

ANALYSEMETODIKK FOR KVARTS BLANT
NORDISKE LABORATORIER

av

Erik Bye og Sissel Olaisen

HD 883/83

Yrkeshygienisk institutt

1983

ANALYSEMETODIKK FOR KVARTS BLANT
NORDISKE LABORATORIER

av

Erik Bye og Sissel Olaisen

HD 883/83

Yrkeshygienisk institutt

1983

INNHOLDSFORTEGNELSE

	Side
SAMMENDRAG	4
1. INNLEDNING	5
2. INNSAMLING AV ANALYSEPARAMETRE	5
3. RESULTATER	6
3.1 Infrarød spektroskopi	8
3.2 Røntgen pulverdiffraktometri	8
3.3 Filtertyper	8
4. DISKUSJON	10
5. KONKLUSJON	11
LITTERATUR	12
Vedlegg1: Spørreskjema	
Vedlegg2: Oversikt over prøvetakingsmetoder	
Vedlegg3: Oversikt over analyseteknikk for infrarød spektroskopi	
Vedlegg4: Oversikt over analyseteknikk for røntgendiffraktometri	

SAMMENDRAG

Rapporten beskriver resultatene av en undersøkelse om analyseteknikk ved kvartsanalyse blant nordiske laboratorier. Undersøkelsen ble gjennomført i desember 1982, og hadde som formål å kartlegge analyseparametre for infrarød spektrometri (IR) og røntgen pulverdiffraktometri (XRD). Siktepunktet var en interlaboratoriekontroll av kvartsanalyse med reelle prøver og eventuell videreutvikling av en kontroll for direkte analyse av kvarts på filter.

Av ialt 16 deltagende laboratorier er det ni laboratorier som utfører IR-analyse av kvarts. Fem laboratorier benytter KBr-teknikk, fem analyserer på filter, hvorav to laboratorier utfører analysen direkte på støvfilteret.

Av åtte laboratorier som utfører XRD-analyse er det tre som utfører analysen direkte på filter, og fem overfører til annet filter.

Ut fra ulike filtertyper, filterdiametre og prøveareal som benyttes av laboratoriene ved kvartsanalysen anbefaler vi at reelle prøver sendes ut på celluloseacetatfiltre som i den tidligere kontroll administrert av Arbeidsskyddsstyrelsen. Som støvbelagt areal anbefales $1,13 \text{ cm}^2$ (diameter 15 mm).

For direkte analyse på filter anbefales bruk av PVC-filter.

Resultatene og konklusjonen vil bli vurdert i Aerosolgruppen, og retningslinjer for den videre utforming av kvartskontrollen ventes å foreligge i løpet av 1983.

Key words: Interlaboratoriekontroll, kvartsanalyse, reelle prøver, filteranalyse, infrarød spektroskopi, røntgendiffraksjon

INNLEDNING

I 1978 tok Arbetarskyddsstyrelsen i Sverige, Sektion för aerosoler initiativet til en nordisk interlaboratoriekontroll for analyse av kvarts, først og fremst innen arbeidsmiljøområdet. Kontrollen har bidratt til å harmonisere analysemetoder og -teknikker, avdekke problemer knyttet til innarbeidede analyseprosedyrer samt til å bedre kvaliteten på våre kvartsanalyser. Dette arbeidet har også bidratt til utvidet faglig kontakt, kanskje først og fremst for de yrkeshygieniske institusjoner i Norden.

Siden 1978 har de utsendte prøver for kvartsanalyse blitt endret fra rene materialprøver til filterprøver preparert i laboratoriet. Imidlertid har det i de senere år vært et sterkt ønske og et behov for reelle filterprøver. Faktorer som kapasitet og metode for tillagning av et tilstrekkelig antall parallellfiltre har vært begrensende for en slik utvikling.

På siste møte i Aerosolgruppen i Oslo, 8.-9. november 1982 ble det besluttet å gjøre preliminare undersøkelser for en interlaboratoriekontroll av kvartsanalyse med reelle støvprøver, med tanke på videreutvikling til direkte analyse av kvarts på filter.

En slik preliminær undersøkelse vil bestå av

- del 1 - innsamling av analyseparametre fra laboratoriene
- del 2 - utprøving av metode til prøvepreparering
- del 3 - opplegg for interlaboratoriekontrollen

Yrkeshygienisk institutt påtok seg å gjennomføre del 1.

2. INNSAMLING AV ANALYSEPARAMETRE

Spørreskjemaet for innsamling av analyseparametre finnes som vedlegg 1. Skjemaet ble sendt til de nordiske yrkeshygieniske enheter, og derfra distribuert til de laboratorier som deltar i den pågående kvartskontroll.

Kontaktpersoner:

Thomas Schneider, Arbeidsmiljøinstituttet, København, Danmark
Lauri Saarinen, Institutet för Arbetshygien, Helsingfors, Finland
Erik Bye, Yrkeshygienisk institutt, Oslo, Norge
Lennart Lundgren, Arbetarskyddsstyrelsen, Stockholm, Sverige

De 16 deltagende nordiske laboratorier er satt opp i Tabell 1, (s. 6). Lab.nr. refererer til Tabell 2 (s. 9) og vedlegg 2 - 4.

3. RESULTATER

Total oversikt over alle parametre er gitt i tabellform i vedlegg 2 - 4, for henholdsvis prøvetaking og analyse ved hjelp av IR og XRD.

De parametre som er av størst betydning ved utsendelse av reelle prøver, med sikte på direkte analyse på filter er satt opp i Tabell 2 (s. 9).

Tabell 1 Deltagende laboratorier

Lab.nr.	Navn	Adresse
1	Luossavaara-kiirunavaara AB Laboratoriet i Kiruna	981 86 KIRUNA, Sverige
2	Boliden Kemi AB, div. Kemiteknik, avd. analys och miljömätning	Boks 902, 251 09 HELSING- BORG, Sverige
3	Svenska Silikatforskningsinstitutet	Boks 5403, 40229 GØTE- BORG, Sverige
4	Analytica AB	Box 3, 191 21 SOLLENTUNA, Sverige
5	Kema nord, div. industrikemi, forskningssektionen	840 10 LJUNGAVERK, Sverige

Tabell I (forts.)

Lab.nr.	Navn	Adresse
6	Arbetskyddsstyrelsen, FTE	171 84 SOLNA, Sverige
7	Norrköpings Miljö AB	Boks 3035, 600 03 NORR- KÖPING, Sverige
8	Bygghälsan, Arbetshygien, Hans Kirudd	Boks 94, 182 11 DANDE- RYD, Sverige
9	Yrkesmed. klin., Regionsjukhuset	701 85 ØREBRO, Sverige
10	A/S Qvist's Laboratorium Hans P. Jepsen	Marsells Boulevard 169, 8000 ÅRHUS, Danmark
11	Kemisk-Analytisk Laboratorium	Teknologisk Institut, Postboks 141, 2630 TÅ- STRUP, Danmark
12	F.L. Smidt & Co. A/S, Driftslaboratoriet	Vigerslev Allé 77, 2500 KØBENHAVN, Valby, Danmark
13	Arbeidstilsynets Landsdelslab. i Bergen	Postboks 2362, 5012 SOLHEIMSVIK, Norge
14	Arbeidstilsynets Landsdelslab. i Narvik	Postboks 214, 8501 NAR- VIK, Norge
15	Yrkeshygienisk institutt	Postboks 8149 Dep, OSLO 1 Norge
16	Arbeidsmiljøinstituttet	Baunegaardsvei 73, 2900 HELLERUP, Danmark

3.1 Infrarød spektroskopi (IR)

Det er i alt ni laboratorier som utfører kvartsanalyse ved hjelp av IR-metoden, hvorav fem laboratorier benytter KBr-teknikk. Fem laboratorier analyserer kvarts på filter, men bare to analyserer direkte på støvfilteret.

Ett laboratorium innarbeider direkte analyse på filter.

Det er PVC-filtre som benyttes til direkte analyse og støvbelagt areal er i dette tilfelle 0,79 - 8,5 cm².

3.2 Røntgen pulverdiffraktometri (XRD)

Det er åtte laboratorier som utfører XRD-analyse, hvorav tre analyserer direkte på filter og fem analyserer etter overføring av støvet til annet filter.

Tre laboratorier innarbeider direkte analyse på filter. Ved analyse med XRD benyttes mange forskjellige filtre: sølv, celluloseacetat/-nitrat, PVC og polykarbonat.

Ved direkte analyse benyttes celluloseacetat/nitrat- og PVC-filtre. Støvbelagt areal varierer i området 0,65 - 8,6 cm².

3.3 Filtertyper

Følgende filtertyper benyttes ved kvartsanalyse (se s. 10):

Tabell 2. Analyseparametre for kvartsanalyse blant nordiske laboratorier med infrarød spektroskopi (IR) og røntgendiffraktometri (XRD)

Lab.nr.	IR-analyse					XRD-analyse						
	Direkte på filter	KBr-tablett	PVC-filter	Celluloseac.	Filterdiam. (mm)	Prøveareal (cm ²)	Direkte på filter	Polykarbonat	PVC-filter	Celluloseac.	Ag-filter	Filterdiam. (mm)
1										x	12	0.65
2							a					
3							x		x		37	8.55
4							x		x	x	13-37	0.71- 1.77
5							x	x			37	8.55
6		x					a		x	x	13-25	2.8 - 1.1
7			x		37	0.79						
8	x		x		37	7						
9			x		37	0.79						
10		x										
11	x		x		37	8.55						
12										x	13	0.95
13		x	x		15	1.33						
14		x										
15	a	x					a	x			25	1.13
16										x	13	0.72

a) Innfører analyse direkte på filter.

Merke	Type	Materiale	Porestørrelse (μm)
Flototronics		Sølv	0,8
Gelman	VM-1	PVC	5,0
Gelman	DM-450	PVC	0,45
Gelman	DM-800	PVC	0,8
Sartorius		PVC	0,8
Millipore	AAWP	Celluloseacetat/ -nitrat	0,8
Millipore	SCWP	Celluloseacetat/ -nitrat	2,0
Millipore	PVC5	PVC	5,0

Filtre med porestørrelse 5 μm egner seg best ved prøvetaking av kvartsstøv med cyclon.

4 DISKUSJON

Av i alt 16 laboratorier er det seks som analyserer kvarts direkte på filter, hvorav tre med XRD og to med IR. Dessuten innarbeider tre laboratorier direkte analyse med XRD.

Imidlertid, for å gi alle deltagende laboratorier anledning til å delta i en eventuell fremtidig kontroll med reelle prøver bør en ta sikte på å distribuere tilnærmet samme type filtre som benyttes i nåværende kontroll, nemlig celluloseacetat/-nitrat-filtre, 37 mm diameter og 5 μm porestørrelse.

Distribusjon av reelle støvpøver krever en rasjonell metode for tillagning av presise parallellfiltre. YHI tar sikte på å benytte en prøvetaker utviklet ved YHI (ref. 1) for innsamling av opptil 36 filterprøver (m/ cyklon), ref. 2 - 3.

I forbindelse med tilrettelegging av metoder for direkte analyse av kvarts på filter ved hjelp av kombinert IR og XRD, vurderer YHI avskjerming av filteret for å få belagt et areal med f.eks. diameter 15 mm med støv (ref. 4 - 5). Dette bør kunne passe inn i laboratorienes analyseteknikk, og kommersielt filtreringsutstyr er tilgjengelig for tillagning av standarder.

Ved direkte analyse av kvarts på filter peker de gitte opplysninger og erfaringer forøvrig for bruk av PVC-filtre. Dette må imidlertid undersøkes nærmere.

5 KONKLUSJON

Ut fra de foreliggende opplysninger bør:

1. Reelle prøver samlet inn med cyklon på celluloseacetat/-nitratfiltre benyttes til en nordisk interlaboratoriekontroll for kvartsanalyse.
2. Interlaboratoriekontrollen bearbeides videre for tilretteleggelse med reelle prøver for direkte analyse på PVC-filtre.

LITTERATUR

1. Fyri, M. og Thomassen, Y.: "Resultater fra den nordiske interlaboratoriekontrollen av metallanalyser på støvfilter".
Resumé fra 30. Nordiske yrkeshygieneiske møte, Åbo, 12.-14. oktober 1981, side 187.
2. Fjeldstad, P.E., Halgard, K. og Thomassen, Y.: "Interkalibrering av polysykliske aromatiske hydrokarboner - II".
Yrkeshygieneisk institutt, HD 881/83.
3. Eduard, W., Hansen, R. og Thomassen, Y.: "Utprøving av SKC-cykloner".
Yrkeshygieneisk institutt (i arbeid).
4. Habermann, H. og Merseburg, M.: "Enkel rutinanalys av respirabel kvarts - direktemetoden".
Resumé fra 31. Nordiske yrkeshygieneiske møte, Reykjavik, 13.-15. september 1982, side 85.
5. Bruun, R., Bye, E. og Olaisen, S.: "Direkte analyse av kvarts på filter. 1. Infrarød spektroskopi".
Yrkeshygieneisk institutt (under sammenskriving).

Laboratoriets navn:

adresse:

1. Prøvetaking

Utfører laboratoriet prøvetaking av kvartsholdig støv?

JA

NEI

Kryss av

Hvis JA, oppgi data om:

Pumpe - Type:

Filterkasett - Type:

Diameter:

Cyclon - Type:

Filter - Type:

Diameter:

Porestørrelse:

2. Analyse - IR

Kryss av

Analyserer laboratoriet

kvartsholdig støv med infrarød spektroskopi?

JA NEI

Analyseteknikk:

KBr

Filter

Diameter på KBr-tablett:

Deteksjonsgrense med KBr-teknikk ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$):

Filter - Type:

Diameter:

Porestørrelse:

Støvbelagt areal (evt. diameter):

Deteksjonsgrense med filter ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)

3. Analyse XRD

Analyserer laboratoriet

Kryss av

kvartsholdig støv med røntgendiffraksjon

JA NEI

Analyseteknikk:

Direkte på filter

Annet filter

Annen metode

Filtertechnik

Filter - Type:

- Diameter:
- Porestørrelse:
- Støvbelagt areal:

Deteksjonsgrense ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$):

Annen metode

Gi kort beskrivelse av: Prøvepreparering.

Prøveareal.

Deteksjonsgrense.

Kvantitativ analyse utføres med:

Intern standard

Materiale:

Ekstern standard

Materiale:

Annen absorpsjonskorreksjon

(Gi kort beskrivelse)

Integrert intensitet

Målt topphøyde

P R Ø V E T A K I N G

Lab. nr.	Ikke prøvetaking	Pumper				Filterholder			Cyclon	Filter	
		MSA	Dupont	Casella	Rotherches Mitchell Andre typer	Casella	Millipore	Andre diameter mm		Porestørrelse Diameter (µm)	Sartorius Gelman
1	x	x	x ⁷⁾	x ¹⁾	x	x	37	x	x	8	37
2				x ²⁾	x	x	37	x	x	8	37
3										0,8	37
4	x										
5											
6	x	x	x ⁷⁾	x ⁴⁾	x	x	37	x	x	8	37
7		x	x ⁷⁾	x ⁴⁾	x	x	37	x	x	8	37
8		x	x ⁷⁾	x ⁴⁾	x	x	37	x	x	8	37
9		x									
10		x									
11											
12	x			x ³⁾							
13											
14											
15											
16		x	x ⁷⁾ x ⁸⁾	x ⁴⁻⁵⁾ x ⁶⁾ x ⁴⁾ x							

Pumper:

1. Bendix 44
2. Fixt Flo, model 1
3. SKC, 224 og 230

Casella:

4. T 13050
5. T 13350
6. AFC 123

Dupont:

7. P-2500
8. 2000

Filterholder:

9. Bicapa
10. Gelman

11. Fra AMI, Danmark

Lab. nr.	KBr.		Filter			Kvantitativ analyse						
	Diameter i mm KBr.-tabl.	Deteksjons- grense µg/cm ²	Direkte på filter	Gelman DM-450 Gelman DM-800 Gelman VM 1	Diameter i mm Porestørrelse µm Støvbelagt areal cm ² Deteksjons- grense µg/cm ²	Ekstern standard	Integret Intensitet Toppøhde					
1												
2												
3												
4												
5	13	4-5			37	0,45	0,79	3,8				
6					37	5	7	1,4				
7												
8												
9	13	7,5			37	0,45	0,79	~ 6				
10												
11												
12					37	5	8,55	2				
13	13	12			15	0,8	1,33	8-10				
14	13	25										
15	16	5										
16												

Ekstern standard

1. Fylekverts
2. Forshamrakverts
3. DQ 120 Dørenstrup
4. Ren α-kverts

a) Innfører analyse direkte på filter.

Lab. nr.	Direkte på filter	Filter					Kvantitativ analyse										
		Sølv-filter	Millipore AWP	Millipore	SCWP	Gelman DM-800	Nucleopore	Diameter mm	Porrestørrelse µm	Støvbelag areal cm ²	Deteksjonsgrense µg/cm ²	Intern standard	Ekstern standard	Annen absorpsjon	Integreert	Intensitet	Topphøyde
1	x ¹⁾	x					12	0,45	0,65	2-3							
2	x		x				37	0,8	8,55	1				x			x
3	x						13	0,45	0,71	5				x			x
4 2)	x			x			37	8	1,77	10		x ⁴⁾					
5	x					x	37	0,8	8,55	3		x ³⁾					x
6	x ¹⁾						13	2,8	2,8	4		x ³⁾					x
7							25	0,8	1,1	4-5							
8																	
9																	
10																	
11																	
12		x					13	0,45	0,95	10,5							x ⁴⁾
13																	
14																	
15							25	0,8	1,13	4,3							x ³⁾
16		x				x	13	0,45	0,72	2							x ³⁾

1. Innkjøring av metoden

2. Beskrevet annen metode for materialprøver

Intern og eksteri standard

3. Fylekvarts

4. Sølv