

Tittel: Analyse av løsemidler.  
Interkalibrering (XV).

Forfatter(e): Per E. Fjeldstad  
Merete Gjølstad

Prosjektansvarlig: Cand.real. Per E. Fjeldstad  
Prosjektmedarbeidere Merete Gjølstad

Utgiver (seksjon): Yrkeshygienisk seksjon.

Dato:  
26.03.90

Antall sider:

32

ISSN: 0801-7794

Serie:

1001/90 FOU

**Sammendrag:**

Det er foretatt en interkalibrering i analyse av kullrør og diffusjonsprøvetagere mellom ett dansk, to svenske, to finske og fem 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: 1.1.1-trikloretan, tertiær butanol, etylbenzen, m-xylen, o-xylen, normal butanol og 2-etoksietylacetat.

Stikkord: Interkalibrering,  
Løsemiddelanalyse  
Kullrør  
Diffusjonsprøvetagere

Key words: Interlaboratory trial  
Solvent analysis  
Charcoal tubes  
Diffusive samplers

## INNHALDSFORTEGNELSE

1. SAMMENDRAG. . . . .	2
2. INNLEDNING. . . . .	2
3. MATERIALER OG METODER. . . . .	3
3.1. Generelt. . . . .	3
3.2. Deltagende laboratorier. . . . .	4
3.3. Preparering av prøvene. . . . .	5
3.4. Kullrør. . . . .	5
3.5. Diffusjonsprøvetakere. . . . .	5
3.6. Analysebetingelser. . . . .	8
4. RESULTATER OG DISKUSJON. . . . .	10
4.1. Tillaging av prøvene. . . . .	10
4.2. Samlet vurdering av resultatene. . . . .	11
4.3. Kullrørsanalysene. . . . .	16
4.4. Analyse av diffusjonsprøvetakerne. . . . .	16
5. Kvalitetsbedømmelse av laboratoriene. . . . .	18
5.1. Kvalitativ analyse. . . . .	18
5.2. Nøyaktighet. . . . .	19
5.3. Presisjon. . . . .	19
5.4. Vurdering av indekser. . . . .	20
RESULTATTABELLER . . . . .	22

## 1. SAMMENDRAG.

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

Prøvene ved denne interkalibreringen var ment å simulere avfettings- og lakkeringsarbeid.

Komponentene var 1.1.1-trikloretan, t-butanol, etylbenzen, m-xylene, o-xylene, n-butanol og 2-etoksietylacetat.

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 diffusjonsprøvetakerne enn for kullrørene. Totalt sett har de fleste laboratoriene oppnådd rimelig bra resultater.

## 2. INNLEDNING.

Statens arbeidsmiljøinstitutt fungerer som Arbeidstilsynets landsdelslaboratorium for Østlandsområdet (1.-4. distrikt) og som landets arbeidsmiljøkjemiske referanselaboratorium. Oppgaven som referanselaboratorium medfører blant annet gjennomføring av interkalibreringer av kjemiske arbeidsmiljøanalyser.

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.

Det er flere kommersielle laboratorier som tilbyr analyse av luftprøver med hensyn på løsemidler i Norge. Det er i dag ingen offentlig godkjenning for disse laboratoriene, men de har fått tilbud om å delta i disse interlaboratoriekontrollene. Det er opp til hvert enkelt laboratorium om de ønsker å delta, og deltakelsen innebærer altså ingen offentlig godkjenning av laboratoriet.

Resultatene, i hvert fall for laboratoriene på det norske marked, blir offentliggjort i Arbeidstilsynets tidsskrift "Arbeidervern".

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 diffusjonsprøvetakere (dosimetre) blitt mest vanlig til slike

målinger. Ved Statens arbeidsmiljøinstitutt er det foretatt utprøving av et system for tilføring av kjente mengder løsemidler til diffusjonsprøvetakere. I likhet med den forrige runden omfatter også denne interkalibreringen både kullrør og diffusjonsprøvetakere 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 av typen 3M 3500 og ett ekstrarør til hjelp i den kvalitative analysen. Prøvene var ment å simulere luftprøver fra avfetting og lakkeringsarbeid.

### 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 26. januar 1990 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.
- 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: Åbo regioninstitut för arbetshygien, Tavastvägen 10, SF-20500 Åbo, Finland.
- I: Yrkesmedicinska laboratoriet, Lasarettet, S-22185 Lund, Sverige.
- J: Institutet för arbetshygien, Topeliusgatan 41 aA, SF-00250 Helsingfors, 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 20. februar 1990. Pr. 6. mars 1990 var det kommet svar fra 10 av de 13 laboratoriene;

SI har opplyst at analysen ikke kunne utføres p.gr.a. tekniske vanskeligheter på laboratoriet, Nordisk Analyse Center hadde ikke fått ferdig analysene, mens Chemlab Services ikke har gitt noen tilbakemelding.

### 3.3. Preparering av prøvene.

### 3.4. Kullrør.

Ved tillaging av kullrørsprøvene er det benyttet en standardgassgenerator og en multiprøvetaker 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 kjent luftvolum/tid. Prøvene suges gjennom kullrørene og dysene ved hjelp av en pumpe.

### 3.5. Diffusjonsprøvetakere.

Ved dosering av diffusjonsprøvetakerne er det benyttet samme standardgassgenerator som til kullrørsprøvene. I dette tilfellet ble den koplet sammen med et kammer med plass til 21 prøvetakere av typen 3M 3500 plassert på et stativ inne i kammeret (Fig. 3.2). Gassblandingen ledes inn i bunnen av kammeret og "fordeles" ved hjelp av et motordrevet rotorblad. Dette oppsettet fører til at alle prøvetakerne i kammeret blir utsatt for samme løsemiddelkonsentrasjon.

Ved denne interkalibreringen ble det preparert tre kullrør pluss ett ekstrarør samt fem diffusjonsprøvetakere av typen 3M 3500 til hvert laboratorium. Prøvene ble tilfeldig fordelt mellom laboratoriene. Løsemiddelblandingen bestod av 1.1.1-trikloretan, t-butanol, etylbenzen, m-xylen, o-xylen, n-butanol og 2-etoksietylacetat.

Laboratoriene skulle foreta både kvalitativ og kvantitativ analyse av de åtte prøvene.

Fig. 3.1.  
PRØVETAKER FOR KULLRØR.

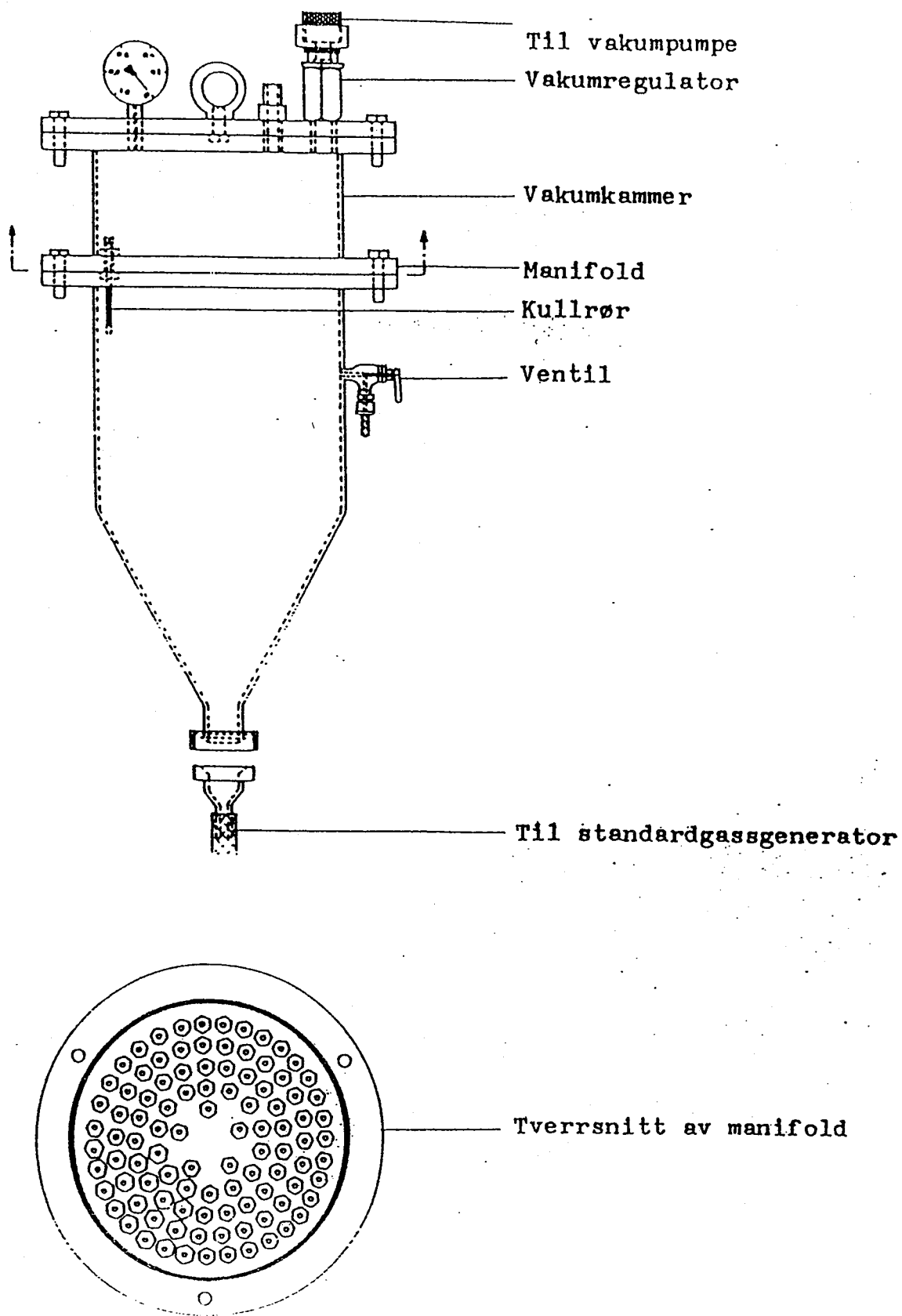
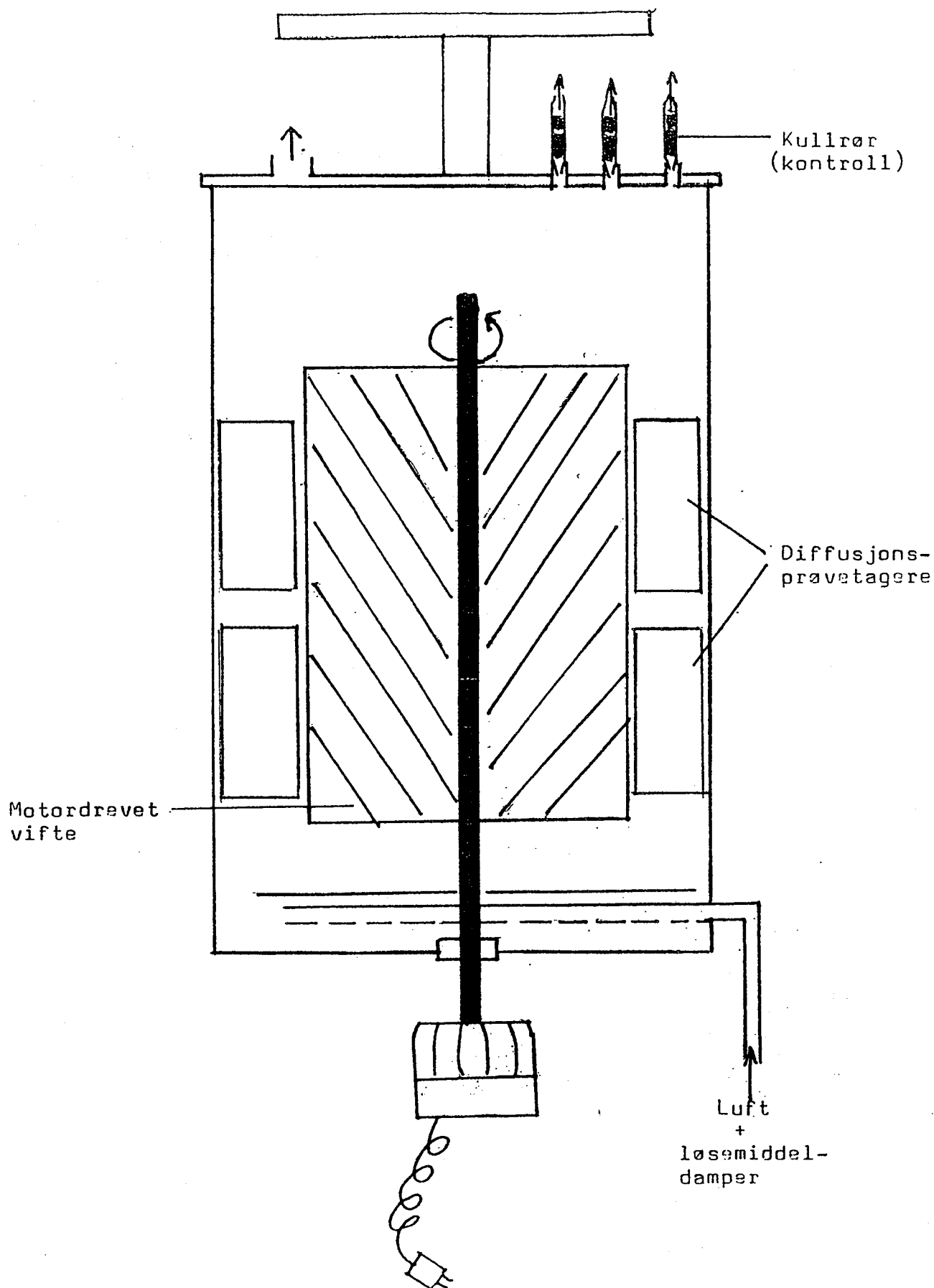


Fig. 3.2.  
SKJEMATISK SKISSE AV DOSERINGSUTSTYR FOR DIFFUSJONSPRØVETAKERE.





### 3.6. 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 (XV)  
Oversikt over eluerings- og analyse-  
betingelser for laboratoriene.

Laboratorium	GC	Detektor	Kolonner	Temp. °C	Eluermiddel
A	HP 5840	FID	(1+3)m 10% CW1500 på Chrom.W 80/100 mesh	89	DMF
B	HP 5840	FID	Carbowax 20M på 80/100 Supelcoport. 20% SP-2100 0.1% CW-1500 Grapac 80/100		CS <sub>2</sub>
D	HP 5880	FID	Forkolonne:0.5m 10% TCEP på 80/100 Chrom. PAW Analysekolonne:1.5m 10% TCEP på 80/100 Chrom.PAW	90	DMF
	Carlo Erba 2150	FID	2m 10% CW400 på 80/100 Supelcoport	70	
E	HP 5890	FID	Supelcowax 60m 0.75µm Supelco SBP 1 60m 0.75µm		CS <sub>2</sub>
F	Perkin Elmer Sigma 4	FID	15% CW 20M på Chrom.W 80/100 10% TCEP på Chrom. PAW 20% SP-2100+0.1% CW-1500 på Supelcoport 100/120	100	DMF
G	Pye Unicam	FID	SE-30 Apiezon L PEG 400	90	CS <sub>2</sub>
				100	
				90	
H	HP 5880A	FID	NB-1701 25m SE-54 25m	35-140	DMF
I	Shimadzu GC-mini 2		25m 0.32mm i.d. Nordion NB-20M, 0.50µm	50-120	CS <sub>2</sub>
J	HP 5890	FID	20m DB-1 0.17mm, 0.4µm	28- 68	CS <sub>2</sub>
O	Carlo Erba Vega	FID	25m Chrompack CP-Sil 8CB 0.32 mm, 1.23 µm	40- 70	CS <sub>2</sub>

#### 4. RESULTATER OG DISKUSJON.

##### 4.1. Tillaging av prøvene.

Ved tillaging av kullrørene til denne interkalibreringen har vi benyttet vår multiprøvetaker. Fordelen med denne er bl.a. at kullrørsprøver til alle laboratoriene blir preparert samtidig under samme betingelser. Da dysene i prøvetakeren ikke er helt likt kalibrert, vil mengden stoff pr. kullrør være litt forskjellig, men luftkonsentrasjonen blir den samme for alle prøver.

Til dosering av diffusjonsprøvetakerne har vi benyttet et kammer med plass til 21 prøvetakere. Dvs. at grupper på 21 av prøvetakerne skal være innbyrdes like, mens det kan være forskjeller mellom hvert oppsett. I dette tilfellet var to av oppsettene for diffusjonsprøvetakere identiske. Det ble i alt laget fire oppsett. Diffusjonsprøvetakerne ble fordelt tilfeldig mellom laboratoriene.

Vår standardgassgenerator gir oss mulighet til å lage meget nøyaktige konsentrasjoner av løsemidler i luft. Det er regnet ut gjenfinningsprosent for 1.1.1-trikloretan, t-butanol, etylbenzen, m-xylen, o-xylen, n-butanol og 2-etoksietylacetat. Slik prøvene var preparert, betyr dette at man får en felles fasit for alle kullrørene, mens det for diffusjonsprøvetakerne blir ett sett fasitverdier for hvert oppsett (à 21 prøvetakere) fra prepareringen idet prøvetakingstidene ikke var presis like.

Luftkonsentrasjonene som diffusjonsprøvetakerne utsettes for, lar seg ikke like enkelt beregne som for kullrør. Det skyldes at diffusjonsprøvetakerne påvirker sammensetningen av atmosfæren ved at de fjerner løsemiddeldampene, men ikke luft (Kullrør fjerner både dampene og luft). Dette blir mer uttalt jo lavere luftvolum hver prøvetaker har tilgjengelig. Ved en lufthastighet på 12.3 l/min og 21 prøvetakere med "sampling rate" 30 ml/min i doseringskammeret vil beregnet konsentrasjonstap i kammeret være

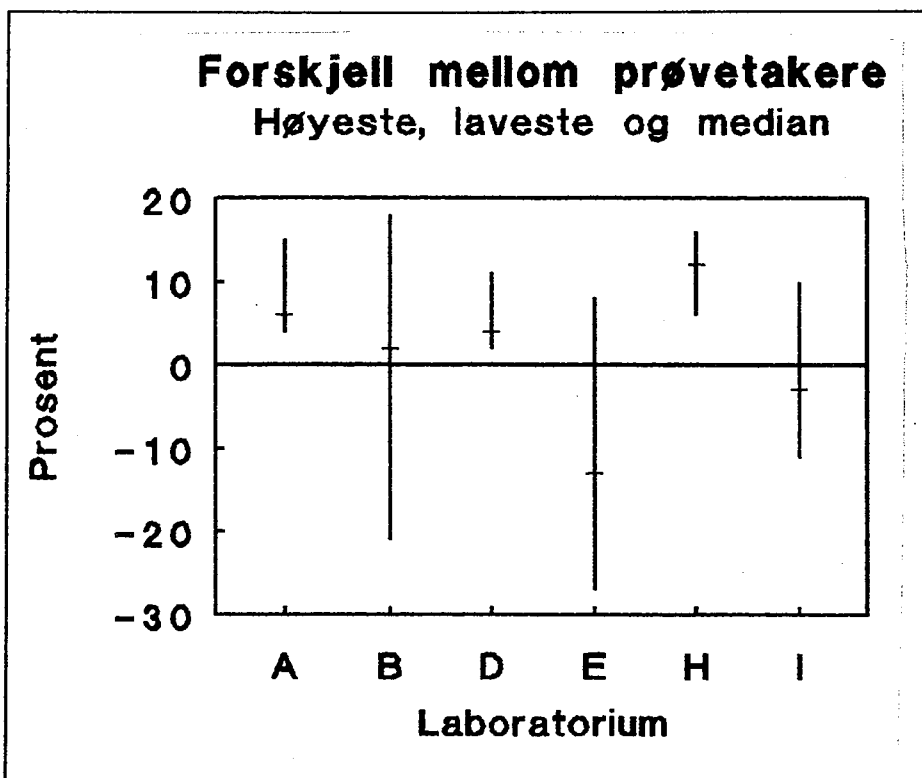


Fig 4.0.

ca. 5 prosent. Innledende laboratorieforsøk med målinger på inngangen og utgangen av doseringskammeret gir resultater av samme størrelse. I figur 4.0 har vi ut fra medianverdiene (interkal. XV) for gjenfinning av hver komponent for hver av prøvetakerne beregnet differansene i prosent av gjenfinning på kullrør. Det er tegnet median og spredning for hvert laboratorium som har analysert alle komponentene. Så langt tyder resultatene på at nøyaktigheten ved analysene er så forskjellige fra laboratorium til laboratorium at resultatene vanskelig kan brukes til å si noe om forskjell i nøyaktighet ved tillaging av kullrør og diffusjonsprøvetakere. Ved rapportering av neste interkalibrering vil vi utdype disse forhold ytterligere støttet av forsøk og beregninger. I denne interkalibreringen er det benyttet samme genererte atmosfære for både kullrør og diffusjonsprøvetakere. Det er ikke tatt hensyn til påvirkningen av diffusjonsprøvetakere på atmosfæren ved beregning av fasit for diffusjonsprøvetakere.

Tabell 4.2 A og B viser henholdsvis beregnede konsentrasjoner i g komponent pr. liter luft for kullrørsprøvene, og i g pr. prøve for diffusjonsprøvetakerne.

TABELL 4.2.A: Fasit for kullrør.

Beregnete verdier angitt som g komponent pr. liter luft.

1.1.1-triklor- etan	Tertiær butanol	Etyl- benzen	M-xylen	O-xylen	Normal butanol	2-etoksi etyl- acetat
137	27.1	31.0	61.5	31.1	57.7	65.4


TABELL 4.2.B: Fasit for diffusjonsprøvetakere.

Beregnete verdier angitt som g komponent pr. prøve.

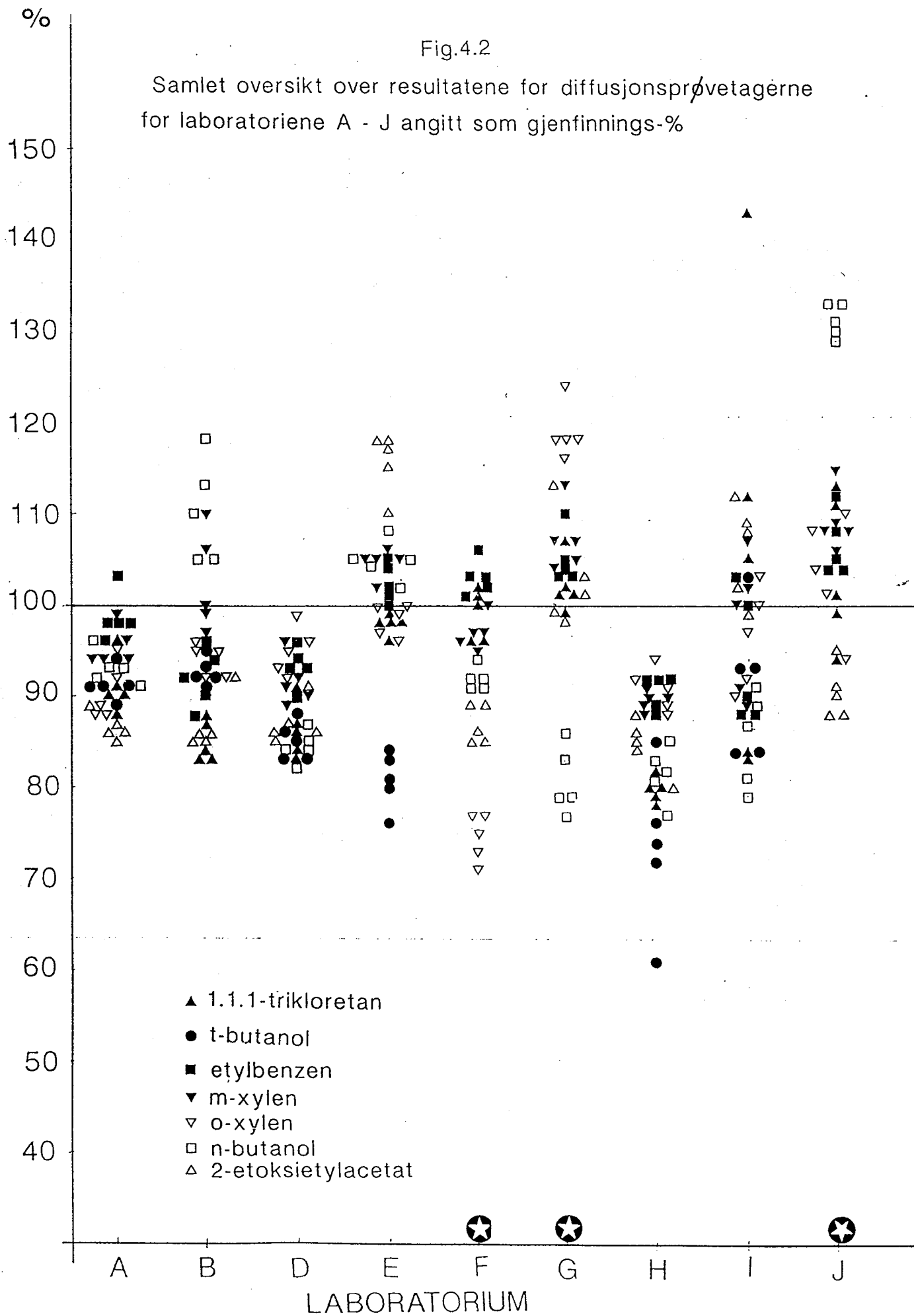
Prøve nr.	1.1.1- triklor- etan	Tertiær butanol	Etyl- benzen	M-xylen	O-xylen	Normal butanol	2-etoksi etyl- acetat
1-42	233	52.6	46.5	92.3	46.7	109	95.5
43-63	246	55.3	49.0	97.2	49.1	115	101
64-75	225	50.7	45.0	89.2	45.1	105	92.2

#### 4.2. Samlet vurdering av resultatene.

Fig. 4.1 og 4.2 viser en samlet oversikt over alle resultatene som gjenfinningsprosent for henholdsvis kullrør og diffusjonsprøvetakere for laboratoriene A, B, D, E, F, G, H, I og J. Resultatene for laboratorium O er ikke tatt med p.gr.a. det relativt store avvik fra fasit for alle prøver og komponenter.

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





Av de ti laboratoriene som har levert analysesvar, har seks foretatt en korrekt kvalitativ analyse.

Laboratoriene F, G og J har henholdsvis ikke identifisert, feilidentifisert og ikke påvist t-butanol. Laboratorium O har i tillegg til ikke å ha identifisert t-butanol, heller ikke bestemt o-xylen og n-butanol. Laboratoriet mener ellers å ha påvist ytterligere seks komponenter i tre av diffusjons-prøvetakerne.

Flere av laboratoriene har påvist mindre mengder dioksan i prøvene. Dette dreier seg om en forurensning (sannsynligvis fra 1.1.1-trikloretan) som ikke var ment som en del av analysen. Vi har derfor sett helt bort fra denne i vurderingen av resultatene.



#### 4.3. Kullrørsanalysene.

Figur 4.1 for kullrørsanalysene viser at laboratoriene A, B, D, E, G, H og I har rimelig bra presisjon og nøyaktighet for alle komponenter. (Gjenfinning: 81% - 118 %).

Laboratorium F har analysert en o-xylenverdi lavt, men har ellers god nøyaktighet og presisjon for de analyserte komponenter. (Gjenfinning: 82% - 107%).

Laboratorium J har noe dårligere presisjon enn de foran nevnte laboratoriene. Spesielt er en av verdiene for henholdsvis n-butanol og 2-etoksietylacetat høye. Forøvrig har laboratoriet utført en rimelig bra kvantifisering av de analyserte komponenter. (Gjenfinning: 87% - 128%).

Laboratorium O har foruten problemer med deler av den kvalitative analysen, bestemt alle konsentrasjonene altfor høyt. (Gjenfinning: 131% - 517%).

Ser man bort fra den lave o-xylenverdien for laboratorium F og de høye verdiene for n-butanol og 2-etoksietylacetat for laboratorium J, kan kullrørsanalysene for laboratoriene A, B, D, E, F, G, H, I og J sammenfattes slik:

Komponent	Gjennomsnittlig gjenfinning	Antall	Range
1.1.1-trikloretan	97%	27	( 87 - 107)%
Tertiær butanol	97%	18	( 86 - 118)%
Etylbenzen	96%	27	( 85 - 115)%
M-xylen	97%	27	( 88 - 105)%
O-xylen	94%	26	( 81 - 115)%
Normal butanol	95%	26	( 82 - 115)%
2-etoksietylacetat	97%	26	( 87 - 107)%

#### 4.4. Analyse av diffusjonsprøvetakerne.

Generelt kan man si at resultatene for diffusjonsprøvetakerne viser noe større spredning enn kullrørsresultatene. Dette kan enten skyldes at prøvetakerne er innbyrdes forskjellige eller forhold ved tillagingsystemet. Ved vurdering av resultatene for

diffusjonsprøvetakerne vil vi derfor stille noe mindre strenge krav til disse resultatene enn til kullrørsresultatene.

Laboratorium F har lave verdier for o-xylen.

Laboratorium H har analysert t-butanol lavt.

Laboratorium I har en høy verdi for 1.1.1-trikloretan. Ved kontakt med laboratorium I kort tid etter at resultatene derfra var mottatt, kom det fram at p.gr.a. integrasjonsproblemer kunne det være ønskelig å korrigere de innsendte resultatene for 1.1.1-trikloretan. En slik korreksjon ville ha redusert trikloretanverdiene. Ved vurdering av resultatene er det gått ut fra de opprinnelig innsendte resultatene.

Laboratorium J har høye verdier for n-butanol.

Laboratorium O har gjennomgående analysert også diffusjonsprøvetakerne svært høyt. (Gjenfinning: 136% - 537%). Laboratoriet mener dessuten å ha påvist seks komponenter utover de som skulle bestemmes i tre av diffusjonsprøvetakerne. Det er imidlertid ikke mulig med STAMI's tillagingssystem å få preparert noen prøver så forskjellig fra de andre i samme oppsettet. Dette må derfor være forurensninger som er tilkommet på et senere tidspunkt.

Ser man bort fra de nevnte enkeltverdiene, kan analyseresultatene for diffusjonsprøvetakerne for alle laboratoriene unntatt laboratorium O sammenfattes i følgende tabell:

Komponent	Gjennomsnittlig gjenfinning	Antall	Range
1.1.1-trikloretan	93%	44	( 78 - 112)%
Tertiær butanol	88%	25	( 76 - 103)%
Etylbenzen	99%	45	( 88 - 112)%
M-xylen	99%	45	( 88 - 115)%
O-xylen	98%	40	( 88 - 124)%
Normal butanol	92%	40	( 77 - 118)%
2-etoksietylacetat	94%	45	( 80 - 118)%

## 5. 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 foreløpig 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 yrkeshygiene konklusjoner. Det foreslås en tredeling i vurderinger :

BRA (B)	: ut fra analytiske kriterier
GODTATT (G)	: ut fra yrkeshygiene og analytiske kriterier
IKKE GODTATT (I)	: ut fra yrkeshygiene 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.

5.1. 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 prøveserien og ikke til én enkelt prøve.

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

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

Om formlene:

$\text{SQRT}(x)$  = Kvadratrotten av x

$\text{SQR}(x)$  = Kvadratet av x

$\sum_{i=1}^n (x)$  = sum av x når  
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 fasit.

5.3. 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 fasit) for en komponent i en prøve.

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

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

Frihetsgrader (DF):

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

$$PRESIND = \text{SQRT} \left( \frac{\sum_{i=1}^n (SS)}{\sum_{i=1}^n (DF)} \right)$$

Dette blir da et totalt spredningsmål.

#### 5.4. 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 kullrørsresultatene fra denne interlaboratoriekontrollen, (XV), får man følgende tabell:

LAB	KVAL	NØYIND		PRESIND		KARAKTER
A	B	2.9	B	1.2	B	B
B	B	7.3	B	4.9	B	B
D	B	7.1	B	2.2	B	B
E	B	10.5	G	3.6	B	G
F	G	9.3	B	2.9	B	G
G	G	7.7	B	0.6	B	G
H	B	6.2	B	3.0	B	B
I	B	7.2	B	3.4	B	B
J	G	8.0	B	10.2	I	I
O	I	265	I	27.1	I	I

Som det fremgår av tabellen, medfører de innsendte analysebesvarelsene at i alt fem laboratorier (A, B, D, H og I) oppnår "Bra", tre laboratorier (E, F, og G) ville få "Godtatt". Laboratorium J kommer så vidt det er utenfor "godtatt-området" på grunn av noe dårligere presisjon enn de andre, mens resultatene fra laboratorium O får "Ikke godtatt" både for den kvalitative og den kvantitative analysen.

Totalt sett må dette sies å være et langt bedre resultat enn ved den forrige interkalibreringen .

Vi vil i denne forbindelse presisere at dette kun er ment som en ren "karakterskala", og at verken deltagelse i eller "karakter" for interkalibreringskontrollene innebærer noen offentlig godkjenning, eventuelt ikke godkjenning, 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. Når det gjelder de norske laboratoriene, kan det imidlertid være verd å merke seg de laboratorier som ikke har levert noe analyseresultat. Direktoratet for arbeidstilsynet har i en kommentar til den forrige interkalibreringsrunden presisert at man for disse laboratoriene ikke har noen dokumentasjon for deres kvalitet med hensyn på denne typen analyser.

VEDLEGG

RESULTATTABELLER

A 1.1 - A 1.10

Tabell A 1.1

Analyseresultater for laboratorium A, Arbejdsmiljøinstituttet i København, datert 12.02.90.

a) Kullrør.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
45	332	68.6	78.6	151	79.3	143	158
63	328	67.7	79.1	154	81.2	142	157
84	270	56.2	65.5	128	66.5	117	128

Luftvolum: Prøve 45: 2.54 l; Prøve 63: 2.51 l; Prøve 84: 2.07 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
24	209	47.7	45.7	88.7	42.8	101	83.3
45	223	50.3	48.2	91.5	43.7	107	87.2
57	221	49.3	47.3	91.1	43.1	105	85.8
60	224	50.1	47.9	91.2	43.3	106	87.1
63	235	51.8	50.4	96.7	46.7	110	89.9

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
45	95	100	100	97	100	98	95
63	95	100	102	100	104	98	96
84	95	100	102	101	103	98	95
24	90	91	98	96	92	93	87
45	88	91	98	94	89	93	86
57	90	89	96	94	88	91	85
60	91	91	98	94	88	92	86
63	96	94	103	99	95	96	89



Tabell A 1.2

Analyseresultater for laboratorium B, Yrkesmedisinsk avdeling, Telemark Sentralsjukehus, datert 19.02.90.

a) Kullrør.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
25	302	68	64	146	73	126	161
29	350	69	65	155	75	138	159
43	349	79	66	147	69	126	160

Luftvolum: Prøve 25: 2.41 l; Prøve 29: 2.47 l; Prøve 43: 2.48 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
7	193	49	42	90	43	114	82
35	194	48	41	91	43	114	82
48	217	51	47	107	47	135	86
51	215	51	45	97	47	130	86
68	188	48	42	94	43	115	85

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
25	91	104	86	99	97	91	102
29	103	103	85	102	98	97	98
43	103	118	86	96	89	88	99
7	83	93	90	97	92	105	86
35	83	91	88	99	92	105	86
48	88	92	96	110	95	118	85
51	87	92	92	100	95	113	85
68	84	95	94	106	96	110	92

Tabell A 1.3

Analyseresultater for laboratorium D, Statens arbeidsmiljøinstitutt, datert 08.02.90.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i g/prøve							
Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
2	348	70.4	77.6	159	82.7	140	158
67	308	62.2	70.5	139	72.9	124	141
86	300	60.7	69.0	136	71.5	120	138

Luftvolum: Prøve 2: 2.77 l; Prøve 67: 2.35 l; Prøve 86: 2.34 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Konsentrasjon i g/prøve							
Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
3	202	45.2	43.7	84.2	43.6	92.5	83.1
22	196	43.6	42.0	82.5	42.8	89.7	82.1
26	201	44.6	43.5	84.8	44.7	91.7	82.6
42	194	43.8	43.4	83.2	44.5	91.0	81.6
71	205	44.6	43.0	85.1	44.5	91.7	83.6

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
2	92	94	90	93	96	88	87
67	96	98	97	96	100	91	92
86	93	96	95	95	98	89	90
3	87	86	94	91	93	85	87
22	84	83	90	89	92	82	86
26	86	85	93	92	96	84	86
42	83	83	93	90	95	84	85
71	91	88	96	96	99	87	91

Tabell A 1.4

Analyseresultater for laboratorium E, SINTEF, datert 20.02.90.

a) Kullrør.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
15	332	60	70	138	64	120	153
38	356	63	78	149	75	128	186
57	288	52	62	124	59	105	136

Luftvolum: Prøve 15: 2.53 l; Prøve 38: 2.67 l; Prøve 57: 2.16 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
27	224	40	47	94	45	113	105
41	229	44	49	97	46	118	113
49	242	45	51	102	49	121	116
58	240	44	50	103	48	117	118
66	222	42	45	93	45	110	109

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
15	96	88	89	89	81	82	92
38	97	87	94	91	90	83	107
57	97	89	93	93	88	84	96
27	96	76	101	102	96	104	110
41	98	84	105	105	99	108	118
49	98	81	104	105	100	105	115
58	98	80	102	106	97	102	117
66	99	83	100	105	100	105	118

Tabell A 1.5

Analyseresultater for laboratorium F, Arbeidstilsynets laboratorium i Kristiansand, datert 05.02.90.

a) Kullrør.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
8	382		78	157	67	139	160
40	355		76	151	62	138	154
89	383		80	159	67	142	166

Luftvolum: Prøve 8: 2.63 l; Prøve 40: 2.60 l; Prøve 89: 2.61 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
6	236		48	90	36	100	82
19	233		47	88	34	100	81
29	223		48	89	33	99	85
44	235		50	94	37	104	90
62	252		52	97	38	108	86

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
8	106		96	97	82	92	93
40	100		94	94	77	92	91
89	107		99	99	83	94	97
6	101		103	97	77	92	86
19	100		101	95	73	92	85
29	96		103	96	71	91	89
44	96		102	97	75	91	89
62	102		106	100	77	94	85

Tabell A 1.6

Analyseresultater for laboratorium G, Arbeidstilsynets laboratorium i Narvik, datert 19.02.90.

a) Kullrør.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
11	356		81	164	93	156	153
16	354		81	164	93	156	152
22	340		77	157	89	150	146

Luftvolum: Prøve 11: 2.62 l; Prøve 16: 2.60 l; Prøve 22: 2.48 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
10	232		48	96	54	84	94
39	236		48	97	55	86	95
55	264		54	110	61	99	114
61	252		51	104	58	95	104
64	228		47	95	53	83	93

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
11	99		100	102	114	103	89
16	99		100	103	115	104	89
22	100		100	103	115	105	90
10	99		103	104	116	77	98
39	101		103	105	118	79	99
55	107		110	113	124	86	113
61	102		104	107	118	83	103
64	101		105	107	118	79	101

Tabell A 1.7

Analyseresultater for laboratorium H, Åbo regioninstitut för  
arbetshygien, datert 07.02.90.

a) Kullrør.

Konsentrasjon i g/prøve							
Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
35	307	56	73	148	71	124	156
80	318	57	75	152	74	128	164
93	290	53	69	139	66	118	151

Luftvolum: Prøve 35: 2.36 l; Prøve 80: 2.35 l; Prøve 93: 2.28 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Konsentrasjon i g/prøve							
Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
16	183	38	41	81	41	88	77
30	187	40	43	82	43	92	82
38	187	39	43	84	44	89	84
52	201	47	45	88	45	95	86
69	177	31	40	80	40	81	77

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
35	95	88	100	102	97	91	101
80	99	90	103	105	101	94	107
93	93	86	98	99	93	90	101
16	78	72	88	88	88	81	80
30	80	76	92	89	92	85	86
38	80	74	92	91	94	82	88
52	82	85	92	90	91	83	85
69	79	61	89	90	89	77	84

Tabell A 1.8

Analyseresultater for laboratorium I, Yrkesmedicinska laboratoriet, Lasarettet i Lund, datert 20.02.90.

a) Kullrør.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
64	317	65	72	141	72	124	170
66	305	69	65	127	65	119	152
87	332	72	76	149	77	128	176

Luftvolum: Prøve 64: 2.44 l; Prøve 66: 2.35 l; Prøve 87: 2.57 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
2	335	49	48	99	48	99	103
15	194	44	41	82	42	86	95
36	197	44	42	84	43	88	98
43	276	57	48	97	48	108	110
74	237	47	45	91	45	97	103

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
64	95	98	95	94	95	88	107
66	95	108	89	88	89	88	99
87	94	103	95	94	96	86	105
2	143	93	103	107	103	91	108
15	83	84	88	89	90	79	99
36	84	84	90	91	92	81	102
43	112	103	98	100	97	94	109
74	105	93	100	102	100	92	112

Tabell A 1.9

Analyseresultater for laboratorium J, Institutet för arbetshygien i Helsingfors, datert 16.02.90.

a) Kullrør.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
69	330		88.2	148	75.3	175	208
82	310		64.6	126	61.1	150	150
90	270		76.3	133	66.5	130	149

Luftvolum: Prøve 69: 2.48 l; Prøve 82: 2.27 l; Prøve 90: 2.27 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Prøve nr.	Konsentrasjon i g/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
4	258		49.1	90.4	48.6	140	87.5
28	235		48.6	101	51.2	143	90.0
33	230		48.3	98.3	43.9	145	84.6
59	230		52.8	105	49.8	149	90.8
75	254		50.1	102	48.4	140	81.5

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etylbenzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksietylacetat
69	97		115	97	98	122	128
82	100		92	90	87	115	101
90	87		108	95	94	99	100
4	111		105	108	104	129	91
28	101		104	109	110	131	95
33	99		104	106	94	133	88
59	94		108	108	101	130	90
75	113		112	115	108	133	88



Tabell A 1.10

Analyseresultater for laboratorium D, Yrkesmedicinska kliniken, Regionsjukhuset i Linköping, datert 20.02.90.

a) Kullrør.

Prøve nr.	Konsentrasjon i µg/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etyl-benzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksi-etylacetat
27	1000		410	660			270
36	910		370	580			240
94	870		360	560			220

Luftvolum: Prøve 27: 2.56 l; Prøve 36: 2.47 l; Prøve 99: 2.57 l

b) Diffusjonsprøvetakere.

Prøve nr.	Konsentrasjon i µg/prøve						
	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etyl-benzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksi-etylacetat
13	640		250	370			160
21	600		230	350			160
37	520		200	300			130
46	660		250	390			170
65	590		230	350			150

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

Prøve nr.	1.1.1-triklor etan	T-butanol	Etyl-benzen	M-xylen	O-xylen	N-butanol	2-etoksi-etylacetat
27	285		517	419			161
36	269		483	382			149
94	247		452	354			131
13	274		537	401			167
21	257		494	379			167
37	223		430	325			136
46	268		509	400			168
65	263		513	393			163

Laboratoriet har som kommentar til rapportutkast gjort oppmerksom på at de angitte xylen-verdier representerer summen av m- og o-xylen.