

Arbeidsforskningsinstituttene

Arbeidsfysiologisk institutt - Arbeidspsykologisk institutt - Muskelfysiologisk institutt
Yrkeshygienisk institutt

Kontoradresse: Gydas vei 8, tlf. 02/46 68 50

Postadresse: P.b. 8149 Dep Oslo 1

Tittel: Analyse av løsemidler
Interkalibrering (X)

Forfatter(e): Per E. Fjeldstad
Merete Gjølstad

Prosjektansvarlig: Cand. real Per E. Fjeldstad

Prosjektmedarbeidere: Merete Gjølstad

Utgiver (institutt): Arbeidsforskningsinstituttene, yrkeshygienisk seksjon

Dato: 29.01.87 Antall sider: 25

ISSN:

0800-3777

Serie: 937/87

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

Komponentene: White spirit (Exsol D40), n-heksan, n-heptan og n-dekan

Stikkord: Interkalibrering
Løsemiddelanalyse
Kullrør

Key words: Interlaboratory trial
Solvent analysis
Charcoal tubes

INNHALDSFORTEGNELSE

1. SAMMENDRAG

2. INNLEDNING

3. MATERIALER OG METODER

3.1 Generelt

3.2 Deltagende laboratorier

3.3 Preparering av prøvene

3.4 Analysebetingelser

4. RESULTATER OG DISKUSJON

4.1 Behandling av analyseresultater

4.2 Samlet vurdering av resultatene

Vedlegg: Resultattabeller

1. SAMMENDRAG

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

Komponentene var white spirit (Exsol D40), n-heksan, n-heptan og n-dekan.

Ved interkalibreringen er en prøvetaker for 100 parallell-prøver benyttet. Valg av komponenter i prøvene er foretatt som en direkte oppfølging av den forrige interkalibreringen for løsemidler, der resultatene bl.a. tydet på at alle laboratoriene beregnet konsentrasjonen av white spirit for lavt.

Laboratoriene fikk derfor denne gang opplyst hvilke stoffer som var på rørene og skulle bare foreta en ren kvantitativ analyse.

2. INNLEDNING

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

Ved siden av Arbeidstilsynets landsdelslaboratorier deltok fra Norge også SINTEF og Yrkesmedisinsk avd. ved Telemark Sentralsjukehus. Fra de andre nordiske land deltok Arbejdsmiljøinstituttet i København, Arbetarskyddsstyrelsen i Stockholm, Yrkesmedicinska kliniken i Lund og de finske regioninstituttene for arbetshygien i Kuopio og Lappeenranta.

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

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 offentlig pålegg.

Ut fra resultatene kan vi kunne finne ut:

1. Hvilken nøyaktighet og presisjon den anvendte metode har.
2. Om et laboratorium analyserer en eller flere komponenter "galt".
3. Om et laboratorium analyserer mer eller mindre presist enn de andre.
4. Ved sammenligninger finne ut hvor i analyseprosedyren man bør foreta forbedringer, dvs. utnytte erfaringer fra alle de deltakende laboratorier.

3.2 Deltagende laboratorier

Ved denne interkalibreringen ble prøver sendt ut den 9.juni 1986 til følgende laboratorier:

- A: Arbejdsmiljøinstituttet, Baunegårdsvej 73,
2900 Hellerup, Danmark.
- B: Telemark sentralsjukehus, Yrkesmedisinsk avdeling,
Sverresgt.28,3900 Porsgrunn.
- C: Arbeidstilsynet, 8.distrikt,Postboks 2362,
5012 Solheimsvik.
- D: Yrkeshygienisk institutt, Postboks 8149 Dep.
0032 Oslo 1.
- E: SINTEF, 7034 Trondheim-NTH.
- F: Arbeidstilsynet, 6.distrikt,Postboks 639,
4601 Kristiansand S.
- G: Arbetarskyddsstyrelsen, Arbetsmedicinska avdelingen,
171 84 Solna,Sverige.
- H: Arbeidstilsynet,11 distrikt ,Postboks 214,
8501 Narvik.
- I: Kuopio regioninstitut för arbetshygien,Box 93,
SF 70701 Kuopio, Finland.
- J: Yrkesmedicinska laboratoriet, Lasarettet i Lund,
Sverige.
- K: Lappeenranta regioninstitut för arbetshygien,
Box 175,SF-53101 Lappeenranta, Finland.

3.3 Preparering av prøvene

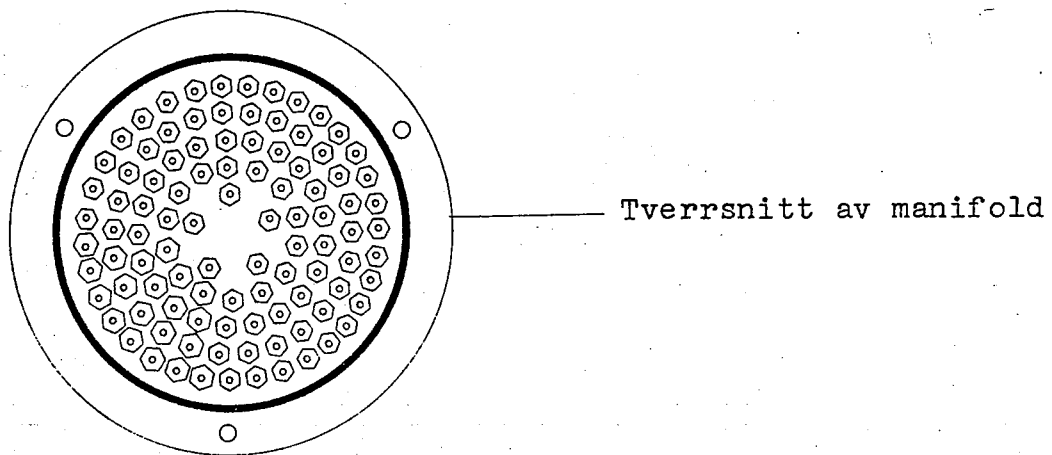
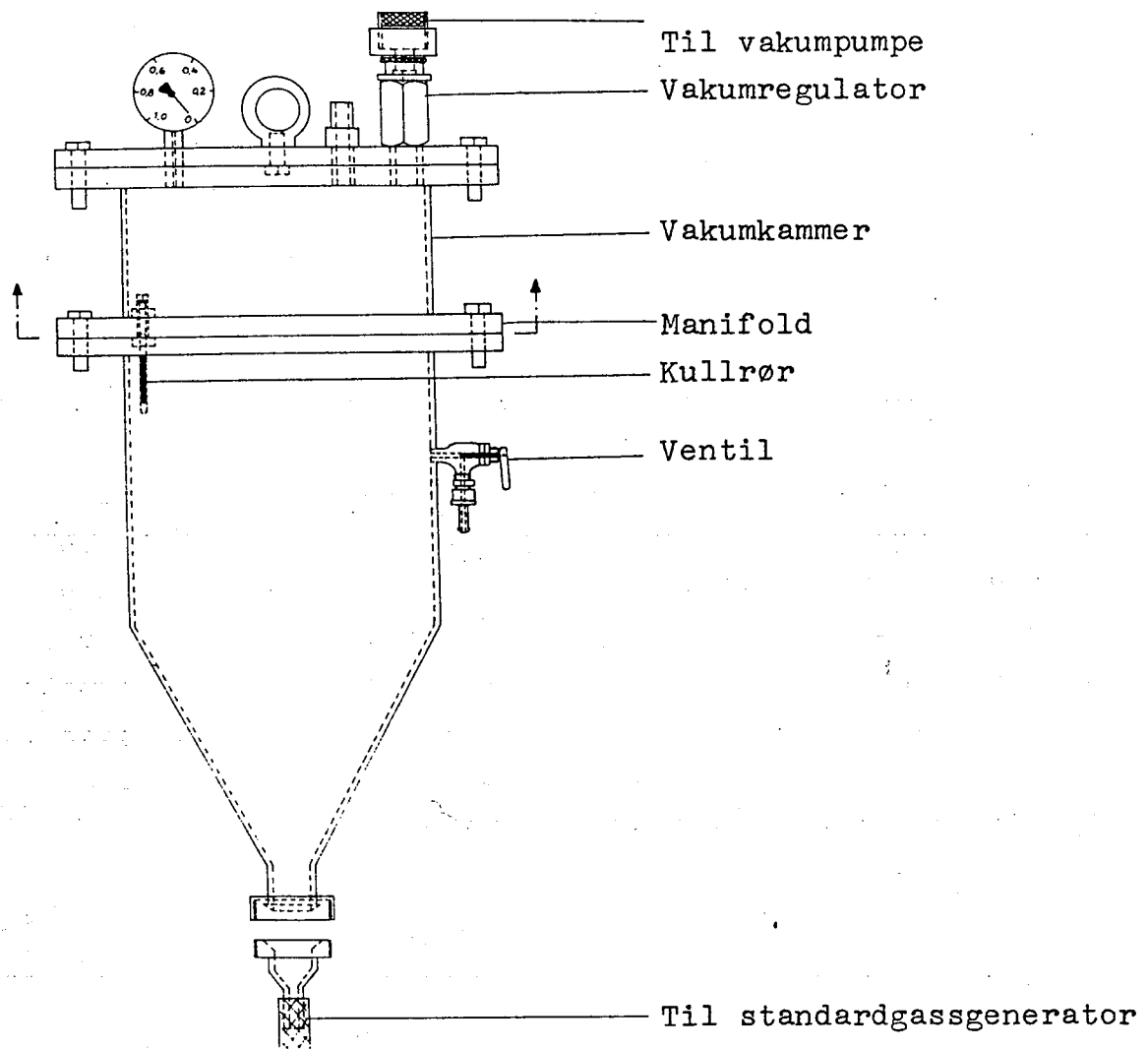
Ved tillaging av kullrørsprøvene ble det benyttet en standardgassgenerator og en multi prøvetaker med 100 dyser tilpasset kullrør (se fig. 3.1). Standardgassgeneratoren arbeider etter følgende prinsipp: En væskeblanding med kjent sammensetning blir ved hjelp av en motordreven sprøyte tilført et oppvarmet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

Resultatene fra den forrige runden av interkalibreringer for løsemidler tydet på at alle laboratoriene analyserte white spirit for lavt. Ved denne interkalibreringen ble det preparert seks rør til hver laboratorium. Tre av rørene ble typ påsatt en blanding av alifatene n-heksan, n-heptan på n-dekan, og tre inneholdt en alifatisk white spirit av typen Exsol D40. Da man her spesielt ønsket å se nærmere på den kvantitative delen av analysen, fikk laboratoriene i utgangspunktet vite hvilke komponenter/stoff som fantes på rørene.

3.4 Analysebetingelser

En av hensiktene med interkalibreringene er å sammenligne de rutinemessige analyseprosedyrene ved de forskjellige laboratoriene. Følgelig blir det ved utsendelsen av prøvene ikke anbefalt noen analysemetode, men laboratoriene er generelt oppfordret til å la prøvene gå inn i den normale analyserutinen. Både eluering av kullrørene og de gass-kromatografiske betingelsene varierer en del. I tabell 3.1 finnes en oversikt over analysebetingelsene.

Fig. 3.1 PRØVETAKER



Tabell 3.1 - INTERKALIBRERING (X)

Oversikt over eluerings og analysebetingelser for de deltagende laboratorier.

Laboratorium	GC	Detektor	Kolonner:	Temp. ^o C	Eluer. middel
A	HP 5880	FID	Exsol D40: Forkolonne:1,5m 12% TCEP på Chrom P,60/80 mesh Analysekolonne:2m 12% TCEP på Chrom P,60/80 mesh	84	DMF
	HP 5720	FID	C ₆ -C ₇ -C ₁₀ : Forkolonne:1,5m 10% TCEP på Chrom P,60/80 mesh Analysekolonne:2m 12% DNP på Celite 100/120 mesh	81	DMF
B	HP 5880A	FID	20% SP 2100/0,1% CWAX 1500 på 100/120 Supelco- port		CS ₂
C	Perkin- Elmer Sigma 4	FID	10% FFAP på 80/100 chromosorb WAW 1.5 ss	EXSOL D40 80 C ₆ -C ₇ -C ₁₀ 70	CS ₂
D	HP 5880	FID	10% TCEP på 80/100 Chromosorb PAW (stålkolonne)	90	DMF
E	HP 5890	FID	20% SP 2100/0,1% CWAX DB 5,0,53 mm,15 m fused silica		CS ₂

Oversikt over eluering og analysebetingelser
for de deltagende laboratorier.

Laboratorium	GC	Detektor	Kolonner:	Temp. ⁰ C	Eluer. middel
F	Perkin-Elmer Sigma 4	FID	Exsol D40: 2m 15% CWAX 20M på Chromosorb W, 80/100	100	CS ₂
			C ₆ -C ₇ -C ₁₀ : 2M 20% SP 2100/0.1% CWAX 1500 på Supelcoport 100/120	100	
G	HP 5790		50m metylsilikon kvartskolonne, id 0.2 mm, f.t. 0,5 µm.	2 ⁰ /min. fra 45	CS ₂
H	Pye-Unicam	FID	FFAP	90	CS ₂
			(Peg 400)	85	
I	HP 5880	FID	50 m CWAX 20M	50 i 5min 2 ⁰ /min til 110	CS ₂
J	Shimadzu GC-Mini2		20 m Chrompack 57 cb id. 0.32mm, f.t. 1.3 µm	45	CS ₂
K		FID	2m 10% CWAX 20M/2%KOH	70	DMF

4. RESULTATER OG DISKUSJON

4.1 Behandling og analyseresultater

Det er regnet ut gjenfinningsprosent for n-heksan, n-dekan xsol og eD40 for laboratoriene.

4.2 Samlet vurdering av resultatene

Ved denne interkalibreringen er vår multiprøvetaker benyttet. Fordelen med denne er at kullrørsprøver til alle laboratoriene ble preparert samtidig under samme betingelser. Da dysene i prøvetakeren ikke er helt likt kalibrert vil mengden stoff pr. kullrør være litt forskjellige, men luftkonsentrasjonen er den samme som for alle prøver. Tabell 4.2 viser facittabell.

4.2 FACITTABELL

Oversikt over beregnede konsentrasjoner i ug komponent/l luft:

Exsol D40	N-heksan	N-heptan	N-dekan
362	101	104	111

Fig 4.1 viser en samlet oversikt over alle resultatene som gjenfinnings-%.

Ett laboratorium har ikke analysert rørene med white spirit med begrunnelse at de ikke hadde den aktuelle type white spirit.

For et av laboratoriene (E) er det én av prøvene som ved analysene har gitt et markert lavere resultat for alle komponentene enn i de to tilsvarende prøverørene. Det er derfor mulig at noe har gått galt ved preparering av denne prøven. Resultatet av denne vil derfor ikke bli tatt i betraktning ved den samlede vurdering av resultatene.

For ett av laboratoriene ligger alle analyseresultatene altfor høyt.

Et annet laboratorium har analysert white spirit alt for høyt, mens svarene for alifater bare er noe forhøyet i forhold til fasit.

Ett laboratorium har markert lavere verdier for white spirit enn de andre laboratoriene.

Sju av laboratoriene har en rimelig bra gjenfinning av white spirit exsol D40 i forhold til fasit (Gjenfinningsprosent 86%-111%).

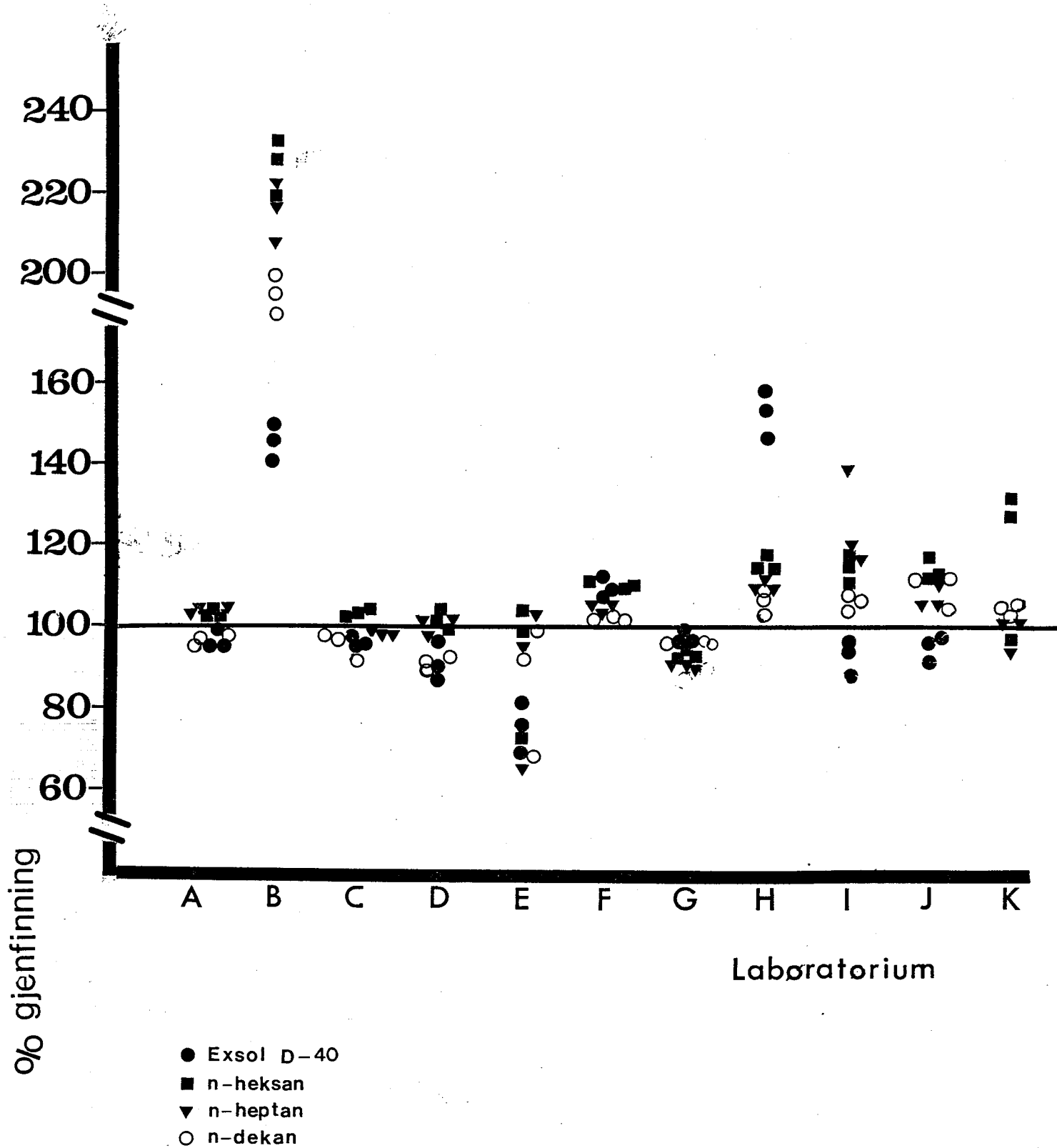
Når det gjelder analysen av alifatene, kan det være naturlig å se på resultatene for n-dekan for seg selv. Bortsett fra det ene laboratoriet som har analysert alle komponenter for høyt hadde laboratoriene en gjenfinning av n-dekan mellom 86% og 111% i alle prøver.

For de mer flyktige alifatene n-heksan og n-heptan var det større spredning i resultatene. Spesielt gjelder dette to av laboratoriene. (Gjenfinning 91% -138%). For de øvrige 8 laboratoriene var gjenfinningen av n-heksan og n-heptan 88%-118%.

Totalt sett viser denne interkalibreringen at kvantitativ analyse av flere alifater sammen og av white spirit kan være problematiske. Resultatene fra forrige interkalibrering tydet på at alle laboratoriene analyserte white spirit for lavt. De nye resultatene fra denne runden kan ikke sies å bekrefte dette.

Fig. 4.1.

Samlet oversikt over alle resultatene angitt i gjenfinnings-%.



VEDLEGG

RESULTATTABELLER

A1.1 - A1.11

Tabell A1.1

a) Analyseresultater fra laboratorium A, datert 4.7.86

Konsentrasjon i $\mu\text{g}/\text{kullrør}$					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
24 A	158	164	163		1.510
29 A	153	158	155		1.463
35 A	155	160	158		1.470
15 B				566	1.633
23 B				580	1.618
53 B				570	1.640

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
24 A	103	104	98	
29 A	103	103	96	
35 A	104	104	97	
15 B				96
23 B				99
53 B				96

Tabell A1.2

a) Analyseresultater fra laboratorium B, datert 15.7.86

Konsentrasjon i $\mu\text{g}/\text{kullrør}$					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
15 A	330	326	166		1.497
97 A	330	326	159		1.438
99 A	330	326	156		1.407
22 B				860	1.663
38 B				860	1.698
42 B				860	1.593

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
15 A	219	209	187	
97 A	228	217	195	
99 A	232	222	199	
22 B				143
38 B				140
42 B				149

Tabell A1.3

a) Analyseresultater fra laboratorium C, datert 13.8.86

Konsentrasjon i $\mu\text{g}/\text{kullrør}$					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
16 A	162	159	167		1.553
20 A	157	153	152		1.497
28 A	153	150	157		1.447
34 B				574	1.629
35 B				559	1.604
50 B				556	1.618

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
16 A	103	98	97	
20 A	104	98	92	
28 A	105	99	98	
34 B				97
35 B				96
50 B				95

Tabell A1.4

a) Analyseresultater fra laboratorium D, datert 18.6.86

Konsentrasjon i $\mu\text{g}/\text{kullrør}$					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
73 A	145	148	142		1.451
87 A	158	160	151		1.517
89 A	155	159	153		1.510
91 B				485	1.552
95 B				500	1.555
98 B				547	1.589

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
73 A	99	97	88	
87 A	103	101	90	
89 A	101	101	92	
91 B				86
95 B				89
98 B				95

Tabell A1.5

a) Analyseresultater fra laboratorium E, datert 20.8.86

Konsentrasjon i $\mu\text{g}/\text{kullrør}$					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
* 25 A	110	100	105		1.480
51 A	155	150	150		1.490
59 A	150	160	165		1.500
41 B				370	1.491
51 B				435	1.625
56 B				470	1.600

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
* 25 A	73	65	64	
51 A	103	96	91	
59 B	99	102	99	
41 B				69
51 B				74
56 B				81

* Mulig feil ved prøvepreparering.

Tabell A1.6

a) Analyseresultater fra laboratorium F, datert 20.6.86

Konsentrasjon i $\mu\text{g}/\text{kullrør}$					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
23 A	163	164	168		1.483
27 A	166	167	172		1.510
34 A	166	163	168		1.493
16 B				660	1.694
24 B				650	1.684
57 B				632	1.569

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
23 A	109	106	102	
27 A	108	106	103	
34 A	110	104	102	
16 B				108
24 B				107
57 B				111

Tabell A1.7

a) Analyseresultater fra laboratorium G, datert 24.7.86

Konsentrasjon i µg/kullrør					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
53 A	143	145	159		1.503
55 A	146	148	160		1.521
96 A	139	143	155		1.438
45 B				591	1.659
55 B				582	1.659
59 B				576	1.636

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
53 A	94	92	95	
55 A	95	93	95	
96 A	96	95	97	
45 B				99
55 B				97
59 B				97

Tabell A1.8

a) Analyseresultater fra laboratorium H, datert 19.8.86

Konsentrasjon i $\mu\text{g}/\text{kullrør}$					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
22 A	181	181	187		1.524
95 A	167	165	163		1.425
98 A	171	168	176		1.457
20 B				881	1.545
28 B				834	1.579
29 B				882	1.596

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
22 A	118	114	111	
95 A	116	111	103	
98 A	116	111	109	
20 B				158
28 B				146
29 B				153

Tabell A1.9

a) Analyseresultater fra laboratorium I, datert 11.8.86

Konsentrasjon i $\mu\text{g}/\text{kullrør}$					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
45 A	170	190	180		1.521
81 A	170	180	170		1.493
88 A	170	210	170		1.457
63 B				560	1.622
67 B				500	1.600
97 B				530	1.569

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
45 A	110	119	107	
81 A	113	115	103	
88 A	116	138	106	
63 B				95
67 B				86
97 B				93

Tabell A1.10

a) Analyseresultater fra laboratorium J, datert 25.7.86

Konsentrasjon i µg/kullrør					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
21 A	173	171	185		1.497
50 A	167	165	172		1.483
57 A	162	159	176		1.438
25 B				565	1.643
27 B				549	1.648
43 B				581	1.648

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
21 A	115	110	111	
50 A	111	106	105	
57 A	112	106	111	
25 B				95
27 B				92
43 B				97

Tabell A1.11

a) Analyseresultater fra laboratorium K, datert 23.8.86

Konsentrasjon i $\mu\text{g}/\text{kullrør}$					
Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40	Luftvolum i liter
38 A	153	149	158		1.557
68 A	172	150	146		1.416
77 A	184	154	151		1.451
62 B				-	1.607
73 B				-	1.582
88 B				-	1.589

b) Gjenfinnings-%

Prøve nr.	n-heksan	n-heptan	n-dekan	Exsol D40
38 A	97	91	92	
68 A	120	101	93	
77 A	125	101	94	
62 B				-
73 B				-
88 B				-