL A 1.1

a) Analyseresultater for laboratorium A, datert 6.5.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol	Luft- volum
41A	55.0	203	173	124	65.0	1.822 l
59A	61.9	227	190	143	72.4	2.055 "
82A	58.7	210	176	131	66.1	1.852 "
29B	103	73.8	87.0	114	69.5	1.327 "
82B	96.0	68.4	80.3	107	64.7	1.235 "
99B	102	71.5	82.9	112	66.2	1.279 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol
41A	88	96	93	92	88
59A	88	95	91	94	87
82A	93	98	93	96	88
29B	91	96	96	92	88
82B	91	95	95	92	88
99B	94	96	95	93	87

TABELL A 1.2

a) Analyseresultater for laboratorium B, datert 14.5.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol	Luft- volum
45A	515	-	260	200	-	2.050 l
80A	510	-	260	180	-	1.895 "
96A	510	-	245	190	-	1.944 "
56B	310	-	130	160	-	1.302 "
59B	315	-	140	160	-	1.370 "
63B	315	-	140	160	-	1.342 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol
45A	735	-	124	132	-
80A	787	-	135	128	-
96A	767	-	124	132	-
56B	280	-	147	131	-
59B	271	-	150	125	-
63B	276	-	153	127	-

TABELL A 1.3

a) Analyseresultater for laboratorium C, datert 15.6.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol	Luft- volum
24A	58.2	218	200	140	82.7	2.059 l
43A	50.9	204	169	132	65.6	2.009 "
62A	55.1	205	177	132	66.3	1.987 "
25B	99.0	70.8	78.8	112	61.1	1.348 "
80B	96.5	65.5	69.1	110	66.0	1.263 "
91B	93.3	65.0	68.4	107	71.8	1.268 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol
24A	83	91	95	92	99
43A	74	88	82	89	81
62A	81	89	87	90	82
25B	86	90	86	89	76
80B	90	89	80	93	88
91B	87	88	79	90	95

TABELL A 1.4

a) Analyseresultater for laboratorium D, datert 6.5.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol	Luft- volum
29A	64.4	230	204	140	69.6	1.991 l
63A	64.9	236	206	150	73.6	2.013 "
95A	57.1	209	181	131	63.2	1.948 "
23B	114	76.2	88.7	124	69.5	1.336 "
53B	114	75.4	87.7	112	63.1	1.351 "
55B	118	80.5	90.6	127	71.3	1.386 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol
29A	95	100	100	95	86
63A	94	101	100	101	90
95A	86	92	91	91	80
23B	100	98	97	99	87
53B	99	96	95	88	78
55B	100	100	96	98	86

TABELL A 1.5

a) Analyseresultater for laboratorium E, datert 23.6.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy-etanol	Luft-volum
16A	90	400	-	260	-	1.944 l
20A						2.027 "
99A	80	380	-	250	-	1.919 "
51B	140	140	-	210	-	1.302 "
73B	140	140	-	210	-	1.282 "
83B	130	130	-	190	-	1.274 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy-etanol
16A	135	177	-	181	-
20A					
99A	122	171	-	176	-
51B	127	185	-	172	-
73B	128	188	-	175	-
83B	120	175	-	159	-

TABELL A 1.6

a) Analyseresultater for laboratorium F, datert 27.5.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol	Luft- volum
22A	64	225	196	140	-	2.069 l
51A	67	219	194	138	-	1.952 "
88A	70	221	207	138	-	1.991 "
35B	113	75	86	117	-	1.327 "
68B	107	69	76	110	-	1.266 "
95B	97	69	63	115	-	1.299 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol
22A	90	94	93	91	-
51A	100	97	97	96	-
88A	103	96	102	94	-
35B	100	97	95	94	-
68B	99	94	88	93	-
95B	88	91	71	94	-

TABELL A 1.7

a) Analyseresultater for laboratorium G, datert 12.6.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør.						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol	Luft- volum
56A	91	227	146	147	-	1.952 l
73A	91	212	153	143	-	1.923 "
77A	91	213	162	151	-	1.952 "
41B	121	112	51	117	-	1.215 "
88B	127	108	47	91	-	1.327 "
97B	120	110	43	125	-	1.299 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol
56A	136	100	73	102	-
73A	138	95	78	100	-
77A	136	94	81	105	-
41B	117	158	62	103	-
88B	113	140	52	73	-
97B	109	145	49	103	-

TABELL A 1.8

a) Analyseresultater for laboratorium H, datert 12.6.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy-etanol	Luft-volum
57A	32.4	211	174	137	52.8	1.948 l
67A	34.1	214	180	135	54.7	1.978 "
78A	31.8	215	180	128	54.8	1.952 "
27B	67.1	73.6	84	117	58.0	1.367 "
28B	35.1	70.2	79	117	59.4	1.282 "
76B	63.3	70.6	82	108	50.3	1.285 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy-etanol
57A	49	93	88	95	67
67A	50	93	89	92	68
78A	48	95	90	89	69
27B	58	93	90	91	71
28B	32	94	90	97	78
76B	58	94	94	90	66

TABELL A 1.9

a) Analyseresultater for laboratorium I, datert 12.6.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol	Luft- volum
28A	65	214	175	129	80	1.923 l
68A	62	213	154	129	95	1.899 "
76A	66	220	183	126	109	1.927 "
45B	114	76	83	116	78	1.367 "
50B	107	73	78	111	73	1.304 "
96B	112	74	80	111	73	1.296 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy- etanol
28A	99	96	89	91	103
68A	95	97	80	92	124
76A	100	98	93	88	140
45B	98	96	89	90	96
50B	97	96	88	91	94
96B	102	98	91	91	95

TABELL A 1.10

a) Analyseresultater for laboratorium J, datert 23.6.87.

Konsentrasjon i µg/kullrør						
Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy-etanol	Luft-volum
34A	51	222	347	160	122	2.009 l
42A	56	214	333	136	125	1.944 "
91A	46	226	281	150	120	1.903 "
24B	110	77	168	124	140	1.373 "
62B	103	77	153	136	160	1.325 "
78B	107	77	145	123	140	1.302 "

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	Aceton	Etyl-acetat	Etanol	Toluen	2-etoksy-etanol
34A	74	95	169	108	150
42A	84	95	168	95	159
91A	71	102	145	107	156
24B	94	96	180	96	171
62B	91	100	170	109	203
78B	97	102	164	101	180