

Tittel: Referanseløsning til løsemiddelanalysen ved STAMI.

Forfatter(e): Margrethe Brendeford, Kristin Halgard.

Prosjektansvarlig: Per Fjeldstad.

Prosjektmedarbeidere: Merete Gjølstad, Syvert Thorud.

Utgiver (seksjon): Yrkeshygienisk seksjon.

Dato:
27.11.90

Antall sider:
19

ISSN: 0801-7794

Serie:
HD 1012/90 TN

Sammendrag:

For i første rekke å dekke et internt behov for dokumentasjon av STAMI's løsemiddelanalyser, er det laget en referanseløsning av 8 forskjellige løsemidler i dimetylformamid.

Lagringsstabiliteten er testet ved lagring i forskjellige glass og ved varierende temperatur. Resultatene viser en tilfredsstillende lagring ved bruk av ampuller.

En prosedyre for STAMI's intralaboratoriekontroll er også utarbeidet.

Stikkord: Løsemiddelanalyse
Referanseløsning

Key words: Solvent analysis
Reference solution

INNHOLDSFORTEGNELSE

1.	SAMMENDRAG	2
2.	INNLEDNING	3
3.	MATERIALER OG METODER	4
3.1	Kontroll på gjensmelting av ampuller	4
3.2	Valg av løsemidler	4
3.3	Tillaging av standardløsningen	4
3.4	Merking av prøvene	5
3.5	Fordeling av løsningen til lagringsglass	5
3.6	Analysebetingelser	6
4.	RESULTATER	7
5.	KONKLUSJON	7
6.	BESKRIVELSE AV TILLAGING AV ENDELIG STANDARD	8

Vedlegg: Resultat-tabeller og kurver

1. SAMMENDRAG

For å få en bedre dokumentasjon på instituttets løsemiddel-analyser, ble det laget en referanseløsning med et begrenset antall løsemidler.

Innledningsvis ble lagringsstabiliteten ved forskjellige temperaturer og i forskjellige typer glass undersøkt. Lagringsforsøket viser at lagring direkte i prøvevekslerglass er uakseptabelt. Derimot gir lagring i ampuller ved +4 grader C et stabilt resultat over lang tid. Lagring i Pierce-glass kan benyttes ved +4 grader C og ved -20 grader C for en periode på 1 måned.

Som et resultat av undersøkelsene bestemte STAMI å lage en referanseløsning som blir lagret i ampuller, og kjørt som kontroll hver gang vi analyserer prøver.

Resultatene i form av arealer blir satt opp i tabellform, og også fremstilt grafisk for lettere å synliggjøre eventuelle avvik. Vi valgte 1,2,4-trimetylbenzen som en referansekomponent og regnet de andre løsemidlene i standardløsningen i forhold til denne komponenten.

2. INNLEDNING

Prosjektet tok sikte på å komme frem til bedre rutiner for intralaboratoriekontroll av instituttets løsemiddelanalyser. Ved våre løsemiddelanalyser bruker vi Dimetylformamid (DMF) som elueringsmiddel. Vi valgte derfor å lage en referanseløsning med et begrenset antall løsemidler i DMF.

CS₂ ble også vurdert, men av hensyn til brannfaren ved gjensmelting av ampullene ble dette elueringsmidlet forkastet i første omgang.

For å se på lagringsstabiliteten ble løsningen fordelt på 3 forskjellige typer glass: ampuller, Pierce-glass og prøvevekslerglass og lagret ved romtemperatur, i kjøleskap og i fryser.

3. MATERIALER OG METODER

3.1 Kontroll på gjensmelting av ampuller

En $5 \cdot 10^{-4}$ vol/vol løsning av 2-propanol, toluen og 2-etoksietylacetat i DMF (dimetylformamid) ble laget og overført til 5 stk 10 ml ampuller A. Samtidig ble 1.5 ml av løsningen overført direkte i 5 stk prøvevekslerglass B. Ampullene ble smeltet igjen med sveiseflamme. Det tok ca. 5 til 10 sek. pr. ampulle. Ampullene ble knapt lunkne ved "halsmerket".

Deretter ble ampullene åpnet og ca. 1.5 ml av løsningen ble overført med pasteur-pipette til prøvevekslerglass merket A og analysert sammen med prøvevekslerglass merket B.

Resultat: Tabell 1 - Gjensmelting av ampullene -

Konklusjon: Det ser ikke ut til at det skjer noen påviselig avdamping under gjensmelting av ampullene for disse komponentene i DMF.

3.2 Valg av løsemidler

Løsemidlene ble valgt ut slik at de omfatter forskjellige grupper (typer) og forskjellig flyktighet foruten å dekke en stor del av kromatogrammet på de kolonnesystemer vi benytter.

Følgende løsemidler ble valgt for å dekke disse krav:

n-heksan
 1,1,1-trikloretan
 2-propanol
 toluen
 n-butylacetat
 o-xylen
 1,2,4-trimetylbenzen
 2-etoksietylacetat

3.3 Tillagning av standardløsningen

Konsentrasjonen av hver komponent bør være tilnærmet $5 \cdot 10^{-4}$ vol/vol.

Dette svarer til 300 mg i 600 g DMF (dimetylformamid).

Lagringsstandarden inneholdt følgende komponenter i totalt

600 g løsning:	n-heksan	316 mg
	1,1,1-trikloretan	323 "
	2-propanol	321 "
	toluen	315 "
	n-butylacetat	311 "
	o-xylen	308 "
	1,2,4-trimetylbenzen	322 "
	2-etoksietylacetat	323 "

Standarden ble veiet inn i 100 ml E-kolbe med slip.
 Løsningen ble overført til 1 l Sovirel-flaske med skrukork
 og tilsatt DMF til 600 g.
 Begge vektene var kalibrert på forhånd med lodd-sats.

3.4 Merking av prøvene

<u>Sett nr.</u>	<u>Type glass</u>	<u>Lagringssted</u>
1	A = ampulle	R = romtemperatur
2	P = Pierce-glass	K = kjøleskap
.	V = prøveveksler-	F = fryser
.	glass	
19		

Eks. Prøve merket 9VK er et prøvevekslerglass fra sett nr.9
 som har vært lagret i kjøleskap.

3.5 Fordeling av løsningen til lagringsglass

Standarden ble overført til nedkjølt dispenser (10 ml).
 10 ml ble tatt ut i 21 nedkjølte pyrex ampuller og påsatt
 parafilm. Nedkjølingen skjedde i is.
 Ampullene ble smeltet igjen innen 1/2 time i sveiseflamme.

Med den samme dispenser tok vi ut ca. 3.5 ml av standard-
 løsningen i 63 Pierceglass og ca. 1.5 ml i 63 prøveveksler-
 glass.

Prøvene ble lagret mørkt i Pierce- og prøvevekslerglass i
 romtemperatur, kjøleskap og fryser, dessuten i ampuller.
 Ampullene ble lagret i kjøleskap og kjørt som kontroll med
 hvert sett lagrede prøver. Ved analyse ble innholdet i
 ampullen overført til 6 prøvevekslerglass. I alt 12 prøver
 pr. sett.

VIKTIG: Prøvene ble temperert og ristet før uttak og analyse
 på gasskromatograf.

Standarden ble laget mandag og analysert mandag og torsdag i
 uke 1, deretter 1 gang i uken i 8 uker og til slutt ca. 2.
 til 3. hver uke 7 ganger.
 Vi hadde noen uhell med kromatografen derfor ble analysene
 kjørt til litt andre tidspunkt enn planlagt.

3.6 Analysebetingelser

Uttak av prøven: 1.5 ml

Kromatograf: HP 5880 med 2·FID og HP 7671 autosampler

Kolonner:

- Forkolonne: 0.5 m (SS, 1/8") fylt med 10% TCEP på
80/100 Chromosorb PAW

- Analysekolonne: a) 1.5 m (SS, 1/8") fylt med 10% TCEP
på 80/100 Chromosorb PWA

b) 1.5 m (SS, 1/8") fylt med 10% DNP
på 80/100 Chromosorb WHP

Kolonnetemperatur: 90⁰ C

Bæregasshastighet: 20-30 ml/min

Backflushtid: 9.5 min

Totaltid: 45 min

Integratorsystem: Nelson Model 2600 versjon 5.0

4. RESULTATER

Tabellene 2-9 viser lagringsstabiliteten for de enkelte komponentene ved de forskjellige lagringsbetingelsene. Det kommer tydelig frem at prøvevekslerglass ikke kan brukes som lagringsglass og spesielt ikke for de flyktigste komponentene. Standarden lagres i ampuller og eventuell rest fra ampullen i Pierceglass i kjøleskap over kortere tid (ca. 1 mnd.).

5. KONKLUSJON

Ut fra resultatene har vi ved STAMI kommet frem til følgende punkter for intern laboratoriekontroll.

- Lag en endelig standardløsning med de samme stoffene som i lagringsforsøket. (pkt.3.3)
- Konsentrasjonene bør være de samme som i lagringsforsøket.
- Ta vare på alle arealene i en særskilt tabell for hvert stoff.
- Arealene brukes til å finne frem til normer for eget laboratoriearbeid.
- Gjennomsnittsarealene av de enkelte komponentene regnes i forhold til gjennomsnittsarealene av 1,2,4-trimetylbenzen.
- Fremstill arealene fra analysen grafisk.

- Videreutvikling
Lag en løsning på $5 \cdot 10^{-5}$ vol/vol for å få erfaring med lagringsstabiliteten på denne styrken.
Analyseres noen måneder fremover når det er plass i karusellen.

6. BESKRIVELSE AV TILLAGING AV ENDELIG STANDARDLØSNING

300 mg av hver løsemiddelkomponent fortynnet til 600 g gir en løsnng på $5 \cdot 10^{-4}$ vekt/vekt.

P.g.a. stor flyktighet på løsemidlene tilsettes stoffene med sprøyte.

Mengden av tilsatt løsemiddel i μl ble regnet ut fra følgende formel:
$$\frac{300\text{mg}}{\text{tetthet}} = \mu\text{l}$$

Standarden ble veiet inn i 100 ml E-kolbe.

Et utregnet volum av hver komponent tilsettes med sprøyte og flasken veies mellom hver tilsetting. Til slutt veies inn DMF til 50 g. Løsningen overføres til 1 l Sovirelflaske og fortynnes til nøyaktig 600 g med DMF og overføres til pipetteflaske.

Oversikt over mengden av hver komponent i standarden i μl og mg:

	tetthet 20 ⁰ C	μl	mg
n-heksan	0.6594	454	318
1.1.1-trikloretan	1.3376	224	335
2-propanol	0.7855	381	319
toluen	0.8670	346	328
n-butylacetat	0.8825	339	324
o-xylen	0.8802	340	320
1.2.4-trimetylbenzen	0.8758	342	334
2-etoksietylacetat	0.9730	308	333

VEDLEGG

TABELL 1
GJENSMELTING AV AMPULLENE

Kolonne HP6

	2-propanol		Toluen		2-etoksi-etylacetat	
	A	B	A	B	A	B
Prøve						
Gj.snitt	406	406	903	906	298	319
Range	403-409	403-408	899-906	898-914	294-302	297-366

Kolonne HP7

	2-propanol		Toluen		2-etoksi-etylacetat	
	A	B	A	B	A	B
Prøve						
Gj.snitt	765	762	1683	1688	586	576
Range	761-772	757-775	1671-1703	1679-1694	569-610	572-584

Resultatene er oppgitt i enheten:
µvolt/sek. (integratorarealer)

A = løsningen i ampuller

B = løsningen direkte i prøvevekslerglass

5 stk. prøver av A og B

Konklusjon: Det ser ikke ut til at det skjer noen påviselig avdamping under gjensmeltingen av ampullene for disse komponentene i DMF.

TEGNFORKLARING TIL TABELLENE 2 - 9 LAGRINGSFORSØK

PF = Pierceglass i fryseskap

PK = Pierceglass i kjøleskap

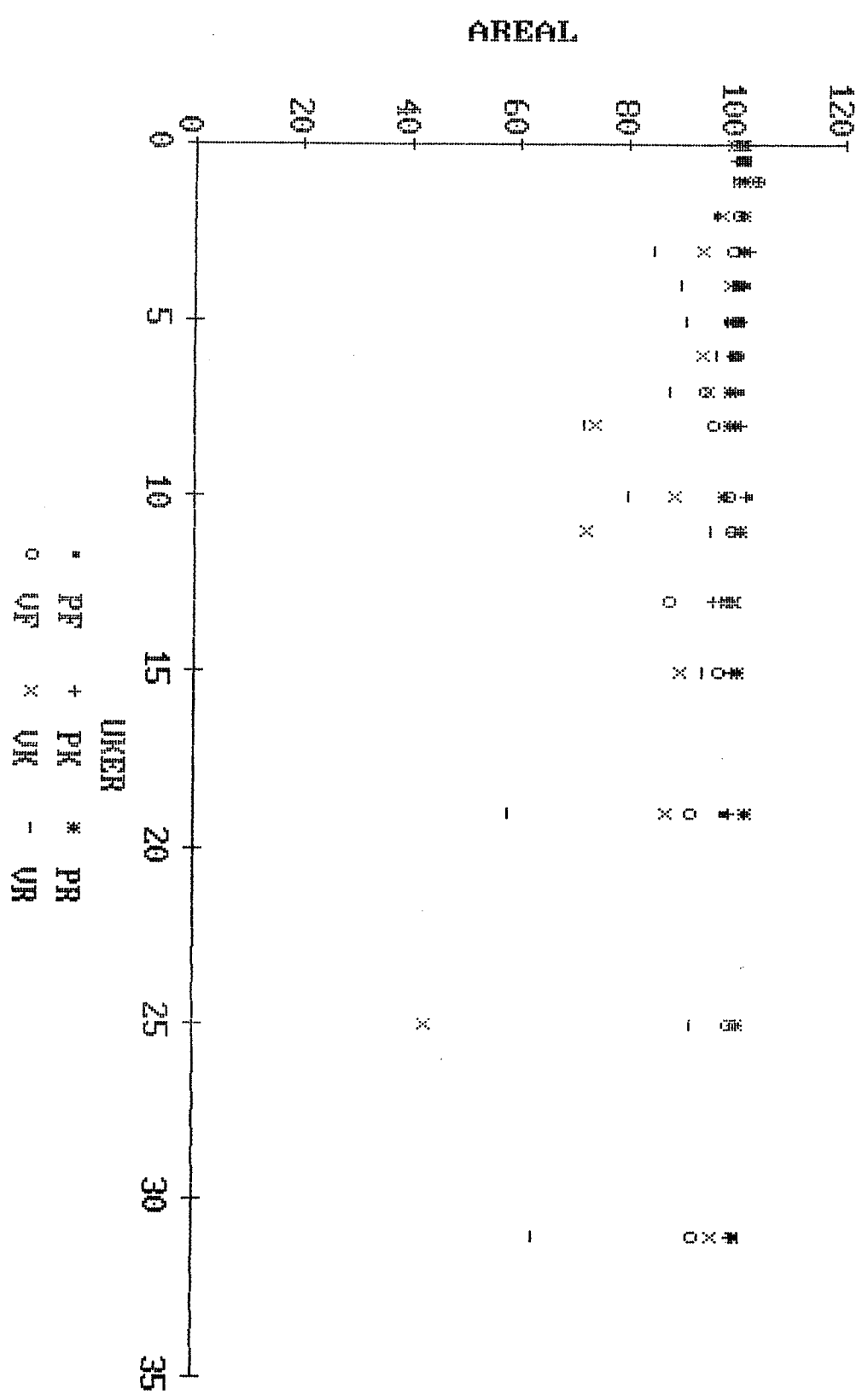
PR = Pierceglass i romtemperatur

VF = Vekslerglass i fryseskap

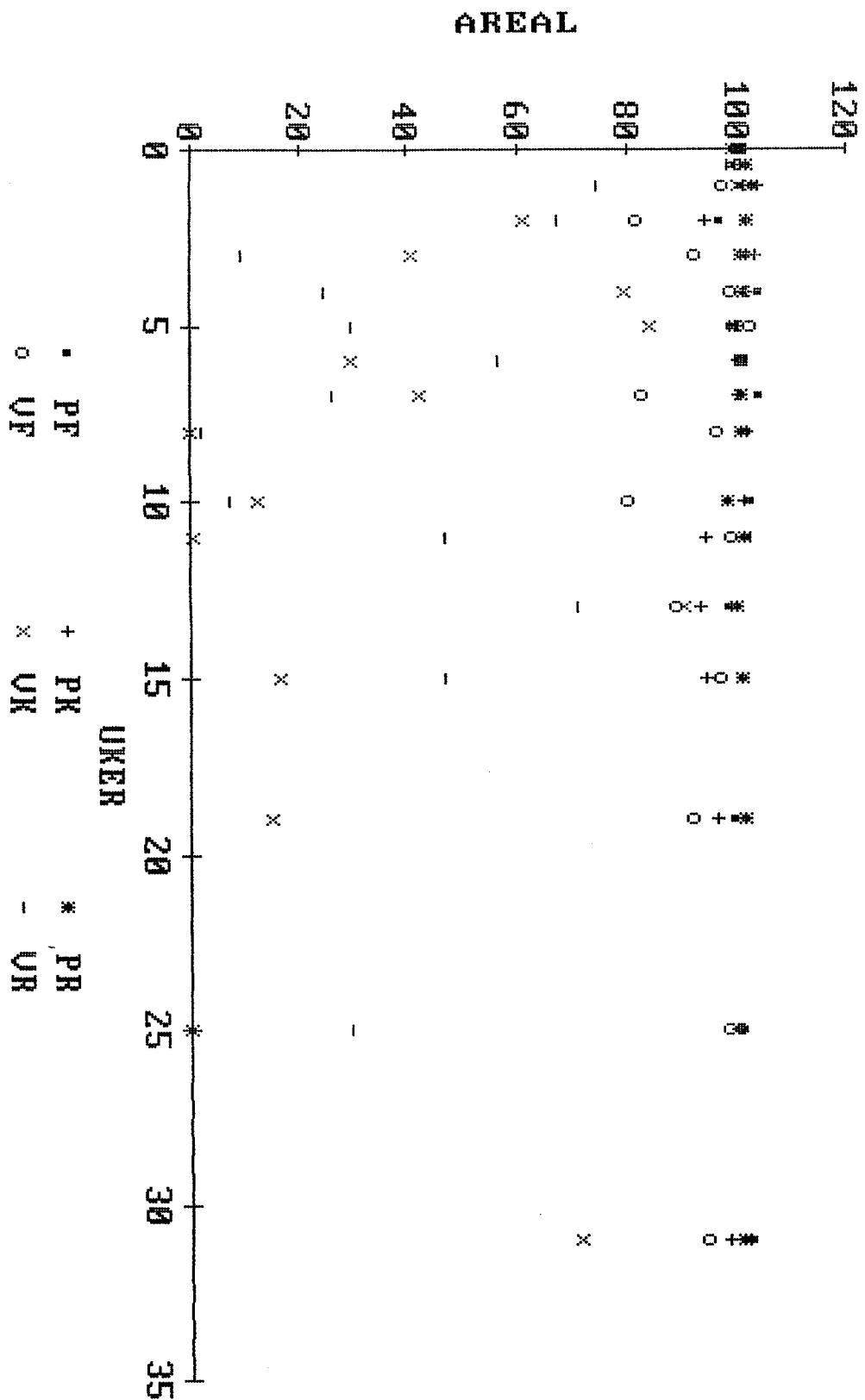
VK = Vekslerglass i kjøleskap

VR = Vekslerglass i romtemperatur

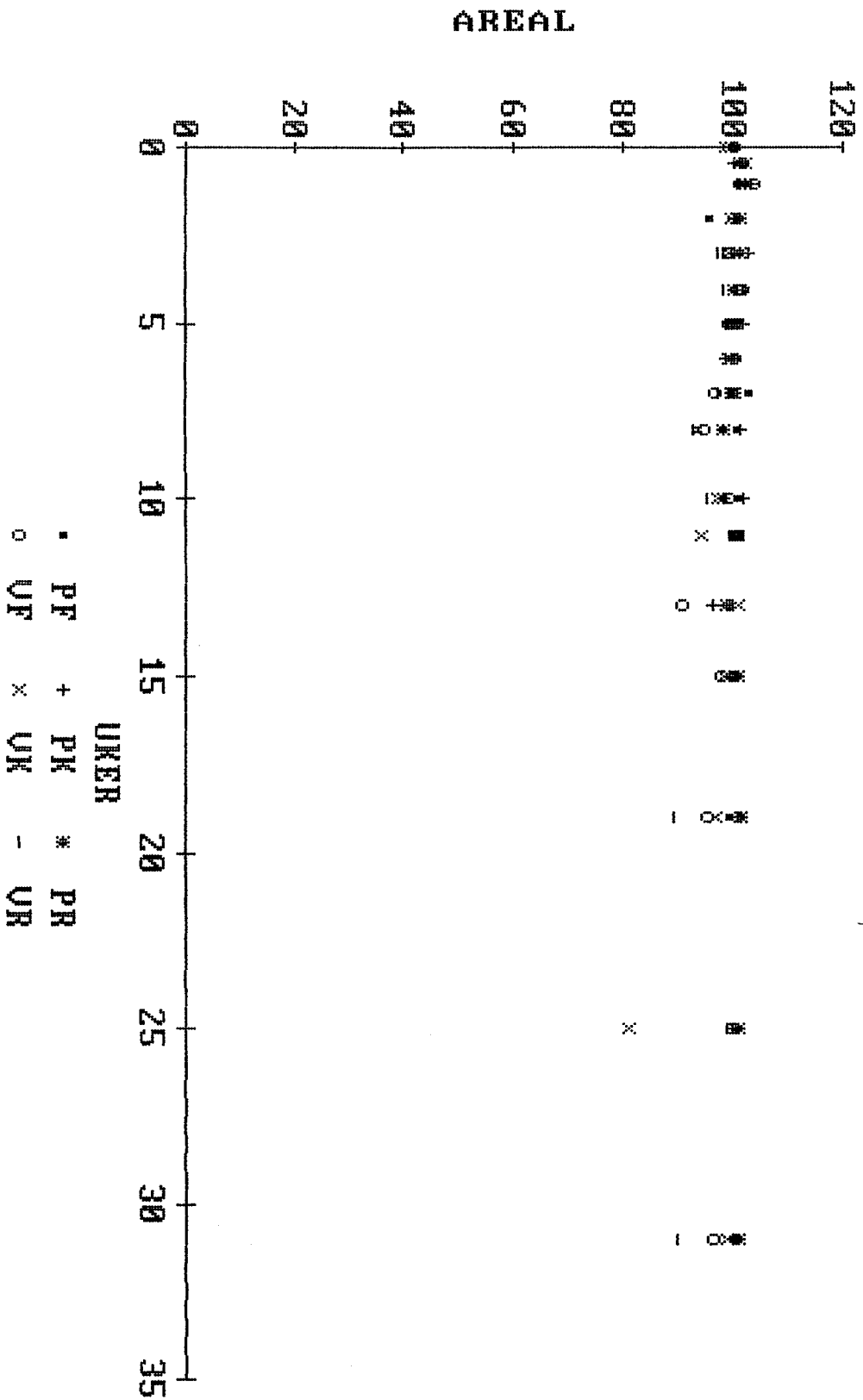
TABELL-3
1,1,1-TRIKLORETAN



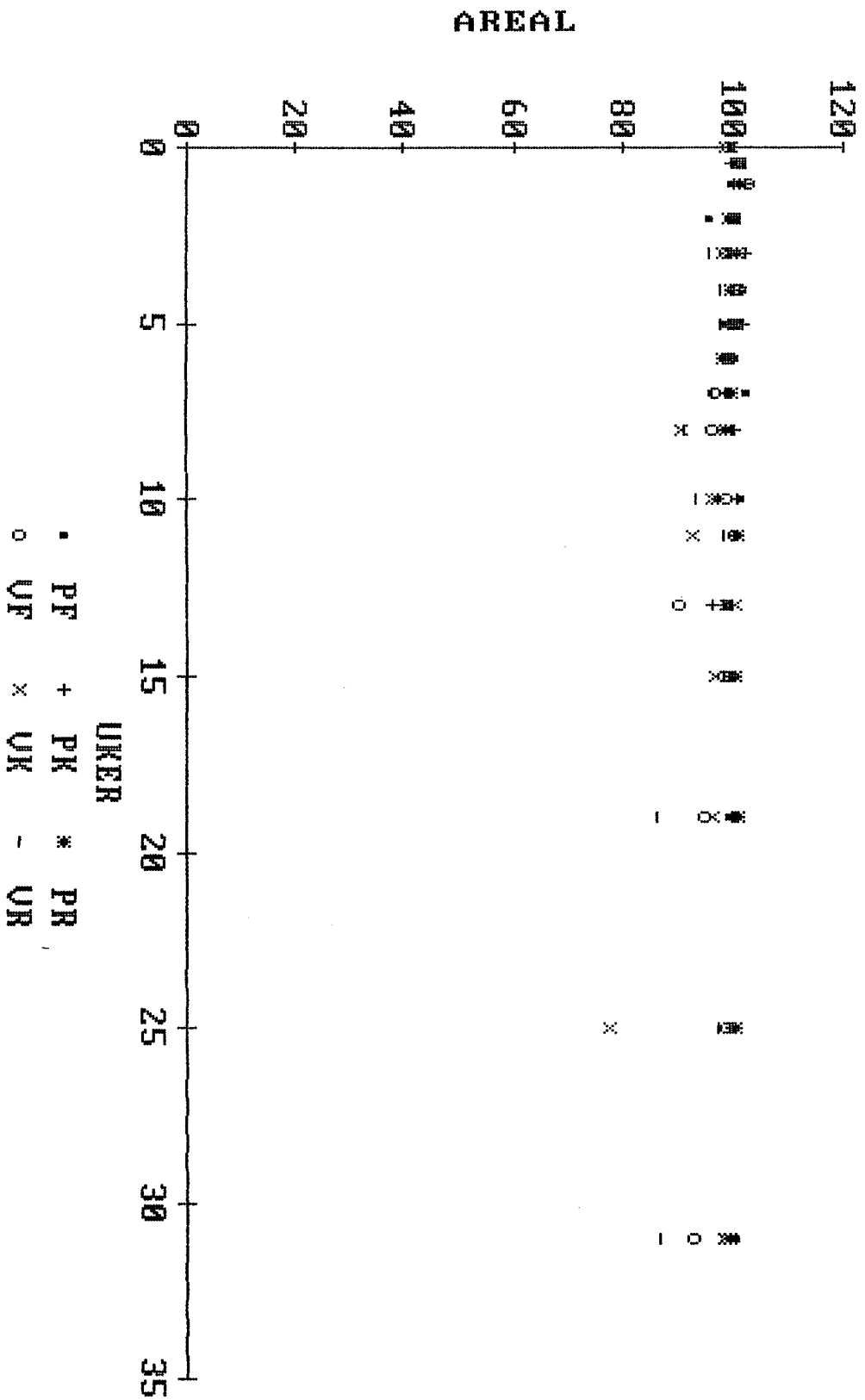
TABELL-2
N-HEKSAN



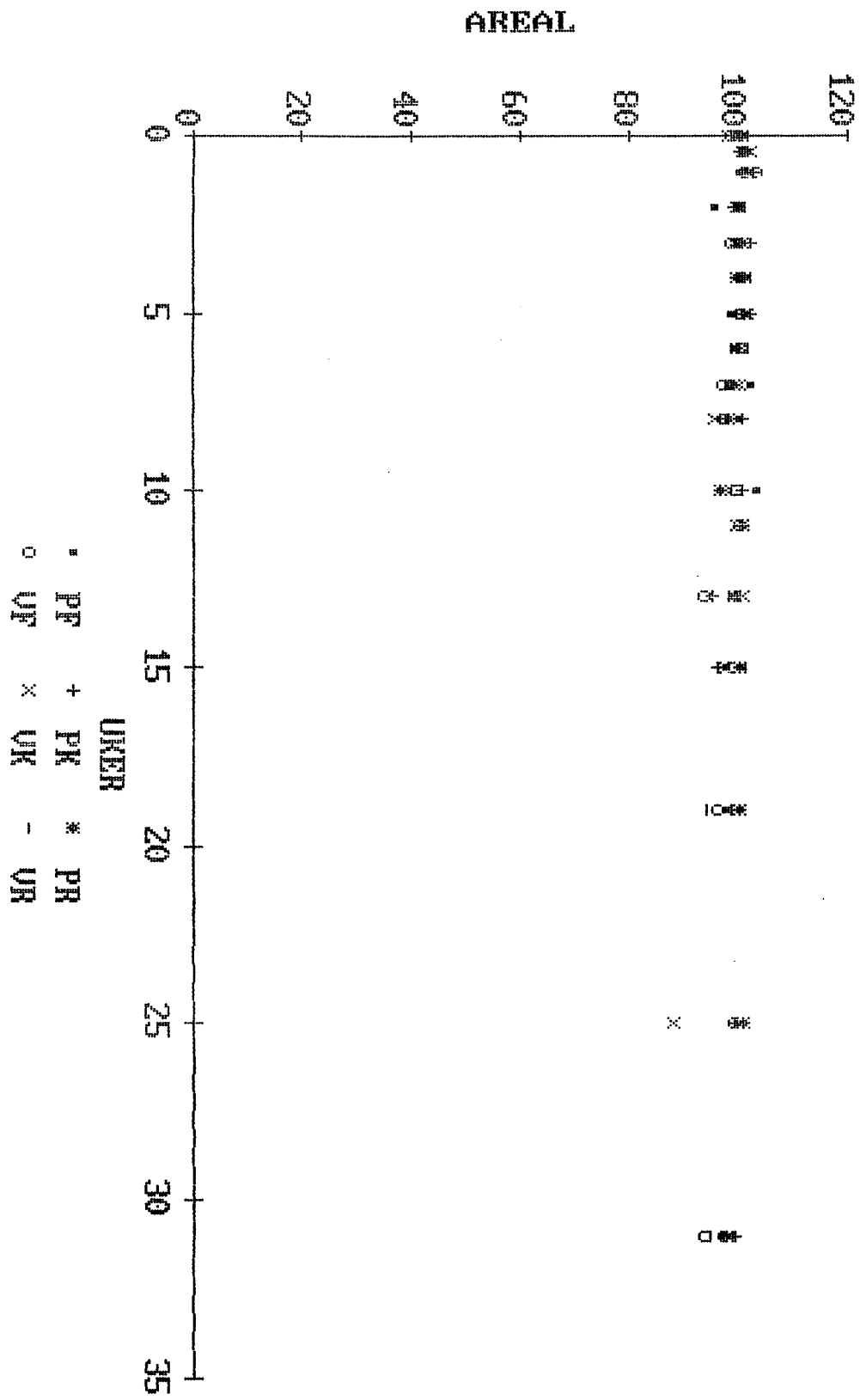
TABELL-4
2-PROPANOL



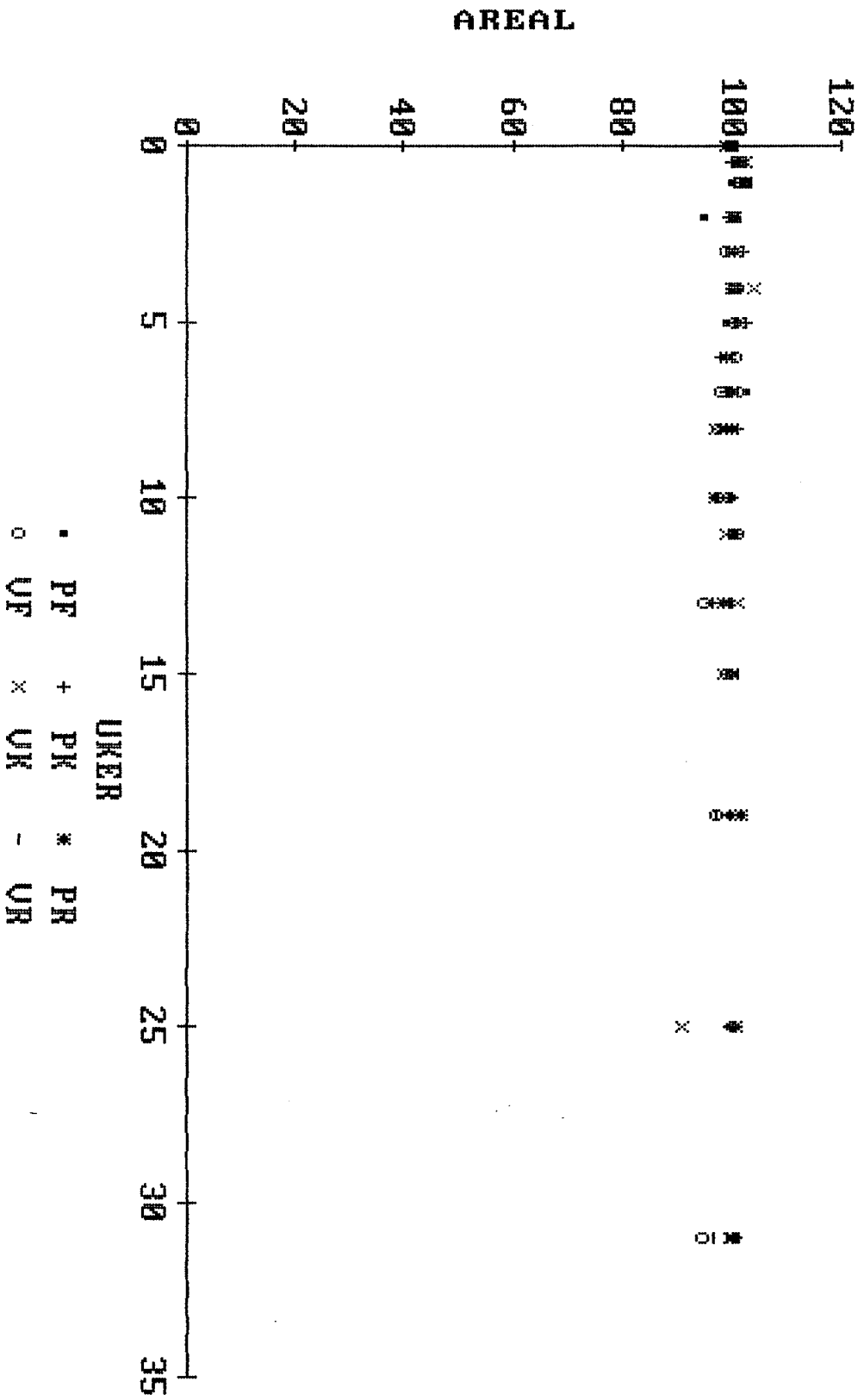
TABELL-5
TOLUEN



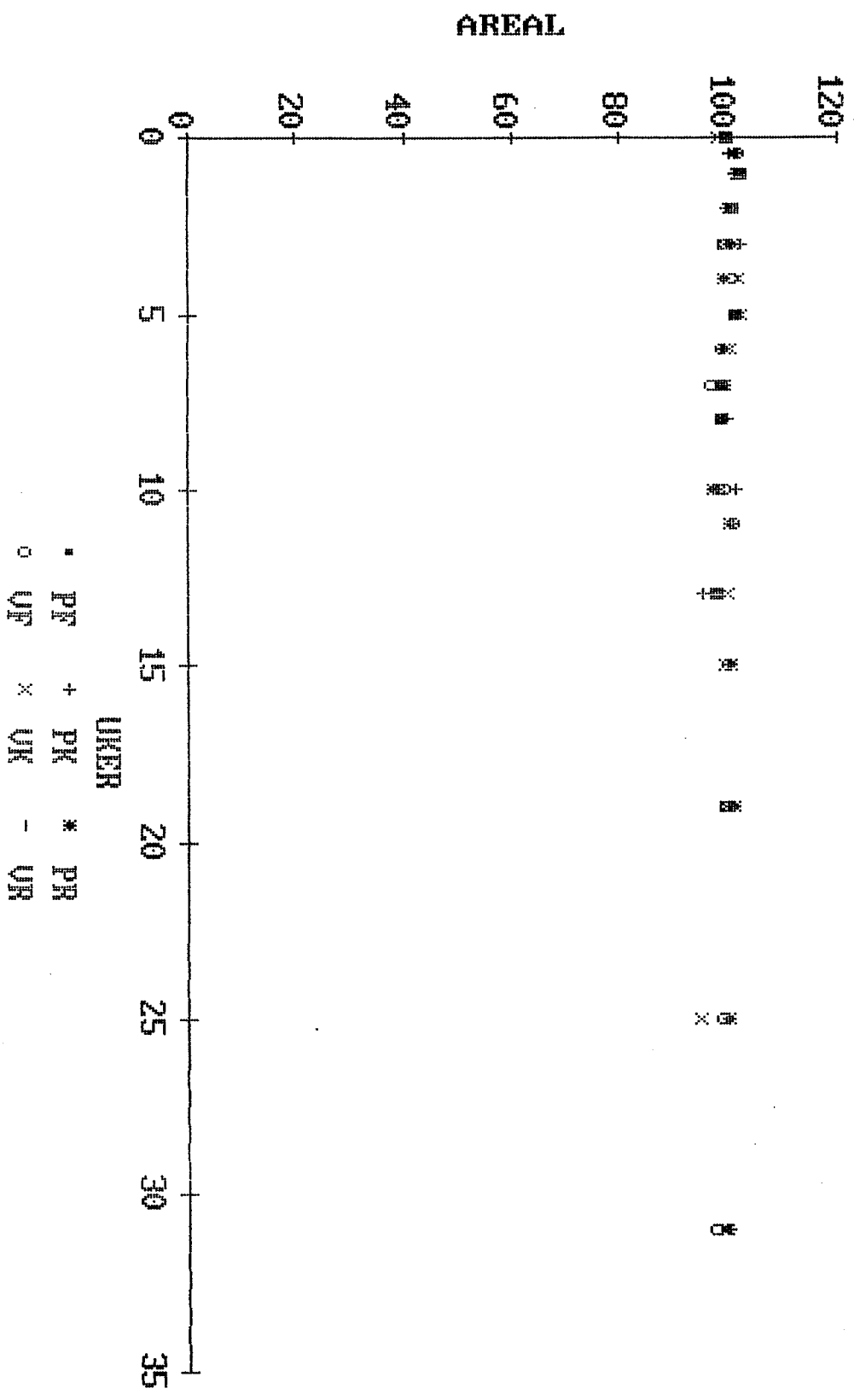
TABELL-6
N-BUTYLACETAT



TABELL-7
O-XYLEN



TABELL-8
1,2,4-TRIMETYL BENZEN



TABELL-9
2-ETOKSIETYLACETAT

