

Tittel: Analyse av løsemidler.
Interkalibrering (XIV).

Forfatter(e): Per E. Fjeldstad
Merete Gjørstad

Prosjektansvarlig: Cand.real. Per E. Fjeldstad

Prosjektmedarbeidere: Merete Gjørstad

Utgiver (seksjon): Yrkeshygienisk seksjon.

Dato:
03.10.89

Antall sider:
43

ISSN: 0801-7794

Serie:
995/89 FOU

Sammendrag:

Det er foretatt en interkalibrering i analyse av kullrør og diffusjonsprøvetagere mellom ett dansk, ett svensk, to finske og ni norske laboratorier som analyserer løsemidler i arbeidsatmosfære. Prøvene ble laget ved Statens arbeidsmiljøinstitutt som også har bearbeidet resultatene.

Analyseresultatene viser generelt større spredning for diffusjonsprøvetagerne enn for kullrørene. Totalt sett har de fleste laboratoriene oppnådd rimelig bra resultater.

Komponenter: n-heksan, cykloheksan, metylcykloheksan, aceton, etylacetat og toluen.

Stikkord: Interkalibrering
Løsemiddelanalyse
Kullrør
Diffusjonsprøvetagere

Key words: Interlaboratory trial
Solvent analysis
Charcoal tubes
Diffusive samplers

Tittel: Analyse av løsemidler.
Interkalibrering (XIV).

Forfatter(e): Per E. Fjeldstad
Merete Gjølstad

Prosjektansvarlig: Cand.real. Per E. Fjeldstad

Prosjektmedarbeidere: Merete Gjølstad

Utgiver (seksjon): Yrkeshygienisk seksjon.

Dato:
03.10.89

Antall sider:
43

ISSN: 0801-7794

Serie:
995/89 FOU

Sammendrag:

Det er foretatt en interkalibrering i analyse av kullrør og diffusjonsprøvetagere mellom ett dansk, ett svensk, to finske og ni norske laboratorier som analyserer løsemidler i arbeidsatmosfære. Prøvene ble laget ved Statens arbeidsmiljøinstitutt som også har bearbeidet resultatene.

Analyseresultatene viser generelt større spredning for diffusjonsprøvetagerne enn for kullrørene. Totalt sett har de fleste laboratoriene oppnådd rimelig bra resultater.

Komponenter: n-heksan, cykloheksan, metylcykloheksan, aceton, etylacetat og toluen.

Stikkord: Interkalibrering
Løsemiddelanalyse
Kullrør
Diffusjonsprøvetagere

Key words: Interlaboratory trial
Solvent analysis
Charcoal tubes
Diffusive samplers

1. SAMMENDRAG.

Det er foretatt en interkalibrering av kullrør og diffusjonsprøvetagere mellom et dansk, to finske, to svenske og ni norske laboratorier som analyserer løsemidler i arbeidsatmosfæren. Prøvene ble laget ved Statens arbeidsmiljøinstitutt, Yrkeshygienisk seksjon, som også har bearbeidet resultatene. To av laboratoriene, ett norsk og ett svensk, hadde ikke levert analysesvar ved fristens utløp.

Prøvene ved denne interkalibreringen var ment å simulere luftprøver fra limarbeid. Komponentene var n-heksan, cykloheksan, metylcykloheksan, aceton, etylacetat og toluen både for kullrør og diffusjonsprøvetagere.

Laboratoriene skulle foreta både kvalitativ og kvantitativ analyse av 8 prøver, tre kullrør og fem diffusjonsprøvetakere. Til hver prøveserie fulgte også ett ekstrarør med de samme komponenter, som laboratoriene kunne ha til hjelp i den kvalitative analysen.

Analyseresultatene viser generelt større spredning for diffusjonsprøvetagerne enn for kullrørene. Totalt sett har de fleste laboratoriene oppnådd rimelig bra resultater.

2. INNLEDNING.

Statens arbeidsmiljøinstitutt 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 analyser for de laboratoriene som utfører slike oppdrag for Arbeidstilsynet.

Dette innebærer at instituttet blir både arrangør av og deltaker i interlaboratoriekontrollene. Vi bestreber oss på, og mener at vi i denne forbindelse har oppnådd, å skille klart mellom de personer som er involvert i henholdsvis tillaging og analyse av prøvene.

De siste årene er det i Norge opprettet flere private kommersielle laboratorier som tilbyr analyse av luftprøver med hensyn på løsemidler. Det er i dag ingen offentlig godkjenningsordning for disse laboratoriene, men de har nå fått tilbud om å delta i disse interlaboratoriekontrollene. Det er opp til hvert enkelt laboratorium om de ønsker å delta, og deltagelsen innebærer ingen offentlig godkjenning av laboratoriet. Resultatene, i hvert fall for de norske laboratoriene, vil bli offentliggjort i bladet "Arbeidervern".

Ved siden av Arbeidstilsynets landsdelslaboratorier deltok denne gangen fra Norge også SINTEF, Yrkesmedisinsk avdeling ved Telemark sentralsjukehus, Nordisk Analysecenter, SI og Chemlab Services A/S. Fra de andre nordiske land deltok Arbejdsmiljøinstituttet i København, de Yrkesmedicinska klinikene i Lund og Linköping og de finske regioninstituttene för arbetshygien i Oulu og Tammerfors.

Interkalibreringer har vært utført ca. 1 gang pr halvår

med varierende i vanskelighetsgrad. Det er blitt sendt ut prøver som inneholder forskjellige løsemidler i kjente mengder. Ved tillaging tilstrebes simulering av reelle prøver fra arbeidsatmosfæren.

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 diffusjonsprøvetagere (dosimetre) blitt mer og mer vanlig til slike målinger. Ved Statens arbeidsmiljøinstitutt er det foretatt utprøving av et system for tilføring av kjente mengder løsemidler til diffusjonsprøvetagere. Denne interkalibreringen er den første som også omfatter slike prøvetagere. Det er benyttet diffusjonsprøvetagere av typen 3M 3500.

Resultatene fra den forrige interkalibreringen tydet på at flere av laboratoriene hadde problemer både med den kvalitative og den kvantitative analysen.

For noen av laboratoriene som deltar i interkalibreringen, vil denne type analyse fortone seg noe mer problematisk enn de oppdrag de normalt utfører. Dette fordi man her - ved siden av den kvantitative bestemmelsen - skal foreta en total kvalitativ analyse av prøvene. Vanligvis utfører disse laboratoriene bare en kvantitativ analyse av på forhånd angitte komponenter. Denne prøveserien omfattet 3 kullrør, 5 diffusjonsprøvetakere typen 3M 3500 og ett ekstrarør til hjelp i den kvalitative analysen. Prøvene var ment å simulere luftprøver fra limarbeid.

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 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 9. juni 1989 til følgende laboratorier som alle hadde sagt seg interessert i å delta:

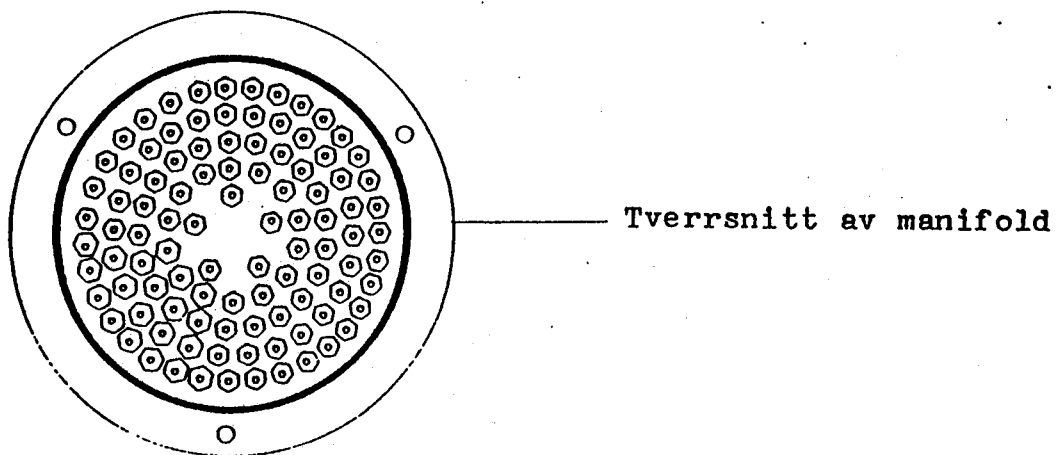
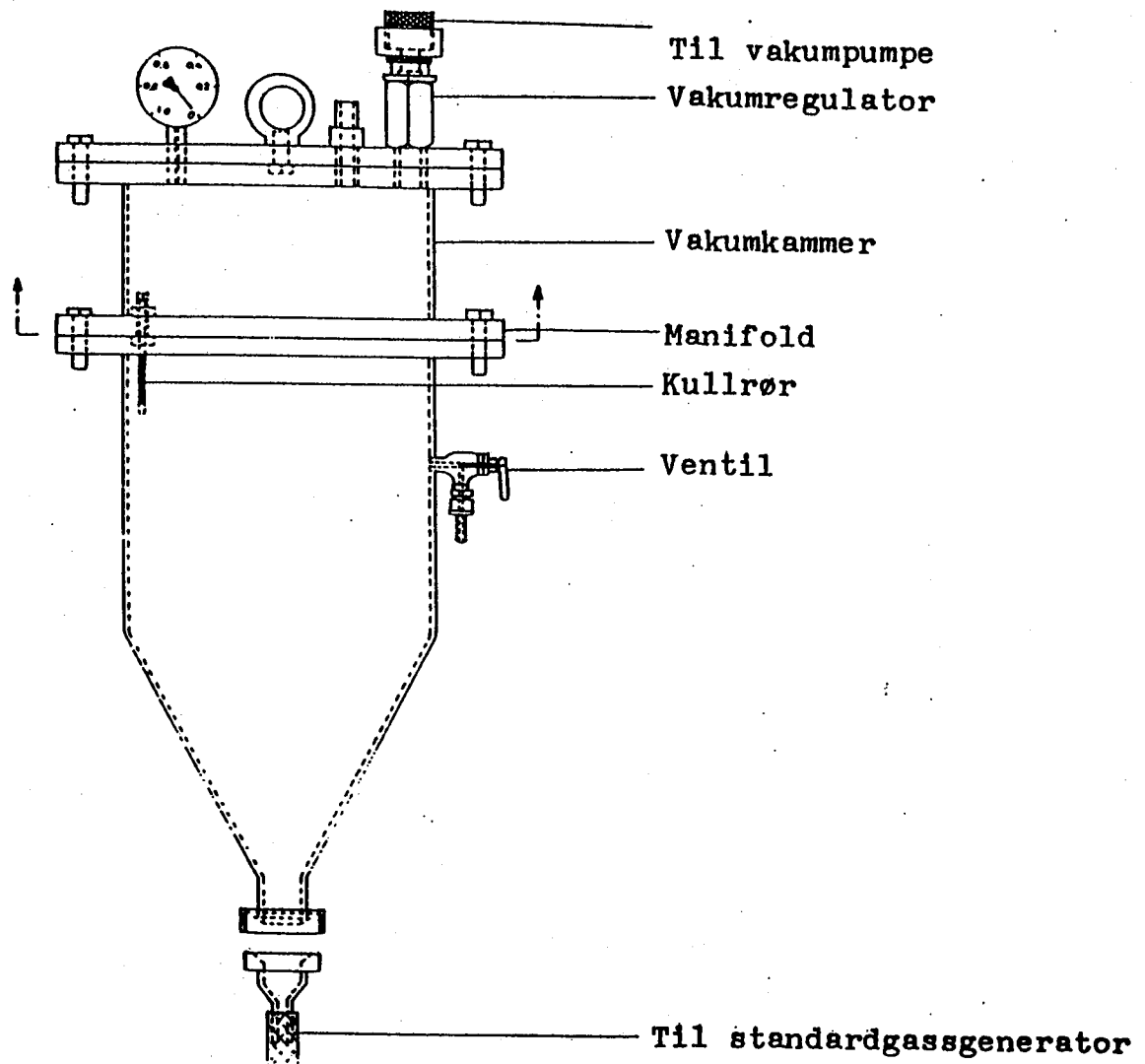
- A: Arbejdsmiljøinstituttet, Lersø Parkallè 105,
2100 København Ø., Danmark.
- B: Telemark sentralsjukehus, Yrkesmedisinsk avdeling,
Sverresgt. 28, 3900 Porsgrunn.
- C: Arbeidstilsynet, Laboratoriet i Bergen, Postboks
2362, 5012 Solheimsvik.
- D: Statens arbeidsmiljøinstitutt, Postboks 8149 Dep.,
0033 Oslo 1.
- E: SINTEF, Avd. for teknisk kjemi, 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,
S-22185 Lund, Sverige.
- J: Tampereen regioninstitut för arbetshygien,
P.O.Box 486, SF-33101 Tampere, Finland.

- K: Chemlab Services A/S, Postboks 1517 Sandviken,
5035 Bergen.
- L: Nordisk Analysecenter A/S, Postboks 47 Grorud,
0917 Oslo 9.
- M: Senter for Industrieforskning, Postboks 350,
0314 Oslo 3.
- O: Yrkesmedicinska kliniken, Regionsjukhuset,
S-581 85 Linköping, Sverige.

Fristen for innlevering av analysebesvarelser var satt til 1. juli 1989. Pr. 15. juli 1989 var det kommet svar fra 12 av laboratoriene. Yrkesmedicinska kliniken i Linköping meddelte at p.gr.a. ombygging i laboratoriet ville det ikke foreligge noe analysesvar fra dem i denne runden. Fra SI er det ikke mottatt hverken analysesvar eller annen tilbakemelding.

Fig. 3.1

PRØVETAKER FOR KULLRØR.



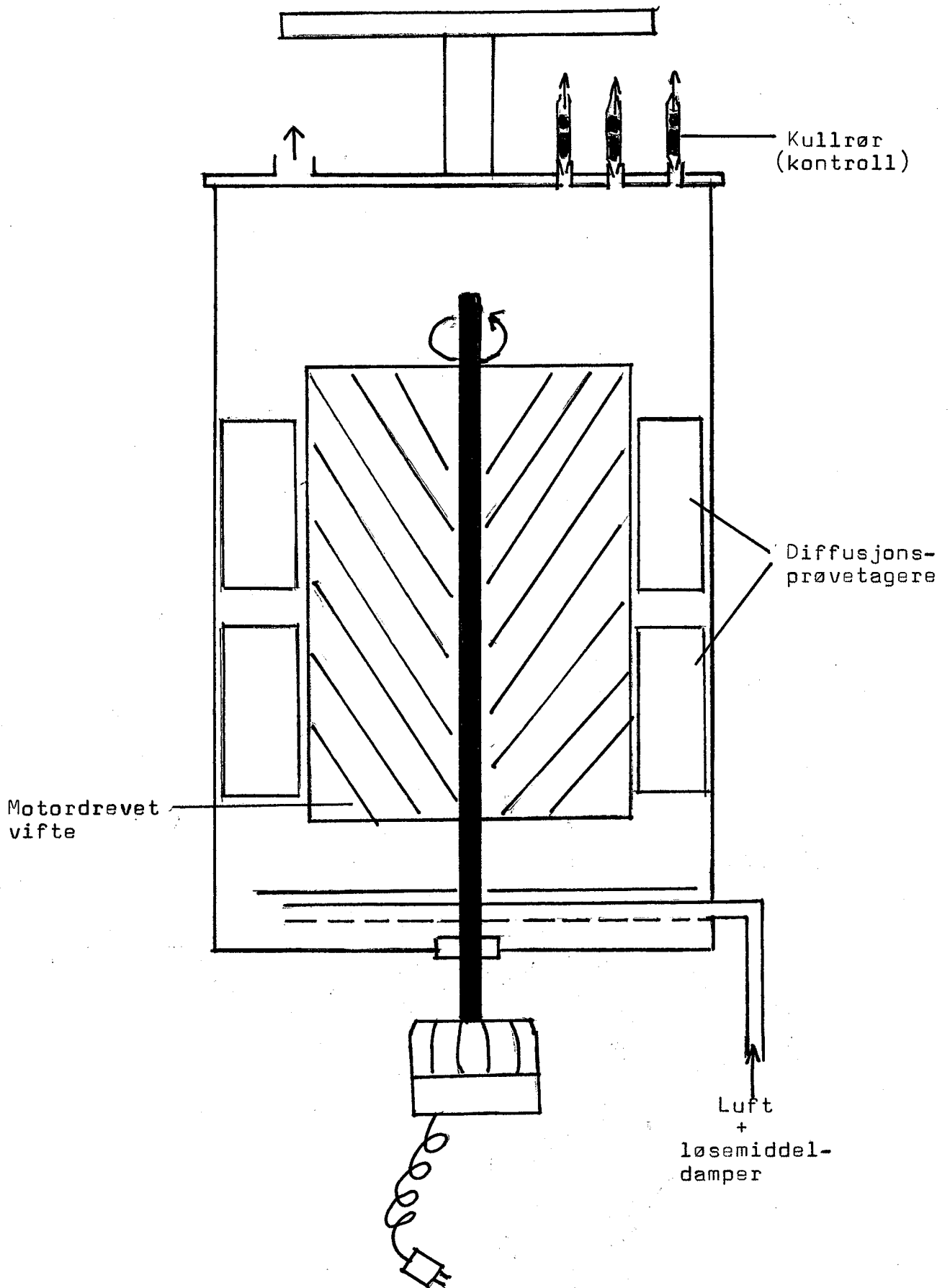


Fig. 3.2

SKJEMATISK SKISSE AV DOSERINGSUTSTYR FOR DIFFUSJONS-PRØVETAGERE.

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 prøvene og de gasskromatografiske betingelsene varierer en del. I tabell 3.1 finnes en oversikt over analysebetingelsene i den grad vi har fått opplysninger om dette.

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

Labora- torium	GC	Detek- tor	Kolonner	Temp. ^o C	Eluer- middel
A	HP 5840	FID	(1+3)m 10% CW1500 på Chrom.W 80/100 mesh	85	DMF
B	HP 5840	FID	Carbowax 20M på 80/100 Supelcoport. 20% SP-2100 0.1% CW-1500 Grapac 80/100		CS ₂
C	Perkin- Elmer Sigma 4	FID	10% FFAP på 80/100 Chrom. WAW 1.5m ss 20% SP-2100+0.1% CW-1500 på Supelcoport 100/120	70, 100	CS ₂
D	HP 5880 Carlo Erba 2150	FID FID	Forkolonne:0.5m 10% TCEP på 80/100 Chrom. PAW Analysekolonne:1.5m 10% TCEP på 80/100 Chrom.PAW 2m 10% CW400 på 80/100 Supelcoport	90 70	DMF
E	HP 5890	FID	Supelcowax 60m 0.75µm i.d. SBP-1		CS ₂
F	Perkin Elmer Sigma 4	FID	15% CW 20M på Chrom.W 80/100 10% TCEP + 20% SP-2100 på Supelcoport 100/120	100	CS ₂

G	Pye- Unicam	FID	SP-1000 SP-2100	70 100	CS ₂
H	Perkin Elmer Sigma 2	FID	25QC5/BP-1 CP-WAX 52 CB	40-200	CS ₂
I	Shimadzu GC-mini 2		25m 0.32mm i.d. Chrompack WAX 57 CB	50-170	DMF
J	HP 5880		50m Ultra 2 25m CP-WAX 57 CB		CS ₂
K					
L	Perkin Elmer 8500	FID	30m 0.32mm i.d. Supelco SBP-1 30m 0.32mm i.d. Supelco Supelcowax 10	35-125	CS ₂

4. RESULTATER OG DISKUSJON.

4.1 Behandling av analyseresultatene.

Vår standardgassgenerator gir oss mulighet til å lage meget nøyaktige konsentrasjoner av løsemidler i luft. Dessverre sviktet oppsettet ved tillaging av kullrørsprøvene, slik at vi denne gang har måttet bruke medianverdi som den mest sannsynlig riktige verdi (facit).

Medianverdier er også benyttet som facit for diffusjonsprøvetagerne.

Det er regnet ut gjenfinningsprosent for n-heksan, sykloheksan, metylsykloheksan, aceton, etylacetat og toluen i forhold til medianverdien.

Slik prøvene var preparert, betyr dette at man får en felles facit for alle kullrørene, mens det for diffusjonsprøvetagerne blir ett sett medianverdier for hvert oppsett (å 21 prøvetagere) fra prepareringen.

4.2 Samlet vurdering av resultatene.

Ved tillaging av kullrørene til denne interkalibreringen 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.

Til dosering av diffusjonsprøvetagerne har vi benyttet et kammer med plass til 21 prøvetagere. Dvs. at grupper på 21 av prøvetagerne skal være innbyrdes like, mens det kan være forskjeller mellom hvert oppsett.

Diffusjonsprøvetagerne ble fordelt tilfeldig mellom laboratoriene.

Tabell 4.2 viser beregnede medianverdiene i μg komponent pr. liter luft for kullrørsprøvene, og i μg pr. prøve for diffusjonsprøvetagerne.

TABELL 4.2.A

Facittabell. Kullrør. Medianverdier angitt som μg komponent pr. liter luft.


N-heksan	Cyklo- heksan	Metylcyklo- heksan	Aceton	Etyl- acetat	Toluen
33.7	48.4	45.3	47.2	68.0	63.5

TABELL 4.2.B

Facittabell. Diffusjonsprøvetagere. Medianverdier angitt som μg komponent pr. prøve.

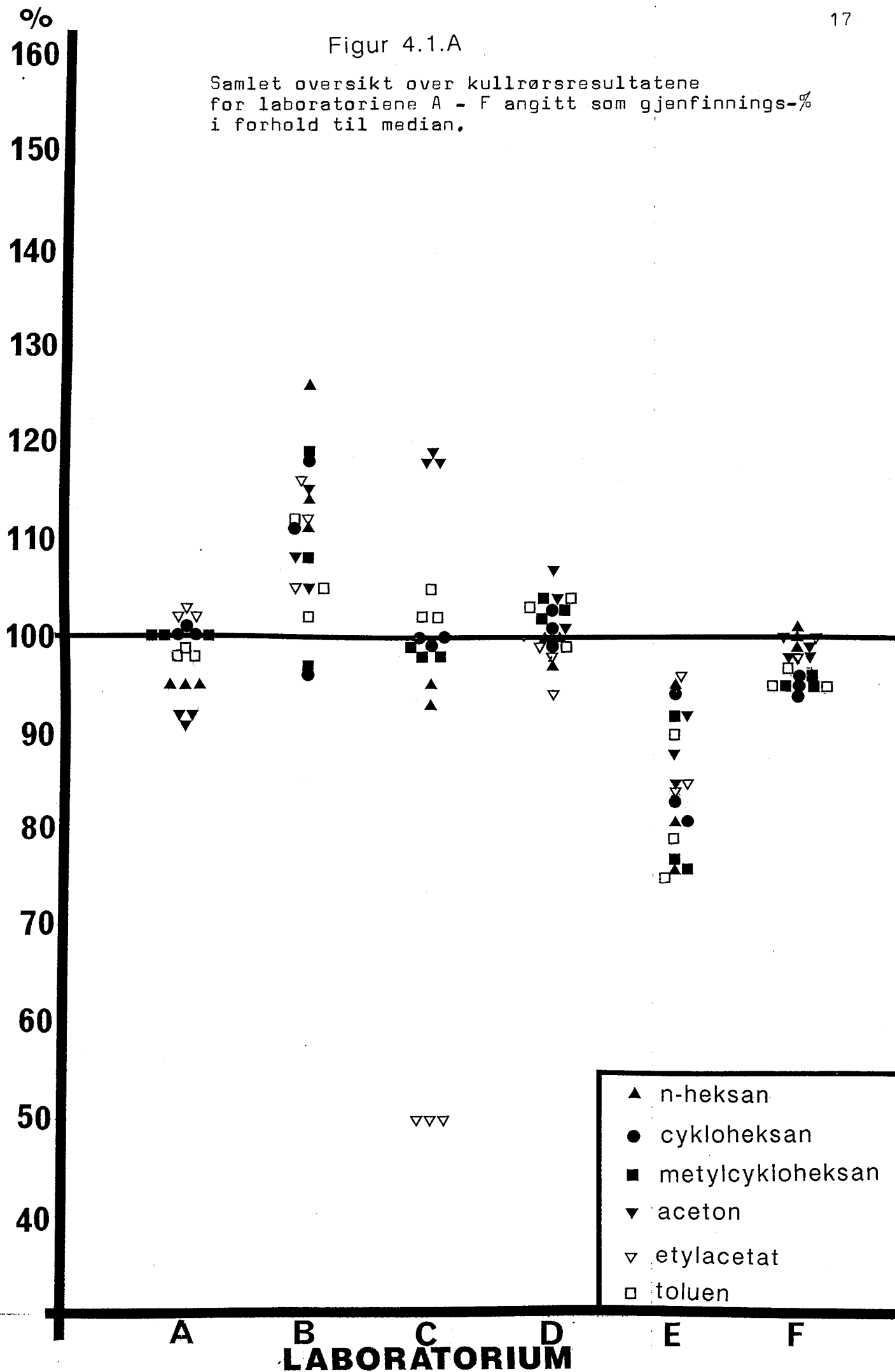
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo- heksan	Metyl- cyklo- heksan	Aceton	Etyl- acetat	Toluen
1-21	52.5	48.9	48.2	60.7	60.0	42.6
22-42	36.1	28.2	27.2	62.3	48.5	36.1
43-63	34.2	26.7	24.4	53.8	43.0	31.1
64-84	31.5	26.5	24.5	55.4	45.2	32.7

Fig. 4.1 og 4.2 A og B viser en samlet oversikt over alle resultatene som gjenfinningsprosent i forhold til medianverdiene for henholdsvis kullrør og diffusjonsprøvetagere.

Laboratorier merket  har enten feilidentifisert eller ikke påvist én eller flere komponenter.

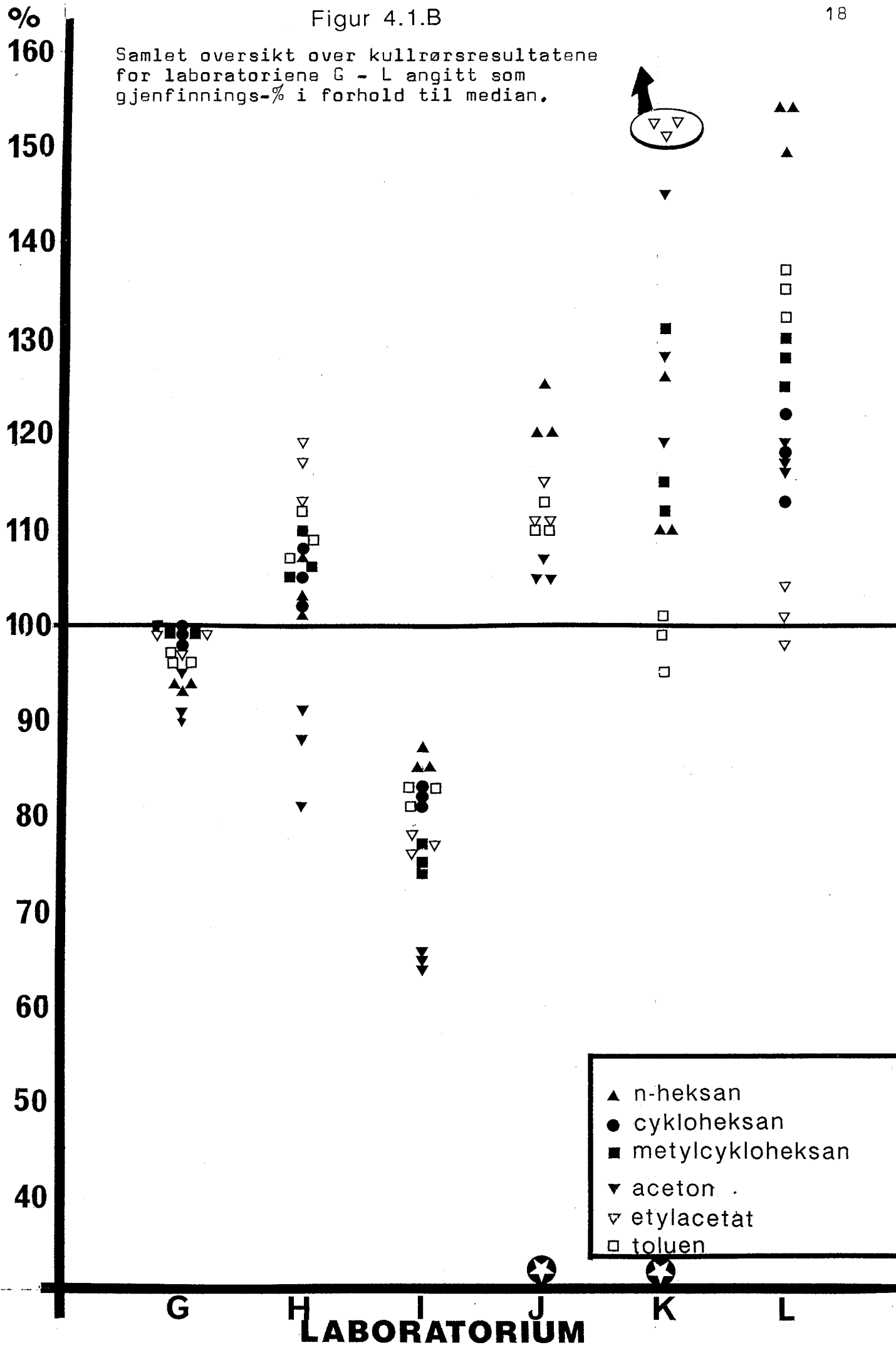
Figur 4.1.A

Samlet oversikt over kullrørsresultatene for laboratoriene A - F angitt som gjenfinnings-% i forhold til median.



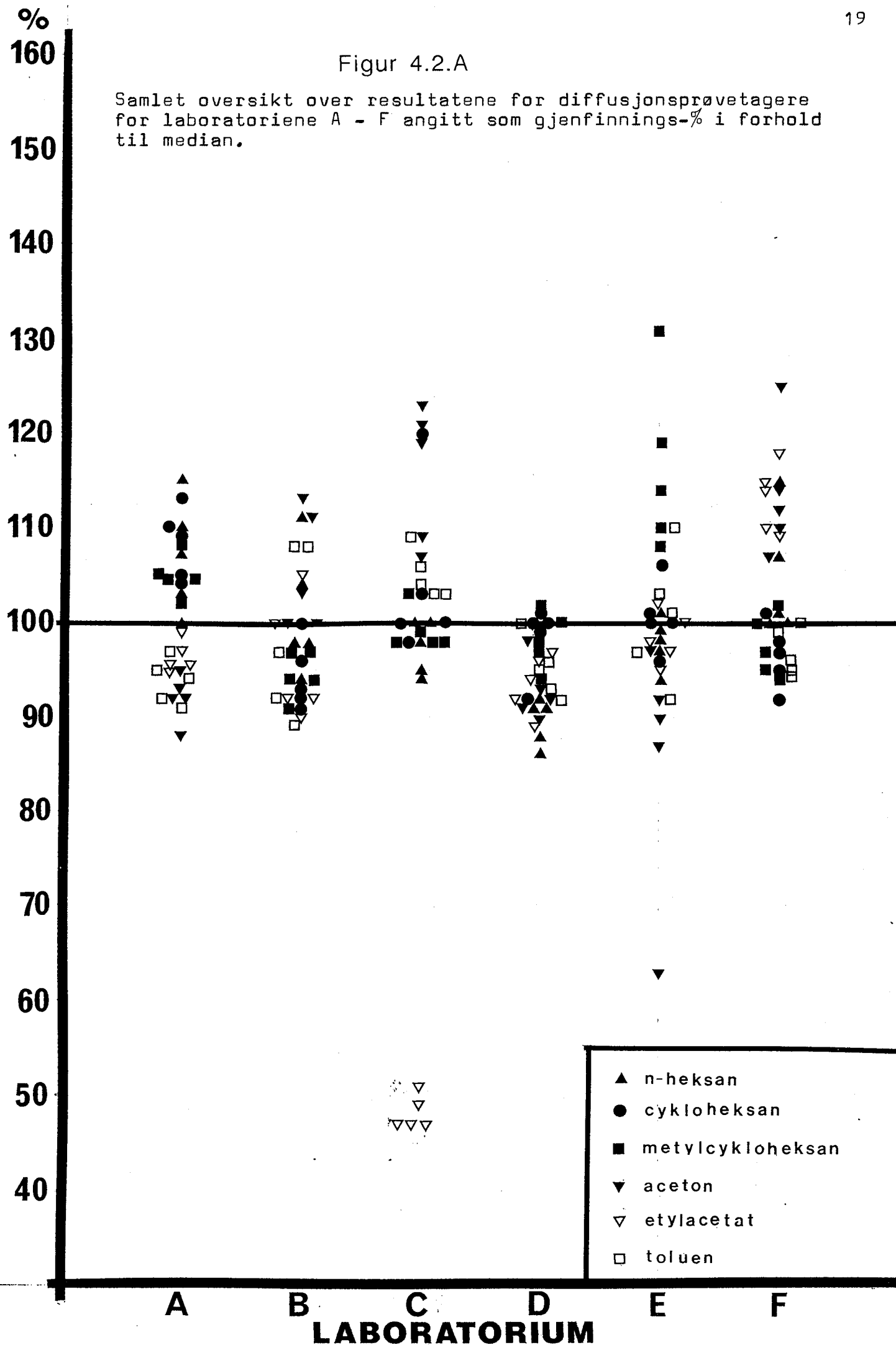
Figur 4.1.B

Samlet oversikt over kullrørsresultatene for laboratoriene G - L angitt som gjenfinnings-% i forhold til median.



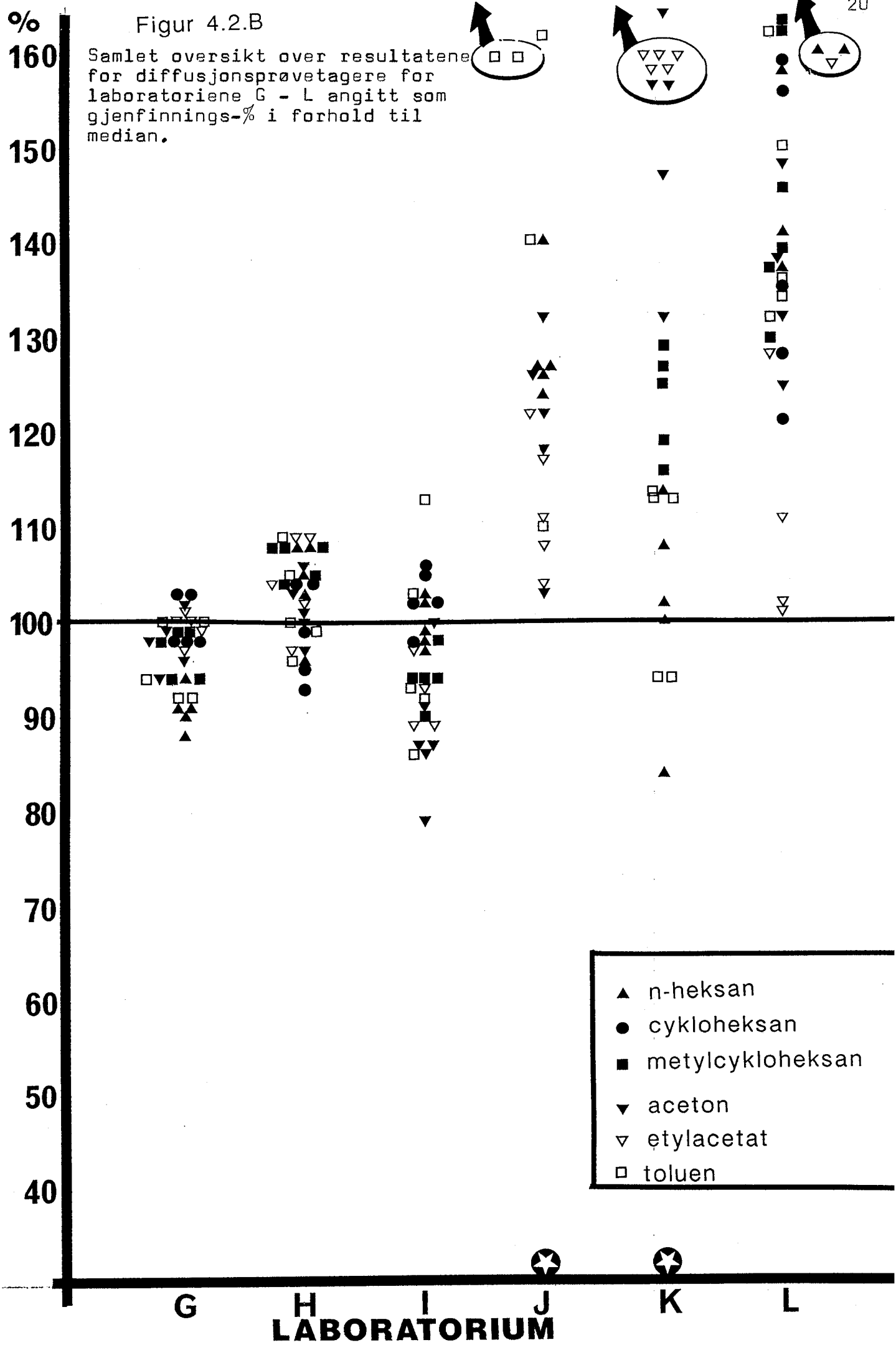
Figur 4.2.A

Samlet oversikt over resultatene for diffusjonsprøvetagere for laboratoriene A - F angitt som gjenfinnings-% i forhold til median.



Figur 4.2.B

Samlet oversikt over resultatene for diffusjonsprøvetagere for laboratoriene G - L angitt som gjenfinnings-% i forhold til median.



Med unntak av laboratoriene J og K har alle laboratoriene foretatt en korrekt kvalitativ analyse av prøvene. Laboratorium J har ikke identifisert cykloheksan og metylcykloheksan, men angir at prøvene inneholdt to komponenter i tillegg til de som er kvantifisert. Laboratoriet mener også å ha påvist (og har kvantifisert) xylen og metylenklorid i prøvene.

Laboratorium K har ikke påvist cykloheksan i prøvene.

Da dette er første gang Arbeidsmiljøinstituttet tar i bruk doseringskammeret for diffusjonsprøvetagere til interlaboratoriekontroller, må dette også sees på som en utprøving av oppsettet.

Nytt ved denne interkalibreringen er det også at vi i vurderingen har valgt å se på analyseresultatene i forhold til medianverdiene, og ikke som tidligere i forhold til en absolutt facit. Ved beregning av medianverdiene er helt opplagte "outsidere" tatt ut.

Kullrørsanalysene.

Figur 4.1 for kullrørsanalysene viser at laboratoriene A,D,F og G har god presisjon og god nøyaktighet for alle prøver og komponenter. (Gjenfinning: 90% - 107%).

Laboratorium C har analysert aceton noe høyt og etylacetat altfor lavt, men har ellers god presisjon og nøyaktighet. (Gjenfinning: 47% - 123%).

Laboratorium I har god presisjon, men har analysert alle komponenter lavt. (Gjenfinning: 64% - 87%).

Laboratorium B har analysert kullrørene noe høyt, mens resultatene for laboratorium E ligger noe lavt. For begge laboratorier gjelder at analysen er gjort med ujevn presisjon. (Gjenfinning lab. B: 96% - 126%. Gjenfinning lab. E: 75% - 96%).

Laboratorium H har analysert aceton noe lavt og etylacetat litt høyt, men har ellers rimelig bra kullrørsresultater. (Gjenfinning: 88% - 119%).

Laboratorium J har rimelig bra presisjon i sine kullrørsanalyser, men har kvantifisert de identifiserte komponentene noe høyt. (Gjenfinning: 105% - 125%).

Med unntak av toluenresultatene for laboratorium K og etylacetatresultatene for laboratorium L ligger analyse-resultatene for disse to laboratoriene gjennomgående høyt;- for enkeltkomponenter svært høyt. (Gjenfinning for lab. K: 95% - 230%. Gjenfinning for lab. L: 98% - 154%).

Ser man bort fra aceton- og etylacetatverdiene for laboratoriene C og H, kan kullrørsanalysene for laboratoriene A, C, D, F, G og H sammenfattes slik:

Komponent	Gjennomsnittlig gjenfinning	Range
N-heksan	98%	(93 - 107)%
Cykloheksan	100%	(94 - 108)%
Metylcykloheksan	101%	(95 - 110)%
Aceton	97%	(90 - 107)%
Etylacetat	99%	(94 - 103)%
Toluen	101%	(95 - 112)%

Analyse av diffusjonsprøvetagerne.

Generelt kan man si at resultatene for diffusjonsprøvetagerne viser noe større spredning enn kullrørsresultatene. Dette kan enten skyldes at prøvetagerne er innbyrdes forskjellige eller forhold ved tillagings-systemet. Ved vurdering av resultatene for diffusjonsprøvetagerne vil vi derfor i denne omgang stille noe mindre strenge krav til disse resultatene enn til kullrørsresultatene.

Laboratorium L har gjennomgående analysert også diffusjonsprøvetagerne svært høyt. (Gjenfinning: 101% - 3286%) .Den ekstremt høye verdien på 3286% gjelder ett av resultatene for n-heksan. Laboratoriet har i ettertid ønsket å få denne verdien strøket fordi de mener at de ikke kan ha gjort en slik analysefeil. Det er imidlertid ikke mulig med STAMI's tillagingsssystem å få preparert en prøve så forskjellig fra de andre i samme oppsettet.

Med unntak av resultatene for n-heksan og toluen har også laboratorium K analysert diffusjonsprøvetagerne svært høyt. (Gjenfinning: 184% - 491%). De fleste av resultatene fra laboratorium J ligger også høyt. (Gjenfinning: 103% - 183%). Disse tre laboratoriene har også relativt stor spredning i sine resultater.

Resultatene for etylacetat for laboratorium C er svært lave, mens acetonverdiene ligger noe høyt.

Laboratorium E har en lav acetonverdi og en høy verdi for metylcykloheksan.

Likeledes ligger ett av acetonresultatene for laboratorium F noe høyt, mens laboratorium I har ett som ligger lavt.

Ser man bort fra disse enkeltresultatene, kan analyse-
resultatene for diffusjonsprøvetagerne for laboratoriene
A, B, C, D, E, F, G, H og I sammenfattes i følgende
tabell:

Komponent	Gjennomsnittlig gjenfinning	Range
N-heksan	99 %	(86 - 115)%
Cykloheksan	100 %	(91 - 120)%
Metylcykloheksan	100 %	(90 - 119)%
Aceton	100 %	(87 - 123)%
Etylacetat	102 %	(89 - 118)%
Toluen	99 %	(86 - 103)%

Kvalitetsbedømmelse av laboratoriene.

I samråd med de andre laboratoriene og Direktoratet for
arbeidstilsynet har man ved Statens arbeidsmiljøinstitutt
utformet en skisse for hvordan man mer skjematisk kan
bedømme analyseresultatene og komme fram til en mest
mulig objektiv vurdering av "GODTATT", eventuelt "IKKE
GODTATT".

Det må i denne forbindelse presiseres at dette må ansees
som et forløpig system som det vil bli arbeidet videre
med.

Laboratoriets kvalitet kan sies å være sammensatt av tre elementer: 1. Hvor god presisjon laboratoriet har. 2. Hvor god nøyaktighet laboratoriet har. 3. Hvor god kvalitativ analyse laboratoriet gjør.

En samlet vurdering av disse elementene vil danne grunnlag for kvalitetsbedømmelsen av laboratoriet.

Nedenfor er gitt en beskrivelse av hvordan dette systemet er utformet.

GODTATT/IKKE GODTATT: Det gjøres en vurdering av laboratoriet på grunnlag av siste interkalibrering. Beste resultat av siste og forrige interkalibrering blir stående som laboratoriets "karakter" inntil neste interkalibrering. Hensikten med dette er å unngå at enkeltstående uhell skal få store konsekvenser.

Vurdering av siste (denne, aktuelle) interkalibrering utføres på grunnlag av presisjon, nøyaktighet og kvalitativ analyse. Grunnlaget for vurdering må være om analyseresultater fra laboratoriet kan gi opphav til gale yrkeshygieniske konklusjoner. Det foreslås en tredeling i vurderinger :

BRA (B) : ut fra analytiske kriterier

GODTATT (G) : ut fra yrkeshygieniske og analytiske kriterier

IKKE GODTATT (I): ut fra yrkeshygieniske og analytiske kriterier

Det forutsettes at de tre underliggende elementer gis tilsvarende karakterer (eventuelt i form av en indeks). Vi lar en eller flere IKKE GODTATT føre til karakteren IKKE GODTATT for serien, mens tre BRA fører til BRA. Alle andre kombinasjoner fører til GODTATT. Ikke levert

analyse medfører IKKE GODTATT. Slik blir GODTATT ikke for vanskelig, mens BRA henger høyt.

Kvalitativ analyse: Dette er det av elementene som det er vanskeligst å finne et godt vurderingskriterium for. Det er foreslått at den kvalitative analysen kan deles i 4 klasser:

- identifisert og kvantifisert
- identifisert, men ikke kvantifisert
- påvist eksistens av komponent, men ikke identifisert
- ikke påvist komponent

På bakgrunn av denne inndelingen, kan man tenke seg følgende karakterskala:

- alle komponenter identifisert og kvantifisert er "BRA"
- alle komponenter identifisert, men én komponent ikke kvantifisert er "GODTATT"
- alle komponenter identifisert, men mer enn én av disse ikke kvantifisert er "IKKE GODTATT"
- alle komponenter påvist, men én av disse ikke identifisert er "GODTATT"
- alle komponenter påvist, men mer enn én av disse ikke identifisert er "IKKE GODTATT"
- én eller flere komponenter ikke påvist er "IKKE GODTATT"

Denne kvalitative bedømmelsen er basert på den typen prøver som her har vært analysert; - dvs at alle prøver inneholder de samme komponenter, og alle komponenter finnes i ikke ubetydelige mengder i alle prøver. Karakterskalaen over vil da referere seg til hele prøve-serien og ikke til én enkelt prøve.

Nøyaktighet: Her kan det beregnes en indeks (NØYIND) ut fra statistiske kriterier: Avhengig av om sann verdi er kjent benyttes som facit sann verdi eller en beregnet mest sannsynlig verdi. I forhold til den beregnes gjenfinning (GF) (facit = 100%). Nøyaktighet beregnes på

grunnlag av de komponenter som er bestemt. Middelerverdi (GM) for hver av komponentene beregnes. Hvis antall bestemte komponenter er n så

$$NØYIND = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (SQR(GM - 100))^2}{n}}$$

Om formlene: $SQR(x)$ = Kvadratrotten av x

$SQR(x)$ = Kvadratet av x

n

$\sum(x)$ = sum av x når

$i=1$ i går fra 1 til n

i brukes som teller for

komponenter, j for prøver.

Dette er altså et mål for spredning av middelerverdiene i forhold til facit.

Presisjon: Det beregnes en indeks (PRESIND) ut fra gjenfinning. Middelerverdi for hver av komponentene beregnes. Anta k prøver og n komponenter. (Det spiller liten rolle om n er noe forskjellig fra prøve til prøve). GF er gjenfunnet verdi (i % av facit) for en komponent i en prøve.

For hver komponent beregnes Sum of Squares (SS) (bare de prøver som har komponenten bidrar!):

$$SS = \sum_{j=1}^k (SQR(GM - GF))^2$$

Frihetsgrader (DF):

$$DF = \sum_{j=1}^k 1 - 1$$

$$PRESIND = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n SS}{\sum_{i=1}^n DF}}$$

Dette blir da et totalt spredningsmål.

Vurdering av indekser: NØYIND: Valg av grensen på 10% er her foretatt på grunnlag av hva som er rimelig å vente ut fra analytisk tenkemåte. Systematiske feil utover 20% antas å medføre risiko for feilbedømming av arbeidsmiljøet.

NØYIND ≤ 10 : BRA

NØYIND ≤ 20 : GODTATT

NØYIND > 20 : IKKE GODTATT

PRESIND: Valg av grensen på 5% er her foretatt på grunnlag av hva som er rimelig å vente ut fra analytisk tenkemåte. Tilfeldige feil utover 10% antas å medføre risiko for feilbedømming av arbeidsmiljøet.

PRESIND ≤ 5 : BRA

PRESIND ≤ 10 : GODTATT

PRESIND > 10 : IKKE GODTATT

Ved å anvende de oppsatte kriteriene på resultatene fra denne interlaboratoriekontrollen, (XIV), får man følgende tabell :

LAB	KVAL	NØYIND		PRESIND		KARAKTER
A	B	4.14	B	0.35	B	B
B	B	5.53	B	6.40	G	G
C	B	21.90	I	1.08	B	I
D	B	2.66	B	2.20	B	B
E	B	14.99	G	8.15	G	G
F	B	3.46	B	0.84	B	B
G	B	4.44	B	1.24	B	B
H	B	10.15	G	3.32	B	G
I	B	23.10	I	1.12	B	I
J	I	58.85	I	1.70	B	I
K	G	67.52	I	8.21	G	I
L	B	29.77	I	3.03	B	I

Etter å ha mottatt rapportutkast med analyseresultatene, har laboratorium C funnet at de ved analysen av de utsendte prøvene har gjort en feil ved standardtillagingen for etylacetat. Korreksjon av resultatene i henhold til dette ville gi dobbelt så høye konsentrasjoner av etylacetat i forhold til de tidligere angitte resultater, og laboratorium C ville med en slik korreksjon få en nøyaktighetsindeks på 8.02. "Karakteren" for laboratoriet ville i så fall totalt sett bli "Bra".

Som det fremgår av tabellen, ville de innsendte analysebesvarelsene ved bruk av de tidligere beskrevne kriterier medføre at i alt fem laboratorier (C, I, J, K og L) oppnå "karakteren" "Ikke godtatt", tre

(laboratoriene B, E og H) ville få "karakteren" "Godtatt" mens fire laboratorier (A, D, F og G) ville få "karakteren" "Bra".

Vi vil i denne forbindelse presisere at dette kun er ment som en ren "karakterskala", og at hverken deltagelse i eller "karakter" for interkalibreringskontrollene innebærer noen offentlig godkjennelse, eventuelt ikke godkjennelse, av laboratoriet som sådan.

Det har videre vært en klar forutsetning både fra Direktoratet for arbeidstilsynet og de deltagende laboratoriene at det ved offentliggjøring av resultatene alltid gjøres en totalvurdering på bakgrunn av de to siste interlaboratoriekontrollene. Det skal med andre ord "være lov" å gjøre en dårlig runde uten at dette blir tillagt alt for stor betydning.

VEDLEGG

RESULTATTABELLER

A 1.1 - A 1.12

TABELL A 1.1

Analyseresultater for laboratorium A, datert 27.06.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
11	60.6	92.2	86.1	82.3	132	118	1.90 l
38	62.5	95.0	88.6	84.9	136	122	1.95 "
64	57.1	86.7	80.9	77.3	124	111	1.79 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
18	57.5	53.8	49.3	53.5	57.6	39.9
32	38.7	30.6	28.3	57.1	46.3	32.8
38	41.6	31.9	29.4	57.3	47.9	33.1
45	35.2	28.0	25.7	51.0	41.6	30.0
50	34.3	27.6	25.4	50.1	40.8	29.6

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
11	95	100	100	92	102	98
38	95	101	100	92	103	99
64	95	100	100	91	102	98
18	110	110	102	88	96	94
32	107	109	104	92	96	91
38	115	113	108	92	99	92
45	103	105	105	95	97	97
50	100	104	104	93	95	95

TABELL A 1.2

Analyseresultater for laboratorium B, datert 30.06.89

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
17	72.5	101.5	92.5	103	144	122	1.89 l
48	72.5	97.5	92.5	87	135	122	1.71 "
65	66	82	77	87	126	117.5	1.76 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
6	51.5	44.5	44	60.5	55	39
23	37.5	27	26.5	62	44.5	39
29	40	28	26.5	69	51	39
44	32	24.5	23	60.5	43	30
74	31	24.5	23	57	40.5	29

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
17	114	111	108	115	112	102
48	126	118	119	108	116	112
65	111	96	97	105	105	105
6	98	91	91	100	92	92
23	104	96	97	100	92	108
29	111	100	97	111	105	108
44	94	92	94	113	100	97
74	98	93	94	103	90	89

TABELL A 1.3

Analyseresultater for laboratorium C, datert 30.06.89

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
20	58	87	80	101	62	117	1.81 l
55	60	93	85	108	65	124	1.92 "
74	58	87	80	100	61	119	1.79 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
10	50	49	47	65	28	45
24	34	29	27	68	23	37
30	36	28	28	74	23	37
52	34	32	24	65	22	34
84	31	26	24	68	22	34

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
20	95	99	98	118	50	102
55	93	100	98	119	50	102
74	96	100	99	118	50	105
10	95	100	98	107	47	106
24	94	103	99	109	47	103
30	100	100	103	119	47	103
52	100	120	98	121	51	109
84	98	98	98	123	49	104

TABELL A 1.4

Analyseresultater for laboratorium D, datert 22.06.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
6	62.2	91.3	87.4	90.8	122	120	1.90 l
19	56.7	82.5	78.4	82.7	112	111	1.68 "
87	62.8	92.8	87.5	94.3	125	122	1.86 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
1	48.2	48.7	47.0	54.6	53.4	39.2
31	31.6	28.4	27.1	57.1	45.5	33.5
42	32.9	28.0	26.5	58.1	46.9	34.7
51	29.2	26.3	24.8	52.5	41.3	31.2
72	28.8	24.3	22.9	50.4	41.6	31.2

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til
for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
6	97	99	102	101	94	99
19	100	101	103	104	98	104
87	100	103	104	107	99	103
1	92	100	98	90	89	92
31	88	101	100	92	94	93
42	91	100	97	93	97	96
51	86	99	102	98	96	100
72	91	92	94	91	92	95

TABELL A 1.5

Analyseresultater for laboratorium E, datert 30.06.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
47	43	66	58	70	96	80	1.68 l
67	47	69	60	69	99	86	1.72 "
82	55	78	71	74	112	103	1.71 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
2	52	49	53	56	60	43
7	53	47	52	38	59	47
26	35	28	31	54	46	35
48	32	27	29	52	44	32
80	31	28	32	50	44	30

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
47	76	81	76	88	84	75
67	81	83	77	85	85	79
82	95	94	92	92	96	95
2	99	100	110	92	100	101
7	101	96	108	63	98	110
26	97	100	114	87	95	97
48	94	101	119	97	102	103
80	98	106	131	90	97	92

TABELL A 1.6

Analyseresultater for laboratorium F, datert 30.06.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
16	63.0	86.1	81.0	87.5	126.2	113.8	1.89 l
35	58.4	79.7	74.7	79.3	117.5	105.4	1.72 "
43	60.7	83.2	78.0	84.3	122.6	109.7	1.81 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
11	53.2	48.0	45.3	67.8	65.9	42.2
22	36.8	26.8	25.7	68.0	52.7	33.8
34	38.7	28.3	27.3	78.0	57.2	36.2
62	34.3	24.4	23.7	61.4	49.2	29.5
76	36.1	25.7	25.0	59.4	51.9	31.4

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
16	99	94	95	98	98	95
35	101	96	96	98	100	97
43	100	95	95	99	100	95
11	101	98	94	112	110	99
22	100	95	95	110	109	94
34	107	101	100	125	118	100
62	100	92	97	114	114	95
76	115	97	102	107	115	96

TABELL A 1.7

Analyseresultater for laboratorium G, datert 29.06.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
13	57	86	81	77	120	110	1.81 l
34	57	86	81	77	120	110	1.79 "
90	52	80	74	74	111	101	1.65 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
3	48	48	45	60	60	39
14	47	48	45	57	58	39
27	33	29	27	60	48	34
39	34	29	27	61	49	36
46	30	26	24	55	43	31

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
13	93	98	99	90	97	96
34	94	99	100	91	99	97
90	94	100	99	95	99	96
3	91	98	94	99	100	92
14	90	98	94	94	97	92
27	91	103	99	96	99	94
39	94	103	99	98	101	100
46	88	98	98	102	100	100

TABELL A 1.8

Analyseresultater for laboratorium H, datert 30.06.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
30	68.6	99.8	95.0	84.6	157	136	1.97 l
80	58.2	84.4	81.7	65.7	131	116	1.71 "
93	60.4	86.9	83.5	69.2	135	119	1.67 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
8	56.8	50.6	49.9	62.3	65.3	46.6
21	56.7	50.9	50.3	60.8	65.2	45.3
35	38.0	27.8	29.3	62.6	50.3	36.2
47	32.7	25.4	26.4	56.9	43.7	30.8
64	32.5	24.7	26.4	53.7	44.0	34.4

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
30	103	105	106	91	117	109
80	101	102	105	81	113	107
93	107	108	110	88	119	112
8	108	104	104	103	109	109
21	108	104	105	100	109	106
35	105	99	108	101	104	100
47	96	95	108	106	102	99
64	103	93	108	97	97	105

TABELL A 1.9

Analyseresultater for laboratorium I, datert 30.06.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
15	54	74	62	57	98	97	1.85 l
61	54	74	66	57	98	100	1.89 "
69	52	72	62	57	95	94	1.82 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
5	52	52	45	48	58	44
58	35	28	24	46	43	35
59	33	26	23	49	40	29
70	31	27	23	48	40	30
75	32	27	22	48	40	28

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
15	87	83	74	65	78	83
61	85	81	77	64	76	83
69	85	82	75	66	77	81
5	99	106	94	79	97	103
58	103	105	98	86	100	113
59	97	98	94	91	93	93
70	98	102	94	87	89	92
75	102	102	90	87	89	86

TABELL A 1.10

Analyseresultater for laboratorium J, datert 30.06.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve					
Prøve nr.	N-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
27	76.3	93.1	142.0	131.3	1.88 l
29	75.3	90.1	138.8	128.9	1.79 "
57	68.3	84.1	127.8	117.8	1.69 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve				
Prøve nr.	N-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
4	66.8	76.1	66.6	78.0
17	73.3	74.1	73.2	59.5
40	44.9	64.1	52.4	39.8
49	42.9	71.1	50.2	53.8
68	39.9	65.1	47.0	52.9

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
27	120	105	111	110
29	125	107	115	113
57	120	105	111	110
4	127	126	111	183
17	140	122	122	140
40	124	103	108	110
49	126	132	117	173
68	127	118	104	162

Laboratoriet har ikke identifisert cykloheksan og metylcykloheksan, men angir at prøvene inneholdt to komponenter i tillegg til de som er kvantifisert. Laboratoriet mener dessuten å ha påvist xylen og metylenklorid i dosimeterprøvene.

TABELL A 1.11

Analyseresultater for laboratorium K, datert 08.07.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Metylcykloheksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luftvolum
3	55	77	83	221	89	1.48 l
8	74	101	120	308	127	1.99 "
91	70	98	113	258	104	1.65 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve					
Prøve nr.	N-heksan	Metylcykloheksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
15	44	56	89	147	40
28	36	34	82	128	34
33	39	35	234	132	41
43	39	29	88	121	35
81	32	31	272	120	37

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Metylcykloheksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
3	110	115	119	220	95
8	110	112	128	228	101
91	126	131	145	230	99
15	84	116	147	245	94
28	100	125	132	264	94
33	108	129	376	272	114
43	114	119	164	281	113
81	102	127	491	266	113

Laboratoriet har ikke påvist cykloheksan i prøvene.

TABELL A 1.12

Analyseresultater for laboratorium L, datert 03.07.89.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i µg/prøve							
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen	Luft-volum
24	96	106	107	104	131	155	1.85 l
32	104	118	118	110	138	174	2.00 "
50	90	98	101	98	119	153	1.79 "

b) Dosimetre.

Konsentrasjon i µg/prøve						
Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
20	74	66	66	80	77	57
25	74	44	44	78	49	49
56	54	34	34	74	44	41
73	1035	32	35	92	50	53
77	43	42	40	82	83	49

c) Gjenfinnings-% beregnet i forhold til median for kullrør og dosimetre.

Prøve nr.	N-heksan	Cyklo-heksan	Metylcyklo-heksan	Aceton	Etylacetat	Toluen
24	154	118	128	119	104	132
32	154	122	130	117	101	137
50	149	113	125	116	98	135
20	141	135	137	132	128	134
25	205	156	162	125	101	136
56	158	128	139	138	102	132
73	3286	121	143	166	111	162
77	137	159	163	148	184	150